



**HAL**  
open science

# Étude rhéologique et texturale de dispersions alimentaires : essai de quantification de leur complexité structurale au moyen du concept de géométrie fractale

Karine Maurer

## ► To cite this version:

Karine Maurer. Étude rhéologique et texturale de dispersions alimentaires : essai de quantification de leur complexité structurale au moyen du concept de géométrie fractale. Alimentation et Nutrition. Institut National Polytechnique de Lorraine, 1996. Français. NNT : 1996INPL017N . tel-01776362

**HAL Id: tel-01776362**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01776362>**

Submitted on 24 Apr 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## 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>

13600 15271

96 INPL 017N

**INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**  
**Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires**  
**Laboratoire de Physico-Chimie et Génie Alimentaires**

[M] 1996 MAURER, K. **THÈSE**

*présentée à l'I.N.P.L. INPL*  
*par*  
**Service Commun de la Documentation**  
**Nancy-Brabois**

**Karine MAURER**

*pour obtenir le grade de*

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**  
**Spécialité : Biotechnologies et Industries Alimentaires**

---

**Sujet :**

**ÉTUDE RHÉOLOGIQUE ET TEXTURALE DE DISPERSIONS ALIMENTAIRES.**  
**ESSAI DE QUANTIFICATION DE LEUR COMPLEXITÉ STRUCTURALE AU**  
**MOYEN DU CONCEPT DE GÉOMÉTRIE FRACTALE.**

*Soutenue publiquement le 26 janvier 1996 devant la commission d'examen*

*Membres du jury*

**Président :** M. J. L. GREFFE, Professeur (Ecole des Mines, Nancy)

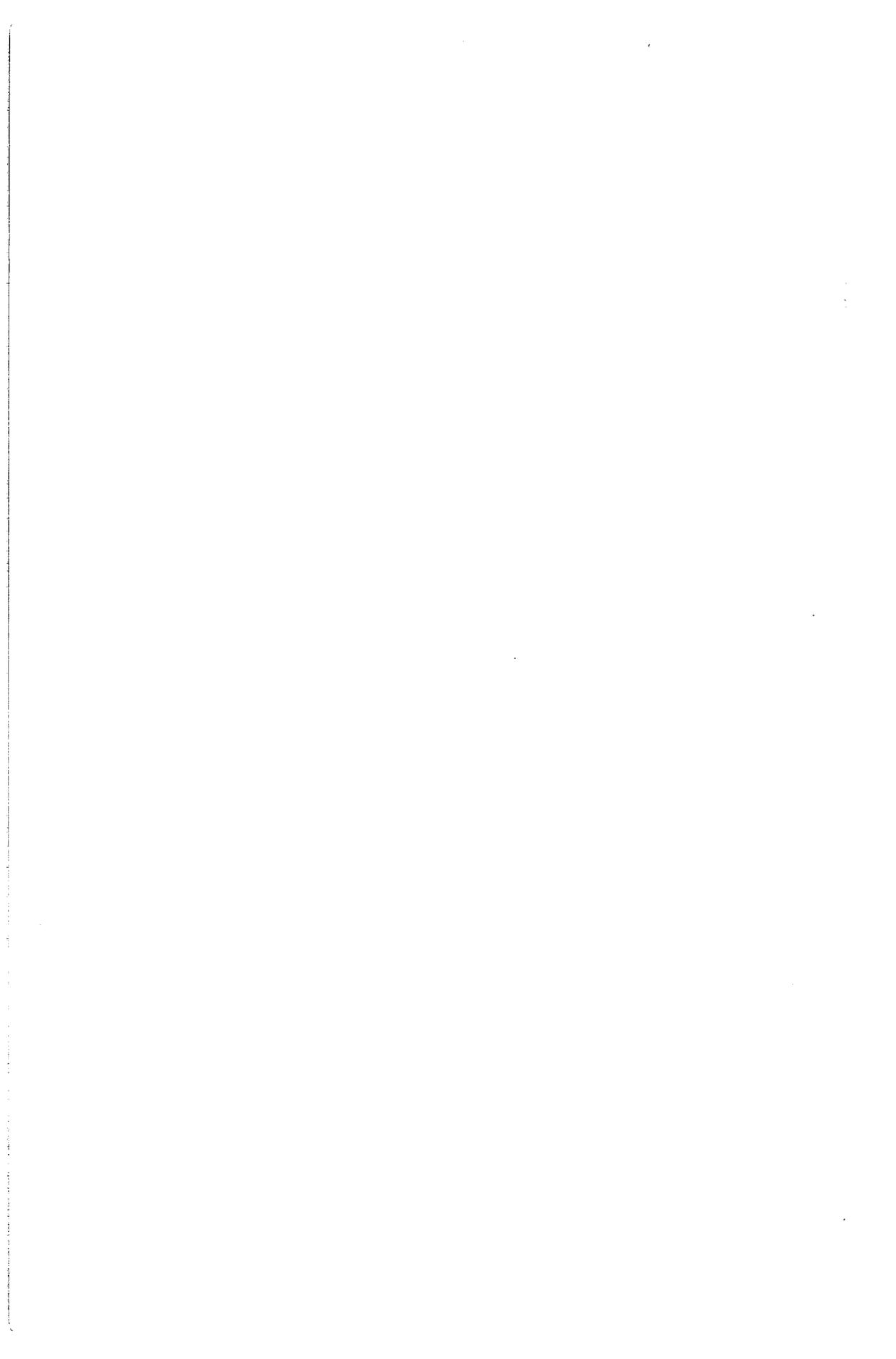
**Rapporteurs :** M. G. CUVELIER, Professeur (E.N.S.I.A., Massy)  
M. F. SAUVAGEOT, Docteur ès Sciences (E.N.S.B.A.N.A., Dijon)

**Examineurs :** M. J. HARDY, Professeur (E.N.S.A.I.A., Nancy)  
M. T. KRAVTCHENKO, Ingénieur de Recherche (Centre de Recherche  
SYSTEMS BIO INDUSTRIES, Carentan)  
M. G. MAURICE, Professeur (I.N.P.L., Nancy)



*Notre esprit ne paraît destiné qu'à raisonner sur les choses  
que nos sens découvrent. Les microscopes et les lunettes  
nous ont pour ainsi dire donné de nouveaux sens au-dessus  
de notre portée; tels qu'ils appartiendraient à des intelligences  
supérieures, et qui mettent sans cesse la nôtre en défaut.*

*Pierre Moreau de MAUPERTUIS*



*A ma mère, à mon père  
A ma soeur, à Sarah  
Avec tout mon amour*



**Avant-propos**



## Avant-propos

Ce travail de recherche a été réalisé au laboratoire de Physico-chimie et Génie Alimentaires de l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires. Je remercie chaleureusement mon Directeur de recherche, Joël HARDY, Professeur de Physico-chimie appliquée à l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires, de m'avoir accueillie dans son laboratoire et de m'avoir fait découvrir le monde passionnant des fractales ainsi que de l'enthousiasme qu'il a porté sur mon sujet.

Je remercie particulièrement Monsieur F. SAUVAGEOT, Docteur ès Sciences en Sciences des Aliments et Ingénieur de Recherche à l'Ecole Nationale Supérieure de Biologie Appliquée à la Nutrition et à l'Alimentation de Dijon et Monsieur G. CUVELIER, Professeur en Sciences des Aliments à l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Alimentaires de Massy d'avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail.

Mes remerciements vont également à Monsieur J.L. GREFFE, Professeur à l'Ecole des Mines de Nancy et à l'Ecole de Géologie de Nancy, pour avoir accepté de présider ce jury et pour les nombreuses discussions qui ont été source de lumière pour mon travail. Je remercie enfin Monsieur G. MAURICE, Professeur de mécanique à l'Institut National Polytechnique de Lorraine et Mr T. KRAVTCHENKO, Ingénieur de Recherche au centre de recherche de SYSTEMS BIO INDUSTRIES d'avoir accepté de prendre part à ce jury.

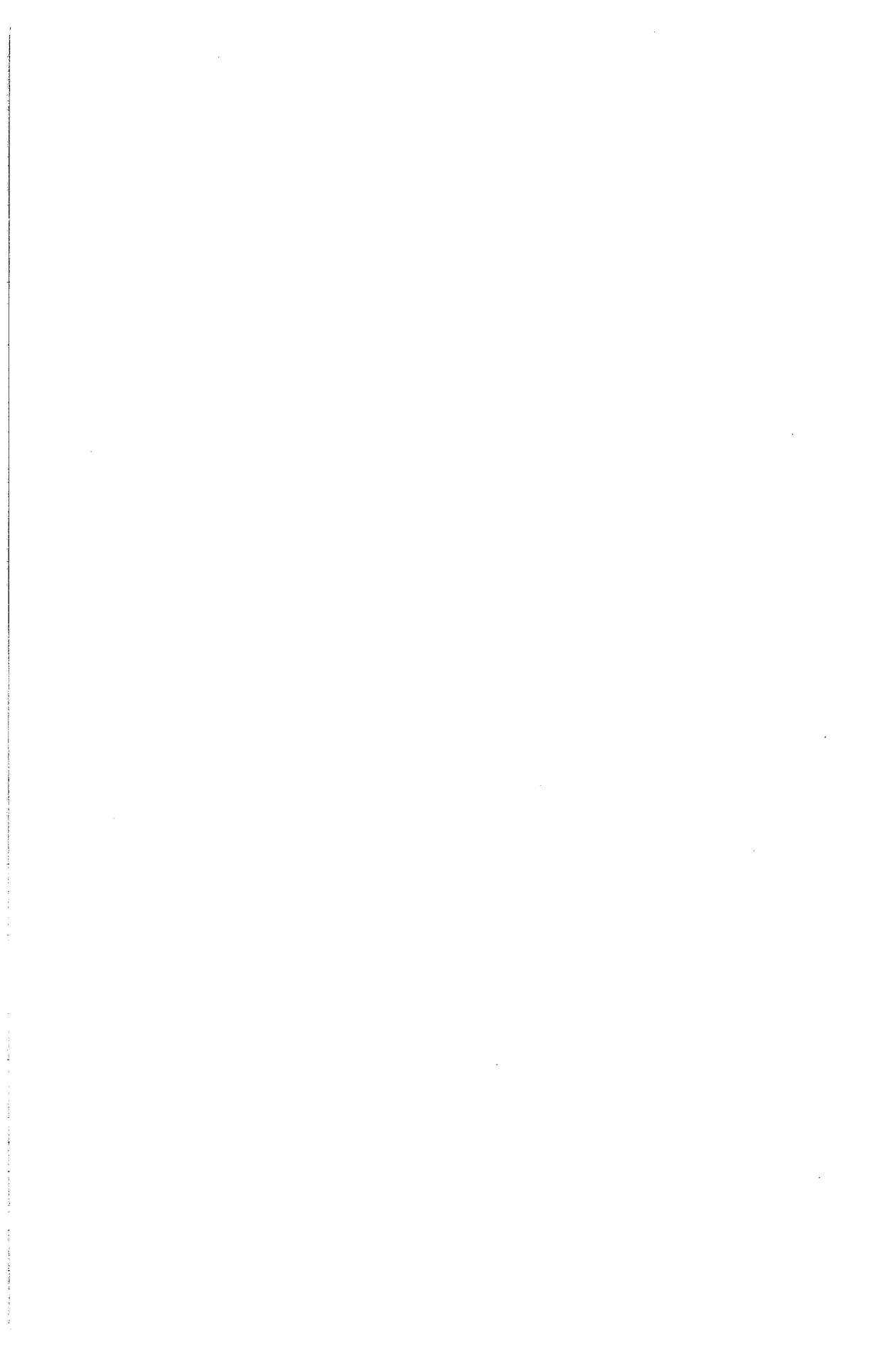
Toute mon affection à Carole et Christian pour tous les instants de bonheur partagés et leur présence inestimable à toute épreuve.

Merci à tous ceux du labo qui m'ont tant apportée. Et tout particulièrement mille mercis à Catherine pour nos fou-rires du mardi soir et nos p'tits déj' du samedi matin, à Marie-Laure pour son aide précieuse et sa bonne humeur quotidienne, à Marie-Noëlle pour sa joie de vivre et son enthousiasme, à Nathalie pour tant de gentillesse, Angèle pour sa grande disponibilité, Sylvie et Stéphane pour leur optimisme débordant, Michel pour son perfectionnisme et Muriel d'être Muriel.

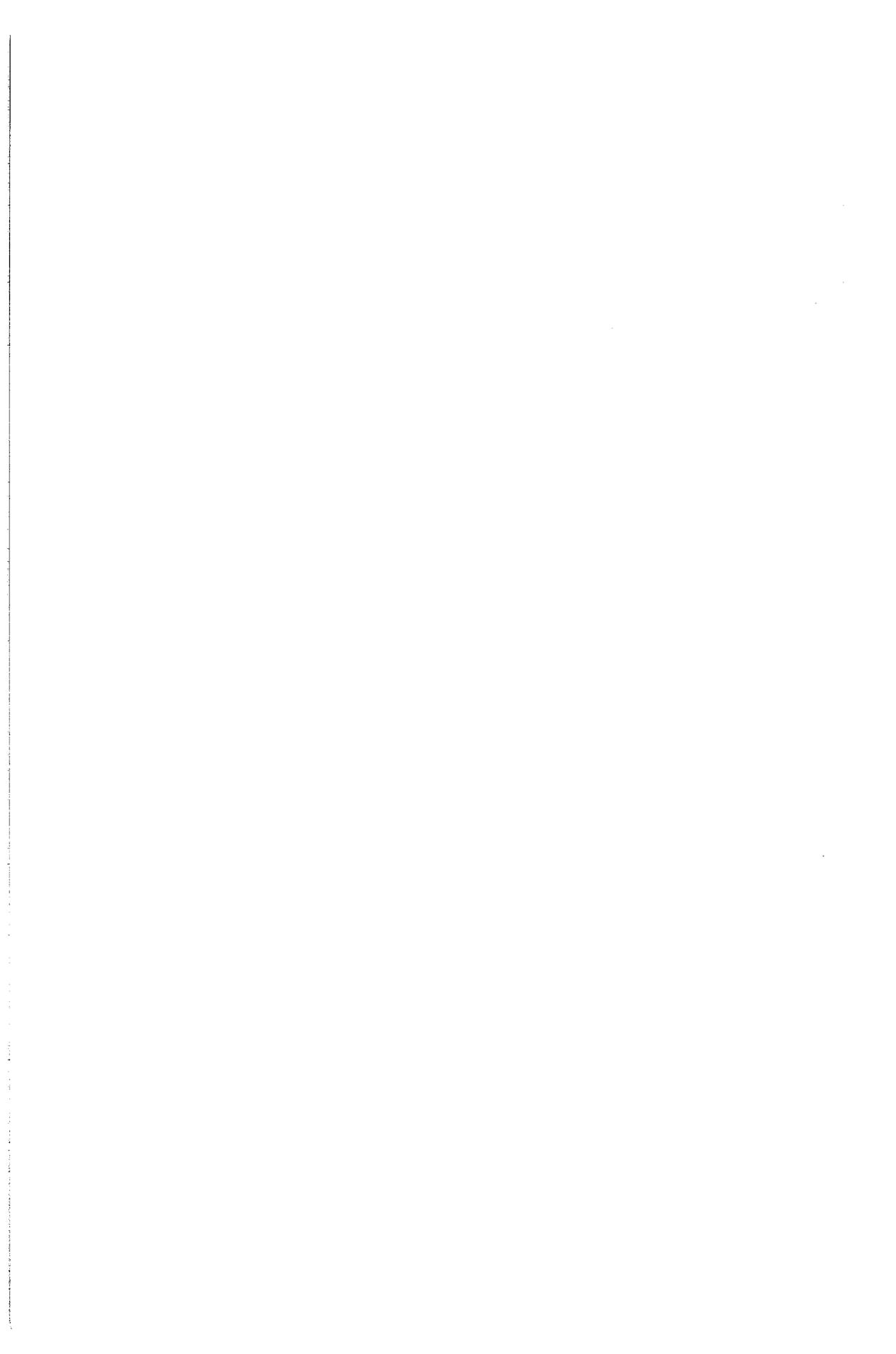
Merci à tous les autres, Mustapha, Belfort, Atila, Nathalie, Yacouba, Claude, Michel José, Bénédicte, Raquel et tous ceux qui m'excuseront de ne pas les avoir cités mais qui ont contribué à la bonne ambiance du labo par leur personnalité et la richesse de leur culture.

Merci aux membres du jury d'analyse sensorielle pour leur motivation constante pendant ces trois années de dégustations hétéroclites.

Et sans oublier mes amis les plus chers, Véronique, Michèle, Cécile, Guillaume, Anne, Pascale, Jérôme, Carlos, Imelda, Michel et François qui sont pour moi source de vie et de bonheur.



## *Sommaire*



# Sommaire

## *Nomenclature*

<i>Introduction générale</i> .....	1
------------------------------------	---

## *Chapitre I - Revue bibliographique*

I.1 - Introduction .....	11
I.2 - Etude des relations entre la composition, la structure et les propriétés rhéologiques et sensorielles des dispersions alimentaires.....	13
I.3 - Etude de la structure des produits alimentaires.....	23
I.4 - Mesures instrumentales de la texture .....	27
I.5 - Propriétés sensorielles des dispersions alimentaires .....	33
I.6 - Utilisation de concepts issus de la dynamique des systèmes complexes.....	45

## *Chapitre II - Matériels et Méthodes*

II.1 - Dispersions alimentaires étudiées, méthodes d'analyse et d'exploitation des données.....	67
II.2 - Protocole de fabrication, paramètres physico-chimiques et structuraux des dispersions expérimentales et commerciales.....	69
II.3 - Méthodes rhéologiques employées pour la caractérisation des dispersions alimentaires.....	76
II.4 - Mise en place d'un jury d'analyse sensorielle.....	85
II.5 - Dimension fractale de la texture mesurée par analyse d'images sur les profils en extrusion capillaire.....	95
II.6 - Théorie mathématique de l'analyse de Fourier .....	101



### **Chapitre III - Résultats et Discussion**

III.1 - Etude des relations entre les propriétés rhéologiques et sensorielles des dispersions expérimentales.....	113
III.2 - Etude des propriétés rhéologiques et sensorielles de dispersions alimentaires commerciales .....	142
III.3 - Modèle psychorhéologique pour les dispersions modèles et les dispersions commerciales .....	171
III.4 - Relation entre la structure et les propriétés mécaniques et sensorielles des dispersions alimentaires.....	177
III.5 - La dimension fractale apparente et le spectre de Fourier peuvent-ils aider à quantifier l'hétérogénéité de structure des dispersions ? .....	181
 <b>Conclusion générale.....</b>	 191
 <b>Références bibliographiques.....</b>	 197
 <b>Annexes.....</b>	 217



## Nomenclature

### **Notations générales**

$d_{\text{moyen}}$  : diamètre moyen des particules dispersées ( $\mu\text{m}$ )  
 $d_{\text{vs}}$  : diamètre moyenné volume-surface des particules dispersées ( $\mu\text{m}$ )  
EST : extrait sec total (%)  
IR : Infra-rouge  
MEB : Microscope électronique à balayage  
MET : Microscope électronique à transmission  
MG : matière grasse ou teneur en matière grasse (%)  
MS : matière sèche ou teneur en matière sèche (%)  
MSNG : matière sèche non grasse ou teneur en matière sèche non grasse (%)  
P : pression d'homogénéisation (MPa)  
p : probabilité  
r : coefficient de régression linéaire

### **Analyse sensorielle**

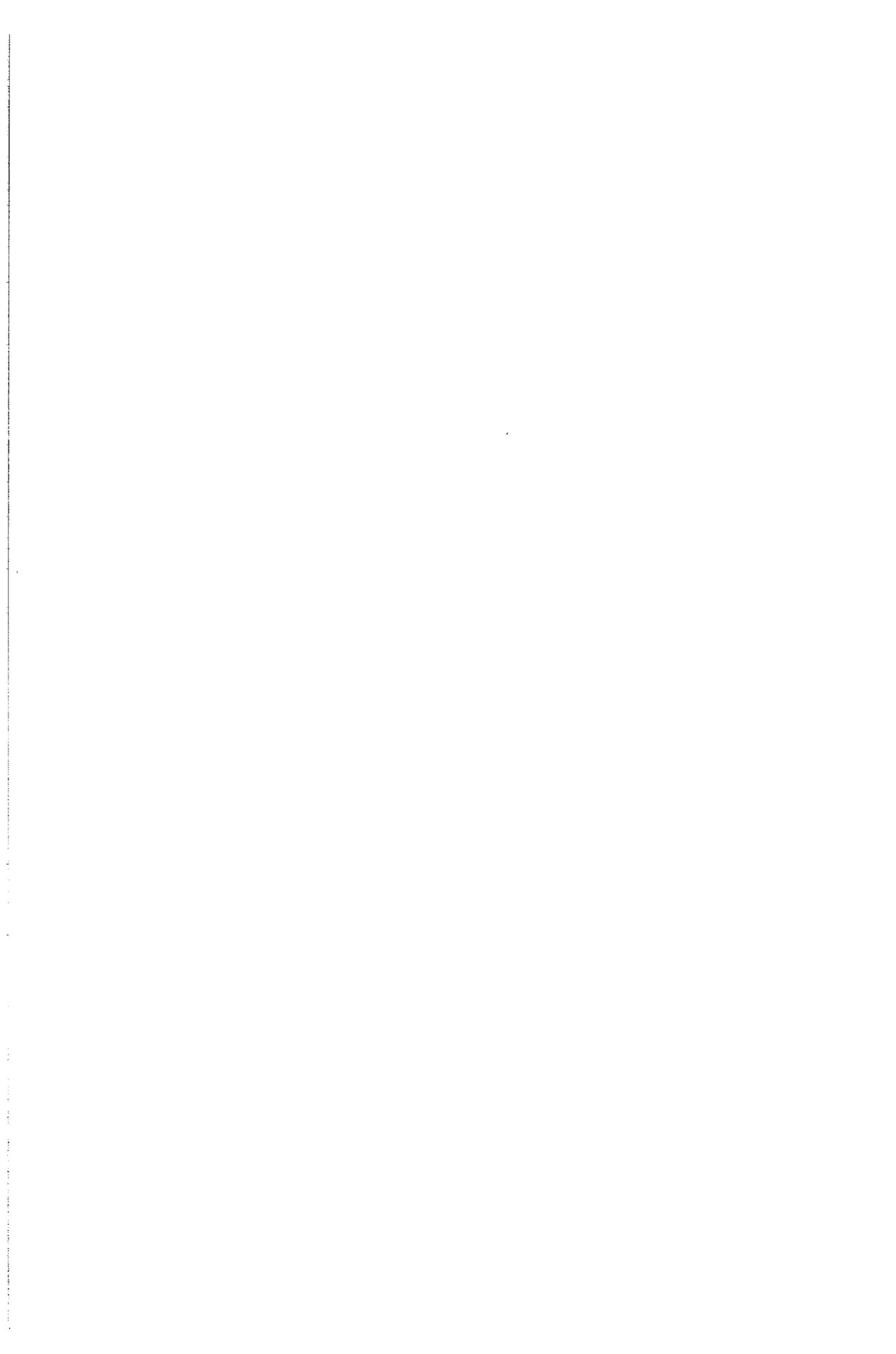
adher : caractère sensoriel adhérent  
homog : caractère sensoriel homogène  
micro : caractère sensoriel microhétérogène  
onct : caractère sensoriel onctueux  
TPA : analyse de profil de texture (*Texture Profile Analysis*)

### **Rhéologie**

$A_1$  : aire de thixotropie (Pa/s)  
 $G'$  : module d'élasticité (Pa)  
 $G''$  : module de viscosité (Pa)  
 $\omega$  : fréquence d'oscillation (rad/s)  
 $\tau$  : contrainte de cisaillement (Pa)  
 $\tau_e$  : contrainte d'extrusion capillaire (Pa)  
 $\tau_{ys}$  : seuil d'écoulement statique (Pa)  
 $\dot{\gamma}$  : vitesse de cisaillement ( $\text{s}^{-1}$ )

### **Traitement du signal**

A : amplitude moyenne des spectres de puissance (Hz)  
D : dimension fractale apparente  
 $D_s$  : dimension fractale apparente structurale  
 $D_T$  : dimension fractale apparente texturale  
FFT : transformée de Fourier rapide (*Fast Fourier Transform*)  
L : longueur des courbes obtenues en extrusion capillaire  
m : intervalle de temps  
n : épaisseur des courbes obtenues en extrusion capillaire  
 $\psi_m$  : fonction d'autocorrélation



## **Introduction**



## Introduction générale

L'étude des propriétés sensorielles des aliments et notamment l'ajustement de leurs propriétés texturales telles que l'onctuosité pour des crèmes dessert, le craquant ou le croustillant pour des biscuits apéritifs, le caractère aéré pour des mousses ou la tendreté pour de la viande, a permis une diversification importante des produits alimentaires. La texture apparaît en fait comme une composante de la qualité de l'aliment et pour estimer cette qualité, il est nécessaire de prendre en compte un ensemble de caractéristiques physico-chimiques, structurales, mécaniques et sensorielles. Une approche classique de la formulation des aliments consiste à relier la composition avec les propriétés sensorielles. On admet généralement que la texture est une de ces propriétés sensorielles. Relier directement les caractéristiques texturales et la composition ne permet pas de prendre en compte l'organisation des constituants du produit, à savoir la structure.

Certains aliments présentent une structure homogène mais la plupart d'entre eux sont hétérogènes et de ce fait, l'hétérogénéité peut être une caractéristique de sa qualité. Des aliments traditionnels tels que les viandes, les fromages, les fruits, les pâtisseries, ... sont extrêmement hétérogènes. Une confiture de bonne qualité sera plutôt hétérogène alors qu'une gelée sera appréciée, au contraire, pour son caractère lisse et homogène.

Dans ce travail, on s'intéresse à un ensemble d'aliments à consistance semi-solide tels que les crèmes dessert, les purées, la mayonnaise, les fromages frais, ... qui sont particulièrement appréciés pour l'onctuosité et le caractère lisse qu'ils développent en bouche. Cette catégorie de produits, souvent regroupés sous le terme de dispersions, est consommée dans toutes les couches de la population, des enfants en bas âge jusqu'aux personnes âgées. Cependant, la maîtrise du procédé de fabrication de ces dispersions est parfois difficile. En effet, elles présentent des micro- ou macrostructures souvent très complexes et pas toujours reproductibles. Il incombe aux chercheurs de comprendre la structure de ces matériaux alimentaires et leur influence sur les propriétés texturales perçues par le consommateur pour envisager le développement de nouveaux produits alimentaires et l'optimisation des procédés de préparation ou de transformation.

Des efforts considérables ont été effectués pour mettre au point des méthodes d'étude des structures alimentaires; cependant les relations de ces dernières avec les propriétés fonctionnelles ou sensorielles ont été peu étudiées. La perception d'une caractéristique est un ensemble de sensations complexes. Les interactions qui se produisent entre les différents constituants de l'aliment, par exemple entre les éléments de la phase dispersée et de la phase continue, interviennent dans la perception texturale. D'autres paramètres extérieurs interviennent tels que la dilution dans la salive, la température dans la bouche ou l'application d'une contrainte mécanique avant ou pendant la dégustation.

Par ailleurs, il n'y a pas un mais plusieurs stimuli de la perception texturale et l'on ne sait pas bien sur quelles propriétés physico-chimiques ou mécaniques il faut agir pour modifier la structure afin d'intervenir sur l'appréciation sensorielle de la texture. C'est à ce niveau que se situent aujourd'hui les besoins de connaissances du formulateur de nouveaux produits. Un autre besoin de connaissance est la mise au point d'instrumentations pour remplacer ou simuler un jury d'analyse sensorielle. Les relations entre les paramètres sensoriels et les paramètres instrumentaux constituent ce qu'on appelle le domaine de la psychorhéologie.

Globalement, on voit la nécessité de développer une chaîne de connaissances entre la composition d'un produit, sa structure, ses propriétés mécaniques et ses propriétés texturales sensorielles. Cette démarche est celle, bien connue en Science des Matériaux, qui vise à comprendre, à partir de paramètres descriptifs de la structure, les propriétés mécaniques de divers matériaux (polymères, céramiques, alliages, ciments, ...) et pouvoir modifier, à partir de cette connaissance de base, leurs propriétés d'usage. C'est, dans cet esprit, que Stanley (1994) présente une nouvelle approche de la création de nouveaux produits en proposant le développement de méthodes en Science des Matériaux Alimentaires. Une des grandes difficultés du développement de modèles entre la structure et les propriétés d'usage consiste justement à quantifier par des valeurs numériques la structure, en particulier pour les matériaux hétérogènes. Par ailleurs, l'hétérogénéité étant elle-même une caractéristique de qualité pour certains produits, comment la quantifier ?

L'objectif de notre travail a été de développer une nouvelle approche pour quantifier l'hétérogénéité de la structure des matériaux alimentaires en utilisant le concept de géométrie fractale développé par Mandelbrot au début des années 1970. Son utilisation en Science des Aliments a été suggérée par Kaye en 1978 et ce concept a été précocement appliqué par Peleg dès 1985 pour décrire l'irrégularité des contours des particules de poudres alimentaires et le craquant des biscuits. La mesure de la fractalité s'applique à des objets naturels et irréguliers présentant une ressemblance à plusieurs niveaux d'observation (macro- et microstructure) se traduisant physiquement ou mathématiquement par l'autosimilarité ou l'autoaffinité. Dans le domaine alimentaire, on cite souvent l'exemple très pédagogique du brocoli où la détermination d'une dimension fractale apparente permettrait de décrire la complexité de cet aliment.

Un système complexe est, selon Le Moigne (1990), "un système que l'on tient pour irréductible à un modèle fini, aussi compliqué, stochastique, sophistiqué que soit ce modèle, quelle que soit sa taille, le nombre de ses composants, l'intensité de leurs interactions ..."

Dans les techniques de traitement du signal, la dimension fractale est aussi utilisée pour mesurer la complexité de signaux et est employée pour quantifier des irrégularités apparemment chaotiques telles que l'évolution des échanges boursiers à Wall Street, les arythmies cardiaques ou des épidémies. Quand on consomme un produit alimentaire

hétérogène tel qu'un petit-suisse, une purée de marron ou un biscuit, ceux-ci sont soumis pendant la mastication à des contraintes faisant apparaître des signaux de déformation d'une grande complexité. Notre hypothèse est que les méthodes habituellement utilisées en traitement du signal (Transformée de Fourier) pour étudier la dynamique de systèmes évolutifs pourraient aussi être appliquées pour caractériser la réponse physique d'un aliment soumis à une sollicitation.

Autrement dit, notre étude s'est focalisée sur la description de l'hétérogénéité structurale d'un ensemble d'aliments que nous conviendrons d'appeler dispersions, au travers de la détermination de la dimension fractale ou du spectre de Fourier de leurs profils d'écoulement en extrusion capillaire.

Cette technique a été choisie parce qu'elle simule en partie l'écoulement des aliments entre la langue et le palais. Une publication précédente du laboratoire (Sanchez et Hardy, 1993) a démontré sa validité pour mesurer des propriétés de consistance de produits complexes.

Faisant l'hypothèse que l'hétérogénéité des aliments oriente des qualités sensorielles telles que les caractères lisse, onctueux, homogène, ..., nous nous sommes donnés comme objectif d'examiner les corrélations entre les paramètres sensoriels et les mesures objectives de l'hétérogénéité. Ce travail, d'abord réalisé sur des dispersions dont la technologie de préparation était contrôlée (dispersions de type fromages frais), a été étendu à un ensemble de dispersions commerciales présentant une plus large gamme d'hétérogénéités.

En outre, peu d'études ayant été réalisées, en France, sur les relations plus classiques entre la composition, la structure, les propriétés rhéologiques de ces aliments et leurs propriétés texturales les plus importantes que sont la fermeté, les caractères pâteux et adhérent, ou la perception du caractère gras, il nous a paru indispensable de compléter l'étude de l'hétérogénéité par des mesures de viscoélasticité et d'écoulement.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique sur les relations entre les propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles de dispersions alimentaires et les méthodes mises en oeuvre pour y parvenir. Une partie importante sera consacrée à la géométrie fractale, aux techniques de traitement du signal et à leurs utilisations connues en Science des Aliments.

Dans le second chapitre (Matériels et Méthodes), les produits et les méthodes utilisés dans notre étude en vue de décrire les propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles de dispersions alimentaires créées au laboratoire et de dispersions commerciales seront détaillés. On y développe également les outils mathématiques nécessaires au calcul des dimensions fractales et des spectres de puissance des profils en extrusion capillaire de ces dispersions.

Enfin, dans le troisième chapitre (Résultats et Discussion), les résultats obtenus en rhéologie et en analyse sensorielle pour les dispersions expérimentales et commerciales sont présentés. On discute ensuite des relations entre la structure, les propriétés mécaniques et

sensorielles et de l'intérêt de la quantification de l'hétérogénéité pour comprendre des caractéristiques sensorielles telles que les caractères lisse ou onctueux de ces dispersions. Ce travail a donné lieu directement ou indirectement aux publications suivantes :

### PUBLICATION

K. MAURER et J. HARDY (1996). Rheological and sensorial characterization of semi-solid foods products ; a fractal approach. *J. Texture Stud.*, 27, 1, 41-59.

### COMMUNICATIONS

K. MAURER, C. SANCHEZ et J. HARDY (1992). Application de l'Analyse d'Images à la mesure de la taille des particules dans le yaourt brassé. **Analyse d'Images dans les Procédés Biotechnologiques et Agroalimentaires**. 4 Déc., ENSIA, Massy. FRANCE.

C. SANCHEZ, K. MAURER et J. HARDY (1994). Influence of fat globules size on the rheological properties of a model acid fresh cheese. **Food Macromolecules and Colloids**. 23-25 Mars, Dijon. FRANCE.

K. MAURER et J. HARDY (1995). Apparent fractal dimension of the extrusion profile of a model fresh cheese and psychorheological evaluation of its smoothness. **9<sup>th</sup> World Congress of Food Science and Technology**. 30 Juil.-4 Août, Budapest, HONGRIE.

E. HAUG, K. MAURER et J. HARDY (1995). Determination of apparent fractal dimensions for textural and structural characterization of crackers. **9<sup>th</sup> World Congress of Food Science and Technology**. 30 Juil.-4 Août, Budapest, HONGRIE.

J. HARDY, K. MAURER, M. OULD ELEYA et S. DESOBRY-BANON (1995). Complexité des aliments et dimensions fractales : des outils pour prédire la qualité texturale? **5ème Congrès Français de Génie des Procédés**. 19-21 Sept., Lyon. FRANCE.

*Revue bibliographique*



## Chapitre I - Revue bibliographique

<i>I.1 - Introduction</i> .....	11
<i>I.2 - Etude des relations entre la composition, la structure et les propriétés rhéologiques et sensorielles des dispersions alimentaires</i> .....	13
I.2.1 - Etude des relations entre la composition et les propriétés sensorielles.....	14
I.2.2 - Etude des relations entre la composition ou la structure et les propriétés rhéologiques des dispersions alimentaires.....	16
I.2.3 - Etude des relations entre les propriétés rhéologiques et les propriétés sensorielles.....	20
<i>I.3 - Etude de la structure des produits alimentaires</i> .....	23
I.3.1 - Observation de la structure .....	24
I.3.2 - Description de quelques dispersions alimentaires.....	26
<i>I.4 - Mesures instrumentales de la texture</i> .....	27
I.4.1 - Mesures ou tests imitatifs.....	27
I.4.2 - Méthodes empiriques .....	29
I.4.3 - Paramètres fondamentaux.....	31
<i>I.5 - Propriétés sensorielles des dispersions alimentaires</i> .....	33
I.5.1 - Généralités.....	33
I.5.2 - Perception sensorielle de la texture des dispersions alimentaires.....	34
I.5.3 - Relations entre données sensorielles et expérimentales : la psychorhéologie.....	41
I.5.4 - Les aspects à développer.....	44
<i>I.6 - Utilisation de concepts issus de la dynamique des systèmes complexes</i> .....	45
I.6.1 - Méthodes de quantification de la complexité .....	45
I.6.2 - Etude de profils irréguliers de matériaux alimentaires.....	52
I.6.3 - Fractales et dispersions alimentaires .....	57
I.6.4 - Analyse de Fourier .....	58
I.6.5 - Conclusion .....	60



## I - Revue bibliographique

### I.1 - Introduction

Les dispersions alimentaires sont des mélanges dans lesquels il y a au moins deux phases : une phase continue qui peut être aqueuse (mayonnaise, fromage blanc, ...) ou grasse (margarine, beurre, ...) et une phase dispersée qui peut être constituée de particules solides (suspensions) de gouttelettes liquides (émulsions) ou de bulles de gaz (mousses). Ces dispersions sont stabilisées par l'intermédiaire de polysaccharides (pectines, carraghénanes, ...), de protéines et de divers agents de texture.

La variété des particules dispersées est extrêmement large : globules gras, protéines fibreuses, agrégats protéiques, bulles de CO<sub>2</sub>, cristaux de glace, particules d'amidon, particules de cellulose ou encore des cellules animales ou végétales (Dickinson et Stainby, 1982). Ces dispersions peuvent présenter un caractère homogène, micro- ou macrohétérogène. Par ailleurs, la technologie de préparation de ces dispersions joue un rôle fondamental sur l'hétérogénéité de structure.

En Science des Matériaux (Kurz *et al.*, 1989), les propriétés mécaniques des matériaux dépendent de la nature des liaisons chimiques, de l'arrangement moléculaire, voire atomique, et de la microstructure des composants du système. Les produits alimentaires, tout comme les matériaux inertes, présentent aussi des propriétés de dureté, élasticité, plasticité, viscosité, ...

Pour étudier les propriétés macroscopiques des produits alimentaires, deux approches complémentaires peuvent être employées : l'analyse sensorielle (méthode dite subjective permettant de quantifier les caractéristiques organoleptiques d'un aliment) qui permet de qualifier véritablement l'aliment tel que le percevra le consommateur et l'étude de leurs propriétés mécaniques (méthodes dites objectives visant à étudier la réponse d'un aliment soumis à une contrainte) qui donnent généralement une information fragmentaire sur le produit, nécessitant une validation par l'analyse sensorielle. De nombreux travaux sont en cours sur les propriétés structurales des aliments mais les méthodes d'observation sont souvent très sensibles à l'échantillonnage des produits (microscopie électronique, diffraction X, ...).

Quatre thèmes principaux seront abordés dans cette revue bibliographique : l'observation de la structure, les mesures rhéologiques, l'analyse sensorielle et le traitement de signal.

Le concept de structure est relatif à l'organisation d'un certain nombre d'éléments semblables ou dissemblables, de leur liaison pour former une unité et de l'interaction entre les éléments individuels et les groupes d'éléments (Raeuber et Nikolaus, 1980). Il existe trois niveaux d'observation de la structure : la macrostructure, visible à l'oeil nu, la microstructure observée en microscopie optique ou électronique et enfin les structures moléculaires, souvent appelées ultrastructures et estimées par des méthodes ne faisant pas appel à l'imagerie (diffraction X, résonance magnétique nucléaire ou infrarouge).

Les méthodes rhéologiques qui permettent d'étudier les propriétés mécaniques des dispersions alimentaires sont très nombreuses : compression, pénétrométrie, extrusion capillaire, écoulement, mesures en dynamique, ... Les dispersions peuvent avoir, à l'écoulement, un comportement proche de celui d'un liquide (prédominance du caractère visqueux) ou de celui d'un solide (prédominance du caractère élastique). Les propriétés rhéologiques dépendent des caractéristiques géométriques (forme et distribution) et mécaniques des particules dispersées et de leur concentration relative. La phase continue affecte les propriétés d'écoulement par l'intermédiaire de sa viscosité (Mewis et Spaul, 1976). Les petites particules dispersées dans un fluide subissent le mouvement brownien qui affecte les interactions au sein du système. Dans le cas de dispersions concentrées, l'énergie d'attraction entre deux particules est influencée par une forte concentration en particules.

L'analyse sensorielle est l'examen des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes des sens (AFNOR, 1988). Elle prend en compte l'évaluation de la saveur (saveur et arôme), de l'aspect et de la texture. Dans cette étude, les propriétés sensorielles se sont limitées à l'analyse de la texture. Une définition de la texture a été proposée par l'AFNOR en 1988 comme étant l'ensemble des propriétés rhéologiques et de structure (géométriques et de surface) d'un produit alimentaire, perceptibles par les mécanorécepteurs, les récepteurs tactiles, et éventuellement, par les récepteurs visuels et auditifs. Szczesniak (1991) en donne une définition basée sur les interactions structure-texture. La texture est "une manifestation sensorielle de la structure de l'aliment et la manière dont la structure réagit à l'application de forces, en impliquant les récepteurs visuels, tactiles et auditifs". Il est important d'ajouter que la perception de la texture est un phénomène dynamique.

Pour évaluer cette texture, il est nécessaire de travailler avec un jury d'analyse sensorielle entraîné à l'évaluation de texture.

Enfin, le traitement de signal permet d'extraire de l'information de courbes relatives à un comportement physique. Il permet, grâce à des méthodes telles que l'analyse de Fourier, de mettre en évidence des comportements ou des structures correspondant à des fréquences

caractéristiques. Il est déjà très utilisé en physique des matériaux pour l'analyse de signaux temporels.

Il apparaît donc intéressant de relier ces différentes méthodes entre elles pour comprendre l'influence de la structure sur les propriétés texturales des dispersions alimentaires complexes. C'est dans ce cadre de compréhension des systèmes complexes de type dispersions alimentaires que s'inscrit cette revue bibliographique.

## **I.2 - Etude des relations entre la composition, la structure, les propriétés rhéologiques et sensorielles des dispersions alimentaires**

Les produits alimentaires sont des matériaux biologiques, extrêmement complexes à étudier d'un point de vue microstructural. Ils peuvent être anisotropes (propriétés physiques dépendant de la direction suivant laquelle on les évalue), voir leur forme se modifier durant les traitements technologiques (chauffage, cisaillement, ...), contenir des enzymes capables de modifier la structure. Ils sont composés essentiellement de minéraux, de molécules d'eau, de protéines, de carbohydrates et de lipides (Stanley, 1987).

Une multitude d'évènements structuraux, souvent intercorrélés, se produisent simultanément quand l'aliment est déformé (fissuration, fracture, coalescence de globules gras, déstabilisation du système, ...). Il est donc difficile d'établir exactement les relations de cause à effet liant la structure initiale et la texture du produit fini. La réponse d'un aliment soumis à une contrainte est le résultat de forces agissant au sein de la structure.

La meilleure approche pour définir la texture des aliments est basée sur la question suivante : comment et par quels moyens les réponses sensorielles et mécaniques peuvent-elles être reliées à l'organisation de la structure ? De nombreuses interactions existent entre tous ces niveaux comme le montre la figure I.1.

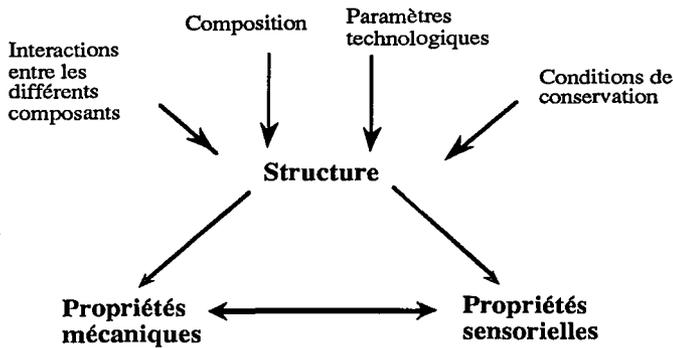


Figure I.1 : Interactions structure-propriétés mécaniques-propriétés sensorielles

Dans un grand nombre de cas, la structure interne des matériaux est composée de grains ou de particules de taille microscopique. Ces particules ont une morphologie déterminée et constituent la microstructure. Une modification contrôlée de la microstructure permet à l'ingénieur en matériaux d'obtenir une large gamme de propriétés d'usage (aspect lisse ou granuleux, résistance à une contrainte, élasticité ou plasticité, ...). Il en est de même pour les matériaux alimentaires, le secteur agro-alimentaire étant sans cesse à la recherche de nouveaux produits pour satisfaire le consommateur.

Il y a une vingtaine d'années, les chercheurs ont réalisé l'importance de comprendre les relations entre la texture et la microstructure des aliments et des études ont été réalisées pour expliquer ces interactions. Les premières études concernaient essentiellement les interactions entre la composition, d'une part, et les paramètres de texture, les propriétés sensorielles ou structurales d'autre part. Notre laboratoire s'intéresse depuis quelques années à la compréhension des relations entre la structure, les propriétés mécaniques, fonctionnelles ou sensorielles en vue de développer de nouveaux produits. Il s'intéresse également aux possibilités d'application des techniques de traitement de signal dans le domaine alimentaire.

### **I.2.1 - Etude des relations entre la composition et les propriétés sensorielles**

Il n'est pas possible de donner une liste exhaustive du très grand nombre de travaux réalisés dans ce domaine. Quelques exemples pertinents pour notre étude seront seulement cités ici. Parmi les études classiques, il existe des travaux sur les relations entre des

caractéristiques sensorielles telles que la fermeté ou le caractère gras et des paramètres de composition.

Dans le cas de laits gélifiés, le caractère lisse augmente avec la concentration en agent de texture (Modler *et al.*, 1983) et en matières grasses (Marshall, 1990). La concentration en protéines intervient dans la perception de la fermeté. Biliaderis *et al.* (1992) ont montré que le rapport azote caséinique/azote non caséinique influençait la structure et la fermeté sensorielle du yaourt.

Dans le cas des crèmes dessert et des soupes, Daget et Joerg (1987, 1991) ont relié la concentration en agents épaississants (gommes xanthane) avec le caractère épais ou la viscosité de ces produits. La fermeté sensorielle, très étudiée, augmente avec une forte concentration en épaississant (Muñoz, 1986) et une faible concentration en matières grasses insaturées (Jack et Paterson, 1992; Adda *et al.*, 1982).

Enfin, des études ont montré que la fermeté sensorielle du cheddar augmentait lorsque la concentration en sel (NaCl) et le degré d'acidité augmentait et lorsque la concentration en matières grasses diminuait (Vassal *et al.*, 1986; Stampanoni et Noble, 1991; Jack et Paterson, 1992).

Plus récemment, les travaux scientifiques ont porté sur d'autres termes texturaux encore peu étudiés à ce jour. En particulier dans le domaine sensoriel, des descripteurs tels que les caractères crémeux, cohésif, gras ou masticable ont été reliés à la composition de produits alimentaires. Par exemple, pour le consommateur, le caractère crémeux, couramment utilisé pour décrire des produits liquides ou semi-solides, est souvent révélateur de sa qualité texturale. L'augmentation de la concentration en matière grasse va augmenter la perception du caractère crémeux (Richardson *et al.*, 1993). La concentration en matière grasse n'explique cependant pas, à elle seule, l'évolution de cette perception. Cette dernière dépend également de la technologie du produit et donc de sa structure.

Dans le cas de dispersions laitières telles que la crème, une augmentation de la concentration en matière grasse accentue le caractère "glissant" du produit (Richardson *et al.*, 1993). En fait, il apparaît que le caractère crémeux d'un produit est dû à la combinaison de globules gras de petites tailles (aspect épais) et d'une viscosité élevée du produit (aspect lisse et glissant). La plupart des études s'intéressant aux relations entre composition et propriétés sensorielles ont été réalisées sur des produits laitiers et ne donnent pas d'informations sur d'autres types de produits (purée de fruits, de légumes, ...).

Récemment, on peut noter un intérêt particulier pour le descripteur "fat-mouthfeel" qui regroupe des propriétés d'onctuosité et de caractère gras. Ces études sont réalisées en vue de développer des additifs alimentaires remplaçant la matière grasse sans altérer la perception de la texture et du goût.

## I.2.2 - Etude des relations entre la composition ou la structure et les propriétés rhéologiques des dispersions alimentaires

La concentration des composants d'un système (protéines, lipides, polysaccharides, minéraux, ...) influence-t-elle ses propriétés rhéologiques ? De nombreuses études l'ont prouvé mais la composition n'explique pas, à elle seule, tous les phénomènes qui conduisent à une texture donnée. Les paramètres technologiques tels que la température ou le degré de cisaillement agissent sur l'état de dispersion en modifiant la forme ou l'énergie de liaisons des particules. Ces paramètres permettent de faire varier le degré de consistance ainsi que la granulosité des produits. Quelques exemples relatifs aux interactions entre la composition et la structure sont regroupés dans le tableau I.1.

Tableau I.1 : Exemples de composants chimiques participant à la structure

Produit	Changement structural	Composant	Auteurs
Produits laitiers	Matrice protéique plus ou moins dense	Concentration en protéines	Modler et Kalab, 1983
Produits céréaliers Mousses	Taille et distribution des alvéoles	Eau	Peleg et Normand, 1993 Lillford, 1989
Fruits frais	Tissu fibreux	Pectines	Chen <i>et al.</i> , 1992
Produits carnés	Dispersion des globules gras affectant la stabilité de l'émulsion	Matière grasse	Lee, 1985

### 1.2.2.1 - Rôle de la phase dispersée sur les propriétés rhéologiques

#### a - Effet de la teneur en eau

Lorsque la phase dispersée est constituée par l'eau, comme pour le beurre ou la margarine, son rôle est primordial. Les besoins et les demandes en aliments basses calories obligent les chercheurs à diminuer la teneur en matière grasse et donc augmenter la teneur en eau. La dispersion et la concentration en eau rendent le système instable si les gouttelettes ne sont pas correctement distribuées dans la phase grasse (Dickinson et Stainby, 1982).

*b - Effet de la teneur en matière grasse*

La matière grasse joue un rôle crucial dans la perception de la texture des dispersions alimentaires. Elle est à la base de sensations fondamentales en bouche. Dans les liquides alimentaires, elle participe à la viscosité de la phase continue et en conséquence, influence directement la perception sensorielle des caractères crémeux ou visqueux. Daget et Joerg (1987) ont développé un modèle simple de perception de ces caractères dans la cavité buccale. Dans le cas des fromages fondus, la matière grasse a un rôle plus complexe et intervient sur le mécanisme de fracture de la structure (Marshall, 1990). Le degré de fracture dépend des propriétés physico-chimiques de la matière grasse et du type d'interaction avec la matrice environnante. Dans le cas d'un gel composite constitué d'une matrice protéique contenant des globules gras, les propriétés de fracture sont dépendantes du module de déformation de la matrice et de la matière grasse. Si le module de déformation de la matrice est supérieur au module de déformation de la matière grasse (comme c'est le cas pour la matière grasse liquide), la fracture passe par la phase grasse. Si le phénomène inverse a lieu (dans le cas de matière grasse solide), la fracture se produit à travers la matrice protéique ou à l'interface matrice-globules gras (Marshall, 1990).

Stampanoni et Noble (1991) ont montré qu'une augmentation de l'adhésivité d'un fromage, mesurée par un test de double morsure, pouvait être reliée à une hausse de la concentration en matières grasses.

Dans le cas de gels de surimi (Dumay *et al.*, 1993), la gamme de teneurs en huile et en matière sèche étudiée permet de décliner une série d'émulsions gélifiées stables et de textures variées (fermeté plus ou moins grande, finesse de l'émulsion et onctuosité plus ou moins marquées).

*c - Effet de la présence de particules solides dispersées*• Cas général

Les deux principaux facteurs affectant la texture sont la taille et la forme des particules. D'après les théories en rhéologie des suspensions, les petites particules en suspension qui ont une aire interfaciale plus élevée donnent des viscosités élevées. Pour les particules de diamètre supérieur à 10  $\mu\text{m}$ , la viscosité augmente de façon linéaire avec le diamètre des particules (Jinescu, 1974).

La plupart des modèles utilisés pour décrire le comportement rhéologique d'une dispersion assimilent les particules dispersées à des sphères indéformables. Cette approximation est valable dans le cas des globules gras ou des gouttelettes d'eau mais ne l'est plus dans le cas de cristaux (beurre) ou de particules de pectines ou d'amidon (purée de fruits ou de légumes).

La forme de la particule va essentiellement agir au niveau des interactions entre les différents composants. Une particule sphérique ne produira pas les mêmes forces d'attraction qu'une particule non sphérique.

La concentration en particules dispersées joue un rôle important sur la viscosité du produit. Des études, menées sur du double concentré de tomates, ont mis en évidence cet effet (Rao *et al.*, 1981; Yoo et Rao, 1994).

#### • Cas particulier d'un gel

Des études réalisées sur des dispersions de type gels (yaourts) ont montré que la fermeté du gel augmentait avec la concentration en protéines et plus particulièrement avec l'ajout de caséinates, de poudre de lait écrémé ou de concentré de protéines de lait. Dans le cas de concentré protéiques de lactosérum, les gels obtenus étaient moins fermes (Modler *et al.*, 1983). Ces auteurs obtiennent une fermeté de gel maximale et un taux de synérèse minimal avec l'ajout de caséinate de sodium. Il apparaît cependant que le produit n'a pas une texture très lisse, caractère important pour le consommateur. Biliaderis *et al.* (1992) ont étudié les facteurs influençant la texture du yaourt et ont remarqué, grâce à des mesures en dynamique, que la rigidité du gel était essentiellement gouvernée par la teneur en extrait sec total (EST) et non par la cinétique de coagulation.

#### ***1.2.2.2 - Rôle de la phase continue sur la texture des dispersions alimentaires***

La phase continue est souvent de l'eau (ex : gels). L'eau est particulièrement importante dans un système dispersé. Elle hydrate les protéines et interagit avec les autres constituants du système (sels, minéraux, ...) par l'intermédiaire de liaisons hydrogène ou crée des forces de répulsion avec la matière grasse (Dickinson et Stainsby, 1982). Ces interactions modifient la structure et donc la texture du produit fini. L'eau est souvent considérée comme sans structure. En réalité, c'est principalement l'association des molécules d'eau entre elles et avec d'autres composants qui détermine la structure de base des aliments. L'affinité d'un produit pour l'eau explique sa solubilité et de ce fait des propriétés rhéologiques telles que la viscosité. L'addition de sels minéraux modifie cette affinité pour les autres constituants. Lorsque la phase continue est de la matière grasse, les éléments dispersés peuvent également être de la matière grasse mais sous forme de cristaux. L'état de cristallisation doit être parfaitement contrôlé pour aboutir à une texture idéale.

Ces quelques exemples suffisent à illustrer la nécessité de relier les propriétés rhéologiques d'une dispersion non seulement à leur composition mais également à des paramètres de mesure directe de la structure.

### 1.2.2.3 - Modèles explicatifs

Les études concernant l'influence de la composition sur la structure d'un produit alimentaire hétérogène ne sont pas très nombreuses ou sont purement descriptives. Les lois sont souvent très complexes et concernent des réactions qui se produisent au niveau microscopique. Ces lois ne peuvent pas toujours être généralisées à l'ensemble du produit, c'est-à-dire à sa macroscopie.

De nombreux auteurs se sont attachés à développer des relations mathématiques entre des paramètres de composition ou de structure et certaines propriétés rhéologiques. On peut citer par exemple la relation d'Einstein (I.1) qui relie la viscosité d'une émulsion newtonienne à sa fraction volumique par l'équation suivante :

$$\eta = \eta_0(1 + a\phi) \quad (\text{I.1})$$

où :  $\eta$  est la viscosité au temps  $t$   
 $\eta_0$  est la viscosité au temps  $t = 0$   
 $\phi$  est la fraction volumique  
 et  $a$  est une constante égale à 2,5

Pour être vérifiée, cette relation nécessite de considérer les particules dispersées (globules gras) comme rigides et sphériques.

Si les particules dispersées sont déformables, la relation devient beaucoup plus complexe et s'écrit sous la forme de l'équation de Taylor (I.2) où  $\eta_i$  représente la viscosité de la phase liquide contenant les globules gras :

$$\eta = \eta_0 \left[ 1 + a \left( \frac{\eta_i + \frac{2}{5}\eta_0}{\eta_i + \eta_0} \right) \phi \right] \quad (\text{I.2})$$

Plus le produit est hétérogène et plus il est complexe. Le nombre de paramètres en jeu est très important et cela devient donc très difficile, pour de tels produits, d'établir des relations mathématiques entre la microstructure et les propriétés mécaniques ou sensorielles. Il apparaît donc nécessaire d'établir des lois d'étude de ces systèmes complexes qui sont alors

considérées comme des lois "globalisantes" et qui relient plus principalement la macrostructure aux propriétés d'usage des matériaux alimentaires.

### **I.2.3 - Etude des relations entre les propriétés rhéologiques et les propriétés sensorielles**

#### ***I.2.3.1 - Quelques exemples d'application***

L'étude des relations propriétés rhéologiques-propriétés sensorielles a pris un essor considérable depuis le milieu du XXème siècle. Vu l'importance de l'acceptation ou le rejet d'un produit par le consommateur et le coût élevé de mise en place d'un jury d'analyse sensorielle, la demande des industriels pousse les chercheurs à mettre au point des méthodes capables de remplacer ces jurys, voire de prédire les perceptions sensorielles du consommateur. Les exemples cités ci-dessous montrent que l'ensemble des produits alimentaires sont concernés mais que les méthodes mises au point ne permettent pas encore de "remplacer" la large gamme de perceptions sensorielles de l'être humain par des capteurs physiques.

Dans le cadre d'études sur la texture, Hamann et Webb (1979) se sont intéressés à relier des mesures rhéologiques par compression à des mesures sensorielles (caractères adhérent, granuleux, ferme, ...) pour des gels de poisson. Vickers (1988) a trouvé des coefficients de corrélation  $r$  allant de 0,47 à 0,92 concernant des mesures acoustiques de cassure d'un biscuit et les caractères fragile et craquant perçus sensoriellement. D'autres corrélations ont été établies pour des sauces ou des soupes montrant un bon coefficient de corrélation entre la viscosité et la consistance sensorielle (Szczeniak, 1968). Dans le cas de laits fermentés, les corrélations ont été faites entre la fermeté du gel perçue sensoriellement et son taux de synérèse (Modler *et al.*, 1983). Pour tous les produits entrant dans le groupe des émulsions de type eau dans huile, divers auteurs se sont intéressés à leur fermeté sensorielle et instrumentale (Perry et Carroad, 1980; Pokorny *et al.*, 1984; Marshall, 1990) mais peu se sont vraiment attachés à décrire d'autres propriétés sensorielles telles que les caractères lisse, adhérent ou homogène.

Les modèles mis en place par Kokini *et al.* (1977) ainsi que Kokini et Dickie (1982) ont permis d'établir plusieurs corrélations entre, l'épaisseur du produit et les forces de cisaillement de la langue (correspondant à des propriétés rhéologiques), la tartinabilité et les propriétés rhéologiques, le caractère lisse et les propriétés de friction et le caractère glissant et la combinaison des propriétés rhéologiques et de friction.

L'ensemble des corrélations résultant de régression simple, entre les propriétés sensorielles et les propriétés rhéologiques, sont regroupées dans le tableau I.2. Les coefficients de corrélation sont difficiles à interpréter. Ils permettent de constater une éventuelle concordance de variation entre deux variables mais ne démontrent rien quant à une liaison de cause à effet entre les deux variables. Enfin, ils ne traduisent qu'une liaison linéaire entre les variables, et de ce fait, une corrélation faible ne signifie pas l'indépendance entre les variables.

Tableau I.2 : Relations entre propriétés sensorielles et rhéologiques pour divers produits alimentaires

Produit étudié	Caractère sensoriel	Mesure rhéologique	Coefficient de corrélation ( $r^2$ )	Auteurs
Margarine	fermeté	contrainte seuil	0,72 à 0,86	Pokorny <i>et al.</i> , 1984
Yaourt	fermeté	taux de synérèse	0,21 à 0,67	Modler <i>et al.</i> , 1983
Grains de caillé	fermeté cohésivité	compression cisaillement extrusion	0,59 à 0,73 0,36 à 0,81	Perry et Carroad, 1980
Fromages à pâte molle	fermeté élasticité	pénétrométrie compression	0,62 0,81	Molander <i>et al.</i> , 1990 Hennequin et Hardy, 1992
Viande de boeuf	tendreté	cisaillement de Warner-Bratzler	0,02 à 0,88	Szczesniak, 1968
Saucisse de Francfort	fermeté	compression	0,94	Beilken <i>et al.</i> , 1990
Gels de poisson	adhésivité	mesure dynamique ( $\tan \delta$ )	0,55	Hamann et Webb, 1979
Soupes et Sauces	consistance	Viscosité	0,96	Szczesniak, 1968
Chips Biscuits Gâteaux apéritifs	croustillant	mesures acoustiques	0,47 à 0,92	Vickers, 1988
Biscuits	dureté fondant granuleux	pénétrométrie pénétrométrie pénétrométrie	0,76 0,86 0,65	Bressollette-Henry, 1993
Chocolat	fermeté épaisseur	compression Hesion test	0,95 0,48	Markov et Tscheuschner, 1989
Divers	fermeté fragilité masticabilité adhésivité viscosité	General Foods Texturometer	-	Szczesniak <i>et al.</i> , 1963

### I.2.3.2 - Cas des dispersions alimentaires

Comme nous l'avons vu précédemment, divers facteurs physico-chimiques ou technologiques influencent la perception sensorielle des dispersions alimentaires. Ainsi, la taille et le nombre des particules dispersées présentes ont des conséquences importantes sur les propriétés mécaniques et sensorielles des dispersions semi-solides. Par ailleurs, le caractère crémeux évolue dans le même sens que le taux de matière grasse, la pression d'homogénéisation et la viscosité du produit (Mela *et al.*, 1994).

Les caractéristiques importantes pour l'évaluation sensorielle de gels sont la fermeté, la granulosité, la fragilité, l'adhésivité, la cohésion et la fracturabilité (Sherman, 1982). Une analyse factorielle et une régression linéaire multiple ont permis de relier ces caractéristiques sensorielles à des mesures rhéologiques de compression. Il paraîtrait cependant intéressant de relier ces descripteurs à d'autres mesures rhéologiques. En effet, les conditions d'évaluation de la viscosité en bouche sont analogues à celles d'un viscosimètre à cylindres coaxiaux ou plan-cône. L'écoulement d'un produit dans l'entrefer représenterait en fait l'écoulement entre la surface de la langue et le palais, la vitesse de cisaillement en bouche étant de l'ordre de  $48 \text{ s}^{-1}$  pour des liquides (Mela *et al.*, 1994).

D'autres études portant plus particulièrement sur les relations entre propriétés sensorielles elles-mêmes ont été réalisées sur des gels de lait de type yaourt et fromages frais (Muir et Hunter, 1992; Daillant et Issanchou, 1993). Cependant, ces travaux s'intéressent essentiellement aux propriétés hédoniques (notion de plaisir) de ces produits et à l'influence des paramètres physico-chimiques et technologiques sur ces propriétés.

Une seule étude portant sur les relations sensorielles-instrumentales d'un ensemble de produits semi-solides a été réalisée par Henry *et al.* (1971). Les auteurs ont relié 15 paramètres sensoriels (fermeté, élasticité, cohésivité, masticabilité...) avec des mesures de dureté TPA (Texture Profile Analysis) en compression. Les résultats ne concernaient que les produits de type dessert. Aucune généralisation de la méthode à d'autres produits n'a malheureusement été effectuée.

Enfin, des études réalisées sur des produits tels que le beurre ou la margarine ont permis de relier la force de pénétration de la dispersion avec la fermeté sensorielle et la tartinabilité des produits (Shama et Sherman, 1970).

Dans le cadre d'une approche de type Science des Matériaux il est nécessaire d'établir des relations entre les différents niveaux d'observation de la structure (Kurz *et al.*, 1989).

Le principe reste le même pour les matériaux alimentaires : décrire la structure pour comprendre les propriétés mécaniques et les propriétés sensorielles.

Pour conclure, le tableau I.3 montre les relations pouvant exister entre les trois paramètres que sont la structure, les propriétés rhéologiques et les propriétés sensorielles de diverses dispersions alimentaires.

Tableau I.3 : Paramètres structuraux, texturaux et propriétés sensorielles de diverses dispersions alimentaires

Produit	Type de structure	Propriétés rhéologiques	Propriétés sensorielles
Dessert à base de gélatine	Gel	Elasticité et rigidité (compression) (Szczesniak, 1975)	Fermeté, cohésion, adhésivité (Szczesniak, 1975)
Gel de pectines	Gel	Module d'élasticité et viscosité (rhéomètre plan-cône) (Gross <i>et al.</i> , 1980)	Fermeté, aspect grossier, granulosité (Gross <i>et al.</i> , 1980)
Fromage frais triple crème	Gel Interaction globules gras-caséines (Sanchez, 1994)	Fermeté (extrusion capillaire), écoulement et viscoélasticité (Sanchez, 1994)	Mou, collant, fissurable (Sanchez, 1994)
Purée de tomates	Dispersion concentrée (Yoo et Rao, 1994)	Propriétés d'écoulement (Yoo et Rao, 1994)	Pâteux (Szczesniak et Skinner, 1973)
Purée d'abricot	Dispersion concentrée (Ford et Steffe, 1986)	Viscosimétrie (Ford et Steffe, 1986)	en "Bouillie" (Szczesniak et Skinner, 1973)
Mayonnaise	Emulsion de type eau dans huile (De Kee <i>et al.</i> , 1983)	Viscosité (De Kee <i>et al.</i> , 1983)	Lisse (Szczesniak et Skinner, 1973)
Sauce de salade	Emulsion de type eau dans huile (De Kee <i>et al.</i> , 1983)	Viscosité (De Kee <i>et al.</i> , 1983)	Gras (Szczesniak et Skinner, 1973)
Gels de protéines de soja	Gel structure cellulaire (Stanley, 1987)	Fermeté, fragilité (Stanley, 1987)	-

Les relations structure-propriétés rhéologiques-propriétés sensorielles ont été étudiées dans cette première partie. Chaque niveau, sensoriel, rhéologique et structural ainsi que les méthodes existantes pour mesurer ces propriétés vont être maintenant développés.

### I.3 - Etude de la structure des produits alimentaires

Les méthodes de caractérisation de la structure sont essentiellement basées sur la microscopie optique ou électronique. Elles tendent à s'améliorer, particulièrement en ce qui concerne les techniques d'échantillonnage des produits qui sont souvent responsables, par des phénomènes de déstructuration, de nombreux artefacts au niveau des images. La structure observée par microscopie électronique est uniquement une estimation. La cryo-MEB (Microscopie électronique à balayage) a été développée pour éviter les pertes en eau des

spécimens hydratés dans le vide des microscopes (Aguilera et Stanley, 1990). L'avantage de la microscopie électronique à transmission (MET) est de permettre une visualisation réaliste des associations microstructurales entre les constituants (Lee et Morr, 1992).

Les organes des sens permettent essentiellement une perception de la structure d'un point de vue macroscopique. Pour mieux comprendre les interactions structure-perceptions sensorielles, il paraît donc important de s'intéresser à la quantification de cette structure macroscopique. Stevens et Harris (1962) se sont intéressés, parmi les premiers, à ces relations en reliant la granulométrie d'un papier de verre aux propriétés sensorielles de ce papier perçues lors de son toucher.

### I.3.1 - Observation de la structure

Les méthodes d'observation de la microstructure se divisent en deux groupes : les méthodes imagées et non imagées. Les méthodes imagées permettent d'observer les composants et les interactions au sein d'un système alimentaire. Les méthodes non imagées renseignent sur la structure grâce aux informations obtenues sur les interactions moléculaires. Les principales méthodes d'analyse de la structure sont regroupées dans le tableau I.4.

Tableau I.4 : Différents moyens d'observation de la structure

Microscopie (structures microscopiques)		Techniques non imagées (structures moléculaires)
<b>optique</b>	<b>électronique</b>	
en lumière normale à contraste de phase en lumière polarisée par épifluorescence en microspectrophotométrie	à transmission à balayage	diffraction (électrons, rayons X) spectroscopie de rayons X ou de photons spectroscopie d'électrons spectroscopie d'ions ou de molécules spectroscopie de neutrons effet photophysique ou photochimique (dichroïsme circulaire) absorption, réflexion UV-Visible spectroscopie I.R. (IR à Transformée de Fourier) spectroscopie magnétique (RMN)

Les différentes structures alimentaires qui ont pu être mises en évidence par ces techniques ont été regroupées par Raeber et Nikolaus (1980) (tableau I.5).

Tableau I.5 : Différents types de micro- et macrostructures  
(d'après Ræuber et Nikolaus, 1980)

Type	Structure élémentaire	Relations géométriques
agrégats 	Représentative de nombreuses structures élémentaires mixtes	aléatoire, pas d'entrelacement
maillage 	. fibres . feuillets . tubes	aléatoire avec une distribution au hasard d'entrelacements
arrangement plan de fibres 	. fibres . tubes	orientation parallèle
entrelacement plan de fibres 	. fibres . tubes	partiellement orientées
entrelacement spatial de fibres 	. fibres . tubes	partiellement orientées
structure fibrillaire 	. fibres . tubes	orientation spatiale parallèle
structure lamellaire 	feuillets (cas particulier d'un réseau spatial)	orientation spatiale parallèle
surface poreuse 	pores plans (cas particulier d'un réseau plan)	orientation plane
squelette d'un réseau spatial 	réseau spatial	orientation spatiale
structure spongieuse 	pores spatiaux (cas particulier d'un réseau spatial)	orientation spatiale
structure cellulaire 	cellules (cas particulier d'un réseau spatial)	orientation spatiale
structure cristalline 	réseau cristallin	orientation spatiale symétrique

### I.3.2 - Description de quelques dispersions alimentaires

Les fromages frais résultent d'une coagulation lente du lait par action de l'acidification combinée ou non à celle d'une faible quantité de présure. Ils présentent une grande diversité selon le degré d'égouttage du coagulum et la teneur en matière grasse du lait mis en oeuvre. Les fromages frais sont caractérisés par une structure constituée de petites particules de caséines dispersées et déminéralisées (Guérault, 1956). La taille des globules gras ainsi que la concentration en protéines influencent largement la viscosité du produit fini (Sanchez, 1994). Les paramètres technologiques intervenant sur la texture du produit fini sont nombreux. Ils regroupent la composition, l'homogénéisation du lait de départ et du fromage frais, la température de stockage, ...

La mayonnaise est une émulsion huile dans eau, semi-solide. La phase continue aqueuse des sauces émulsionnées présente une forte viscosité. Elle est constituée de protéines solubles ou insolubles, de sucres solubles ou gélifiés, d'agents acidifiants, de minéraux et d'additifs. La phase dispersée, constituée de globules gras, d'agrégats protéiques et de stabilisants, présente une granulométrie allant de 1 à 10  $\mu\text{m}$ . Dans la mayonnaise, la teneur en huile est généralement supérieure à 70% et les gouttelettes sont relativement proches les unes des autres. La floculation est alors favorisée et la coalescence devient rapidement le phénomène dominant (Kiosseoglou et Sherman, 1983). La mayonnaise présente des propriétés viscoélastiques dues au réseau formé par les lipoprotéines adsorbées autour des gouttes d'huile avoisinantes. Elle a une structure de type gel faible (Ma et Barbosa-Canovas, 1995).

La margarine est une émulsion de type eau dans huile avec une dispersion de gouttelettes d'eau dans une phase grasse continue semi-solide contenant des cristaux de matière grasse et de la matière grasse libre. La phase continue (matière grasse) est principalement responsable de la texture de la margarine. Elle consiste en un réseau tridimensionnel de cristaux de matière grasse piégés dans un milieu liquide huileux (Shama et Sherman, 1970).

Les concentrés de tomate sont des dispersions de particules solides (pulpes) dans un milieu aqueux (sérum) à forte concentration (Yoo et Rao, 1994). Ces produits ont des propriétés d'écoulement rhéofluidifiantes. La taille des particules a un effet significatif sur ce type de propriété : une diminution de la taille des particules et une augmentation des forces d'interaction particule-particule entraînent une augmentation de la viscosité du concentré de tomate.

Les **purées de fruits** (aliments pour bébés, crème de marron, ...) ou les **purées de légumes** (purée de haricots, de pommes de terre, de carotte, ...) sont également des dispersions de particules solides dans un milieu aqueux avec une forte concentration en fruits ou légumes et la présence de débris végétaux. Lorsque les particules en suspension ont un diamètre supérieur à 10  $\mu\text{m}$ , la viscosité augmente de façon linéaire avec le diamètre des particules (Jinescu, 1974).

La gamme des dispersions est large. Elle va de microdispersions dont les hétérogénéités ne sont pas perçues à l'oeil nu à des dispersions très hétérogènes telles que le pâté, les fruits sur sucre, les fromages, les compotes de fruits, ... descriptibles par une très forte hétérogénéité visible à l'oeil. Les méthodes actuelles ne suffisent pas toujours pour quantifier ce degré d'hétérogénéité. Nous verrons dans la partie I.6 que de nouvelles méthodes, basées sur la compréhension des systèmes complexes, commencent à se développer.

## **I.4 - Mesures instrumentales de la texture**

Il existe diverses méthodes permettant d'évaluer les propriétés texturales d'un aliment. Elles sont de trois types (Scott Blair, 1958) : imitatives (l'appareil mime un phénomène naturel comme par exemple la mastication), empiriques (l'appareil mesure un ou plusieurs paramètres plus ou moins bien définis mais reliés à une caractéristique texturale comme par exemple la fermeté) ou enfin fondamentales (l'appareil mesure une propriété rhéologique bien définie comme par exemple la viscosité).

### **I.4.1 - Mesures ou tests imitatifs**

#### ***I.4.1.1 - Cas général***

Ces méthodes permettent de décrire, à l'aide d'un seul test, un ensemble de paramètres texturaux (cohésion, dureté, adhésivité, masticabilité, ...) pouvant être reliés, de façon plus ou moins efficace, à des caractéristiques sensorielles.

Les instruments utilisés (la plupart du temps une machine universelle d'essais type INSTRON ou autre) permettent de réaliser des profils d'analyse de texture en imitant :

- la morsure par les incisives ou les molaires,
- la mastication par les molaires,

- la compression entre la langue et le palais,
- la compression avec un couteau ou une cuillère,
- la compression et l'écoulement entre les doigts.

Bien qu'ils apparaissent souvent comme une bonne alternative des mesures sensorielles, ces différents appareils ont toutefois des limites. Ils donnent des mesures indirectes, sont soumis à des problèmes mécaniques, ou posent des difficultés pour faire varier la vitesse de cisaillement, .... Enfin il existe de nombreux problèmes d'interprétation des diagrammes résultant de ces méthodes. Le tableau I.6 rassemble les différentes méthodes imitatives existantes et les paramètres texturaux déterminés par ces méthodes.

Tableau I.6 : Paramètres texturaux obtenus par des tests instrumentaux imitatifs

Produits étudiés	Test instrumental imitatif	Paramètres texturaux	Perception sensorielle	Auteurs
Solides (fromages à pâte pressée cuite, fruits et gâteaux)	Pénétrométrie (test de simple ou double morsure)	- dureté TPA - fragilité TPA - adhésivité - masticabilité - gummosité	Morsure par les incisives ou les molaires	Bourne, 1966
Gâteaux	Compression entre 2 plaques	- craquant - croustillant - croquant - fragilité - dureté	Compression entre la langue et le palais	Peleg et Normand, 1993
Gâteaux	Enregistrement d'ondes sonores	- craquant - croustillant - croquant	Bruits émis lors de la mastication	Dacremont <i>et al.</i> , 1991 Lee <i>et al.</i> , 1992
Divers	Compression	- fermeté	Mastication (1ère morsure)	Boyd et Sherman, 1975
Marshmallow	Cycles compression-décompression	- élasticité	Mastication	Kaletunc <i>et al.</i> , 1992

La gamme des paramètres texturaux étudiés par ce type de méthodes est relativement restreinte. Il paraît donc nécessaire d'utiliser d'autres méthodes d'évaluation de la texture.

#### ***1.4.1.2 - Tests imitatifs appliqués aux dispersions alimentaires***

Les tests imitatifs qui peuvent être appliqués à des dispersions alimentaires sont peu nombreux. En effet, ces tests s'appliquent essentiellement à des produits solides. Il est cependant possible de simuler la compression d'un produit semi-solide entre la langue et le

palais par un test de compression uniaxiale. Des tests imitatifs ont déjà été appliqués sur des mousses et permettent d'évaluer la déformation subie par le matériau (Ashby et Jones, 1991).

## **I.4.2 - Méthodes empiriques**

### ***I.4.2.1 - Généralités***

Les méthodes empiriques sont nombreuses et permettent de mesurer divers paramètres liés à la texture (fermeté, propriétés d'écoulement, ...). Ces méthodes sont essentiellement de 4 types :

- cisaillement : mesure de la résistance de l'échantillon au cisaillement exercé,
- compression : mesure de la résistance de l'échantillon à la compression entre deux plaques,
- pénétration : mesure de la force nécessaire pour atteindre une certaine profondeur de pénétration d'une sonde (cône, aiguille, tige, ...),
- extrusion : mesure de l'extrusion d'un produit à travers un ou plusieurs orifices.

### ***I.4.2.2 - Application aux dispersions alimentaires***

#### ***a - Cisaillement***

Cette méthode suppose l'utilisation d'une boîte de cisaillement de type Kramer par exemple, où l'échantillon est cisailé par un module comprenant dix lames. Dunkley et Patterson (1977) l'ont employée à l'échelle industrielle pour étudier les relations entre les propriétés des fromages de type Cottage et les différents procédés de fabrication. De même, Vasavada (1980) a étudié l'influence de certains paramètres technologiques sur la fermeté du même fromage.

---

### *b - Compression-pénétration*

Les mesures en compression et pénétration sont plus généralement appliquées à des produits solides. Une des études générales concernant les produits alimentaires semi-solides est celle réalisée par Henry *et al.* (1971) qui ont étudié par compression les paramètres de texture dits TPA (Texture Profile Analysis) sur une large gamme de matériaux alimentaires. Ces paramètres texturaux sont la fermeté, l'élasticité, la cohésivité, le caractère caoutchouteux et la masticabilité.

En pénétrométrie, quelques tests ont été réalisés sur des fromages frais permettant d'étudier l'influence de l'addition d'émulsifiants sur la fermeté (Miller *et al.*, 1965) ou encore l'influence de l'homogénéisation et du mode de refroidissement du caillé sur la fermeté d'un fromage gras tartinable (Jaubert et Vesperini, 1989).

### *c - Extrusion capillaire*

Les méthodes en extrusion capillaire ont été largement employées pour mesurer les propriétés d'écoulement de matériaux à consistance pâteuse extrêmement différents.

Le principe de l'extrusion capillaire est développé dans les travaux Van Wazer *et al.* (1963). Les viscosimètres capillaires utilisés sont intéressants pour les fluides non newtoniens visqueux car la structure mécanique permet d'imposer de hautes vitesses de cisaillement. Sanchez et Hardy (1993) ont travaillé sur des produits à consistance pâteuse et visqueuse réalisant d'une part, une estimation de la consistance des produits et d'autre part, une estimation de leur granulosité d'après leur profil d'extrusion capillaire. Dans le cas des dispersions hétérogènes, une zone lubrifiante se développe souvent aux parois. En utilisant une paroi rugueuse, on diminue l'apparition de ce type de phénomènes.

L'ensemble des produits testés par extrusion capillaire sont regroupés dans le tableau I.7. Enfin Kramer et Hawbecker (1966) ont montré que les profils d'extrusion capillaire de gelées de pomme à forte concentration en pectines étaient très irréguliers contrairement aux profils d'extrusion de gelées à faible concentration en pectines. Ils ont déduit de leurs travaux que les irrégularités des courbes étaient liées à l'homogénéité de structure des produits.

Tableau I.7 : Exemples d'application de l'extrusion capillaire (d'après Sanchez, 1994)

Matériaux extrudés	Auteurs
<b>Matériaux non alimentaires</b>	
Produits cosmétiques et pharmaceutiques	Berneis et Munzel (1964) Kragh <i>et al.</i> (1966) Munzel (1968)
Polymères	Bagley (1957) Philippoff et Gaskins (1958) Ambros et Zitny (1974) Kraynik et Schowalter (1981)
Graisses, huiles	Bulkley et Bitner (1930) Bauer <i>et al.</i> (1960) Bowen (1961)
<b>Matériaux alimentaires</b>	
Purées de légumes et dispersions protéiques concentrées	Huang et Rha (1978) Culioli et Sale (1981) Chhinnan <i>et al.</i> (1985) Dervisoglu et Kokini (1986) Sanchez et Hardy (1993)
Purées de fruits	Charm (1960) Saravacos (1968) Rozema et Beverloo (1974) Dervisoglu et Kokini (1986) Sanchez et Hardy (1993)
Emulsions et broyats de viandes	Mayfield <i>et al.</i> (1978) Burge et Acton (1984) Payne et Rizvi (1988) Sanchez et Hardy (1993)
Graisses d'origine animale ou végétale	Scherr et Witmauer (1967) Vasic et De Man (1967) Blake et Moran (1975) Kawanari <i>et al.</i> (1981)
Autres (moutarde, mayonnaise, ketchup, miel, mélasses, gels)	Kramer et Hawbecker (1966) Ambros et Zitny (1974) Rozema et Beverloo (1974) Blake et Moran (1975) Wong Gossett <i>et al.</i> (1983) Dervisoglu et Kokini (1986) Sanchez et Hardy (1993)

### I.4.3 - Paramètres fondamentaux

Pour comprendre l'évaluation sensorielle de la texture des aliments il est nécessaire de connaître les forces et la déformation mises en jeu pour provoquer une fracture. Il faut également connaître la réponse de l'aliment à l'écoulement lors de la mastication. Les

paramètres fondamentaux qui peuvent être déterminés par les méthodes actuelles pour les produits alimentaires sont essentiellement la viscosité et les propriétés viscoélastiques.

#### *1.4.3.1 - Mesure des propriétés viscoélastiques*

Tous les matériaux présentent, à des degrés divers, des propriétés viscoélastiques : leur comportement s'apparente à la fois au comportement du solide élastique parfait et du liquide visqueux newtonien (Couarraze et Grossiord, 1992). La théorie de la viscoélasticité développée dans l'ouvrage de Couarraze et Grossiord (1992) ne sera pas détaillée ici mais quelques exemples de produits viscoélastiques ainsi que les propriétés structurales qui en découlent seront abordés.

Bistany et Kokini (1983) se sont intéressés aux propriétés viscoélastiques de 10 produits commerciaux liquides ou semi-solides et ont relié ces propriétés à leur viscosité apparente. Ils ont montré que les propriétés viscoélastiques ne pouvaient être utilisées directement pour prédire les changements de texture perçus dans la bouche.

De nombreux travaux ont été réalisés sur les propriétés viscoélastiques de gels de lait (Richardson *et al.*, 1989; Sanchez *et al.*, 1994b et 1994c) du beurre (Shama et Sherman, 1970), de la mayonnaise (Ma et Barbosa-Canovas, 1995)

#### *1.4.3.2 - Méthodes viscosimétriques*

Les dispersions alimentaires, possédant une structure complexe et parfois micro-hétérogène, développent une variété de comportements à l'écoulement non newtoniens tels que la pseudoplasticité ou la thixotropie (De Kee *et al.*, 1983). Ces dispersions présentent des comportements rhéologiques dépendants du temps et sont difficiles à caractériser. De nombreux modèles rhéologiques ont été mis au point pour prédire les propriétés d'écoulement de produits alimentaires. Certains modèles (Cheng et Evans, 1965; Tiu et Boger, 1974; Martinez-Padilla et Hardy, 1989) permettent de caractériser structurellement le comportement rhéologique du produit. Ils utilisent une approche phénoménologique. D'autres modèles sont empiriques (Barbosa-Canovas et Peleg, 1983), utilisant une approche viscoélastique (Kokini et Dickie, 1981) ou micro-rhéologique (modèles structuraux). Une grande partie de ces modèles ont été regroupés dans la publication de Holdsworth (1993) et prennent en compte les effets de la température, de la teneur en eau et de la concentration en solides.

## I.5 - Propriétés sensorielles des dispersions alimentaires

### I.5.1 - Généralités

Depuis ces dix dernières années, des efforts importants ont été réalisés pour développer l'analyse sensorielle dans le monde de l'industrie et de la recherche.

Dans les années 70, l'industrie alimentaire commença à apporter un support financier et technique à cette nouvelle science. De nombreuses industries alimentaires reconnurent sa valeur dans la formulation et l'évaluation de la qualité des aliments.

Depuis les années 80, on assiste à un essor considérable dans le développement de nouveaux produits et les entreprises sont plus réceptives aux nouvelles approches et aux nouvelles possibilités d'anticiper et de mesurer le potentiel de succès d'un produit sur le marché. C'est à ce niveau que l'information sensorielle prend place et devient essentielle.

Tout comme l'homme est capable, grâce à la vue ou au toucher, de différencier une faïence d'une céramique ou un cristal d'un verre ordinaire, il va pouvoir apprécier la consistance et l'aspect d'un aliment. Les propriétés sensorielles peuvent donc être qualifiées, pour le consommateur, de propriétés d'usage.

Dans le cas particulier de la texture, l'évaluation sensorielle est lourde à mettre en œuvre puisqu'elle nécessite, pour l'industriel, un investissement important dû à la nécessité d'utiliser un jury entraîné. L'intérêt est d'établir des relations entre mesures sensorielles et instrumentales dans le but de minimiser le coût et le temps d'analyse des produits. A long terme, l'industriel cherche à remplacer la perception humaine de la texture par des mesures mécaniques.

Trois efforts scientifiques sont apparus avec l'étude de la texture (Szczesniak, 1963; Bourne, 1966; Sherman, 1969; Jowitt, 1974; Larmond, 1976) :

- collecter les termes texturaux et les classer par ordre d'importance,
- identifier les mécanismes de perception dans la bouche durant l'évaluation des nombreux attributs texturaux,
- corrélérer les attributs sensoriels aux mesures instrumentales de la texture des aliments.

L'évaluation sensorielle de la texture des aliments ou d'autres matériaux tels que les textiles, appartient au domaine de la psychologie et plus particulièrement de la psychophysique. La psychophysique s'intéresse directement aux corrélations existant entre les mesures sensorielles et physiques et a pour but d'établir une description des caractéristiques physiques impliquées dans la perception de la texture, ainsi qu'une analyse

des corrélations subjectives-objectives qui relient les paramètres physiques à la perception d'un juge entraîné.

### **I.5.2 - Perception sensorielle de la texture des dispersions alimentaires**

Dans le domaine sensoriel, de nombreux travaux concernent l'évolution de produits liquides ou solides suivant leur composition, les paramètres technologiques ou leurs conditions de stockage. Des mesures rhéologiques relatives à la consistance de produits semi-solides, en particulier de produits laitiers, ont été réalisées par différents auteurs (Muir et Hunter, 1992; Perry et Carroad, 1980, ...). Toutefois, peu de corrélations ont été établies entre mesures sensorielles et instrumentales pour ce type de produits.

La perception sensorielle des dispersions alimentaires se fait grâce à l'intervention de plusieurs sens qui vont être rapidement détaillés dans les paragraphes suivants.

#### ***1.5.2.1 - Perception visuelle, tactile ou en bouche***

La perception des attributs sensoriels (apparence, odeur, flaveur, texture) fait intervenir aussi bien les sens chimiques que les capteurs tactiles présents à la surface de la peau ou de la cavité buccale. Ceux perçus par les capteurs de la bouche sont, selon Meilgaard *et al.* (1987) :

- la viscosité (pour les liquides newtoniens et homogènes),
- la consistance (pour les liquides et semi-solides),
- la texture (pour les solides et semi-solides).

Les manifestations sensorielles se caractérisent par plusieurs phénomènes :

- une réaction à un stimulus (stress) comme pour la perception de la fermeté, l'adhésivité ou la cohésion pouvant être mesurées comme des propriétés mécaniques par les sens kinesthésiques dans les muscles de la main, des doigts, de la langue, de la mâchoire ou des lèvres,
- des propriétés tactiles permettant la caractérisation de la géométrie de particules (granuleux, cristallin, feuilleté, ...) ou des propriétés d'humidité (humide, huileux, sec, ...) par les nerfs tactiles à la surface de la peau des mains, des lèvres ou de la langue.

*a - Le sens du toucher*

La somesthésie est définie comme l'ensemble des sensations perçues au niveau de la peau et des muqueuses (propriétés mécaniques ou thermiques), des muscles (propriétés kinesthésiques) et des articulations (propriétés proprioceptives).

Il existe des récepteurs sensoriels dans les différents tissus de la bouche et des doigts qui permettent d'apprécier les sensibilités tactiles, thermiques, kinesthésiques ou algiques. Ces récepteurs ont des sensibilités différentes face aux propriétés texturales. Peleg (1980) suggère que les différences entre l'intensité de la force appliquée et la sensibilité des différents organes peuvent être expliquées partiellement par les mêmes principes mécaniques que ceux utilisés par les instruments.

Les récepteurs tactiles sont sensibles aux différences de pression et permettent d'évaluer des caractères tels que la dureté, la viscosité ou la granulosité.

Les récepteurs kinesthésiques informent sur les mouvements au niveau des articulations (déplacement de l'ordre du dixième de degré par seconde). Les meilleurs récepteurs sont au niveau de la mâchoire et des doigts.

Dans ce travail, l'expression "sens du toucher" sera utilisé pour des perceptions sensorielles avec les doigts ou un ustensile de cuisine (cuillère ou couteau).

*b - Cas particulier de la perception en bouche*

Lors de l'évaluation de la texture d'un aliment en bouche, différentes étapes sont importantes : la première morsure, la mastication puis l'avalément du produit.

La première morsure se fait avec les incisives et permet d'évaluer la dureté d'un produit.

Lors de la mastication, les molaires réalisent un travail de compression (Boyar et Kilcast, 1986). Ce travail de compression par les molaires renseigne également sur la dureté du produit ainsi que sur l'arrangement de celui-ci dans l'espace (caractère feuilleté, friable, glissant, ...).

Après avalément du produit, on peut évaluer la quantité restant en bouche ce qui renseigne sur le caractère gras ou collant.

Durant de telles manipulations, il y a une interaction réciproque entre la texture de l'aliment et le travail buccal visant à changer la texture de façon à ce que l'aliment puisse être avalé (Pierson et Le Magnen, 1970). Les organes des sens impliqués dans la mastication sont (Oldfield, 1960) :

- ceux présents dans la structure superficielle de la bouche,
- ceux présents autour des racines des dents,

- ceux présents dans les muscles et les tendons qui contrôlent les mouvements des mâchoires.

Lors de la mastication, on assiste à la fois à une évolution des propriétés rhéologiques par exemple une diminution de la viscosité, des propriétés mécaniques telles que des cassures, et des propriétés physico-chimiques comme par exemple la dissolution par la salive.

### *c - La vision*

L'apparence visuelle d'un produit peut fournir des indications sur son aspect général (état de fraîcheur par exemple). La couleur d'un fruit peut indiquer son stade de mûrissement et par là même sa fermeté. De même, le comportement d'un liquide ou d'un semi-solide lors d'une agitation peut renseigner sur sa viscosité. Visuellement, on peut également percevoir la granulosité d'un produit à partir d'un certain seuil.

Le système visuel est le système sensoriel le mieux connu. Le cortex visuel constitue un élément important du cerveau permettant le traitement de l'information visuelle. L'image du monde que "voit" la rétine de l'oeil est constituée d'une série de points ou taches noires, lumineuses ou colorées.

Plusieurs théories de la perception visuelle ont été proposées :

- la théorie de la détection de traits (Marr et Nishihara, 1978)
- la théorie de la détection des creux et des vallons (Biederman, 1987)
- la théorie de Pentland (1986a) utilisant un système de représentations volumétriques.

Ces théories mettent en jeu un principe commun de la perception visuelle prenant en compte les variations d'intensité lumineuse à la surface d'un objet (Bruce et Green, 1993).

L'image, composée de pixels, est assimilée de façon simplifiée à une représentation en tons de gris (suivant l'intensité lumineuse des pixels) et l'oeil agit comme une série de filtres gaussiens pour expliciter les variations d'intensité lumineuse (Pentland, 1986b).

Ce principe est celui d'un analyseur d'images qui permet de faire l'acquisition numérique d'une image réelle en deux dimensions. Cette image peut alors être traitée, suivant la répartition des niveaux de gris, pour extraire diverses informations sur la texture, l'état de surface et l'orientation dans l'espace de l'objet étudié.

Il n'existe pas actuellement de théorie expliquant comment on perçoit des objets naturellement grossiers ou avec des embranchements tels que les arbres, les nuages, certaines textures rocheuses ou sablonneuses.

*d - L'audition*

Le son joue un rôle important dans la perception de la texture, principalement pour les aliments secs et craquants (biscuits, chips, gâteaux apéritifs...) et les aliments humides et croquants (pommes, céleri, ...).

Lors de la mastication, il y a une émission de bruits relatifs à la texture du produit. De nombreuses études ont été menées pour mettre en relation des mesures acoustiques instrumentales et sensorielles. Drake (1963, 1965) a été le premier à s'intéresser à l'étude des sons produits lors de la mastication. Vickers (1976) ainsi que Vickers et Bourne (1976) ont réalisé des travaux sur différents aliments secs et humides en enregistrant les sons produits lors de leur cassure (modification de la structure). Les fréquences acoustiques émises lors de ces fractures sont essentiellement dues aux cassures de parois cellulaires sèches dans le cas de biscuits ou de réseau de fibres humides dans le cas de pommes ou de carottes.

Une description détaillée des sons produits par les aliments craquants peut être obtenue en utilisant des techniques acoustiques appropriées. On peut alors aboutir à des spectres acoustiques présentant des fréquences qui varient de 0 à 10 KHz pour des produits alimentaires. Au-dessus de 10 KHz, il y a très peu d'énergie sonore. Lee et al. (1992) se sont intéressés aux fréquences émises lors de la mastication de quelques produits (eau : 0,2-1,5 Hz, sirops : 0,1-1,3 Hz, caramel : 0,05-1,3 Hz, fromage à tartiner : 0,05-1 Hz). La dispersion des valeurs de fréquences indique que les produits ont des structures variables, conduisant à des réponses s'inscrivant dans une gamme de fréquence, et non caractéristiques d'une fréquence propre.

Les dispersions alimentaires semi-solides émettent apparemment des fréquences de l'ordre de 1 Hz maximal lors de la mastication et sont donc peu perceptibles par l'individu. Il serait alors intéressant d'enregistrer ces fréquences en plaçant un micro directement à l'intérieur de la bouche. On pourrait alors relier les fréquences de mastication aux fréquences émises lors d'une mesure instrumentale s'intéressant par exemple à la diminution de viscosité apparente du produit. Cette relation, nous donnant le domaine de fréquence pour un matériau alimentaire donné, pourrait permettre une meilleure compréhension de l'agencement des macromolécules constitutives et donc de la structure du produit.

*e - Comment sont traitées les informations au niveau du cerveau ?*

L'ensemble des paramètres tactile, buccal, visuel et auditif sont intégrés au niveau du cerveau et lui permettent d'évaluer et de quantifier un produit alimentaire en termes texturaux. Ferguson (1974) a élaboré une théorie en estimant que le cerveau était capable d'effectuer des opérations mathématiques complexes. En particulier, lorsque le cerveau est soumis à des stimuli visuels, le stockage des informations, sous forme d'un signal spatio-temporel, s'effectuerait grâce à une transformée de Fourier.

Le cerveau agirait en effet comme un filtre, en étant capable d'élever ou d'abaisser le seuil de perception dans chaque circonstance. Les sens sélectionnent parmi les stimuli, les structures cérébrales interprètent les informations grâce à un mécanisme qui confronte inlassablement ce qu'il perçoit avec ce qu'il sait déjà.

*f - Facteurs influençant les différentes perceptions*

Une multitude de facteurs peuvent influencer la perception texturale du produit par l'individu. Outre la composition ou l'influence des paramètres technologiques, il existe de nombreuses interactions entre goût, flaveur et texture qui font du produit qu'il est, ou non, apprécié par le consommateur. Par exemple, Drewnowski *et al.* (1989) ont montré qu'une forte teneur en sucre diminuait la perception du caractère gras. D'autre part, il existe des différences interindividuelles présentes quel que soit l'entraînement d'un jury. Ces différences sont dues à l'éducation alimentaire et au milieu culturel dans lequel l'individu se trouve.

*1.5.2.2 - Descripteurs texturaux de dispersions alimentaires*

La quantification des perceptions sensorielles se fait par l'intermédiaire de termes descriptifs qui caractérisent entièrement l'aspect d'un produit. Cette étape de description des produits fait partie intégrante de l'entraînement d'un jury d'analyse sensorielle. En particulier, lors d'études de la texture de produits alimentaires, les individus d'un groupe d'évaluation sensorielle sont souvent amenés à quantifier, par une note, une intensité perçue pour un descripteur donné.

Plusieurs auteurs ont réalisé des glossaires regroupant les termes relatifs à la texture des aliments. Szczesniak (1963) a réalisé une classification de termes suivant des caractéristiques mécaniques et géométriques. Ce système de classement est basé sur des principes rhéologiques fondamentaux. Jowitt (1974) a déterminé un ensemble de termes texturaux regroupés en trois catégories :

- termes relatifs au comportement d'un produit soumis à une contrainte,
- termes relatifs à la structure,
- termes relatifs à des caractéristiques buccales.

Drake (1989) s'est penché sur les termes texturaux en établissant une liste polyglotte. Il est en effet difficile d'utiliser un même terme pour différents pays ou des jurys de culture différente.

Dans le cas des émulsions alimentaires, les études concernent essentiellement les produits laitiers. Muir et Hunter (1992) ont établi une liste assez restrictive concernant la texture des laits fermentés. Un ensemble de définitions proposées par différents auteurs pour la description texturale d'émulsions ou de dispersions alimentaires est donné dans le tableau I.8.

L'ensemble des descripteurs ainsi obtenus pour un type de produit et quantifiés par les membres du groupe d'évaluation sensorielle, constitue, par définition, le profil sensoriel du produit étudié. Il est généralement traduit par une représentation graphique qui permet la comparaison de différents produits et de leurs différences.

Tableau I.8 : Définition des différents termes de textures utilisés pour des émulsions ou dispersions alimentaires à caractère pâteux ou visqueux

Terme textural	Définition	Auteurs
Adhérent	Substance qui tend à adhérer aux surfaces avec lesquelles elle est en contact, spécialement le palais, les dents et la langue pendant la mastication	Jowitt, 1974
Aéré	Produit solide ou semi-solide qui possède une texture où la structure prédominante est formée d'orifices disposés de manière régulière ou non telle qu'une mousse ou un produit poreux	Jowitt, 1974
Collant	Sensation tactile due à un produit pâteux, collant entre les doigts	Jowitt, 1974
Compact	Se dit d'un aliment solide qui forme un bloc (dont les éléments sont très rapprochés les uns des autres)	Mioche et Touraille, 1990
Crayeux (poudreux)	Qui possède une texture due à la présence ou à la facilité de faire apparaître de très petites particules	Jowitt, 1974
Crémeux	Se dit d'une denrée produisant une sensation dans la cavité buccale analogue à celle d'un liquide épais, lisse et miscible	Jowitt, 1974
Élastique	Élasticité: tendance d'un corps à reprendre la forme et les dimensions qu'il avait avant d'être soumis à une contrainte, lorsqu'on supprime cette contrainte	Persoz, 1969
Épais	Qui présente de la difficulté à s'écouler. Peut s'appliquer à des liquides ou à des semi-solides	Jowitt, 1974
Farineux	Qui se désagrège en poudre sèche ou donne sur la langue une sensation comparable à de la farine	CNERNA, 1962
Ferme	Qualifie un produit qui offre, lors de la mastication ou lors de l'application manuelle d'une contrainte, une résistance modérée à la rupture	AFNOR, 1988
Fondant	Solide ou semi-solide qui passe rapidement à l'état liquide en bouche	CNERNA, 1962
Granuleux	Qui se présente visuellement, en bouche et au toucher en petits grains plus ou moins durs	CNERNA, 1962
Gras	Etat de ce qui est dans la bouche onctueux, épais, glissant	Sauvageot, 1984
Grumeleux	Qui présente une texture due à de grosses particules irrégulières (présence d'une phase homogène et d'une phase hétérogène)	Jowitt, 1974
Humide	Quantité d'eau perçue visuellement à la surface d'un semi-solide ou d'un solide	Mioche et Touraille, 1990
Liquide	Qui présente de la facilité à s'écouler	Sauvageot, 1984
Mou	Qualifie un produit qui offre, lors de la mastication ou au toucher, une faible résistance à la déformation	AFNOR, 1988
Onctueux	Sensation provoquée sur la langue et le palais par un semi-solide et analogue à celle d'une crème sur la peau	CNERNA, 1962
Pâteux	Qui se présente dans la bouche avec la consistance tactile d'une pâte ou le devient après salivation	CNERNA, 1962
Poisseux	Fluide ayant une forte viscosité, collant et élastique	Mioche et Touraille, 1990
Râpeux	Qui est irritant sur la langue comme une râpe	CNERNA, 1962
Rêche	Sensation tactile perçue sur une surface quelconque présentant des aspérités	CNERNA, 1962
Vaseux	Qui provoque une impression de glissement lent et humide sur les surfaces de la cavité buccale	Jowitt, 1974

### I.5.3 - Relations entre paramètres sensoriels et rhéologiques : la psychorhéologie

Pour des raisons économiques évidentes, l'analyse psychophysique de produits a suscité de très nombreuses investigations. Les techniques psychophysiques les plus sophistiquées ont en effet été mises en oeuvre afin de parvenir à une meilleure connaissance des produits les plus divers (Tiberghien, 1984).

#### *I.5.3.1 - Modèles psychorhéologiques et signification des coefficients de corrélations*

La mastication est un phénomène étudié par de nombreux auteurs. En particulier Kawamura (1964) a étudié les mouvements masticatoires, les muscles de la mâchoire ainsi que les mécanismes neuromusculaires. Il a démontré que les facteurs sensoriels contrôlant les mouvements masticatoires étaient les dents, la membrane périodontale, les sensations orales au niveau de la muqueuse. L'isthme pharyngien est également très sensible et détermine l'acceptation ou le rejet du produit s'il est en contact avec l'aliment.

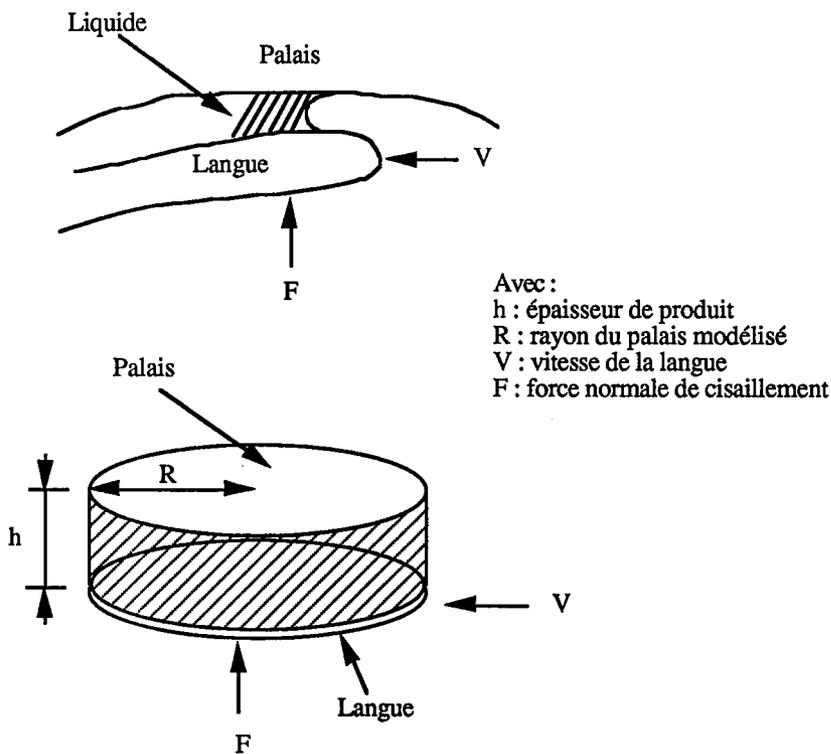
Il existe différents types de déstructuration des aliments dans la bouche pour les produits solides ou semi-solides qui conduisent à des bols alimentaires différents. En particulier trois modèles sont proposés par Hutchings et Lillford (1988) faisant intervenir le degré de structure, le temps de mastication ainsi que le degré de lubrification de l'aliment :

- modèle de subdivision : les dents divisent l'échantillon en morceaux plus petits qui seront mâchés séparément ou d'abord rassemblés. Ce type de cassure a lieu avec des solides "mous" tels que carottes ou fromages qui sont relativement isotropes face à une force de cassure ou une déformation,

- modèle de bol en boule : ce modèle s'applique aux aliments anisotropes face à une force de cassure ou une déformation. Par exemple une carcasse de viande avec des fibres se casse plus facilement à angle droit que les fibres. Dans ce cas, les fibres sont séparées et ramollies en boules avant la mastication,

- modèle de cassure : les aliments qui nécessitent de faibles forces ou déformations pour être cassés, quelle que soit la direction étudiée, peuvent être cassés en très petits morceaux. Ces pièces doivent être rassemblées avant le début de la mastication. On peut citer comme exemples les chips et les biscuits.

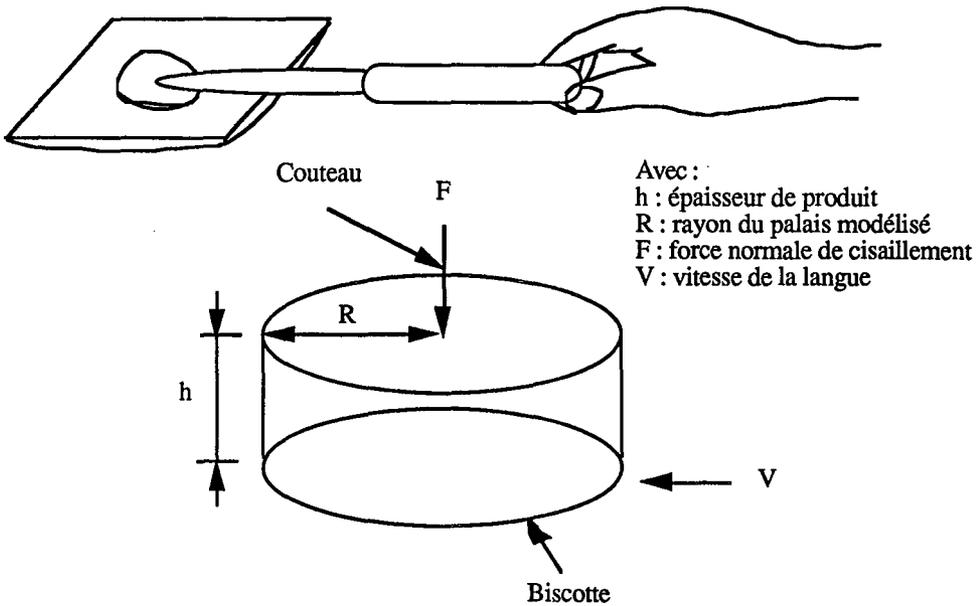
Kokini *et al.* (1977) ont proposé plusieurs modèles psychophysiques concernant l'évaluation de la viscosité en bouche et la tartinabilité d'un aliment à consistance semi-solide. Un premier modèle concerne l'épaisseur du produit en fonction de la force de cisaillement de la langue. Le palais et la langue sont assimilés à deux zones planes entre lesquelles s'écoule un liquide (figure I.2).



D'après Kokini *et al.*, 1977

Figure I.2 : Modèle de cisaillement d'un produit liquide en bouche

Le deuxième modèle proposé par Kokini et Dickie (1982) concerne la tartinabilité d'un aliment semi-solide en fonction de la contrainte de cisaillement du couteau (figure I.3).



D'après Kokini et Dickie, 1982

Figure I.3 : Modèle de tartinabilité d'un produit semi-solide

D'autres modèles psychophysiques ont été élaborés permettant de relier, par exemple, le caractère lisse à la force de friction en bouche (Kokini *et al.*, 1977) ou encore le caractère visqueux en bouche à la viscosité mesurée instrumentalement (Kokini, 1986; Daget et Joerg, 1987, 1991).

Pour se rapprocher instrumentalement des valeurs des contraintes de cisaillement dans la bouche, Shama et Sherman (1974) se sont intéressés à l'amplitude de la pression orale. Par l'intermédiaire d'un jury entraîné de 4 personnes, ils montrent que cette pression orale évolue de  $0,5 \times 10^2$  à  $3 \times 10^4$  Pa suivant la viscosité du produit. Ces résultats sont en accord avec les valeurs de Wood (1968) qui sont de 4,5 à  $5,5 \times 10^4$  Pa pour les hommes et de 3,3 à  $4,5 \times 10^4$  Pa pour les femmes, en sachant que l'aire de contact entre la langue, le palais et l'échantillon est d'environ  $8 \text{ cm}^2$ . Ces valeurs sont données pour des fluides newtoniens. Il apparaît que pour des fluides non newtoniens ou des semi-solides ayant un seuil d'écoulement, la situation est beaucoup plus complexe (Peyron *et al.*, 1994).

La plupart des études s'intéressant à l'évolution des aliments en bouche concerne les produits liquides et plus particulièrement leur viscosité. Lee *et al.* (1992) ont étudié le comportement d'aliments de différentes viscosités et se sont aperçus que le parcours dans la bouche était

toujours le même mais que plus l'aliment était visqueux, plus son temps de passage dans la bouche augmentait.

### ***I.5.3.2 - Significativité des corrélations***

Toute étude de mise au point de nouveaux produits ou visant à améliorer la qualité de produits existants conduit à rechercher des relations entre des variables (Qannari, 1993). En particulier, les relations qui existent entre paramètres sensoriels et instrumentaux permet de répondre à plusieurs objectifs :

- orienter l'industriel vers une meilleure formulation de produits alimentaires,
- mettre en évidence les composants physico-chimiques déterminants pour les aspects sensoriels,
- évaluer l'impact d'un changement de matière première des constituants sur les caractéristiques organoleptiques,
- prédire les perceptions sensorielles à partir de mesures en laboratoire.

Les corrélations éventuelles doivent tenir compte de quatre facteurs principaux (Szczesniak, 1968), à savoir :

- les propriétés mesurées instrumentalement, les conditions d'expérimentation et l'interprétation des données,
- les problèmes physiologiques, psychologiques ou autres facteurs pouvant influencer le panel,
- l'homogénéité du matériel testé,
- la signification du coefficient de corrélation.

De nombreux autres facteurs peuvent influencer ces corrélations, comme le degré de similitude entre la mesure sensorielle et instrumentale ainsi que la sélection des termes et des échelles sensorielles (Szczesniak, 1987). De nombreux auteurs se sont intéressés à ces corrélations pour différents types de produits (liquides, semi-solides ou solides) et différents descripteurs comme nous l'avons vu dans le paragraphe I.2.

### **I.5.4 - Les aspects à développer**

De nombreuses corrélations ont été développées entre des mesures sensorielles et instrumentales depuis ces dernières années. Cependant, ces corrélations concernent fortement les caractères texturaux reliés à la fermeté des produits.

La gamme de texture est considérablement étendue et de nombreux autres paramètres que la fermeté sont à prendre en compte pour la satisfaction du consommateur. Pour permettre la corrélation de mesures instrumentales avec de nouveaux paramètres texturaux, il est nécessaire de mettre au point des méthodes visant à reproduire, au moins en partie, les conditions d'évaluation sensorielle du descripteur et de pouvoir appliquer ces méthodes à de larges gammes de matériaux alimentaires. Il est donc important de comprendre exactement les mécanismes de perception de la texture en bouche.

## **I.6 - Utilisation de concepts issus de la dynamique des systèmes complexes**

Dans cette partie, on développe les aspects théoriques concernant l'analyse fractale et l'analyse de Fourier. Les aspects pratiques (mesure de la dimension fractale apparente et obtention d'un spectre de Fourier) seront abordés dans la partie Matériels et Méthodes.

### **I.6.1 - Méthodes de quantification de la complexité**

#### **I.6.1.1 - Généralités**

La notion de fractale a vu le jour en 1975 dans un essai de Benoît Mandelbrot intitulé "Les objets fractals : forme, hasard et dimension". L'idée qui anime cette théorie était si nouvelle qu'il a fallu à son auteur inventer un nouveau mot, "fractale", pour désigner les objets mathématiques qui la concernent. Ce terme de "fractale", défini comme étant un fractionnement à l'infini, provient du latin *fractus* qui signifie irrégulier, morcelé et dérivant du verbe *frangere* : briser (Gouyet, 1992). Il regroupe en fait de nombreux travaux mathématiques antérieurs. En effet, de telles structures géométriques complexes avaient déjà été imaginées par des mathématiciens comme Cantor ou Peano, il y a plus d'un siècle. Ces structures mathématiques permettaient de créer des courbes continues mais non rectifiables ou non dérivables en tout point (figure I.4) (Gouyet, 1992).

Mandelbrot (1975) différencie la notion de fractale naturelle ou apparente pour des objets réels présentant une homothétie interne à une échelle donnée, de la notion de fractale vraie ou idéale, caractéristique d'objets mathématiques comme par exemple la courbe de Von Koch qui modélise un flocon de neige par une itérations de "segments triangulaires".

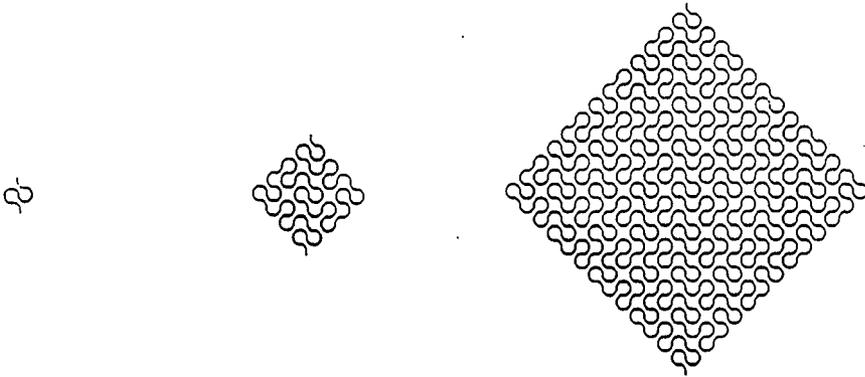


Figure I.4 : trois premières itérations de la courbe de Peano (D'après Gouyet, 1992)

### ***1.6.1.2 - Application de la notion de dimension fractale à la caractérisation de courbes ou de surfaces complexes***

En géométrie euclidienne classique, la dimension topologique est un nombre entier : les courbes sont de dimension 1, les surfaces de dimension 2 et les volumes de dimension 3. Selon Harrison (1989), ces dimensions sont invariantes par homéomorphisme (transformation inversible, continue et différentiable telle que la dilatation ou non différentiable). Ces dimensions ne permettent cependant pas de quantifier le degré de complexité d'une courbe ou d'une surface.

Plusieurs méthodes sont généralement utilisées pour apprécier la rugosité d'une surface. Elles consistent toujours à mesurer les hauteurs de ses aspérités à partir d'un axe de référence et à exprimer son état topographique à l'aide de différents paramètres statistiques (par exemple, la moyenne arithmétique des hauteurs, la moyenne des dénivelés maximaux, etc). Cependant, depuis quelques décennies, ces méthodes de description de la surface sont de plus en plus remises en cause car elles ne peuvent, en général, pas tenir compte de la structure fine des surfaces à différentes échelles.

La fin des années soixante-dix a vu se développer l'utilisation de la géométrie fractale dans de nombreux domaines de la physique. Cette théorie, indissociable de l'important paramètre qu'est la dimension fractale, peut fournir un cadre solide pour l'analyse des phénomènes naturels, à priori non déterministes, rencontrés dans de nombreux domaines scientifiques.

Le Méhauté dans son livre "la géométrie fractale" émet l'hypothèse qu'un processus irréversible ne peut que créer une rupture métrique pour dissiper toute son énergie et

poursuivre son cours. Il ajoute que la fractalité semble être la caractéristique principale des matériaux hétérogènes.

Sans être aussi systématique, il nous a d'abord semblé important et intéressant de rechercher si l'approche fractale avait déjà été utilisée pour la modélisation de structures proches de la nôtre.

La théorie de la mesure d'ensembles géométriques a conduit les mathématiciens à introduire une notion de dimension permettant de mesurer la complexité d'un ensemble. On peut ainsi associer à un ensemble une dimension supérieure à sa dimension topologique et inférieure à celle de l'espace dans lequel il est plongé. Elle sera d'autant plus grande que son degré de complexité est élevé.

Benoît Mandelbrot (1975) introduit la notion de dimension fractale en reprenant l'idée de "dimension fractionnaire" : le concept de base est de caractériser l'irrégularité de frontières en additionnant un nombre fractionnaire à la dimension topologique du système pour décrire la capacité de cette frontière à emplir l'espace. Il définit cette dimension fractale comme étant le "nombre qui quantifie le degré d'irrégularité et de fragmentation d'un ensemble géométrique ou d'un objet naturel et qui se réduit, dans le cas des objets de la géométrie usuelle d'Euclide, à leurs dimensions usuelles" (Mandelbrot, 1989).

Pour ces dimensions non entières, Mandelbrot (1977) et Kaye (1978) précisent que le chiffre avant la virgule est relatif à la dimension euclidienne du profil de l'objet à quantifier. La partie après la virgule est une mesure de la convolution ou de l'irrégularité de ce même profil.

Il existe diverses méthodes de calcul de la dimension fractale. La dimension de Bouligand-Minkowski en est un exemple et elle est utilisée pour de nombreuses applications. Elle est, en effet, plus facile à calculer que la dimension de Hausdorff. Elle est basée sur le principe de recouvrement d'un objet.

L'utilisation d'un recouvrement par le plus petit nombre  $N(r)$  de boules ouvertes de rayon  $r$  conduit à la dimension de Bouligand-Minkowski (dimension de compacité). Cette dimension est définie par l'équation suivante :

$$\dim_{\text{boul}}(E) = \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\text{Log}N(r)}{\text{Log}(1/r)} \quad (\text{I.3})$$

Elle peut faire appel à différentes méthodes pour la déterminer (ruban de Minkowski, méthode des boîtes, logique de l'érosion-dilatation et méthode des compas de Richardson). On peut trouver le détail de l'ensemble de ces méthodes dans les travaux de Tricot (1993). Toutes ces méthodes ne sont équivalentes que pour des profils autosimilaires. Elles donnent des résultats d'autant plus différents que les dimensions calculées s'éloignent de 1. Pour des raisons de simplicité, la méthode de la saucisse de Minkowski est souvent choisie (Peleg *et*

al., 1984; Peleg et Normand, 1985 et 1993). Les dimensions fractales ainsi calculées ne sont alors pas forcément égales aux dimensions théoriques de Bouligand-Minkowski. Cependant, cette méthode constitue un outil de discrimination car elle permet de distinguer des différences de degré d'irrégularité entre courbes et constitue donc, à cet effet, un outil intéressant pour la comparaison de profils.

Avec l'apparition des analyseurs d'images, les méthodes de calcul de dimension fractale par recouvrement de l'objet se sont considérablement développées. Ces méthodes, en particulier le principe de dilatation, abordé dans le paragraphe suivant et qui servira plus particulièrement dans le cadre de cette étude, sont largement utilisées pour le calcul de dimensions fractales de contours d'objets ou de surfaces de fracture.

#### *a - Calcul de la dimension de Bouligand-Minkowski par analyse d'images*

Les principes mathématiques sont abordés plus en détail dans le chapitre Matériels et méthodes.

##### • Logique de dilatation et principe de Minkowski

En analyse d'images, la dimension fractale est assimilée à une dimension de recouvrement (Coster et Chermant, 1989). Grâce à la logique de dilatation, il est possible d'accéder à cette notion de recouvrement pas à pas. Cette opération de "dilatation", définie ultérieurement, est due à Minkowski (1903).

La dimension de recouvrement selon Minkowski consiste à remplacer chaque point de la ligne par un cercle de rayon  $r$  centré sur la ligne et de considérer le ruban résultant ainsi obtenu. La longueur approximative de la ligne peut être obtenue en divisant l'aire du ruban par le diamètre des cercles. La dimension de recouvrement de Minkowski est presque toujours égale à la dimension de contenu de Hausdorff et elle peut parfois être plus grande, mais jamais plus petite (Coster et Chermant, 1989).

L'itération des dilatations d'un objet permet d'aboutir à un nouvel ensemble défini comme la "saucisse de Minkowski".

##### • Calcul de la dimension fractale apparente d'une courbe

Par itération des dilatations, on obtient un épaississement progressif de la courbe appelé "saucisse de Minkowski" (figure I.5).

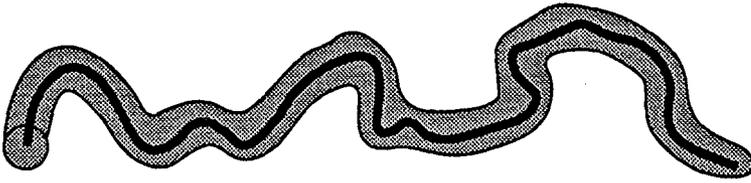


Figure I.5 : Saucisse de Minkowski ou épaississement d'une courbe  
(D'après Gouyet, 1992)

Il est possible, à partir de cette "saucisse", de déterminer la dimension fractale du profil par l'intermédiaire d'un graphe de Richardson en exprimant la longueur de la courbe en fonction de son épaisseur (Gouyet, 1992). Il existe cependant des effets de bord liés à la taille de l'écran (512×512 pixels). Tricot *et al.* (1988) ont proposé une méthode mathématique pour corriger ces effets de bord en changeant la forme des éléments structurants, forme invariante par une transformation affine.

#### *b - Quantification du degré d'irrégularité d'une courbe*

La quantification de l'état de surface de matériaux, plus ou moins lisses, à une échelle variant du millimètre au micron, a soulevé le problème de mesure du degré de complexité d'une surface rugueuse. L'utilisation de la dimension fractale comme paramètre caractéristique de la rugosité a vu le jour en métallographie avec Coster et Deschanvres (1978). Elle donne une mesure globale du degré de rugosité mais cependant aucune indication sur l'origine de ces irrégularités (Peleg, 1993a).

L'étude de l'irrégularité des lignes s'est développée dans un champ d'application autre que la géométrie classique. Les premiers travaux sur le sujet ont été réalisés par Richardson (1961) sur l'étude des côtes et des frontières. Il a établi que la distance entre deux points d'une ligne non euclidienne était fortement dépendante de la longueur de l'unité de mesure. Le graphe exprimant le logarithme du périmètre en fonction de l'unité de mesure est communément appelé graphe de Richardson d'un contour. Ce même type de graphe peut résulter d'une ligne droite dont la pente dépend du degré d'irrégularité du profil (Barletta et Barbosa-Canovas, 1993). Il existe en effet des courbes présentant statistiquement un degré d'autosimilarité signifiant que chaque partie de la courbe peut être considérée comme une partie réduite de l'image entière (Mandelbrot, 1967).

Pour déterminer la dimension de profils rugosimétriques, il est nécessaire de s'intéresser à différentes étapes.

• Similitude et affinité interne

Dans le cas d'objets fractals, deux possibilités, au moins, se présentent :

- soit le modèle présente une similitude interne. Dans ce cas, si on le considère au voisinage de chaque point avec un fort grossissement, on retrouve exactement l'aspect de l'ensemble tout entier,
- soit il présente une affinité interne. Dans ce cas, l'ensemble représenté par un graphe provient de la construction à partir d'un motif initial par un procédé itératif et peut ainsi s'appliquer aux profils de rugosité des surfaces (Champigny, 1986).

• Algorithme enveloppe

De nombreuses méthodes de quantification d'irrégularités d'objets naturels ou mathématiques ont été développées ces dernières années. L'ensemble de ces méthodes ont été recensées par Tricot *et al.* (1988) qui ont développé, les méthodes de calcul de dimension fractale de graphes alors que Kaye (1993) a plus particulièrement détaillé les possibilités de mesurer le contour, et donc l'irrégularité de particules solides.

Un algorithme particulièrement intéressant pour l'évaluation de textures de surfaces a été mis au point par Peleg *et al.* (1984) puis repris et expliqué par Normand et Peleg (1988). Le principe est de couvrir l'image d'une enveloppe dont l'épaisseur augmente pas à pas. La surface de l'image est calculée pour chaque pas en divisant le volume de l'enveloppe par son épaisseur et l'équivalent d'un graphe de Richardson peut être construit à partir de ces données.

Le même principe peut être utilisé pour une ligne. Dans ce cas, une approximation de la longueur  $L$  de la ligne s'obtient en divisant la surface  $A$  par l'épaisseur  $e$  de la ligne pour chaque itération :

$$L = \frac{A}{2e} \quad (I.4)$$

Dans tous les cas, la dimension fractale apparente  $D$  est calculée à partir de la pente  $\delta$  de la partie linéaire du graphe exprimant  $\log L$  vs  $\log e$ , avec  $e$  voisin de 0 :

$$D = 1 + |\delta| \quad (I.5)$$

Normand et Peleg (1988) insistent sur le fait que la dimension fractale apparente ainsi déterminée est une mesure globale du degré de rugosité mais ne permet pas de révéler des phénomènes d'autosimilarité ou autoaffinité au sein même de la structure du produit. Elle met plus précisément en évidence des courbes autoaffines ou des phénomènes de pseudosimilarité à une échelle d'observation donnée.

Cet algorithme "enveloppe" est basé sur le même principe de recouvrement que la logique de dilatation en analyse d'images. Il est utilisé dans toutes les applications de calcul de dimension fractale de profils rhéologiques irréguliers de produits alimentaires.

#### • Graphe de Richardson

Le graphe de Richardson d'un objet fractal vrai, défini par le logarithme d'une longueur en fonction du logarithme de l'épaisseur, est une droite et peut être extrapolé, en théorie, à une échelle de longueur infiniment plus petite. Dans le cas d'objets ou de profils réels, cette extension est impossible. Dans ce cas, une dimension fractale est donc représentative d'une certaine échelle de mesure. La pente de la région linéaire du graphe de Richardson permet de déterminer une dimension fractale apparente ou naturelle servant uniquement de mesure de l'irrégularité sur une échelle de 1 (lisse) à 2 (échelle théorique supérieure limite) (Rohde *et al.*, 1993a).

La valeur de cette dimension fractale apparente est calculée par régression linéaire avec des coefficients de l'ordre de  $r = 0,998$  minimum.

Kaye (1978) introduit la notion de multifractale : en effet, certains graphes de Richardson ne peuvent être "lissés" par une seule droite, deux droites seraient plus appropriées et refléteraient d'une part, la structure du profil aux pas grossiers (fractale "structurale") et d'autre part, la texture de la surface (fractale "texturale") pour les détails les plus fins (figure I.6). Il faut cependant noter que les définitions de la texture de surface et de la structure du profil ne sont pas à mettre en relation avec les définitions données dans la partie I.1.

Ce type de graphes se retrouve essentiellement pour la description de grains (minéraux, poudres, coraux, ...). Pour décrire ce type de profils, Whalley et Orford (1989) parlent de pseudo-fractales et quantifient uniquement le degré d'irrégularité de la surface de ces particules.

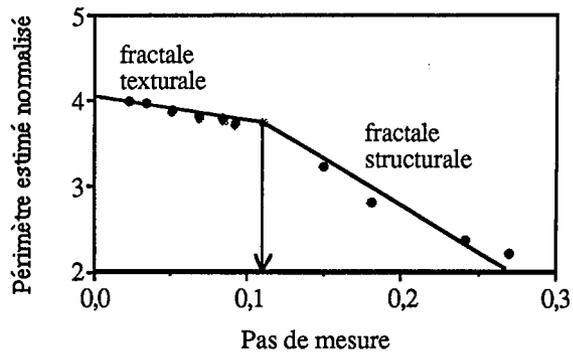
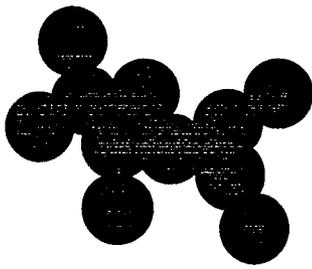


Figure I.6 : Expérience réalisée sur une structure de carbone noir simulé indiquant qu'il est possible de distinguer une "fractale structurale" d'une "fractale texturale" (D'après Kaye, 1989)

### I.6.2 - Etude de profils irréguliers de matériaux alimentaires

Le terme fractale a été mentionné, pour la première fois dans le domaine alimentaire, par Mandelbrot (1975). Par un programme informatique, il simulait des trous dans des fromages suisses (Appenzell et Emmenthal) et faisait l'hypothèse que ceux-ci présentaient une distribution fractale vraie, hypothèse mise en doute par Peleg (1993a) et non vérifiée à ce jour. D'autres aliments, tels le chou-fleur ou le brocoli, sont considérés comme ayant un caractère fractal naturel, à une certaine échelle d'observation (Peleg, 1993a). A l'heure actuelle, peu d'études ont été réalisées sur des produits alimentaires.

Kaye (1993) s'intéresse plus particulièrement à la structure d'une tranche de pain et quantifie, par une approche fractale, la distribution des trous influant sur l'aspect textural général du produit. Ces exemples permettent une première approche de la structure de ces produits en utilisant des modèles tels que le tapis de Sierpinski défini comme un objet mathématique symétrique. Cet auteur détermine la dimension fractale de la distribution de taille des alvéoles d'une tranche de pain et reconstitue, grâce au tapis de Sierpinski leur répartition statistique. Pour construire un tapis de Sierpinski de dimension fractale 1,89, un carré est divisé en neuf et le carré du milieu est supprimé. On réitère l'opération sur chaque nouveau carré. On obtient alors une distribution de trous pouvant représenter une structure. Grâce à des algorithmes mathématiques, il est possible d'établir des tapis de Sierpinski non symétriques mais présentant une autosimilarité statistique et donc plus proches des structures de matériaux alimentaires.

Deux autres approches de caractérisation de profils existent. La première consiste à étudier le contour de l'objet. La deuxième permet d'étudier les irrégularités de courbes contrainte-déformation de matériaux soumis à une contrainte. Ces deux approches sont basées sur le même principe de quantification des irrégularités.

### ***1.6.2.1 - Caractérisation de la forme de particules alimentaires***

L'étude de la forme des particules de poudre permet une meilleure compréhension des phénomènes de glissement ou de compaction. Quelques travaux portant sur la caractérisation de l'irrégularité de ces particules ont été réalisés par le biais des fractales. Peleg et Normand (1985) ainsi que Normand et Peleg (1986) se sont intéressés à la forme des grains de café instantané en étudiant leur degré d'irrégularité à partir de photos en microscopie électronique à balayage. La dimension fractale est déterminée par la méthode des compas (Richardson, 1961) permettant de tracer un graphe de Richardson (log périmètre vs log pas de mesure). Les dimensions fractales varient de 1,055 à 1,187. Ces valeurs sont proches de 1, révélant ainsi des particules relativement lisses.

Barletta *et al.* (1993) se sont également intéressés à étudier la forme de particules de café instantané et de lait en poudre par analyses d'images à partir d'images en microscopie optique. Ils détectent des différences de rugosité des grains, la dimension fractale variant de 1,069 à 1,115. La détermination de la dimension fractale a été réalisée sur 2000 particules pour démontrer la validité statistique de la méthode.

Kaye (1993) réalise un inventaire de toutes les méthodes utilisées pour caractériser, par une approche fractale, la rugosité de fines particules, la structure de matériaux poreux et l'évaluation de propriétés de certains papiers.

Enfin, cette technique a été utilisée pour d'autres applications comme l'étude de surfaces irrégulières de protéines, de floccs colloïdaux, ... (Farin *et al.*, 1985).

Les dimensions fractales de contours d'objets irréguliers sont présentées dans le tableau I.9. Les valeurs de D permettent ainsi de quantifier et de visualiser le degré d'irrégularité des surfaces.

Tableau I.9 : Dimensions fractales du profil irrégulier de particules alimentaires obtenues en utilisant l'algorithme enveloppe

Particule étudiée	Dimension fractale	Auteurs
Café instantanéisé	1,05 à 1,19	Peleg et Normand (1985)
Café instantanéisé	1,15 à 1,28	Normand et Peleg (1986)
Café instantanéisé	1,07 à 1,11	Barletta <i>et al.</i> (1993)
Lait en poudre	1,07 à 1,11	Barletta <i>et al.</i> (1993)
Protéines (immunoglobulines, cytochrome, ribosome)	1,09 à 1,14	Farin <i>et al.</i> (1985)

### 1.6.2.2 - Interprétation de profils rhéologiques

Peleg est un des premiers auteurs à s'intéresser à la modélisation par la théorie fractale de courbes irrégulières complexes de tests de compression issues de matériaux alimentaires. Il cherche à établir des relations entre les propriétés d'humidité et la dimension fractale issue de courbes de compression. Ces travaux concernent essentiellement des produits de type biscuits ou crackers.

#### *a - Caractérisation fractale de matériaux alimentaires "craquants" et "croustillants"*

De nombreux biscuits apéritifs ont été étudiés pour leurs caractères craquant et croustillant (bretzels, divers "amuse-gueules", ...). Lors de tests de compression, les produits montrent un profil contrainte-déformation irrégulier et non reproductible dans les détails (Rohde *et al.*, 1993a), donc difficile à caractériser de façon objective. Barrett *et al.* (1992) s'intéressent au calcul de la dimension fractale apparente de profils de compression de matériaux alimentaires extrudés. Le degré d'irrégularité étant une manifestation du mécanisme de déformation du produit, ces auteurs considèrent que cette irrégularité est à relier aux propriétés texturales des produits extrudés. En générant un graphe de Richardson à partir d'une courbe contrainte-déformation, grâce à l'algorithme enveloppe de Peleg *et al.* (1984),

Barrett *et al.* (1992) montrent une évolution de la dimension fractale avec le taux d'humidité relative.

En utilisant le même principe, Rohde *et al.* (1993a) ont déterminé des dimensions fractales de profils de compression de trois biscuits apéritifs. Malgré le caractère non reproductible des courbes de compression, les mesures de dimension fractale présentent une bonne répétabilité.

Rohde *et al.* (1993b) étudient les mêmes produits et observent une corrélation significative entre la dimension fractale et l'amplitude moyenne des spectres de puissance des relations contrainte-déformation. Ils font l'hypothèse que l'irrégularité des enregistrements est caractéristique du craquant ou du croustillant du biscuit. Cependant, aucun test en analyse sensorielle ne prouve la validité de cette hypothèse visant à faire de cette dimension fractale apparente un paramètre textural.

Peleg et Normand (1993) se penchent, quant à eux, sur la validité de l'algorithme enveloppe en réalisant la mesure de la dimension fractale apparente sur trois essais pour deux produits différents (bretzels et boules de fromages). Les résultats montrent que la méthode est sensible à de faibles ou fortes irrégularités mais cette méthode est reproductible pour déterminer le degré d'irrégularité des relations contrainte-déformation de matériaux friables.

Nuebel et Peleg (1993) ont travaillé sur des produits céréaliers soufflés (riz et maïs) qui présentent des profils de compression irréguliers et de forme sigmoïde. L'irrégularité de ces signatures est, selon eux, une manifestation principale de la désintégration mécanique des particules (fracture, déformation plastique puis effondrement des parois cellulaires).

Une comparaison entre la dimension fractale apparente de la texture de biscuits  $D_T$  et la dimension fractale apparente de la structure  $D_S$  a déjà été réalisée au laboratoire. Les valeurs de ces deux dimensions, pour un même biscuit, ne sont pas significativement différentes ( $p < 0,05$ ). L'ensemble des résultats de dimension fractale de différents biscuits est résumé dans le tableau I.10.

Tableau I.10 : Dimensions fractales apparentes de profils de compression de matériaux alimentaires craquants et croustillants obtenues en utilisant l'algorithme enveloppe

	Humidité relative						non fixée
	11%	23%	43%	65%	75%	85%	
Produit A extrudé	1,45 <sup>a</sup>		1,26 <sup>a</sup>		1,14 <sup>a</sup>		
Produit B extrudé	1,46 <sup>a</sup>		1,17 <sup>a</sup>		1,15 <sup>a</sup>		
Baguette de pain	1,62 <sup>b</sup>	1,60 <sup>b</sup>	1,54 <sup>b</sup>	1,53 <sup>b</sup>		1,44 <sup>b</sup>	
Bretzel	1,59 <sup>b</sup>	1,59 <sup>b</sup>	1,42 <sup>b</sup>	1,33 <sup>b</sup>		1,24 <sup>b</sup>	1,47 <sup>c</sup>
Biscotte	1,60 <sup>b</sup>	1,60 <sup>b</sup>	1,46 <sup>b</sup>	1,26 <sup>b</sup>		1,25 <sup>b</sup>	
Boule de fromage							1,31 <sup>c</sup>
Riz soufflé	1,54 <sup>d</sup>		1,45 <sup>d</sup>			1,26 <sup>d</sup>	
Maïs soufflé	1,53 <sup>d</sup>		1,29 <sup>d</sup>			1,22 <sup>d</sup>	

<sup>a</sup> Barrett *et al.*, 1992<sup>c</sup> Peleg et Normand, 1993<sup>b</sup> Rohde *et al.*, 1993a<sup>d</sup> Nuebel et Peleg, 1993

*b - Autres applications possibles de quantification de profils par les fractales dans l'alimentaire*

Il existe de nombreux phénomènes qui sont caractérisés par des courbes présentant de nombreuses irrégularités au cours du temps. Dans le domaine alimentaire, les profils d'extrusion de divers produits à consistance visqueuse ou pâteuse (Sanchez et Hardy, 1993) semblent particulièrement intéressants à quantifier pour déterminer la granulosité du produit (figure I.7).

Il apparaît également comme particulièrement intéressant de quantifier les profils acoustiques enregistrés lors de la mastication de divers produits alimentaires (Chen *et al.*, 1992; Lee *et al.*, 1992; Brochetti et Penfield, 1992; Vickers et Bourne, 1976) essentiellement de produits craquants, croquants et croustillants (figure I.8).

Ces études ouvrent des voies de recherche nouvelle et originale dans l'application des fractales aux produits alimentaires.

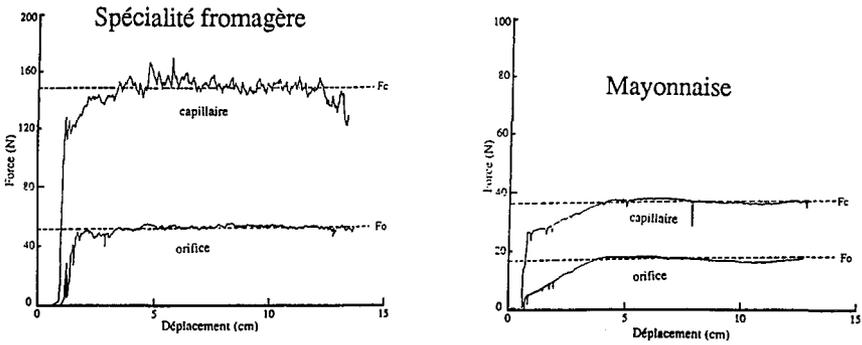


Figure I.7 : Profils d'extrusion capillaire de divers produits alimentaires (d'après Sanchez et Hardy, 1993)

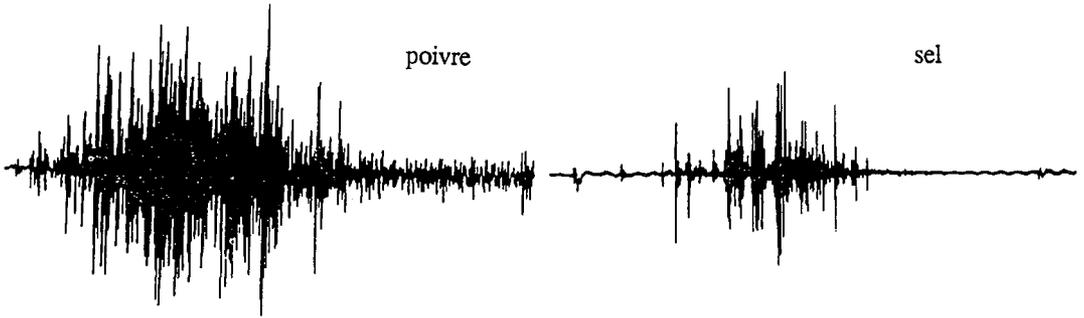


Figure I.8 : Profils acoustiques fournis lors de la mastication de divers produits alimentaires (d'après Vickers et Bourne, 1976)

L'intérêt serait de voir si la dimension fractale de ces graphes est corrélable, soit avec des mesures sensorielles dans le cas de profils rhéologiques, soit avec des mesures instrumentales dans le cas de profils acoustiques.

### I.6.3 - Fractales et dispersions alimentaires

Aucun travail sur les irrégularités de profils rhéologiques de dispersions alimentaires n'a été publié à ce jour. L'approche par les fractales de tels systèmes s'intéresse uniquement à la distribution de taille, fractale ou non, des différents composants du système. Une distribution fractale est en fait une répartition non aléatoire ou qui suit une certaine loi statistique.

Sanchez (1994) a posé l'hypothèse d'autosimilarité de structure d'un fromage frais triple crème, hypothèse basée sur les propriétés rhéologiques et la structure du produit.

Ozhovan et Parsons (1993) ont constaté que pour comprendre la formation de clusters au sein d'une émulsion, il était nécessaire de réaliser une analyse numérique de la distribution de taille des globules gras dans l'espace. Cette nécessité expliquerait que la littérature contienne aussi peu d'information sur le comportement fractal de tels systèmes. Par une méthode de congélation de l'émulsion, ces auteurs montrent que cette dernière est un système dynamique et que les clusters qui la composent ont une dimension fractale moyenne de l'ordre de  $2,5 \pm 0,1$ . Toutefois, aucune indication ne peut être fournie quant à la formation de ces clusters.

### I.6.4 - Analyse de Fourier

La nécessité d'analyser des modèles dynamiques non linéaires sous la forme d'un spectre de puissance apparaît dans divers domaines scientifiques et technologiques traitant des systèmes oscillatoires. Cette analyse permet de traiter un signal obtenu en fonction du temps comme étant une somme de fonctions sinusoïdales ou périodiques. Au début du XIX<sup>ème</sup> siècle, Fourier a mis au point cette technique mathématique pour élucider la propagation de la chaleur dans les corps solides (Bracewall, 1989).

La dimension fractale des relations contrainte-déformation de divers matériaux permet de caractériser leur degré d'irrégularité mais non leur structure (Peleg, 1993b). Il est donc intéressant de transformer ce signal en spectre de puissance à fréquences harmoniques, approche traditionnelle communément utilisée dans de nombreux domaines pour caractériser la ou les fréquences caractéristiques du matériau. Les temps de calcul des coefficients des séries de Fourier ont été considérablement diminués avec l'apparition de la transformée de Fourier rapide (Cooley et Tuckey, 1965) et l'apparition de systèmes informatiques performants. Les applications de l'analyse de Fourier ont commencé à se développer en 1992 avec Barrett *et al.*, qui ont utilisé cette méthode pour quantifier des profils mécaniques de matériaux alimentaires (biscuits secs).

#### I.6.4.1 - Généralités

La courbe contrainte-déformation transformée en signal contrainte-temps est considérée comme un signal  $z(t)$ , à spectre discret ou continu, que l'on décompose selon les techniques habituelles de l'analyse de Fourier. La transformée de Fourier rapide (F.F.T.) transforme la courbe originale en un spectre de fréquence, permettant une interprétation plus facile et significative. Le spectre de puissance, qui représente l'intensité relative des différentes

fréquences, permet d'identifier les fréquences ayant une signification physique ou structurale particulière (Barrett *et al.*, 1992). La forme générale du spectre permet de donner une évaluation correcte non seulement du degré de rugosité du profil donné, mais aussi de la périodicité du signal.

En effet, un spectre de puissance présentant une raie (Dirac) caractérise un signal périodique: plusieurs raies sont obtenues pour un signal quasi-périodique. Il peut y avoir chevauchement des raies dans le cas d'un signal "bruité". Le cas extrême d'un signal aléatoire est ce qu'on appelle un "bruit blanc" et est caractérisé par un spectre continu (signal aperiodique).

#### ***1.6.4.2 - Identification de paramètres structuraux***

L'ensemble des profils de compression des biscuits ou crackers apéritifs étudiés dans le paragraphe 1.4.3.2.a ont été analysés par transformée de Fourier. Les extrudats obtenus par cuisson-extrusion montrent des pics élevés aux basses fréquences. Ces pics correspondent à la cassure ou l'effondrement des composantes et unités structurales principales responsables de l'aspect cellulaire du produit (Barrett *et al.*, 1992). Les hautes fréquences représentent les fluctuations majeures des courbes contrainte-déformation et, de ce fait, sont relatives à la fracture de composants structuraux grossiers de taille cellulaire (Rohde *et al.* 1993a; Barrett *et al.*, 1992).

Ces auteurs éliminent les deux premiers pics des spectres de puissance (fréquences les plus faibles) qui ont une influence sur l'ensemble de la courbe originale. En effet, ces fréquences sont considérées comme un artefact de la mesure.

A de fortes teneurs en humidité (75%), la forme des spectres présente un nombre de pics plus petit qu'aux faibles teneurs en humidité (11%) : le matériau devient friable, il a tendance à se déformer et non plus à se casser. Les travaux de Rohde *et al.* (1993a et 1993b), appliqués à 3 crackers, vont dans ce sens. Les auteurs insistent sur la signification du spectre en tant qu'outil d'information sur les propriétés morphologiques du produit et non pas sur ses propriétés mécaniques. Seule l'amplitude des pics peut être reliée à des propriétés structurales telles la taille des cellules ou leur distribution au sein du matériau. Chaque fréquence correspond à la fracture d'une certaine partie de la structure (parois de biscuits plus ou moins résistantes à la compression).

#### ***1.6.4.3 - Spectre de puissance et dimension fractale***

Il est possible d'évaluer la dimension fractale d'un profil à partir de son spectre de puissance. Dans ce cas, on s'intéresse aux basses fréquences et la pente du graphe du

logarithme de l'amplitude en fonction du logarithme de la fréquence permet de déterminer cette dimension suivant le même principe qu'un graphe de Richardson (Tricot, 1988). En théorie, le calcul est simple et rapide. En pratique, on est souvent confronté à un problème de bruit de fond aux basses fréquences, bruit dû à l'analyse numérique. Il devient alors impossible de déterminer une dimension fractale et l'expérimentateur doit avoir recours à une autre méthode basée sur le principe de recouvrement de l'objet.

### I.6.5 - Conclusion

L'utilisation de la théorie des fractales a pris un essor considérable depuis ces dernières années dans divers domaines scientifiques (physique, électronique, métallographie...). Son application aux matériaux alimentaires a commencé à se développer il y a une dizaine d'années avec les nombreux travaux de Peleg et de Kaye. Elle est cependant limitée à deux types de produits : les biscuits pour leur aspect craquant, croustillant et poreux et les poudres alimentaires pour l'irrégularité des particules. Quelques études ont été réalisées sur les phénomènes d'adsorption d'eau des particules d'amidon (Nagai et Yano, 1990).

Aucun auteur ne s'est réellement attardé sur la quantification des propriétés structurales des aliments par le biais des dimensions fractales. Il est cependant intéressant de quantifier l'hétérogénéité d'un système. Une structure fractale ou pseudofractale, révélatrice d'un système organisé pourrait expliquer certains comportements mécaniques voire certaines perceptions sensorielles.

Le problème majeur qui se pose pour de telles études réside, non seulement dans la quantification dans l'espace de tels composants, mais aussi dans l'échantillonnage des produits au cours duquel se produit souvent une première déstructuration et qui modifie donc les propriétés originelles du matériau dès le départ.

\* \* \*

La revue bibliographique a mis en évidence l'importance des relations entre les propriétés structurales, mécaniques et sensorielles des matériaux alimentaires. Les dispersions alimentaires étudiées jusqu'à aujourd'hui ont été essentiellement des produits laitiers et peu de travaux s'intéressent à une plus large gamme de produits pouvant aller d'un produit microhétérogène à un produit très hétérogène. Les propriétés texturales observées sont essentiellement la fermeté et la viscosité (Modler *et al.*, 1983; Muir et Hunter, 1992) et quelques études commencent à voir le jour sur les caractères lisse ou crémeux (Richardson *et al.*, 1993; Mela *et al.*, 1994). Dans une optique de compréhension de la texture de dispersions alimentaires complexes, nous avons donc mis au point des méthodes rhéologiques,

sensorielles et d'observation de cette complexité sur des dispersions modèles de type fromages frais.

Depuis ces vingt dernières années, les fromages frais font l'objet d'études structurales, rhéologiques et sensorielles. Divers auteurs (Corrieu *et al.*, 1982, 1983; Massaguer-Roig, 1984; Mahaut *et al.*, 1986; Korolczuk et Mahaut, 1988, 1991, 1992) ont réalisé de nombreux travaux sur leurs propriétés dépendantes du temps et se sont, entre autres, particulièrement intéressés à leur aspect textural visqueux. Les études réalisées en microscopie électronique à transmission ou à balayage sur des fromages frais ont permis de caractériser leur structure (Sanchez, 1994). Ce sont des dispersions de type gel faible ayant un réseau tridimensionnel constitué d'une phase continue (eau) et d'une phase dispersée d'agrégats caséines-globules gras (Glaser *et al.*, 1980; Brooker, 1986). Les travaux effectués dans ce domaine ajoutés aux connaissances acquises dans le laboratoire ont motivé le choix des fromages frais comme dispersions expérimentales.

Après avoir étudié une série de dispersions expérimentales de type fromages frais, nous avons appliqué les méthodes mises au point sur des dispersions commerciales, c'est-à-dire sur une plus large gamme (de texture) de dispersions alimentaires et nous avons cherché à savoir si l'hétérogénéité de structure pouvait être reliée à la dimension fractale apparente de profils en extrusion capillaire.



## *Matériels et Méthodes*



## Chapitre II - Matériels et Méthodes

<i>II.1 - Dispersions alimentaires étudiées, méthodes d'analyse et d'exploitation des données</i> .....	67
II.1.1 - Dispersions alimentaires expérimentales et commerciales .....	67
II.1.2 - Méthodes d'analyse des propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles .....	68
<i>II.2 - Protocole de fabrication, paramètres physico-chimiques et structuraux des dispersions expérimentales et commerciales</i> .....	69
II.2.1 - Fabrication des dispersions expérimentales .....	69
II.2.2 - Caractéristiques physico-chimiques de l'ensemble des dispersions .....	72
II.2.3 - Détermination de la taille des particules dispersées par analyse d'images .....	73
<i>II.3 - Méthodes rhéologiques employées pour la caractérisation des dispersions alimentaires</i> .....	76
II.3.1 - Viscosimétrie .....	76
II.3.2 - Viscoélasticité en régime dynamique .....	77
II.3.3 - Mesure des propriétés texturales par une méthode d'écoulement en extrusion capillaire .....	81
<i>II.4 - Mise en place d'un jury d'analyse sensorielle</i> .....	85
II.4.1 - Sélection du jury .....	85
II.4.2 - Entraînement du jury .....	86
II.4.3 - Déroulement des séances en analyse sensorielle .....	93
<i>II.5 - Dimension fractale de la texture mesurée par analyse d'images sur les profils en extrusion capillaire</i> .....	95
II.5.1 - Que représente la dimension fractale d'un graphe ? .....	95
II.5.2 - Quantification du degré d'irrégularité des courbes d'extrusion capillaire par une mesure de leur dimension fractale .....	95
II.5.3 - Validation de la méthode de mesure de la dimension fractale apparente sur des courbes théoriques : les fonctions de Weierstrass .....	98
<i>II.6 - Théorie mathématique de l'analyse de Fourier</i> .....	101
II.6.1 - Transformée de Fourier .....	101
II.6.2 - Application de la FFT au calcul de spectre de puissance .....	103
II.6.3 - Fonction d'auto-corrélation .....	105



## II - Matériels et méthodes

### II.1 - Dispersions alimentaires étudiées, méthodes d'analyse et d'exploitation des données

#### II.1.1 - Dispersions alimentaires expérimentales et commerciales

Pour comprendre les phénomènes agissant au sein de la structure des dispersions, entre les différents composants, il est nécessaire de pouvoir contrôler le maximum de paramètres physico-chimiques et technologiques.

Dans un premier temps, nous avons donc travaillé sur des bases fromagères de type fromage frais pour faire une dispersion expérimentale. La technologie était entièrement contrôlée. On a cherché à faire des produits plus ou moins micro-hétérogènes. Leur fabrication, mise au point par Sanchez *et al.* (1994c) ainsi que leur composition finale sont données dans le paragraphe II.2.

Dans la suite du texte, cette base fromagère expérimentale sera appelée indifféremment base fromagère, fromage frais ou dispersion expérimentale.

Dans un deuxième temps, nous avons étudié des dispersions alimentaires commerciales qui ont été choisies pour leur consistance semi-solide. De plus, d'après les travaux de Sanchez et Hardy (1993), les mesures réalisées en extrusion capillaire sur ces dispersions présentaient des résultats intéressants à approfondir.

Pour ces produits, il n'est pas possible de connaître l'influence du procédé sur le produit fini, les industriels ne fournissant aucune information. Nous avons donc réalisé toutes nos mesures sur le produit tel qu'il est acheté par le consommateur. Les dispersions commerciales sont issues de plusieurs lots fabriqués industriellement dans la période 1993-1995. La répétabilité de ces lots a été testé sur des mesures en viscosimétrie et les résultats ont montré un coefficient de variation inférieur à 10% pour l'ensemble des produits.

L'ensemble des produits étudiés est regroupé dans le tableau II.1. Leur composition physico-chimique est détaillée dans le paragraphe II.2.

Nous avons alors extrapolé la méthode de calcul de la dimension fractale apparente des profils en extrusion capillaire à un produit beaucoup plus hétérogène, à savoir un pâté grossier (terrines de porc).

Tableau II.1 : Dispersions alimentaires commerciales étudiées

Produit	Marque
Petit-suisse 30%	Gervais Danone
Pâté de foie pur porc (pâte fine)	William Saurin
Double concentré de tomates	Le Cabanon
Mayonnaise au tournesol	Rustia
Margarine	Fruit d'or
Crème épaisse 30%	Yoplait
Fromage blanc 40%	Jockey Danone
Purée de marron	Clément Faugier
Crème de marron	Clément Faugier
Terrine	Mathurin Onno

**II.1.2 - Méthodes d'analyse des propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles**

La méthode d'analyse de la structure utilisée dans cette étude est une méthode en microscopie optique permettant d'obtenir une estimation de la taille moyenne ainsi que l'étendue de taille des particules dispersées. Elle sera développée dans le paragraphe II.2.

Les propriétés rhéologiques permettant de caractériser la structure et la texture de ces dispersions sont des propriétés d'écoulement en viscosimétrie, des propriétés de viscoélasticité en régime dynamique et des propriétés en extrusion capillaire. Elles seront développées dans le paragraphe II.3. Les méthodes d'exploitation des données sont décrites avec les méthodes de mesure. La caractérisation sensorielle de la texture des dispersions alimentaires complexes par un jury entraîné est détaillée dans le paragraphe II.4.

L'exploitation des courbes en extrusion capillaire au moyen du concept de géométrie fractale et de l'analyse de Fourier a fait l'objet de paragraphes particuliers (II.5 et II.6).

## II.2 - Protocole de fabrication, paramètres physico-chimiques et structuraux des dispersions expérimentales et commerciales

### II.2.1 - Fabrication des dispersions expérimentales

Deux paramètres ont été fixés à des valeurs différentes. Il s'agit, d'une part, de la composition (teneurs en matière grasse et en matière sèche) afin de modifier le réseau globules gras/protéines et, d'autre part, l'homogénéisation de la crème expérimentale de départ (pression et nombre de passes) afin de modifier la distribution de tailles des globules gras.

Les différentes étapes du procédé de fabrication des dispersions expérimentales sont schématisées dans la figure II.1.

Douze crèmes recombinaées ont été fabriquées par homogénéisation d'une préémulsion de matière grasse laitière anhydre et de lait écrémé en poudre dispersé à température ambiante ( $22^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) dans de l'eau distillée pendant 60 min. Ces crèmes sont dites recombinaées car elles proviennent de crèmes homogénéisées donnant ainsi lieu à des globules gras dont la membrane est mixte avec 5-40% de matériel venant de la membrane naturelle (Mulder et Walstra, 1974). Un homogénéisateur ALM type 2 (Sté Guérin, Mauzé, France) est utilisé à différentes pressions d'homogénéisation (4, 10, 15, 20 et 25 MPa) et plusieurs passes (1, 2, 3 et 4 passes) pour obtenir des tailles de globules gras différentes. Du lait reconstitué à 20% p/p est mélangé aux différentes crèmes. La coagulation acide est réalisée grâce à l'hydrolyse de 2,5% p/p de glucono- $\delta$ -lactone (GDL, Merck, Darmstadt, Allemagne). Du bronopol (2-bromo 2-nitro 1,3-propanediol, Sigma) est ajouté à 0,02% p/p au lait reconstitué pour éviter toute contamination microbienne. L'ajout de GDL et bronopol entraîne une évaluation sensorielle de la texture des dispersions expérimentales uniquement entre les doigts.

Après 18 h de coagulation à  $30^{\circ}\text{C}$ , le coagulum est égoutté par pressage de 3% p/p de sérum. Le caillé est ensuite réparti dans des cylindres de différentes tailles pour les mesures rhéologiques ultérieures puis stocké à  $4^{\circ}\text{C}$  pendant 3 jours. Deux fabrications ont été réalisées pour chaque dispersion expérimentale.

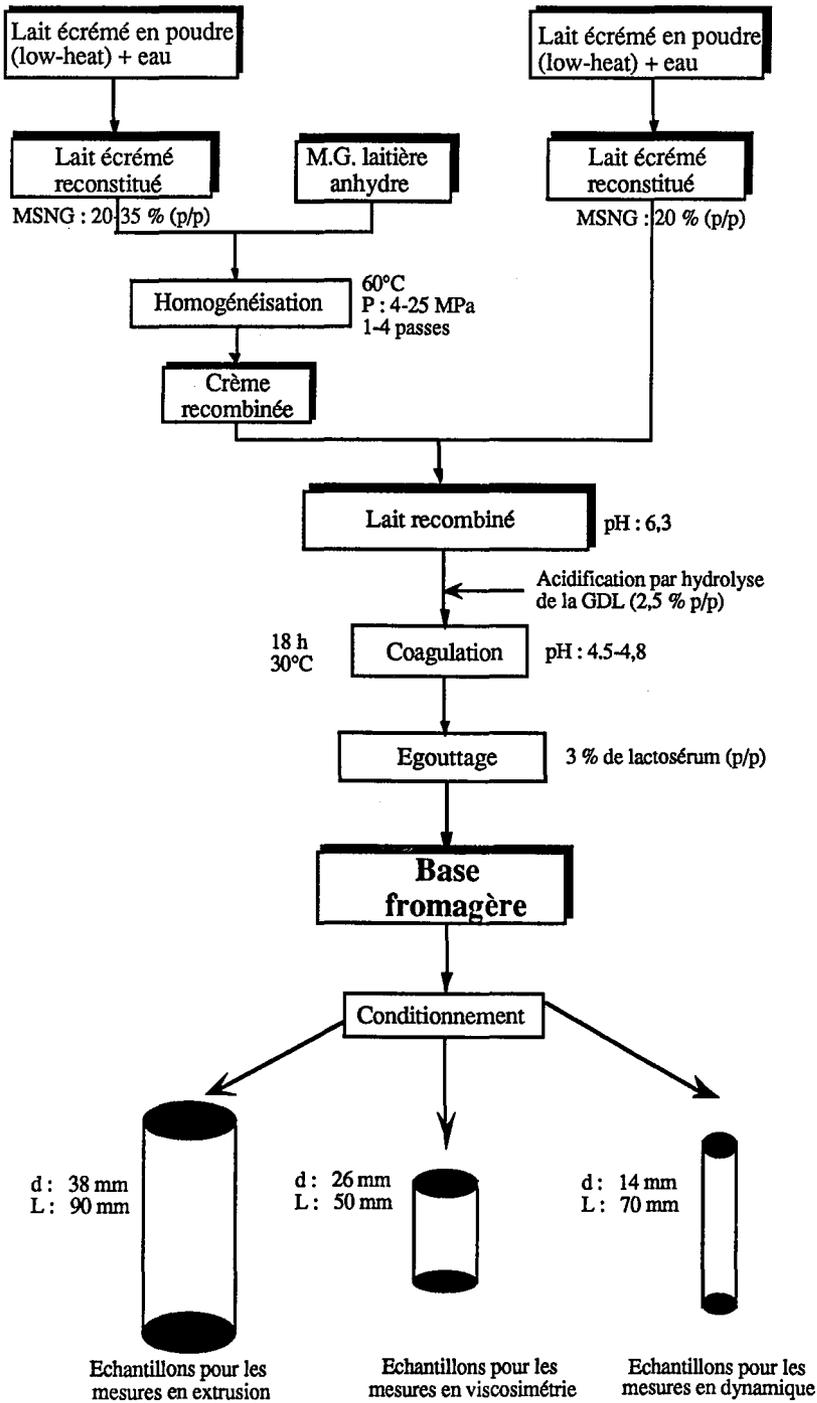


Figure II.1 : Diagramme de fabrication des bases fromagères (d'après Sanchez, 1994)

Deux séries de six dispersions expérimentales ont été fabriquées. Une première série comprenant les dispersions 1 à 6 pour lesquelles on a fait varier la pression d'homogénéisation et le nombre de passes de la crème recombinée (tableau II.2) et une deuxième série comprenant les dispersions 7 à 12 pour lesquelles on a fait varier les concentrations en MG et MS (tableau II.3).

Le rapport MG/EST de la première série de dispersions a été fixé à 40%, ce qui confère la composition finale suivante aux dispersions 1 à 6 :  $15,8 \pm 1,3\%$  de MG;  $38,8 \pm 0,3\%$  de MS;  $6,9 \pm 0,4\%$  de protéines avec un pH initial de  $6,4 \pm 0,1$  et un pH final de  $4,6 \pm 0,1$

Tableau II.2 : Paramètres technologiques des dispersions expérimentales pour lesquelles on a fait varier la pression d'homogénéisation et le nombre de passes

Dispersion	Pression d'homogénéisation (MPa)	Nombre de passes
1	4	1
2	10	2
3	15	3
4	15	4
5	20	4
6	24	4

La pression d'homogénéisation et le nombre de passes de la deuxième série de dispersions ont été respectivement fixés à 10 MPa et 2 passes. Le pH initial était de  $6,3 \pm 0,1$  et le pH final de  $4,6 \pm 0,2$ .

Tableau II.3 : Composition finale des dispersions expérimentales pour lesquelles on a fait varier les teneurs en MG et MS

Dispersion	MG (%)	MS (%)	MG/EST (%)	MSNG (%)
7	17,8	38,8	46,0	21,0
8	14,5	34,9	41,5	20,4
9	10,5	30,8	34,0	20,3
10	15,9	42,3	37,5	26,4
11	14,8	39,7	37,5	24,9
12	11,3	32,4	35,0	21,1

## **II.2.2 - Caractéristiques physico-chimiques de l'ensemble des dispersions**

### ***II.2.2.1 - Mesure du pH***

Le pH des dispersions expérimentales a été déterminé à 10°C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ) par introduction d'une électrode pH directement dans le produit. La température de mesure du pH est la même que la température de dégustation en analyse sensorielle. La valeur donnée correspond à la moyenne de trois lectures.

### ***II.2.2.2 - Détermination de l'extrait sec total***

Le taux de matière sèche des dispersions a été déterminé par la méthode officielle de la Fédération Internationale de Laiterie - Norme 4 - (FIL-IDF, 1958). Elle consiste à évaporer l'eau libre jusqu'à poids constant d'un échantillon dans un four ventilé à  $102^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ .

### ***II.2.2.3 - Détermination du taux de matière grasse***

Le taux de matière grasse des dispersions expérimentales ainsi que du fromage blanc, du petit-suisse et de la crème épaisse, a été déterminé par la méthode acido-butyrométrique de Van Gulik - Norme 5A - (FIL-IDF, 1969a).

Le taux de matière grasse de la crème de marron, de la purée de marron, de la mayonnaise, de la margarine, du pâté de foie et du double concentré de tomates a été déterminé par la méthode SBR de détermination de la teneur en matière grasse (FIL-IDF, 1969b).

### ***II.2.2.4 - Détermination de la teneur en protéines***

La teneur en azote total (NT) des dispersions expérimentales est mesurée par la méthode micro-Kjeldhal appliquée directement sur une portion aliquote d'une suspension citratée. La teneur en protéines totales est obtenue en multipliant la teneur en azote total par le facteur 6,38 (AOAC, 1984).

La composition physico-chimique des dispersions commerciales est donnée dans le tableau II.4.

Tableau II.4 : Paramètres physico-chimiques des dispersions alimentaires commerciales

Dispersion	M.G. (%)	M.S. (%)	Protéines (%)	M.S.N.G. (%)	pH
Petit-suisse	5,8	20,0	7,9	14,2	4,5
Fromage blanc	3,5	15,4	5,5	11,9	4,8
Crème épaisse	9,3	24,3	1,6	15,0	4,6
Concentré de tomates	0,4	26,7	5,1	26,3	3,7
Crème de marron	0,7	69,0	2,2	68,3	5,6
Purée de marron	0,4	24,1	1,9	23,7	5,3
Mayonnaise	81,0	85,7	0,7	4,7	3,3
Margarine	83,7	85,2	0,04	1,5	4,7
Pâté de foie	33,5	48,3	10,6	14,8	6,1

### II.2.3 - Détermination de la taille des particules dispersées par analyse d'images

#### II.2.3.1 - Identification des différentes phases des dispersions

Les dispersions alimentaires sont composées principalement de deux phases, une phase continue et une phase dispersée comprenant elle-même plusieurs types de particules. Le tableau II.5 regroupe l'ensemble des éléments composant ces systèmes dispersés.

Tableau II.5 : Composants des phases continue et dispersée des dispersions alimentaires commerciales

Dispersion	Eléments de la phase continue	Eléments de la phase dispersée
Petit-suisse	eau, protéines solubles, minéraux	agrégats protéiques, globules gras
Fromage blanc	eau, protéines solubles, minéraux	agrégats protéiques, globules gras
Crème épaisse	eau, protéines solubles, minéraux	globules gras, protéines adsorbées ou non à l'interface huile/eau
Concentré de tomates	eau, matières solubles	pulpe de tomate, matériel végétal cellulaire
Crème de marron	eau, sucres, matières solubles	matériel végétal cellulaire
Purée de marron	eau, matières solubles	matériel végétal cellulaire
Mayonnaise	eau, protéines solubles, sucres solubles, minéraux, stabilisants (hydrocolloïdes)	globules gras, émulsifiants protéiques et non protéiques
Margarine	cristaux de M.G. et M.G. libre	gouttelettes d'eau
Pâté de foie	eau, protéines solubles, minéraux	globules gras, particules de gras, particules de viande, protéines gélifiées

### II.2.3.2 - Méthode de mise en évidence des particules dispersées observables

Les dispersions sont diluées au 50ème dans de l'eau sous faible agitation, afin de détruire le moins possible les particules dispersées. Elles sont ensuite observées au microscope optique à un grossissement de 100 à 400 fois suivant les produits. Cette dilution a été choisie pour permettre une bonne observation des particules dispersées en microscopie optique, ainsi que l'acquisition des images par analyse d'images.

Pour chaque dispersion, nous déterminons un diamètre moyen noté  $d_{\text{moyen}}$  et correspondant au diamètre de Feret (correspondant à la plus grande longueur transversale de la particule), ainsi que l'étendue de la taille des particules dispersées. Toutes les particules ne peuvent être observées suite à des problèmes de contraste de l'image. Seules les particules identifiables ont donc fait l'objet d'une mesure de taille.

Dans le cas de la purée de marron, l'étendue de la taille des particules étant large (de l'ordre

du  $\mu\text{m}$  au  $\text{cm}$ ), une partie est traitée en microscopie optique et le reste des particules directement avec la caméra. L'ensemble des images obtenues sont traitées par analyse d'images. Pour le pâté de foie et la terrine de porc, la dilution est impossible, la taille donnée est donc une appréciation personnelle visuelle de l'expérimentateur.

Enfin, la margarine ne peut être diluée dans de l'eau et les particules dispersées ne sont pas observables à l'oeil. Il n'est donc pas possible de déterminer un diamètre moyen de particules dispersées. Il n'a pas été possible de déterminer une taille de particules dispersées pour les dispersions expérimentales. Les images n'ont pu être traitées par analyse d'images suite à une insuffisance de contraste liée à la présence d'agrégats protéiques interférant avec les globules gras.

La répétabilité est testée sur dix lames pour chaque échantillon et la reproductibilité est testée pour chaque produit sur trois lots différents.

### II.2.3.3 - Station d'analyse d'images

La station d'analyse d'images comprend :

\* un système d'acquisition et de traitement de l'image :

- une caméra SONY XC 77c à capteur CCD, 768x580 points (à résolution géométrique)
- un objectif COSMICAR 16 mm
- un logiciel de traitement de l'image VISILOG 3.6
- une carte PIP 1024 de vision
- un logiciel de traitement de données EXCEL 2.1

\* un système de visualisation de l'image :

- un microscope OLYMPUS modèle BHS, fond clair à contraste de phase avec objectif S plan phase (grossissement  $\times 10$  à  $\times 100$ )
- un filtre bleu
- un système photomicrographique SC 35 OLYMPUS
- un moniteur couleur 512x512 pixels SONY 1402

\* des périphériques :

- un micro-ordinateur IBM 8570-A21
- une souris DEXXA modèle 8000s

## II.3 - Méthodes rhéologiques employées pour la caractérisation des dispersions alimentaires

Les méthodes rhéologiques utilisées au cours de notre étude pour caractériser l'ensemble des dispersions ont eu pour objet de mesurer les propriétés suivantes :

- viscosité apparente et propriétés d'écoulement,
- viscoélasticité en régime dynamique,
- propriétés d'écoulement en extrusion capillaire.

L'étude des propriétés d'écoulement informe sur le type de structure du matériau. Ces informations sont particulièrement importantes dans le cas de produits ayant un écoulement dépendant du temps. La caractérisation des propriétés viscoélastiques dynamiques permet d'accéder à des paramètres structuraux relatifs à l'organisation macro- et supramoléculaire du matériau étudié et au type d'interactions impliquées (Ferry, 1961). L'étude des propriétés d'écoulement en extrusion capillaire sert à estimer une consistance instrumentale (Sanchez et Hardy, 1993). De plus, la rugosité des courbes, supposée représenter la granulosité du produit sera traitée par les outils mathématiques issus du concept de géométrie fractale et de traitement du signal.

### II.3.1 - Viscosimétrie

#### II.3.1.1 - Rhéomètre utilisé

Les propriétés d'écoulement ont été mesurées à l'aide d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux à vitesse de cisaillement imposée de type Rheomat 120 (Contraves AG, Zurich, Suisse). Le cylindre interne est mobile et animé par un moteur à haute résolution. La vitesse de rotation est générée par une fréquence basique hautement stable, contrôlée numériquement. Le godet de mesure (modèle MS DIN 125) est constitué d'un cylindre externe statique (de 28 mm de diamètre intérieur et de 6,5 mm de hauteur) et d'un module interne cylindro-conique mobile (de 26 mm de diamètre et de 4,6 mm de hauteur). La forme cylindro-conique permet de minimiser les effets d'extrémités (effets de fond), qui sont une limitation importante dans la mesure où ils perturbent l'écoulement en couches cylindriques coaxiales (Rao, 1977; Couarraze et Grossiord, 1992). La résistance à la rotation du cylindre interne provoquée par le produit est mesurée au moyen d'un capteur de couple. La vitesse maximale de rotation est de 780 trs/min.

L'appareil est piloté par un logiciel, *via* une unité de contrôle, qui permet de programmer le protocole de mesure et de sauvegarder les résultats. Le logiciel est installé sur

un micro-ordinateur type IBM 286S, 2Mo de mémoire vive. Une double paroi permet de thermostatier le godet de mesure, à l'aide d'un bain d'eau régulé. Dans la configuration utilisée, le rapport rayon mobile statique/rayon mobile tournant ( $14/13 = 1,08$ ) est inférieur à 1,15, limite à partir de laquelle on considère que l'écoulement n'est plus homogène en chaque point de l'échantillon (Couarraze et Grossiord, 1992). Avec ce système de mesure, la vitesse maximale imposable est de  $1000 \text{ s}^{-1}$  et la contrainte maximale mesurable de 1142 Pa.

### ***II.3.1.2 - Protocole de mesure de l'évolution de la viscosité apparente au cours du temps à vitesse de cisaillement constante***

- temps de repos de l'échantillon dans le godet de mesure : 20 min
- temps de cisaillement : 60 min
- température de mesure :  $10 (\pm 0,2^\circ\text{C})$
- vitesse de cisaillement : 1, 5, 10, 20, 50 et  $100 \text{ s}^{-1}$
- nombre d'échantillons testés par dispersion : 4

### ***II.3.1.3 - Protocole de mesure pour l'étude des propriétés d'écoulement : évolution de la contrainte à vitesse de cisaillement imposée***

- temps de repos de l'échantillon dans le godet de mesure : 20 min
- temps de montée en vitesse de 0 à  $300 \text{ s}^{-1}$  : 60 s
- durée du palier à la vitesse maximale imposée ( $300 \text{ s}^{-1}$ ) : 0 s
- temps de descente en vitesse de  $300$  à  $0 \text{ s}^{-1}$  : 60 s
- température de mesure :  $10 (\pm 0,2^\circ\text{C})$
- vitesse de cisaillement maximale imposée :  $300 \text{ s}^{-1}$
- nombre d'échantillons testés par dispersion : 4

## **II.3.2 - Viscoélasticité en régime dynamique**

### ***II.3.2.1 - Aspects théoriques***

Les mesures rhéologiques transitoires de type dynamique (par oscillation) permettent d'estimer les propriétés visqueuses et élastiques des matériaux alimentaires.

La mesure de ces propriétés peut être faite en régime transitoire (fluage et relaxation) ou en régime harmonique. Nous travaillerons uniquement en régime harmonique.

Dans une expérience en régime harmonique, le produit est étudié de façon dynamique en lui

imposant une contrainte variant sinusoidalement au cours du temps avec la fréquence  $\omega$ . La déformation est assez faible pour éviter la déstructuration de l'échantillon et assurer un comportement viscoélastique linéaire. La contrainte est alors proportionnelle à la déformation pour toutes les déformations appliquées, et oscille à la même fréquence mais avec un décalage de phase ou angle de perte  $\delta$  :

$$\tau = \tau_0 \cos(\omega t + \delta) \quad (\text{II.1})$$

où  $\tau_0$  représente la contrainte pour une fréquence  $\omega = 0$ .

Le décalage varie de 0 pour un corps parfaitement élastique (solide de Hooke) à  $\pi/2$  pour un corps visqueux (liquide de Newton). Ici, la déformation est proportionnelle à la vitesse de déformation à chaque instant. Si  $0 < \delta < \pi/2$ , alors le corps est viscoélastique. La déformation et la contrainte peuvent être représentées par les variables complexes  $\gamma^*$  et  $\tau^*$  qui sont définies par les équations suivantes :

$$\gamma^* = \gamma_0 e(i\omega t) \quad (\text{II.2})$$

et

$$\tau^* = \tau_0 e[(\omega t + \delta)] \quad (\text{II.3})$$

Le module de cisaillement complexe  $G^*$  est donné par l'équation suivante :

$$G^* = \frac{\tau^*}{\gamma^*} \quad (\text{II.4})$$

En remplaçant chaque terme du rapport par sa valeur et en posant  $G' = \left(\frac{\tau_0}{\gamma_0}\right) \cos \delta$  et

$G'' = \left(\frac{\tau_0}{\gamma_0}\right) \sin \delta$ , on obtient l'expression connue du module de cisaillement complexe :

$$G^* = G' + i G'' \quad (\text{II.5})$$

$G'$  est la composante en phase avec la contrainte, donc la composante élastique. Elle représente l'énergie stockée et libérée à chaque cycle de déformation. La composante  $G''$  est en décalage de phase avec la contrainte, et représente le caractère visqueux du matériau. C'est une mesure de l'énergie dissipée ou perdue en chaleur par cycle d'oscillation.

Un paramètre couramment calculé est la tangente de l'angle de perte donnée par l'équation

s suivante :

$$\operatorname{tg}\delta = \frac{G''}{G'} \quad (\text{II.6})$$

c'est un paramètre comparatif intéressant, dans la mesure où il combine à la fois les contributions élastiques et visqueuses. Lorsque  $\operatorname{tg}\delta$  est nul, il n'y a aucun déphasage entre  $\gamma^*$  et  $\tau^*$ ,  $G'$  apparaît alors comme la composante en phase avec la contrainte, donc la composante élastique. Ainsi la composante  $G''$  rend compte du caractère visqueux du matériau.

L'intensité relative des processus de stockage ou de dissipation de l'énergie est contrôlée par l'échelle de temps de mesure (Roefs, 1986). Le comportement d'un matériau semi-solide sous oscillation peut être globalement estimé par un modèle mécanique de type Maxwell, qui consiste en une combinaison d'amortisseurs et de ressorts montés en série (figure II.2). Le modèle de Maxwell généralisé s'exprime par la relation suivante :

$$\gamma(t) = \frac{1}{E_i} \dot{\sigma}(t) + \frac{1}{\eta_i} \sigma(t) \quad (\text{II.7})$$

D'où

$$\sigma(t) = \sum_{i=1}^n \eta_i \int_0^t \exp\left(\frac{-(t-s)E_i}{\eta_i}\right) \dot{\gamma}(s) ds + \sigma(0) \quad (\text{II.8})$$

Si on impose  $\gamma = K$  constant, on obtient alors l'équation suivante :

$$\sigma(t) = K \sum_{i=1}^n \eta_i \left[ \exp\left(\frac{-E_i}{\eta_i} t\right) \right] + \sigma(0) \quad (\text{II.9})$$

A haute fréquence de mesure (temps court), les ressorts peuvent s'allonger et se contracter mais les amortisseurs ont peu de temps pour bouger. Le système se comporte alors essentiellement comme un solide élastique. A basse fréquence de mesure (temps long), les ressorts peuvent également s'étirer mais dans ce cas les amortisseurs ont plus de temps pour bouger, et leur extension est plus ou moins supérieure à celle des ressorts, selon la viscosité du produit et le temps de relaxation. Le système se comporte essentiellement comme un fluide visqueux.

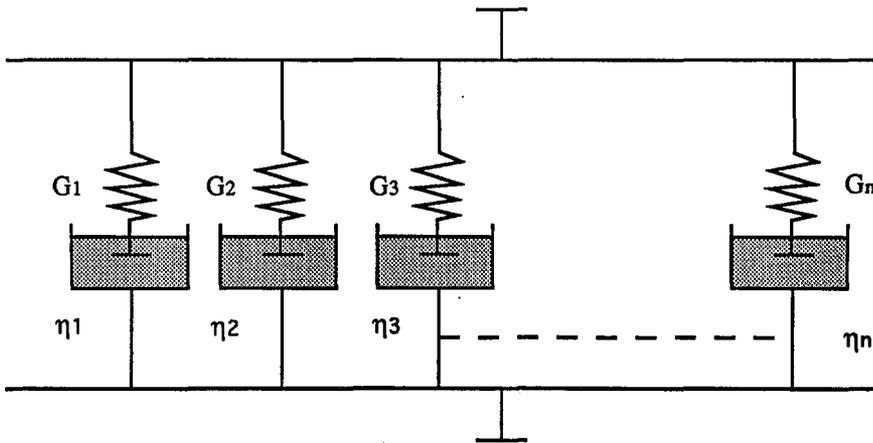


Figure II.2 : Modèle généralisé de Maxwell représentant le comportement d'un matériau viscoélastique  
 $G_n$  : module d'élasticité (Pa)  
 $\eta_n$  : viscosité (Pa.s)

### II.3.2.2 - Rhéomètre utilisé

Nous avons utilisé le rhéomètre à cylindres coaxiaux (Rheomat 120) fonctionnant en régime harmonique. Le système de mesure (modèle DIN 114/108) est constitué d'un cylindre externe statique (de 14 mm de diamètre intérieur) et d'un module interne cylindro-conique mobile (de 8 mm de diamètre).

### II.3.2.3 - Protocole de mesure

Le logiciel d'oscillation permet de fonctionner, soit à déformation variable (et fréquence d'oscillation constante), soit à fréquence variable (et déformation constante). Les manipulations ont été réalisées en faisant varier la fréquence d'oscillation, la plage de fréquence possible étant de 0,0062 à 31,333 rad/s. Le protocole de mesure qui a été retenu est le suivant :

- |                                                           |                      |
|-----------------------------------------------------------|----------------------|
| - temps de repos de l'échantillon dans le godet de mesure | : 20 min             |
| - intervalle de fréquences imposé                         | : 0,062-31,233 rad/s |
| - amplitude de déformation                                | : 0,017              |
| - température de mesure                                   | : 10 ( $\pm$ 0,2°C)  |
| - nombre d'échantillons testés par dispersion             | : 4                  |

Comme cela a été vérifié par Sanchez (1994) sur des fromage frais de type petit-suisse, la déformation imposée (inférieure à 2%) permet de rester dans le domaine de viscoélasticité linéaire (figure II.3), et donc de ne pas déstructurer l'échantillon au cours de la mesure.

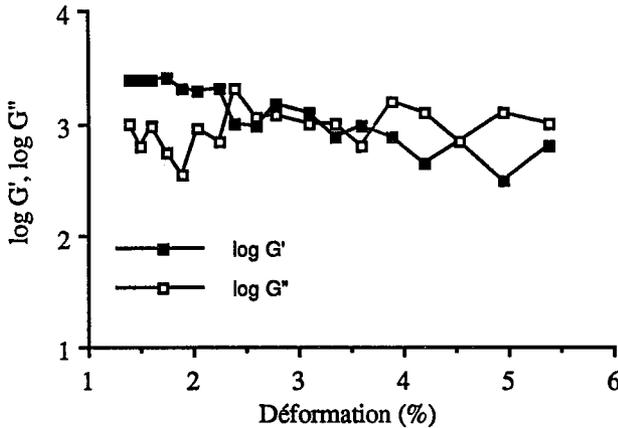


Figure II.3 : Evolution de  $G'$  et  $G''$  en fonction de la déformation imposée pour des fromages frais ( $\omega : 0,068$  rad/s; moyenne de 2 essais) (D'après Sanchez, 1994)

La plage de valeurs de l'amplitude de déformation qui peut être imposée varie de 0,0139 à 1,8533, ce qui correspond à des angles de déformation variant de 0,45 à 60°. Nous avons choisi d'appliquer une amplitude de déformation de 1,7%, proche de la valeur minimale d'amplitude de déformation imposable par le rhéomètre.

### II.3.3 - Mesure des propriétés texturales par une méthode d'écoulement en extrusion capillaire

Le principe de l'extrusion capillaire consiste à forcer un fluide à s'écouler à travers un tube de petit diamètre. La vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  est évaluée suivant l'approche générale de Van Wazer *et al.* (1963) à partir du débit volumique du fluide  $Q$ , du rayon  $R$  du capillaire et d'un facteur de correction  $b$ , égal à 1 dans le cas d'un fluide newtonien. La relation est donnée par l'équation suivante :

$$\dot{\gamma} = \frac{Q(3+b)}{\pi R^3} \quad (\text{II.10})$$

où  $b$  dépend du fluide considéré.

Pour les produits plus complexes,  $b$  n'est plus égal à 1 et il devient difficile de déterminer une vitesse de cisaillement apparente par cette formule. On peut alors faire appel aux travaux de Krieger (1968). L'information se réduit à l'obtention d'une courbe contrainte-déplacement qu'on appellera "profil d'extrusion capillaire" et la contrainte d'extrusion est déterminée expérimentalement par le processus ci-après.

Sanchez et Hardy (1993) ont développé une cellule d'extrusion capillaire s'adaptant sur une machine universelle d'essai en s'inspirant de l'appareil proposé par Mayfield *et al.* (1978). C'est cette installation qui a été utilisée dans la présente étude et qui est représentée figure II.4.

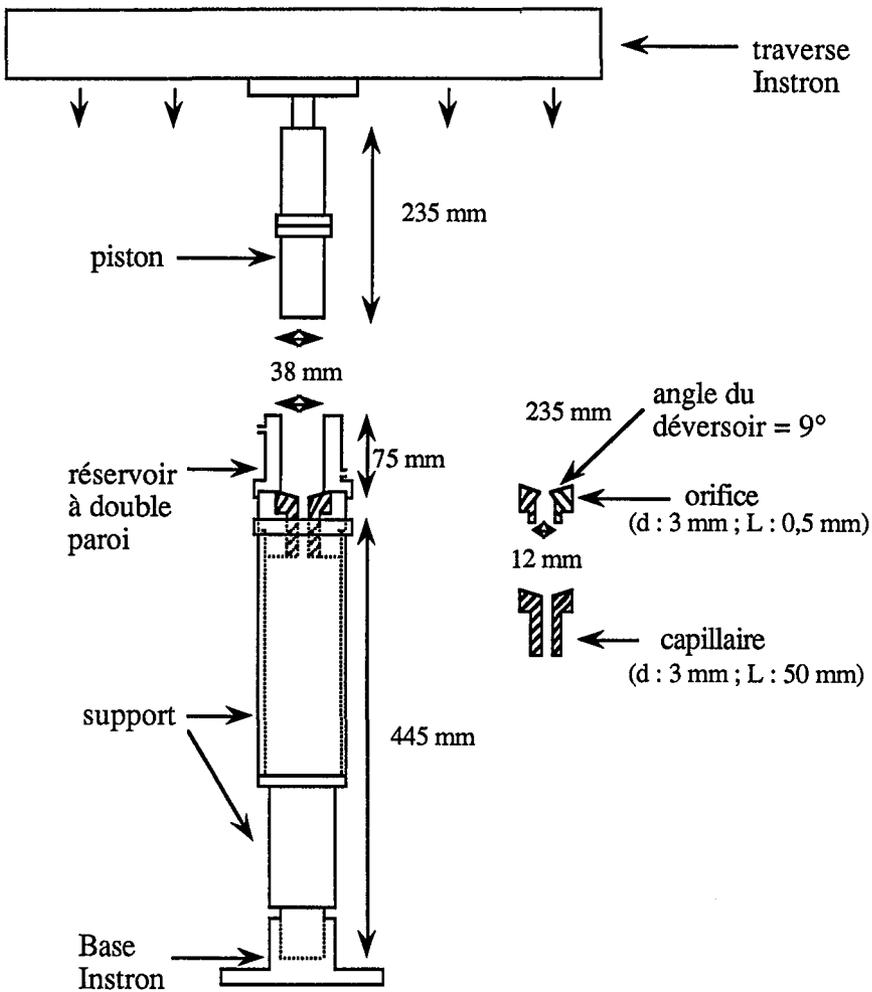


Figure II.4 : Schéma de l'appareil d'extrusion capillaire (d'après Sanchez et Hardy, 1993)

### II.3.3.1 - Protocole de mesure

Le protocole de mesure pour l'utilisation de l'INSTRON est le suivant :

- Temps de repos : 20 min
- Température de mesure : 10°C
- Vitesse de descente du piston (vitesse d'application de la contrainte) : 20 mm/min
- Sensibilité du capteur : 1000 N
- Vitesse de déroulement du papier (élément de lecture de la réponse obtenue) : 10 mm/min
- Les points de mesure de la force d'extrusion ont été relevés par la centrale d'acquisition de données de type DATA LOGGER (CHAUVIN ARNOUX, Paris) qui permet la conversion des volts en un signal digital fixé à 1 point toutes les 500 millisecondes.
- Nombre d'échantillons par dispersion : 4

Chaque dispersion donne lieu à un essai avec un capillaire long (de longueur  $L = 50$  mm et de rayon  $R = 1,5$  mm) et un capillaire de longueur considérée comme nulle ( $L' = 0,5$  mm et  $R = 1,5$  mm) et appelé "orifice". Le deuxième essai avec un orifice est réalisé afin de corriger les effets de perte d'énergie cinétique aux extrémités et les pertes de pression à l'entrée dues au comportement élastique ou visqueux du matériau. L'écart entre les deux enregistrements est considéré comme étant la force développée pour l'écoulement capillaire.

#### Mode de remplissage du réservoir

Quatre procédures d'échantillonnage ont été employées :

- dans le cas des dispersions expérimentales, les produits étant initialement stockés dans des cylindres de 38 mm de diamètre, ils sont poussés dans le réservoir de l'appareil d'extrusion avec un piston de même diamètre,
- dans le cas du petit-suisse, de la margarine, du pâté de foie, de la purée de marron, des échantillons sont prélevés dans le produit à l'aide d'un emporte-pièce en métal (38 mm de diamètre), puis poussés dans le réservoir de l'appareil d'extrusion avec un piston de même diamètre,
- dans le cas de la crème de marron, du fromage blanc, le réservoir est rempli manuellement avec une spatule,
- dans le cas de la mayonnaise en tube, le sommet du tube est sectionné et le produit poussé dans le réservoir par pression manuelle à sa base.

Une attention particulière est portée pour éviter l'introduction de bulles d'air. La présence de bulles d'air ne peut cependant pas être totalement évitée. Le choix de ne pas dégazer le produit s'explique par le fait que l'aliment est consommé en l'état lors de la dégustation en analyse sensorielle.

### II.3.3.2 - Analyse des résultats

Un exemple de profil en extrusion capillaire est présenté figure II.5. Les profils sont caractérisés par une première phase exponentielle correspondant au remplissage du capillaire, à l'établissement d'un écoulement stationnaire et à la mise en mouvement du matériau dans le réservoir, puis une deuxième phase quasi-stationnaire présentant de fortes irrégularités et relative au passage du produit à travers le capillaire ou l'orifice. L'utilisation d'un capillaire et d'un orifice est nécessaire pour minimiser certains défauts d'extrusion. En effet, cela permet de prendre en compte les effets de friction entre le réservoir et le piston ainsi que les pertes de pression antérieures au début du passage du produit dans le capillaire (Van Wazer *et al.*, 1963).

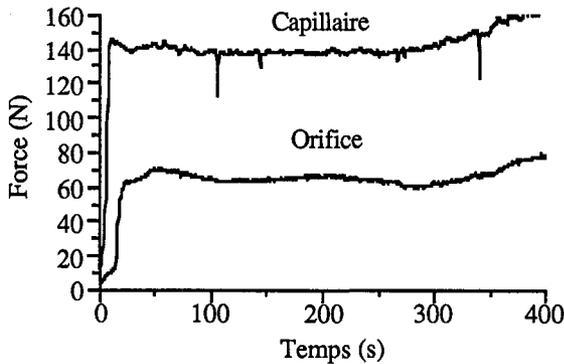


Figure II.5 : Profil d'extrusion capillaire de crème de marron exprimant la force requise pour faire extruder le produit à travers le capillaire ou l'orifice en fonction du temps

La contrainte d'extrusion  $\tau_e$  (Pa) est évaluée à partir du plateau obtenu lors de l'enregistrement des profils d'extrusion avec le capillaire et l'orifice par la relation suivante (Sanchez et Hardy, 1993) :

$$\tau_e = \frac{\Delta P \cdot R}{2 \cdot L} \quad (\text{II.11})$$

où :

$\Delta P = (F_c - F_0)/A$  : chute de pression corrigée à travers le capillaire (Pa),

$F_c$  : force requise (N) pour extruder le produit à travers le capillaire à l'état stationnaire,

$F_0$  : force requise (N) pour extruder le produit à travers l'orifice à l'état stationnaire,

$A$  : section du réservoir (1134 mm<sup>2</sup>),

R : rayon du capillaire et de l'orifice (1,5 mm),

L : longueur du capillaire (50 mm).

Le plateau à partir duquel est calculé  $\tau_e$  correspond à la phase linéaire et parallèle à l'axe des abscisses des profils d'extrusion. Cette phase est linéaire pour des temps d'application de la contrainte variant de l'ordre de 100 à 300s.

La mesure de la viscosité des suspensions concentrées est rendue difficile par des migrations de particules loin de la paroi (Van Wazer *et al.*, 1963; Chong *et al.*, 1971). Si la migration est trop importante, la concentration de la suspension diminue drastiquement au niveau de la paroi du capillaire et l'hypothèse initiale d'une vitesse de cisaillement nulle à la paroi n'est plus valide. Les procédures de correction impliquent l'utilisation de tubes de diamètres différents (Rao, 1977a) ou alors de tubes dont la surface intérieure est légèrement rugueuse (Dzuy et Boger, 1983). Nous avons opté pour un capillaire dont la surface intérieure est légèrement rugueuse. Cette option permet de minimiser les phénomènes de glissement qui peuvent être de la synérèse pour des produits tels que le petit-suisse ou le fromage blanc ou de la lubrification pour des produits tels que la margarine ou la mayonnaise).

## II.4 - Mise en place d'un jury d'analyse sensorielle

### II.4.1 - Sélection du jury

La mise en place d'un jury d'analyse sensorielle nécessite la sélection de candidats aptes à reconnaître des caractéristiques texturales. La sélection a été précédée d'un entraînement sommaire visant à mettre les personnes en contact avec les différents produits et leur expliquer les différentes caractéristiques sensorielles telles que odeur, texture, arôme, flaveur ou saveur.

Pour la sélection de notre panel de dégustation, une première phase leur a permis de comprendre l'intérêt de l'étude, de les informer sur les produits testés et de leur expliquer la texture et les mécanismes physiologiques de perception. Cette phase d'information s'est déroulée au cours d'une séance d'1 h 30.

#### II.4.1.1 - Questionnaire général

La deuxième phase de recrutement a été la distribution de questionnaires généraux aux différents individus. Les critères de recrutement sont multiples et nous avons pris en

compte plusieurs facteurs (AFNOR, 1988/NF v09-003) :

- l'intérêt et la motivation,
- le comportement vis-à-vis de produits alimentaires (habitudes alimentaires, aversion),
- les connaissances et aptitudes,
- l'état de santé,
- l'aptitude à la communication,
- la disponibilité,
- les critères de comportement.

L'ensemble de ces facteurs est regroupé dans un questionnaire présenté en annexe 1 (Meilgaard *et al.*, 1987) et qui a été distribué à l'ensemble des personnes intéressées à la participation d'un jury d'analyse sensorielle de la texture de produits alimentaires semi-solides. Quarante-vingt personnes ont répondu au questionnaire et participé aux tests de sélection.

#### ***II.4.1.2 - Epreuves de sélection***

Au cours d'une troisième phase, une série de tests présentés en annexe 2 et réalisés au cours de deux séances de sélection d'1h30 ont permis de choisir un ensemble de personnes suivant:

- leur capacité à détecter des différences parmi les caractéristiques présentes et l'intensité de ces caractéristiques,
- leur capacité à décrire ces caractéristiques en utilisant des descripteurs verbaux et des échelles de mesure pour les différences d'intensité.

Au cours de la première séance de sélection, une série de produits liquides (lait, lait concentré, crèmes liquide ou épaisse, ...) ainsi qu'une série de produits solides (différents fromages fondus) ont été présentés au jury. Il leur a été demandé de les classer respectivement suivant leur viscosité et leur fermeté.

Au cours de la deuxième séance, une série de tests ayant pour objet d'évaluer l'aptitude à décrire des textures a été utilisée. Ces essais ont pour objet d'évaluer les capacités des individus à expliquer et décrire les sensations qu'ils ressentent lors de la dégustation d'un produit alimentaire.

Grâce aux différents tests, nous avons donné des notes globales permettant d'éliminer les individus qui présentaient les performances les moins bonnes. Les questionnaires individuels ainsi que les différents tests précédents ont permis de sélectionner 15 personnes, soit 4 hommes et 11 femmes âgés de 23 à 45 ans. Ces 15 individus étaient soit des étudiants en agro-alimentaire, soit du personnel de recherche du laboratoire de Physico-chimie et Génie

Alimentaires

Pour des raisons de confidentialité envers les membres du jury, les individus seront identifiés par un numéro de 1 à 15.

## II.4.2 - Entraînement du jury

L'entraînement du jury a eu pour but d'étalonner les systèmes sensoriels et donc de pouvoir ensuite évaluer des grandeurs sensorielles de façon reproductible. Il a été conduit en deux étapes. Une première partie concernant une formation théorique (2 séances) et une deuxième partie axée plutôt sur la pratique (8 séances).

Il est important que les membres du jury aient une perception commune de l'intensité du caractère et de l'adjectif proposé pour décrire le produit (Gatchalian *et al.*, 1991). Comme l'a souligné Sauvageot (1975), la phase d'entraînement doit permettre au sujet :

- d'apprendre à évaluer les produits,
- de se familiariser avec les différents tests,
- de se familiariser avec les différents produits,
- de faire abstraction de ses préférences,
- d'aligner son vocabulaire avec celui des autres membres du groupe,
- de comparer les intensités données pour chaque caractéristique,
- d'améliorer sa répétabilité.

Pour des raisons évidentes de temps et de disponibilité des individus, l'entraînement s'est déroulé sur une période de 2 mois à raison d'une séance d'1h à 1h30 par semaine, soit 10 séances.

### II.4.2.1 - Formation théorique

Dans un premier temps, un ensemble de règles a été donné au jury visant à éviter tout facteur externe pouvant interférer sur les résultats (cf. annexe 3). Ces règles sont données à titre indicatif.

Quelques notions physiologiques ont permis de faire prendre conscience aux individus de l'importance des différents organes sensitifs et des zones particulièrement sensibles à l'évaluation de textures. Dans un deuxième temps, les différentes échelles (structurées ou non structurées) ont été présentées au jury ainsi que les différents tests utilisés lors de l'étude, à savoir :

- des épreuves de différences qui ont pour objectif de comparer deux produits et qui se

- présentent sous la forme d'épreuves triangulaires (AFNOR,1988),
- des épreuves de classement qui consistent à classer les produits les uns par rapport aux autres sur une échelle non structurée (AFNOR,1988),
  - des épreuves descriptives visant à comparer les produits par rapport à deux références (échelle d'intervalles) et où l'intensité de la perception sensorielle est traduite par une note placée sur une échelle structurée (AFNOR,1988).

**II.4.2.2 - Formation pratique**

*a - Evaluation sensorielle*

Lors de l'évaluation d'un produit en bouche, chaque étape (compression avec les molaires, cisaillement par la langue, déglutition, ...) est importante et doit être prise en compte. Les membres du jury ont appris, dans un premier temps, à évaluer une texture en bouche. Le tableau II.6 a été utilisé pour apprendre aux individus la façon de procéder pour évaluer la texture de produits alimentaires semi-solides ou solides (Civille et Liska, 1974).

Tableau II.6 : Évaluation de la texture en bouche pour différents caractères (d'après Civille et Liska, 1974)

Caractère sensoriel	Manipuler sans comprimer ou casser	Comprimer partiellement contre le palais, relâcher répéter	Comprimer complètement entre la langue et le palais	Bouger la langue d'arrière en avant à raison d'un mouvement/s	Après manipulation et cassure, avaler le produit
Fermeté		force requise pour comprimer partiellement	force requise pour comprimer entièrement		
Viscosité en bouche				façon dont apparaît le changement semi-solide/liquide	fluidité du produit
Adhésivité	capacité de la langue à glisser sous le produit	degré d'étalement du produit sur la langue		force requise pour éliminer le "matériel" qui adhère à la bouche	
Sensation de gras	capacité de la langue à glisser sous le produit			sensation dans la bouche après manipulation	
Tartinabilité		degré d'étalement du produit sur la langue	degré d'étalement du produit sur la langue		
Taux d'humidité	degré d'humidité à la surface - degré de mélange du produit avec la salive			vitesse de disparition du produit : temps requis pour la cassure	
Géométrie du produit			quantité d'air dans le produit perçue comme de très petites bulles	absence de particules dans le produit - cassure franche ou non	facile ou non à avaler

La manière d'évaluer un produit en bouche est importante puisqu'elle peut en modifier la perception texturale. Les individus ont été entraînés à évaluer la texture de produits semi-solides par l'intermédiaire de fromages frais et de spécialités fromagères.

En effet, une partie de l'entraînement s'est effectué sur des fromages frais pour tester la capacité des gens à détecter des différences très faibles au niveau textural. Les caractères lisse, mou, tartinable et homogène ont été évalués sur une série de 6 fromages frais A (Fromage ail et fines herbes, Cora), B (Délice de Saligny, Brillat Savarin, Lincet), C (Petit-suisse 30%, Gervais), D (Cantadou ail et fines herbes, Bel), E (Rondelé ail et fines herbes,) et F (Carré frais Gervais).

Les membres du jury ont appris à évaluer les autres caractères sur un ensemble de dispersions commerciales données en annexe 4. Au cours de cette étape, des essais de classement étaient réalisés et les résultats donnés à l'ensemble du jury pour que chaque individu puisse se situer par rapport à l'ensemble du groupe. Les individus, avec l'aide de l'expérimentateur ont appris à standardiser leur dégustation des produits (morsure, mastication, cisaillement entre la langue et le palais, ...).

Après avoir appris les différentes étapes de perception de la texture en bouche et entre les doigts, une liste de termes décrivant entièrement le ou les produits étudiés a été établie. Cette liste de termes a été mise au point grâce à l'élaboration de profils sensoriels.

#### *b - Elaboration d'un profil sensoriel*

La définition des termes peut jouer un rôle important et influencer nos perceptions (Civille et Lawless, 1986). Ils peuvent augmenter la précision et l'objectivité d'un juge, mais aussi faire percevoir des attributs non présents ou empêcher la différenciation d'attributs fondamentaux. Nous percevons les objets plus distinctement quand nous savons comment les nommer (Ferguson, 1974).

Pour éviter aux membres du jury toute confusion, il est également important d'éviter toute redondance dans les termes comme par exemple crémeux, onctueux et velouté.

Nous avons choisi de décrire chaque produit séparément pour mettre en place notre liste de descripteurs (profil libre monadique). L'ensemble des produits alimentaires utilisés pour établir une liste de descripteurs d'aliments semi-solides est donné en annexe 4. Le but est de réaliser une liste de descripteurs pour un type de produits à savoir les produits

semi-solides à partir de termes rassemblés dans un tableau en annexe 5a et s'organisant suivant trois grandes caractéristiques: mécaniques, structurales et les autres propriétés telles que l'humidité et l'aspect gras (Szczeniak, 1963).

A partir de la liste établie, les membres du jury ont défini, avec l'aide de l'expérimentateur, les différents termes. Parmi les termes fournis, les descripteurs les plus cités sont sélectionnés puis réétudiés avec l'ensemble du panel. Un ensemble de définitions de termes texturaux est donné dans le tableau en annexe 5b.

L'ensemble des descripteurs ainsi obtenus pour un type de produit et quantifiés par les membres du groupe d'évaluation sensorielle constitue, par définition, le profil sensoriel du produit étudié. Il est généralement traduit par une représentation graphique qui permet la comparaison de différents produits et de leurs différences.

Pour la série des dispersions alimentaires étudiées, les neuf descripteurs les plus cités ont été choisis et sont regroupés dans le tableau II.7 qui comprend, pour chaque terme :

- une définition,
- le type de perception (visuel, tactile ou en bouche),

Tableau II.7 : Mise en place de descripteurs et de leurs définitions pour la description de dispersions expérimentales et commerciales

Descripteur	Définition	Perception sensorielle
Adhérent	Substance qui tend à adhérer aux surfaces avec lesquelles elle est en contact, spécialement le palais, les dents et la langue pendant la mastication	En bouche
Collant	Sensation tactile due à un produit pâteux, collant entre les doigts	Au toucher*
Pâteux	Qui se présente dans la bouche avec la consistance tactile d'une pâte ou le devient après salivation	En bouche
Onctueux	Sensation provoquée sur la langue et le palais par un semi-solide et analogue à celle d'une crème sur la peau	En bouche
Mou	Qualifie un produit qui offre, lors de la mastication ou au toucher, une faible résistance à la déformation	En bouche Au toucher*
Lisse	Qui n'offre pas d'aspérités au toucher et en bouche	En bouche Visuel
Homogène	Se dit d'une substance, d'un mélange, dont la composition et la structure sont les mêmes en tout point	En bouche Visuel
Micro-hétérogène	Se dit d'un produit qui possède un état de surface et une texture en bouche légèrement hétérogènes	En bouche Au toucher* Visuel
Gras	Etat de ce qui est dans la bouche onctueux, épais, glissant	En bouche Au toucher*

\* La perception au toucher concerne l'évaluation des produits directement entre les doigts ou à l'aide d'une cuillère.

*c - Mise en place de références*

Une fois l'ensemble des termes et leur définition établis, des références ont été déterminées par l'ensemble du jury pour chaque terme. Ces références sont en effet des outils utiles pour l'entraînement d'un panel d'analyse sensorielle.

Le type d'échelle choisie a été une échelle structurée de rapport d'intervalle allant de 1 à 10 où 1 représente l'intensité la plus faiblement perçue et 10, l'intensité la plus fortement perçue. La référence 1 a pour note 1 et la référence 2, pour note 10 sur l'échelle de mesure.

Dans le cas des dispersions expérimentales 1 à 12, les références sont répertoriées dans le tableau II.8.

Tableau II.8 : Références des caractères mou, lisse, collant et homogène pour les dispersions expérimentales 1 à 12

Descripteur	Référence 1 de faible intensité	Référence 2 de forte intensité
Mou	dispersion expérimentale 6	dispersion expérimentale 9
Lisse	dispersion expérimentale 1	dispersion expérimentale 6
Collant	dispersion expérimentale 9	dispersion expérimentale 10
Homogène	dispersion expérimentale 9	dispersion expérimentale 10

Cette différenciation au niveau des références a été nécessaire pour classer les différentes dispersions. La gamme des dispersions expérimentales est trop petite, en terme de différences sensorielles, pour pouvoir classer des intensités par rapport à des dispersions commerciales.

En effet, comme nous le verrons dans la partie III.1, les dispersions expérimentales n'ont pas présenté de différences significatives ( $p < 0,05$ ) pour le caractère lisse lorsqu'elles ont été classées sur la même échelle que les dispersions commerciales.

L'ensemble des dispersions expérimentales et commerciales n'ont été comparées que sur le caractère lisse. Les autres descripteurs ont été étudiés séparément pour chaque groupe de dispersions.

Les descripteurs et les définitions correspondantes ainsi que les références établies pour le classement des dispersions commerciales sont regroupés dans le tableau II.9.

Tableau II.9 : Mise en place des références utilisées pour l'étude des dispersions commerciales

Descripteur	Référence 1 de faible intensité	Référence 2 de forte intensité
Adhérent	Crème épaisse 30%	Pâte au chocolat
Pâteux	Crème épaisse 30%	Pâte au chocolat
Onctueux	Pâté de foie	Fromage blanc 40%
Mou	Purée de marron	Fromage blanc 40%
Lisse	Pâté de foie	Mayonnaise
Homogène	Pâté de foie	Mayonnaise
Micro-hétérogène	Margarine	Crème de marron
Gras	Purée de marron	Beurre

### II.4.2.3 - Performances du jury

Dans le cas des dispersions commerciales, nous avons déterminé le coefficient de corrélation des rangs de Kendall qui permet de savoir s'il y a concordance entre les réponses des différents juges. Ce coefficient, noté W, fournit une mesure de la concordance entre les dégustateurs. Il varie entre 0 (aucune concordance, donc aucune différence entre les produits) et 1 (concordance parfaite). Plus W est voisin de 1, plus les rangs donnés aux produits par les différents dégustateurs sont voisins. La valeur de W est donnée par la relation suivante :

$$W = \frac{12S}{I^2 J(J^2 - 1)} \tag{II.12}$$

avec

$$S = \sum_{j=1}^J (R_j - I(J+1)/2)^2 \tag{II.13}$$

où I représente le nombre de dégustateurs, J le nombre de produits et R<sub>j</sub> la somme des rangs affectée au produit j.

Une valeur nulle de W indique que, soit le jury n'est pas assez entraîné et l'évaluation d'un produit est très différente d'un individu à l'autre, où que soit les produits testés sont très

proches.

Dans le cadre de cette étude, ce coefficient a été calculé sur l'évaluation sensorielle des caractères lisse, mou, adhérent et homogène des dispersions commerciales au cours de trois séances. Il varie de 0,87 à 1 ce qui est tout à fait satisfaisant puisque plus on s'approche de 1, plus la concordance est parfaite.

Malgré les différences interindividuelles, les individus évaluent globalement de la même façon les différents descripteurs et ce, d'une part, grâce aux séances d'entraînement qui ont permis d'étalonner le jury et d'autre part les dispersions commerciales testées sont suffisamment différentes pour permettre une si bonne concordance.

La répétabilité du jury a été testée régulièrement tout au long de l'étude (1 séance répétée environ tous les deux mois), pour les différents descripteurs et produits sélectionnés. Cette répétabilité a été mesurée pour chaque individu. Les résultats présentés ici sont ceux de trois séances identiques réparties sur trois mois. Au cours de ces trois séances, l'ensemble des dispersions commerciales ont été testées et chaque individu devait classer ces dispersions sur l'échelle structurée de 1 à 10. Les résultats montrent des coefficients de variation de 0 à 20%, ce qui est courant en analyse sensorielle (tableau II.10).

Tableau II.10 : coefficients de variation (c.v.) sur 3 séances

Juges	c.v. (%)
1	5,9
2	23
3	6,9
4	9,5
5	7,9
6	0
7	7,9
8	13
9	5,9
10	20,5
11	14,5
12	10,5
13	8,5
14	7,3
15	12,6

#### II.4.3 - Déroulement des séances en analyse sensorielle

Les individus sélectionnés étaient des étudiants de l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires ainsi que du personnel technique du laboratoire de Physico-

chimie et Génie Alimentaires. Les individus n'étaient donc pas des gens naïfs par rapport à l'analyse sensorielle.

Pour la motivation du jury, les individus ont été rémunérés. De plus, des séances extraordinaires ont été réalisées régulièrement pour éviter la lassitude du jury. Ces séances portaient sur des produits complètement différents de ceux testés pour cette étude (Ex: mousses au chocolat, biscuits, fromages fondus, ...), mais également sur d'autres paramètres sensoriels tels que l'odeur ou le goût.

Pour l'étude des dispersions commerciales, cinq produits maximum étaient testés au cours d'une séance. La durée des séances variait de 30 min. à 1h30, à raison d'une séance par semaine, excepté durant les périodes de vacances scolaires. L'étude sensorielle de l'ensemble des dispersions expérimentales et commerciales s'est déroulée sur une période de deux ans.

#### ***II.4.3.1 - Test triangulaire***

Il a essentiellement été utilisé pour différencier les dispersions expérimentales. Il consiste à déterminer, parmi trois échantillons, lequel est différent des deux autres.

Nous avons réalisé des tests triangulaires sur nos douze dispersions expérimentales précédemment décrites pour savoir si elles étaient perçues, après entraînement, comme identiques ou différentes par les membres du jury. Les dispersions ont été testées deux par deux. Tous les tests ont révélé que la majorité des dégustateurs (93%) différenciaient les produits de par leur fermeté ou leur aspect granuleux excepté les dispersions 7 et 11 (homogénéisées toutes les deux à 10 MPa, 2 passes et ayant respectivement des teneurs de 17,8 et 14,8% en MG et de 38,8 et 39,7% en MS) qui sont perçues comme très proches. En ce qui concerne les aspects collant et homogène, les membres du jury n'ont pas observé de différences significatives au seuil de 5% pour les dispersions 1 à 6 (dispersions dont on a fait varier la pression d'homogénéisation et le nombre de passes) alors qu'ils ont observé des différences pour les dispersions 7 à 12 dont on a fait varier la composition ( $p < 5\%$ ).

Si le jury ne perçoit pas de différences entre les produits, cela peut être dû aux fortes ressemblances des dispersions expérimentales (aspect visuel très proche) mais également à un temps d'entraînement trop court, au cours duquel il n'a pu apprendre à détecter de très faibles différences.

#### ***II.4.3.2 - Interprétation statistique des données***

En analyse sensorielle, l'ensemble des données nécessite un traitement statistique pour permettre une meilleure interprétation des résultats. Les tests les plus employés en traitement

de données consistent à mesurer la moyenne, l'écart-type, la variance du groupe de données à étudier. Des analyses multidimensionnelles permettent de mettre en évidence l'influence de plusieurs paramètres physico-chimiques, technologiques ou comportementales sur les résultats obtenus en analyse sensorielle.

Les tests statistiques utilisés ici ont été :

- l'analyse de variance,
- le test de Friedman,
- le coefficient de concordance de Kendall.

## **II.5 - Dimension fractale de la texture mesurée par analyse d'images sur les profils en extrusion capillaire**

### **II.5.1 - Que représente la dimension fractale d'un graphe ?**

Dans le domaine alimentaire, Peleg et Normand (1993) et Nuebel et Peleg (1993) démontrent que les relations force-déformation issues de tests de compression ou de pénétrométrie présentent un certain degré d'irrégularité caractérisé par une dimension fractale spécifique.

Le principe est le même que celui utilisé en rugosimétrie pour déterminer le degré de complexité d'une surface rugueuse : la courbe étudiée est considérée comme un signal, à spectre discret ou continu, que l'on décompose selon les techniques habituelles de l'analyse de Fourier (Tricot, 1988). Calculer la dimension fractale d'un graphe revient donc à étudier d'une part, le "degré d'organisation" du signal et d'autre part, à quantifier le degré d'irrégularité de la courbe traduisant ainsi la granulosité du produit et par là-même, sa texture.

### **II.5.2 - Quantification du degré d'irrégularité des courbes d'extrusion capillaire par une mesure de leur dimension fractale**

Pour la détermination de la dimension fractale des courbes expérimentales, il s'avère nécessaire de les normaliser par un modèle polynomial de degré 4 (un polynôme de degré supérieur à 4 n'améliore plus le coefficient de régression) afin d'éliminer la tendance générale de la courbe (ascendante ou descendante) et d'en isoler les irrégularités (Barrett *et al.*, 1992). Dans le cas des profils en extrusion capillaire, cette tendance est due à des phénomènes de friction entre le piston et la paroi du porte-échantillon. La normalisation permet également de comparer les courbes entre elles.

II.5.2.1 - Normalisation des courbes

La courbe expérimentale notée  $Y(x)$ , où  $Y$  est la contrainte d'extrusion et  $x$  le temps d'application de la contrainte, est lissée par un modèle polynomial de degré 4 utilisé de façon conventionnelle dans le domaine des fractales. Selon Peleg et Normand (1993), la valeur de la dimension fractale  $D$  n'est pas affectée par le processus de normalisation.

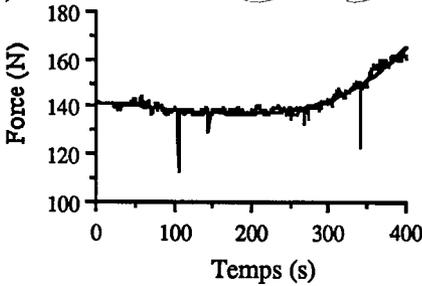
La courbe expérimentale est ensuite transformée en une relation normalisée  $R(x)$  où le paramètre adimensionnel  $R(x)$  est défini par :

$$R(x) = \frac{Y(x) - Y^*(x)}{Y^*(x)} \tag{II.14}$$

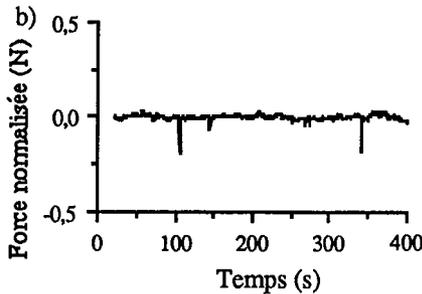
où  $Y^*(x)$  représente la valeur  $Y(x)$  lissée par le polynôme de degré 4.

Un exemple de normalisation est donné figure II.6.

a)  $y = 141,8 - 2,8e-2x - 5,3e-5x^2 + 8,4e-8x^3 + 1,5e-9x^4 \quad r^2 = 0,90$



Application d'un polynôme de degré 4 à une courbe d'extrusion capillaire



Courbe d'extrusion capillaire normalisée

Figure II.6 : Normalisation d'une courbe d'extrusion capillaire de crème de marron par un polynôme de degré 4

- a) ajustement de la courbe d'extrusion par un polynôme de degré 4
- b) courbe d'extrusion capillaire normalisée

### II.5.2.2 - Dilatation par analyse d'images des courbes normalisées : méthode de Bouligand-Minkowski

#### a - Logique de dilatation

D'un point de vue mathématique, la logique de dilatation se définit comme suit (Coster et Chermant, 1989) : soit un ensemble  $X$  de l'espace  $R^2$  et  $B_x$  un élément structurant de géométrie circulaire.  $B_x$  est repéré par son centre et placé en  $x$  dans  $R$ . Il est déplacé de telle sorte que son centre occupe successivement toutes les positions  $x$  de l'espace. Pour chaque position, on se pose la question :  $B_x$  touche-t-il l'ensemble  $X$ , c'est-à-dire  $B_x \cap X \neq \emptyset$  ? L'ensemble des points de  $R^2$  correspondant aux réponses positives forme un nouvel ensemble  $Y$  dont la frontière est le lieu des centres géométriques de  $B_x$  quand  $B_x$  touche  $X$ . L'ensemble  $Y$  est défini de la manière suivante :  $Y = \{x : B_x \cap X \neq \emptyset\}$ .

#### b - Principe de Minkowski

Cette opération de dilatation est due à Minkowski (1903, cité par Coster et Chermant, 1989). Par dilatations successives de la courbe saisie par la caméra vidéo, on obtient un épaississement de la courbe appelé "saucisse de Minkowski". La "saucisse de Minkowski" d'une courbe  $E$  est l'ensemble  $E(\epsilon)$  de tous les points à distance au plus  $\epsilon$  de  $E$ . La dimension fractale de  $E$  se définit comme suit :

$$D(E) = \lim_{\epsilon \rightarrow 0} (2 - \log |E(\epsilon)|_2 / \log \epsilon) \quad (\text{II.15})$$

où  $|E(\epsilon)|_2$  représente l'aire de la saucisse. En pratique, on obtient  $D(E)$  comme la pente de la droite des moindres carrés de l'ensemble des points du plan de coordonnées  $(\log(1/\epsilon), \log |E(\epsilon)|_2 / \epsilon^2)$ . Un schéma représentant la saucisse de Minkowski est donné dans la revue bibliographique page 49.

Le nombre d'itérations est fixé à 50. Au delà de ce nombre, l'épaisseur de la "saucisse" ne varie quasiment plus et ne tient plus compte des irrégularités de la courbe.

Dans la pratique, les effets de bords conduisent à une certaine imprécision (courbure pour les valeurs de  $\epsilon$  qui ne sont plus très petites).

### **II.5.2.3 - Détermination de la dimension fractale apparente : graphes de Richardson**

Pour chaque itération, l'analyseur d'images calcule l'aire de la "saucisse"  $A(\epsilon)$  (la station est décrite dans le paragraphe II.2.3). Une approximation de la longueur  $L(\epsilon)$  de la courbe est déterminée à partir de  $A(\epsilon)$  suivant l'équation  $L(\epsilon) = A(\epsilon)/2\epsilon$  où  $\epsilon$  représente le nombre d'itérations effectuées et donc l'épaisseur de la "saucisse" (Normand et Peleg, 1988). La dimension fractale apparente est déterminée à partir d'un graphe de Richardson : exprimant  $\log L(\epsilon)$  vs  $\log \epsilon$ .

La pente  $\delta$  de la partie linéaire de la courbe de Richardson permet de déterminer la dimension fractale apparente  $D$  suivant :

$$D = 1 + |\delta| \quad (\text{II.16})$$

Seule la partie linéaire est prise en considération et permet de déterminer  $D$  sans ambiguïté (Normand et Peleg, 1988, Barrett *et al.*, 1992). En effet, quand  $\epsilon$  tend vers 0, la "saucisse" tend vers une ligne de 1 pixel d'épaisseur difficilement quantifiable par une aire et quand  $\epsilon$  tend vers l'infini, la "saucisse" tend vers un rectangle dont l'aire varie peu avec la dilatation.

### **II.5.2.4 - Effet de la longueur du capillaire sur la dimension fractale apparente**

Des essais d'extrusion réalisés, avec de la purée de marron, sur l'orifice et sur deux longueurs de capillaire (50 et 80 mm) nous ont montré que la longueur du capillaire n'avait pas d'effet sur la dimension fractale apparente des profils d'extrusion capillaire. Les courbes provenant de l'orifice conduisent à une moins bonne précision se traduisant par un écart type sur les valeurs de  $D$  plus élevé que pour les capillaires. Le diamètre de l'orifice a été imposé. Nous verrons dans la discussion le problème soulevé par le rapport entre le diamètre du capillaire et la taille supposée des particules ou agrégats constitutifs.

### **II.5.3 - Validation de la méthode de mesure de la dimension fractale apparente sur des courbes théoriques : les fonctions de Weierstrass**

Les fonctions de Weierstrass sont des fonctions continues et dérivables en aucun point. Elles sont définies par la série suivante :

$$f_w(x) = \sum_{i=1}^{\infty} \left[ \sin(\lambda^i x) / \lambda^{\varepsilon i} \right] \quad (\text{II.17})$$

où  $\lambda$  ( $\lambda > 1$ ) et  $\varepsilon$  ( $0 < \varepsilon < 1$ ) sont des constantes.

L'objectif était d'appliquer la méthode de calcul de dimension fractale par analyse d'images à des courbes théoriques de dimension fractale connue. Pour cette étude, nous avons pris trois courbes différentes en fixant les paramètres :

$i$  varie de 1 à 33,

$\lambda = 2$ ,

$\varepsilon = 0,25; 0,5$  et  $0,75$  permettant d'avoir des dimensions fractales apparentes théoriques, respectivement de  $D = 1,75; 1,5$  et  $1,25$ ,

$$D = 2 - \varepsilon$$

201 valeurs et un pas d'itération de 0,002 correspondant au pas d'acquisition des données en extrusion capillaire par la centrale d'acquisition des données (Data Logger).

Pour ce faire, nous avons développé un programme de génération des courbes de Weierstrass en langage Quick C. Celui-ci est donné en annexe 6. Les courbes de Weierstrass sont normalisées par un polynôme de degré 4 puis traitées par analyse d'images pour déterminer leur dimension fractale et la comparer à leur valeur réelle (Tableau II.11).

Tableau II.11 : Comparaison entre dimensions fractales théoriques et apparentes des courbes de Weierstrass obtenues par la "saucisse de Minkowski"

$\varepsilon$	Dimension fractale théorique	Dimension fractale apparente
0,25	1,7500	1,72
0,50	1,5000	1,38
0,75	1,2500	1,21

Il apparaît que les valeurs des dimensions fractales apparentes obtenues par la logique de dilatation en analyse d'images sont proches des valeurs théoriques sans être rigoureusement les mêmes. Peleg et Normand (1993) attribuent cet écart au fait que les fonctions de Weierstrass dont le degré de "tortuosité" est mathématiquement infini sont représentées par un tracé de courbe obligatoirement incomplet qui conduit physiquement à une valeur de "tortuosité" finie.

En effet, la dimension fractale apparente de ces courbes est déterminée sur un nombre fini de

points et sur une plage de valeurs de  $x$ . Ces auteurs considèrent néanmoins que la dimension fractale apparente ainsi déterminée peut être considérée comme une mesure absolue de l'irrégularité.

De plus l'objet de cette étude est non seulement une quantification de l'irrégularité de courbes en extrusion capillaire mais aussi une comparaison de différentes courbes dans l'objectif de classer les produits suivant leur hétérogénéité.

Les fonctions de Weierstrass obtenues pour des valeurs de dimensions fractales de 1,2500, 1,5000 et 1,7500 sont représentées figure II.7.

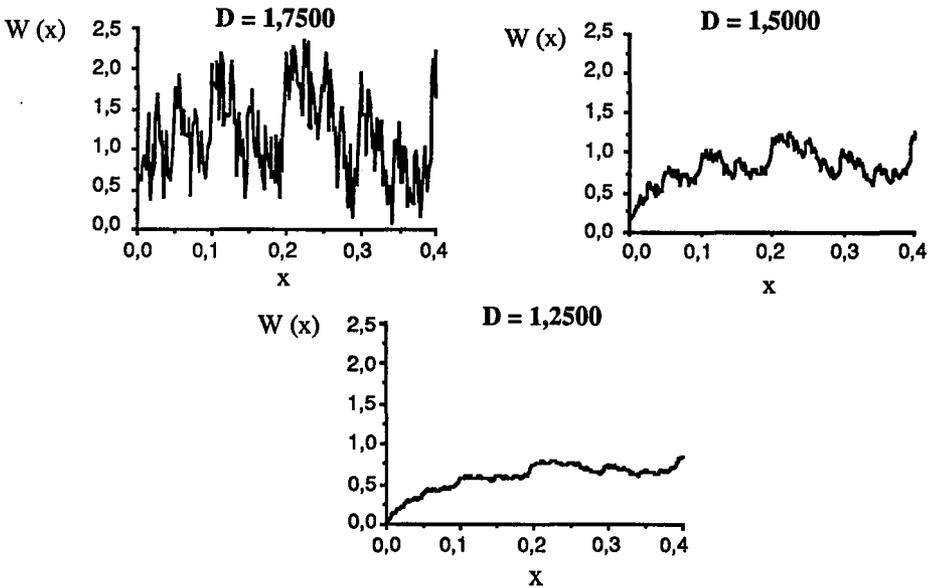


Figure II.7 : Fonctions de Weierstrass générées par ordinateur et leur dimension fractale apparente correspondante données par  $D = 2 - \epsilon$

## II.6 - Théorie mathématique de l'analyse de Fourier

Par définition, un signal est la représentation physique de l'information. Les signaux intervenant dans les échanges d'informations sont de nature complexe (fonctions périodiques, quasi-périodiques ou apériodiques) et peuvent être masqués par des perturbations indésirables. Un signal numérique est une suite de nombres. Le traitement numérique des signaux consiste donc à traiter des suites de nombres. Une grande majorité des signaux sont fonction d'une variable. Généralement, cette variable est le temps. L'information transportée par un signal se manifeste alors par une variation au cours du temps. La transformée de Fourier est une méthode de traitement de signal permettant d'extraire de l'information du signal d'entrée.

### II.6.1 - Transformée de Fourier

#### II.6.1.1 - Définition

La transformée de Fourier d'une fonction continue  $f$  donnée par  $X(f)$  est une fonction complexe définie par :

$$X(f) = \text{Re}[X(f)] + j \cdot \text{Im}[X(f)] \quad (\text{II.18})$$

avec  $\text{Re}[X(f)] = \sum_{k=-\infty}^{+\infty} x(k) \cos 2\pi f k$  qui représente la partie réelle

et  $\text{Im}[X(f)] = - \sum_{k=-\infty}^{+\infty} x(k) \sin 2\pi f k$  qui représente la partie imaginaire

Elle peut aussi s'écrire sous la forme :

$$X(f) = |X(f)| e^{j \cdot \arg |X(f)|} \quad (\text{II.19})$$

où :

- le terme  $|X(f)|$  représente le spectre d'amplitude (c'est-à-dire exprime la répartition fréquentielle de l'amplitude du signal),
- le terme  $|X(f)|^2$  représente le spectre d'énergie ou de puissance,
- le terme  $\arg [X(f)]$  représente le spectre de phase.

A l'issue d'une expérience, un certain signal en fonction du temps  $x(t)$  ou encore une

série temporelle sont obtenus. Il s'agit alors de déterminer le type d'évolution qui l'a engendré (périodique, quasi-périodique ou apériodique). La transformée de Fourier permet de caractériser un tel régime dynamique. En effet, elle permet le lissage de cette série dans un autre espace que l'espace temporel pour toute fonction dont la dérivée à l'ordre n est continue comme une fonction sinusoïdale.

En résumé, la transformée de Fourier réalise une décomposition du signal en éléments sinusoïdaux ayant chacun une fréquence propre. Par exemple, si on fournit une puissance élevée à un système, ou si en réponse on a une puissance élevée, c'est que le réseau est excité; on a alors une propagation des ondes dans le milieu et on a une vibration du système pour une fréquence propre (figure II.8).

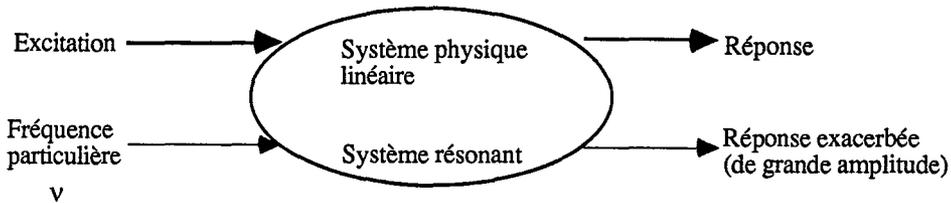


Figure II.8 : Réponse d'un système physique face à une excitation

Pour une série temporelle discrète  $x_j$ , la transformée de Fourier est l'opération qui lui fait correspondre une autre série discrète  $\hat{x}_k$  définie par :

$$\hat{x}_k = \frac{1}{\sqrt{n}} \sum_{j=1}^n x_j \exp(-i \frac{2\pi jk}{n}) \tag{II.20}$$

- où  $k = 1, 2, \dots, n$
- $j$  est l'intervalle de temps  $\Delta t$
- $i$  est un imaginaire pur
- et  $n$  le nombre de valeurs discrètes

En fait, n'importe quel signal  $x(t)$  peut s'exprimer par une somme de fonctions périodiques telles que la précédente. Pour cela, il suffit de considérer un intervalle fini  $[0, t_{max}]$ , appelé une fenêtre, comme représentant une période d'une fonction de largeur infinie ayant précisément  $t_{max}$  pour période. En considérant que la fenêtre se répète à l'infini, le signal devient alors périodique, de période  $t_{max}$ . Aussi, pour une fonction de comportement aléatoire, un fenêtrage astucieux permet d'en dégager les propriétés intrinsèques.

Il existe la transformée de Fourier discrète qui permet de traiter un signal discret et non continu. Elle s'utilise pour un nombre fini d'échantillons du signal. Cependant, il est parfois difficile de discrétiser la fonction et les signaux ne sont pas toujours limités dans le temps. C'est pourquoi Cooley et Tukey ont mis au point, en 1965, un algorithme de transformée de Fourier rapide (FFT) qui permet de travailler avec des signaux analogiques et continus. Cet algorithme s'applique à un nombre de valeurs multiple d'une puissance de 2.

### II.6.1.2 - Transformée de Fourier Rapide

Elle est un moyen (un algorithme) efficace et économique pour calculer la transformée de Fourier discrète (Kunt, 1981). L'idée de base de la FFT est de décomposer la transformée de Fourier discrète de période  $N$  en  $m$  transformées de Fourier discrètes de période  $N_i$  avec :

$$N = \prod_{i=1}^m N_i \quad (\text{II.21})$$

Cette FFT permet de tracer un spectre en puissance qui nous renseignera sur les propriétés intrinsèques de la courbe. Elle est réalisée sur la même portion de courbe que celle traitée en analyse d'images grâce à l'utilisation du logiciel mathématique IGOR 1.10B8 (WaveMetrics, Stanford, USA).

### II.6.2 - Application de la FFT au calcul de spectre de puissance

Le spectre en puissance s'établit à partir du signal  $x(t)$  et plus précisément par le calcul des  $(\hat{x}_k)^2$  issus de la transformée de Fourier. La variable en ordonnée est assimilée à une puissance, c'est-à-dire à une énergie par unité de temps. L'axe des abscisses a la dimension inverse du temps, c'est-à-dire la dimension d'une fréquence.

L'allure générale du spectre de puissance dépend de la manière dont le signal évolue au cours du temps. C'est d'ailleurs ce qui fait l'intérêt du spectre de Fourier dont l'examen permet de déceler certaines propriétés de son évolution qui, sans cela, passeraient inaperçues.

Seuls les profils en extrusion des capillaires sont traités. Les 48 premiers points des courbes en extrusion capillaire correspondant à un temps de 24 s sont éliminés car ils correspondent à la phase de remplissage du capillaire. Les 512 points suivants (de  $t = 24,5$  s à  $t = 280,5$ ) sont transformés en un spectre de puissance par FFT grâce au logiciel IGOR. L'intervalle de fréquence est de 0,004 Hz. Ces fréquences sont représentatives des phénomènes de périodicité dans le signal. Les transformées de Fourier sont réalisées

directement sur les courbes expérimentales non normalisées. En effet, le calcul de la transformée de Fourier inclue déjà un lissage de la courbe.

Pour permettre leur comparaison, les spectres sont normalisés à 1 en divisant l'ensemble des valeurs de puissance de chaque spectre par la valeur de la puissance la plus élevée de chacun. Les valeurs des amplitudes de chaque spectre sont comparées en réalisant une moyenne de l'ensemble des valeurs entre 0 et 0,2 Hz, la majorité des pics se trouvant dans cette zone de fréquence. Dans certains cas et pour mettre en évidence certains pics, les spectres de puissance seront exprimés en spectres d'énergie (logarithme de la puissance exprimé en décibels en fonction de la fréquence) à partir des valeurs non normalisées des spectres. Il existe en effet trois niveaux de présentation des spectres :

- le spectre d'amplitude est la représentation graphique des valeurs de  $(\hat{x}_k)$ , issus de la transformée de Fourier d'un signal, en fonction de la fréquence,
- le spectre de puissance est la représentation graphique des valeurs de  $(\hat{x}_k)^2$  en fonction de la fréquence,
- le spectre d'énergie est la représentation graphique du logarithme décimal des  $(\hat{x}_k)^2$  en fonction de la fréquence.

Un exemple de chaque spectre est présenté figure II.9.

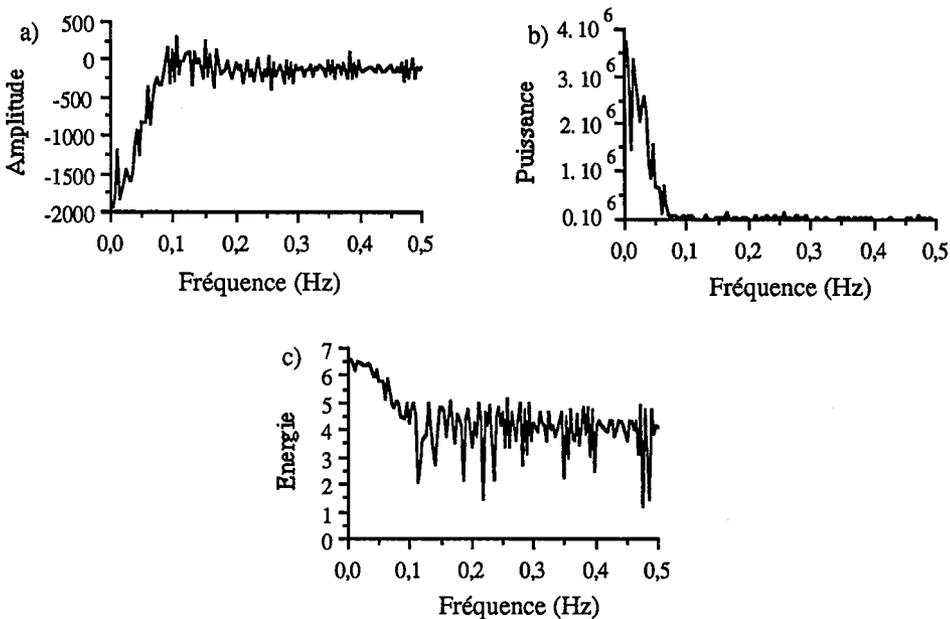


Figure II.9 : Spectres d'amplitude (a), de puissance (b) et d'énergie (c) du profil en extrusion capillaire de la crème de marron.

Une courbe obtenue à partir de la soustraction des valeurs de l'orifice au capillaire a été traitée par analyse de Fourier. La courbe traitée provient de l'extrusion capillaire de crème de marron. Les spectres de puissance ont présenté les mêmes profils (figure II.10). Nous avons donc choisi de ne traiter que les profils en extrusion des capillaires par analyse de Fourier.

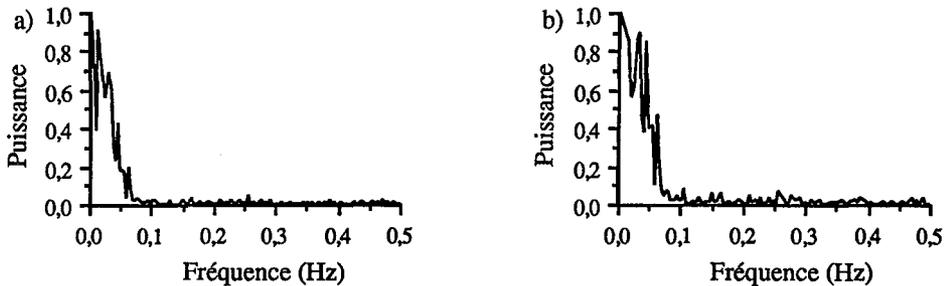


Figure II.10 : Spectre de puissance d'une courbe d'extrusion capillaire de crème de marron  
 a) Transformée de Fourier sur la courbe provenant du capillaire  
 b) Transformée de Fourier sur la courbe provenant de la soustraction du signal du capillaire - signal de l'orifice

### II.6.3 - Fonction d'auto-corrélation

La fonction d'auto-corrélation  $\psi_m$  d'un signal  $x_j$  est donnée par la formule suivante :

$$\psi_m = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j x_{j+m} \quad (\text{II.22})$$

Physiquement, cette fonction représente la moyenne du produit des valeurs du signal à un instant donné  $j+m$  et au temps  $j$  antérieur. Cette grandeur permet de déceler si la valeur instantanée du signal dépend des valeurs précédentes. Il s'agit donc d'une mesure du degré de ressemblance du signal avec lui-même lorsque le temps s'écoule (Bergé *et al.*, 1988).

Tant que la fonction d'auto-corrélation garde une valeur appréciable, le signal demeure relativement prédictible. Par contre, lorsque  $\psi_m$  tend vers 0, la similitude temporelle du signal avec lui-même disparaît et la prédiction de son évolution devient, de ce fait, impossible.

Ce théorème a été appliqué à 3 fonctions mathématiques simulées par ordinateur :

- une fonction périodique (série de Fourier),
- une fonction quasi-périodique (fonction de Weierstrass),
- une fonction apériodique générée par une suite de nombres aléatoires.

Pour chaque fonction, nous avons appliqué le théorème de Wiener-Khintchine

permettant de visualiser l'évolution de  $\psi_m$  en fonction de  $m$ .) Nous pouvons ainsi comparer nos résultats expérimentaux aux 3 types de courbes mathématiques modèles.

L'évolution de  $\psi_m$  pour les 3 fonctions est présenté figure II.11.

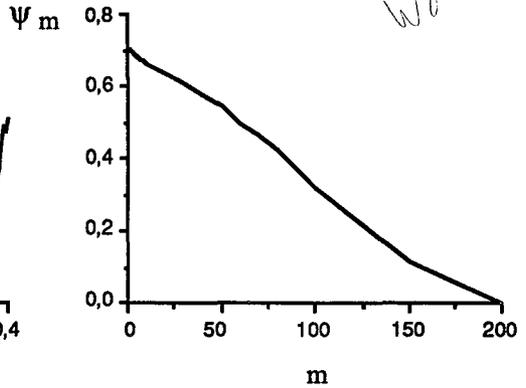
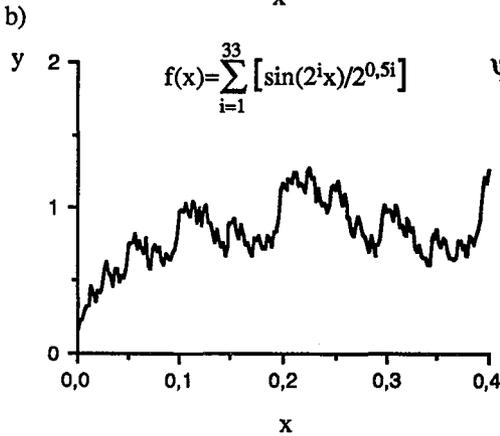
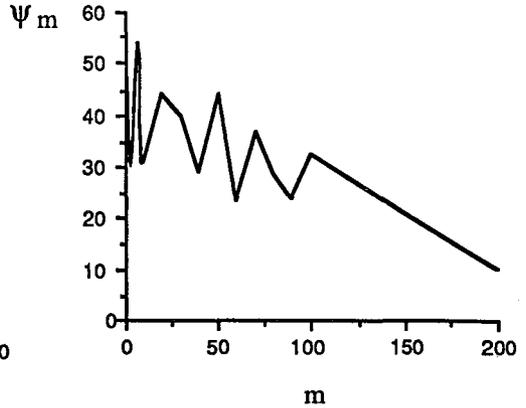
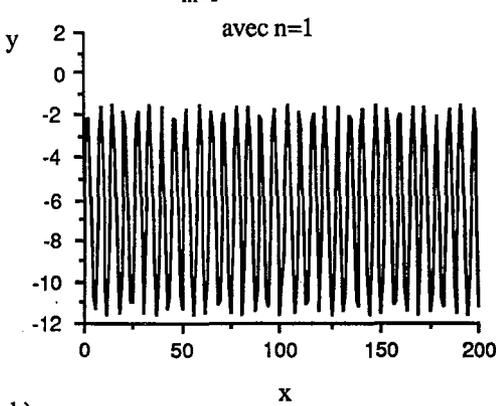
On constate que dans le cas d'une fonction périodique, la valeur de départ de  $\psi_m$  est largement supérieure à 0 (de l'ordre de 50) puis la fonction décroît jusqu'à une valeur de l'ordre de 10 quand  $m$  croît de 0 à 200.

Dans le cas de la fonction quasi-périodique, la valeur de départ de  $\psi_m$  est proche de 0 (de l'ordre de 0,7) et décroît régulièrement pour atteindre la valeur 0 à  $m = 200$ .

Enfin, dans le cas d'une fonction apériodique, la valeur de départ de  $\psi_m$  est 0 et la fonction d'autocorrélation garde des valeurs voisines de 0 quelle que soit la valeur de  $m$ .

a) 
$$f(x) = \frac{2\pi^2}{3} + \sum_{m=1}^n \frac{4(-1)^m}{m^3} (m \cos mx + 3 \sin mx)$$

avec  $n=1$



c) génération de nombres au hasard

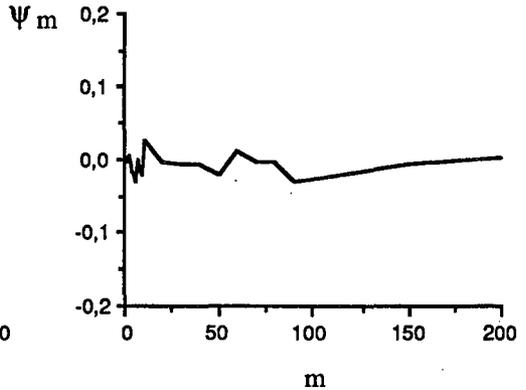
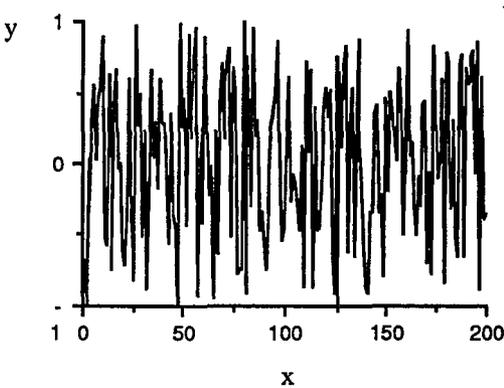


Figure II.11 : Fonctions périodique a), quasi-périodique b) et aperiodique c) avec l'évolution de leur fonction d'autocorrélation



## **Résultats - Discussion**



## Chapitre III - Résultats et Discussion

<i>III.1 - Etude des relations entre les propriétés rhéologiques et sensorielles des dispersions expérimentales.....</i>	<i>113</i>
III.1.1 - Evaluation des propriétés rhéologiques de dispersions expérimentales.....	113
III.1.2 - Traitement des signaux en extrusion capillaire .....	124
III.1.3 - Evaluation quantitative des propriétés sensorielles texturales des dispersions alimentaires de type fromage frais.....	130
III.1.4 - Psychorhéologie des dispersions expérimentales.....	133
<i>III.2 - Etude des propriétés rhéologiques et sensorielles de dispersions alimentaires commerciales .....</i>	<i>142</i>
III.2.1 - Les propriétés rhéologiques.....	143
III.2.2 - Traitement des signaux en extrusion capillaire. Dimension fractale apparente et analyse de Fourier .....	153
III.2.3 - Les propriétés sensorielles .....	160
III.2.4 - Psychorhéologie des dispersions alimentaires commerciales et composition physico-chimique.....	162
<i>III.3 - Modèle psychorhéologique pour les dispersions modèles et les dispersions commerciales .....</i>	<i>171</i>
III.3.1 - Introduction .....	171
III.3.2 - Généralisation du comportement psychorhéologique des dispersions alimentaires .....	171
<i>III.4 - Relation entre la structure et les propriétés mécaniques et sensorielles des dispersions alimentaires.....</i>	<i>177</i>
III.4.1 - Propriétés structurales.....	177
III.4.2 - Essai de corrélation des paramètres de texture instrumentale et sensorielle avec les propriétés structurales.....	179
<i>III.5 - La dimension fractale apparente et le spectre de Fourier peuvent-ils aider à quantifier l'hétérogénéité de structure des dispersions ? .....</i>	<i>181</i>
III.5.1 - Relations classiques entre les propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles.....	181
III.5.2 - Relation entre la dimension fractale apparente et la taille des particules dispersées observables .....	181
III.5.3 - L'analyse de Fourier comme outil d'observation de la structure.....	184
III.5.4 - Dimension fractale, analyse de Fourier et perception sensorielle des caractères lisse et onctueux.....	185
III.5.5 - Vers une approche nouvelle de la compréhension de la structure des systèmes complexes alimentaires .....	186



### **III - Résultats - Discussion**

#### **III.1 - Etude des relations entre les propriétés rhéologiques et sensorielles des dispersions expérimentales**

Les résultats présentés ci-après concernent les propriétés des bases fromagères telles qu'elles ont été préparées dans le paragraphe II.2, page 70.

##### **III.1.1 - Evaluation des propriétés rhéologiques de dispersions expérimentales**

Pour l'ensemble des propriétés rhéologiques mesurées sur les 12 dispersions (excepté pour les propriétés d'écoulement à vitesse de cisaillement constante), les courbes d'une seule dispersion expérimentale seront présentées. A titre d'illustration, la dispersion 9 a été choisie parce qu'elle se situe dans la moyenne des autres pour l'ensemble des paramètres étudiés. Les résultats graphiques des autres dispersions sont annexés à la fin du document (annexes 7, 8 et 9). Le cas échéant, pour mettre en évidence certaines variations entre les produits étudiés, les résultats de deux ou plusieurs dispersions très différentes seront présentés.

Les courbes présentées ne sont pas des courbes moyennes. Elles sont représentatives d'une mesure sur un échantillon. Les valeurs moyennes sont données dans les tableaux de résultats.

##### ***III.1.1.1 - Propriétés d'écoulement des dispersions expérimentales***

###### ***a - Viscosité apparente au cours du temps à vitesse de cisaillement constante***

Sur la figure III.1, on remarque que la viscosité apparente diminue au cours du temps, avec une brusque descente dans les cinq premières minutes. Cette chute brutale est indicatrice, d'une part de la forte sensibilité de ces dispersions au cisaillement, dès son application, et d'autre part, d'une destruction thixotropique de la dispersion. Le tableau III.1 montre que la viscosité apparente diminue quand la vitesse de cisaillement augmente ce qui est caractéristique d'un comportement rhéofluidifiant au cours du temps.

Ce type de mesure a déjà fait l'objet de plusieurs études, particulièrement pour relier les valeurs de viscosité apparente à la fermeté de produits alimentaires (Ford et Steffe, 1986; De Kee *et al.*, 1983).

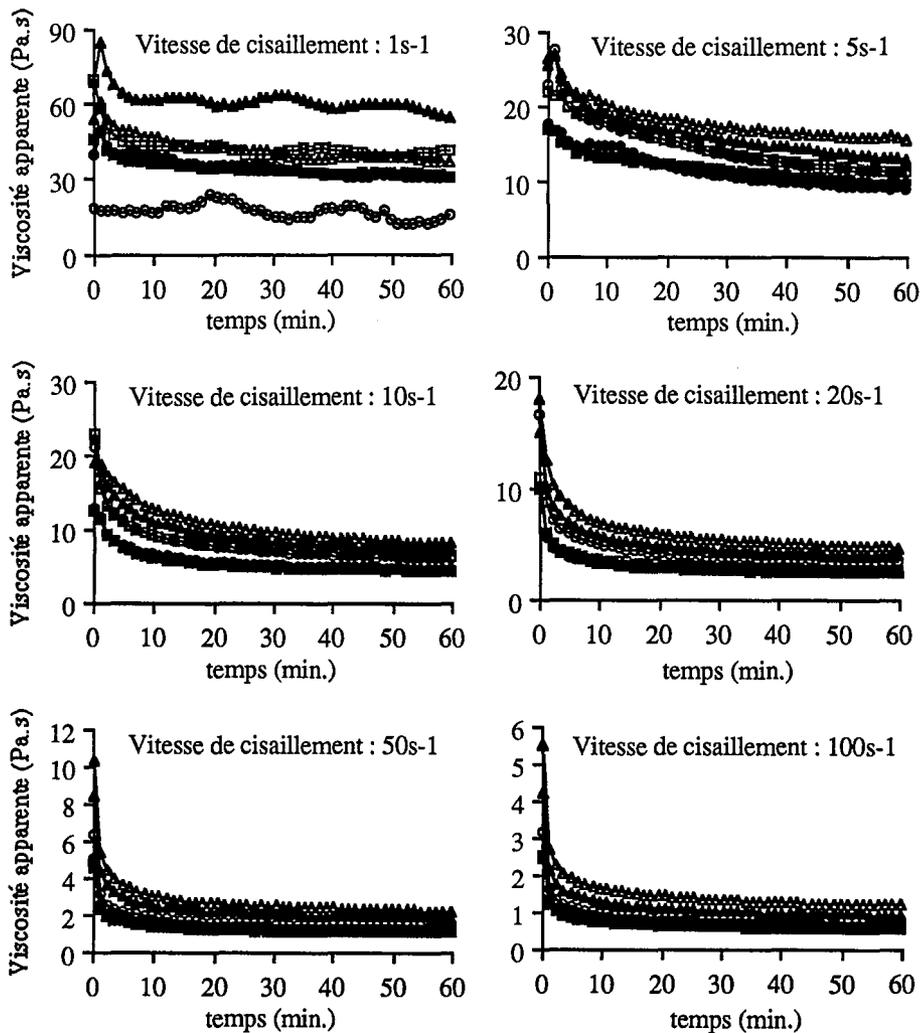


Figure III.1 : Viscosité apparente en fonction du temps pour les dispersions modèles 1 à 6 à 10°C pour une vitesse de cisaillement de 50 s<sup>-1</sup>

Paramètres technologiques imposés :

- dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe
- dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes
- dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes
- dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes
- ▲— dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes
- △— dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes

Le tableau III.1 regroupe les valeurs des viscosités apparentes à l'équilibre pour les différentes vitesses de cisaillement étudiées. La viscosité apparente à une vitesse de cisaillement de 1 s<sup>-1</sup> ne peut être calculée car l'apparition de phénomènes de glissement ne

permet pas le calcul d'une valeur moyenne statistiquement valable (figure III.1). Ces phénomènes de glissement sont principalement dus à une expulsion de lactosérum dans l'entrefer.

On remarque une évolution des valeurs de viscosité apparente avec la technologie. En effet, les valeurs de viscosité augmentent avec la pression d'homogénéisation et le nombre de passes.

La diminution de la viscosité apparente avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement met en évidence la propriété de rhéofluidifiante de ces dispersions. Parallèlement, on peut noter qu'aux plus fortes vitesses de cisaillement (50 et 100 s<sup>-1</sup>), les différences de comportement entre les dispersions diminuent. D'une part, les dispersions 1 à 4 ont des valeurs de viscosité apparente très proches (1,2 à 1,4 à 50 s<sup>-1</sup> et 0,6 à 0,7 Pa.s à 100 s<sup>-1</sup>) et d'autre part, les dispersions 5 et 6 présentent des valeurs de viscosité respectivement de 2,0 et 2,3 Pa.s à 50 s<sup>-1</sup> et 0,9 et 1,2 Pa.s à 100 s<sup>-1</sup>.

Tableau III.1 : Viscosités apparentes (Pa.s) calculées à l'équilibre quasi-stationnaire pour les dispersions expérimentales 1 à 6 à différentes vitesses de cisaillement

Vitesse de cisaillement (s <sup>-1</sup> )	Dispersion 1	Dispersion 2	Dispersion 3	Dispersion 4	Dispersion 5	Dispersion 6
Pression d'homogénéisation (MPa)	4	10	15	15	20	25
1	-	-	-	-	-	-
5	9,8 ± 0,3	9,3 ± 0,1	11,5 ± 0,4	11,2 ± 0,3	13,3 ± 0,5	16,2 ± 0,5
10	4,5 ± 0,1	4,7 ± 0,3	6,5 ± 0,2	6,2 ± 0,2	7,6 ± 0,3	8,3 ± 0,1
20	2,6 ± 0,1	2,6 ± 0,1	2,7 ± 0,1	3,5 ± 0,1	4,2 ± 0,3	4,9 ± 0,2
50	1,2 ± 0,1	1,3 ± 0,1	1,3 ± 0,1	1,4 ± 0,2	2,0 ± 0,2	2,3 ± 0,2
100	0,6 ± 0,0	0,6 ± 0,1	0,7 ± 0,1	0,7 ± 0,1	0,9 ± 0,1	1,2 ± 0,1

- : absence de valeurs liée aux problèmes de glissement aux très faibles vitesses de cisaillement

Pour les autres dispersions expérimentales (7 à 12) qui sont toutes fabriquées à partir d'une crème homogénéisée à 10 MPa et 2 passes, il n'a pas été possible de mettre en évidence l'influence de la MG sur la viscosité apparente, les produits présentant une trop faible étendue de concentration en MG (10,5 à 17,8%).

La figure III.2 montre que la viscosité apparente présente une relation linéaire avec la pression d'homogénéisation de la crème initiale jusque 10 MPa puis augmente à partir de cette valeur de pression. Il pourrait donc y avoir évolution de la taille des particules à partir de 10 MPa.

Korolczuk et Mahaut (1992) ont montré que l'homogénéisation du lait de départ provoquait une augmentation de la viscosité du fromage frais et plus précisément une diminution importante de la taille des globules gras. Ces résultats avaient déjà été mis en évidence par Goulden et Phipps (1964) qui montraient que l'on observe une diminution de la taille des globules gras avec la pression d'homogénéisation. La nouvelle interface eau-huile est formée par l'interaction des caséines de la membrane des globules gras avec les micelles de caséines de la matrice du gel formé par ajout de présure (Xiong et Kinsella, 1991). Ces interactions conduisent à la formation d'une structure continue de type gel qui présente une consistance plus élevée.

Comme dans notre cas, plus la pression d'homogénéisation du lait de départ augmente, plus la viscosité apparente du fromage frais est élevée. Il serait nécessaire de suivre l'évolution des globules au cours du procédé de fabrication des dispersions expérimentales pour déterminer l'influence exacte de la taille des globules gras des crèmes initiales sur la texture du produit fini.

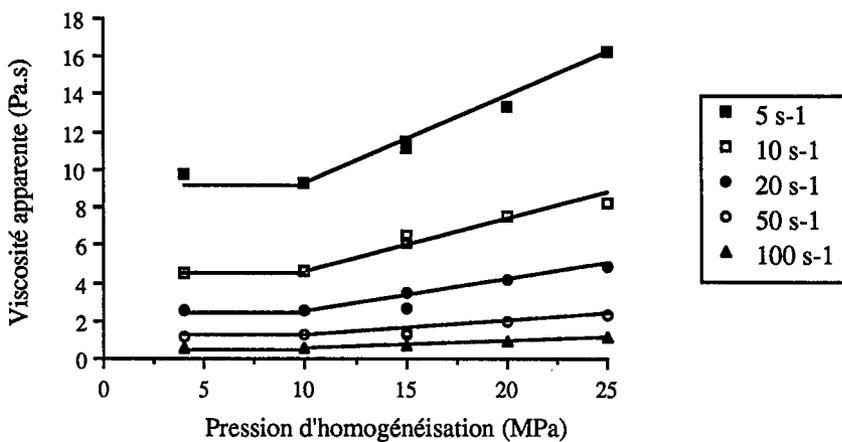


Figure III.2 : Relation entre la viscosité apparente et la pression d'homogénéisation aux différentes vitesses de cisaillement pour les dispersions expérimentales 1 à 6

#### *b - Propriétés d'écoulement à vitesse de cisaillement variable*

Lorsque les dispersions expérimentales sont soumises à une vitesse de déformation croissante puis décroissante au cours du temps, l'évolution de la contrainte développée présente une boucle d'hystérésis caractérisant des propriétés rhéofluidifiantes et dépendantes du temps (figure III.3 pour la dispersion 9, annexe 7 pour les autres dispersions).

La courbe de montée en vitesse ne coïncide pas avec la courbe de descente en vitesse. L'aire comprise entre ces deux courbes s'appelle l'aire de thixotropie, notée  $A_1$ .

Selon Shoemaker et Figoni (1984), celle-ci est une indication du degré de rupture structurale subie par le produit. De tels comportements d'écoulement dépendants du temps ont déjà été mis en évidence sur des fromages frais (Massaguer-Roig *et al.*, 1984; Korolczuk et Mahaut, 1989; Sanchez *et al.*, 1994b, 1995).

L'aire  $A_1$  de la boucle d'hystérésis représente l'énergie nécessaire pour détruire la structure des dispersions au cours d'un cycle de cisaillement. Les aires de thixotropie après un, deux et trois cycles (aires  $A_1$ ,  $A_2$  et  $A_3$ ) permettent d'estimer que 92 à 95% de la structure des dispersions expérimentales sont détruits après le premier cycle et seulement 3,8 à 6,4% après le second (tableau III.2). Cette destruction montre que le produit est extrêmement sensible au cisaillement et confirme les résultats obtenus pour les propriétés d'écoulement à vitesse de cisaillement constante.

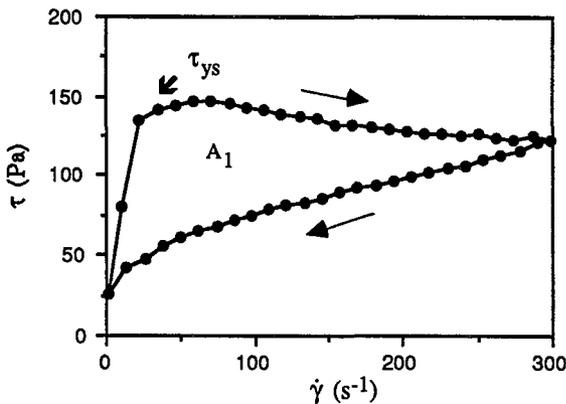


Figure III.3 : Evolution de la contrainte de cisaillement  $\tau$  (Pa) pour une vitesse de cisaillement variable  $\dot{\gamma}$  ( $s^{-1}$ ) pour la dispersion 9 (Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 10,5%; MS : 30,8%)

Le sommet observé et quantifié sur la courbe du premier cycle est appelé "seuil d'écoulement statique"  $\tau_{ys}$  (static yield value). Selon Martin *et al.* (1964) et Davis (1973), la présence d'un seuil d'écoulement est caractéristique d'une structure tridimensionnelle de type gel. Ce résultat sera confirmé par les propriétés viscoélastiques des douze dispersions expérimentales. Sanchez *et al.* (1994a) ont mis en évidence la présence d'un tel sommet sur des fromages frais. Ces pics avaient également été observés sur des produits semi-solides

non alimentaires tels que les crèmes pharmaceutiques (Davis, 1969), les cosmétiques (Barry et Warburton, 1968) ou les dispersions minérales (Bauer *et al.*, 1960). Le seuil d'écoulement statique représente en fait une valeur critique qui doit être dépassée pour que l'écoulement débute (Dzuy et Boger, 1983). Il permet une estimation de la consistance du produit. Dans le cas de nos douze dispersions,  $\tau_{ys}$  varie de 138 à 572 Pa.

Au-delà ce seuil d'écoulement statique, on observe sur la figure III.3, une diminution de la contrainte, conséquence de la déstructuration progressive du produit et de phénomènes de fractures ou fissures et de glissements (Davis *et al.*, 1968). Dans le cas de notre base fromagère, on a pu observer que les glissements sont souvent accompagnés d'une expulsion de lactosérum.

Toutes les dispersions expérimentales subissent le même degré de déstructuration (tableau III.2).

Cependant deux groupes de produits peuvent être observés si les dispersions sont comparées en fonction de leur seuil d'écoulement statique. Les dispersions 1, 2, 7, 8, 9, 11 et 12 présentent un seuil d'écoulement statique 1,5 à 4 fois moins élevé que les dispersions 3 à 6 et 10. Cela signifie, par définition, que la contrainte à appliquer pour qu'ils s'écoulent est plus faible. Les dispersions 3 à 6 et 10 présentent, quant à elles, des valeurs de  $\tau_{ys}$  relativement proches (472 à 572 Pa).

Ceci pourrait s'expliquer par le fait qu'il existe plusieurs degrés de structuration du réseau de type gel de ces dispersions expérimentales. Un premier niveau de structuration assez faible (réseau plus lâche) correspondrait aux dispersions 1, 2, 7, 8, 9, 11 et 12 avec une forte sensibilité au cisaillement. Un deuxième niveau, mieux structuré avec des liaisons agrégats caséines-globules gras plus fortes, correspondrait aux dispersions 3 à 6 et 10 (réseau plus compact). Ces dernières nécessiteraient une contrainte plus élevée pour les déstructurer.

Ce degré de structuration plus élevé se traduit par des aires de thixotropie plus élevées (environ deux fois plus importantes que pour les dispersions 1, 2, 7, 8, 9, 11 et 12).

Tableau III.2 : Contrainte seuil et évolution de l'aire de thixotropie des douze dispersions expérimentales

Dispersion	Paramètres technologiques	Paramètres de composition		Paramètres rhéologiques d'écoulement			
		Pression (MPa)/ nombre de passes	M.G. (%)	M.S. (%)	$\tau_{ys}$ (Pa)	A <sub>1</sub> (Pa.s)	A <sub>2</sub> /A <sub>1</sub> (%)
1	4/1	15,1	38,8	326 ± 16	28798	7,5	1,5
2	10/2	17,8	38,8	271 ± 9	27133	5,3	1,5
3	15/3	14,9	38,9	497 ± 19	45624	7,3	1,6
4	15/4	14,7	39,3	472 ± 15	45562	6,8	1,7
5	20/4	15,2	38,4	564 ± 36	55479	7,0	1,7
6	25/4	16,9	38,9	542 ± 14	53018	7,8	1,4
7	10/2	17,8	38,8	271 ± 24	27133	5,3	1,5
8	10/2	14,5	34,9	213 ± 3	18461	5,4	1,5
9	10/2	10,5	30,8	138 ± 7	12680	5,3	1,2
10	10/2	15,9	42,3	572 ± 26	63577	6,5	1,7
11	10/2	14,8	39,7	357 ± 2	37524	6,3	1,4
12	10/2	11,3	32,4	155 ± 9	13816	5,5	1,5

$\tau_{ys}$  : seuil d'écoulement statique (Pa)

A<sub>1</sub> : aire de thixotropie après le premier cycle de cisaillement (Pa.s<sup>-1</sup>)

A<sub>2</sub> : aire de thixotropie après le deuxième cycle de cisaillement (Pa.s<sup>-1</sup>)

A<sub>3</sub> : aire de thixotropie après le troisième cycle de cisaillement (Pa.s<sup>-1</sup>)

L'étude statistique sur ces paramètres n'a pas pu mettre en évidence l'influence de la technologie de préparation de la crème initiale sur les propriétés d'écoulement en viscosimétrie. Sanchez (1994) a d'ailleurs montré que les paramètres technologiques intervenant sur les propriétés d'écoulement sont multiples et donc difficiles à relier avec les propriétés rhéologiques. La déstructuration du produit au cours de la mesure masque le rôle des paramètres technologiques de la crème. Les relations sont donc à faire avec la structure du fromage frais comme nous le verrons dans la partie III.4 de Résultats et Discussion.

### III.1.1.2 - Propriétés viscoélastiques dynamiques

Au vu des différentes courbes (figure III.4 pour la dispersion 9, annexes 8a et 8b pour les autres dispersions), il apparaît une faible dépendance des modules élastique G' et visqueux G'' avec la fréquence d'oscillation. Cependant si on détermine une régression linéaire à partir des quatre essais, les faibles variations ne sont pas significatives au seuil de 5%.

A toutes les fréquences observées, G' est supérieur à G'' (tg  $\delta$  globalement inférieure à 1) dénotant une prépondérance du comportement élastique sur le comportement visqueux. Tous

les résultats montrent que, globalement,  $G'$  et  $G''$  sont indépendants de la fréquence, ceci étant caractéristique d'une organisation en réseau (Davis, 1971).

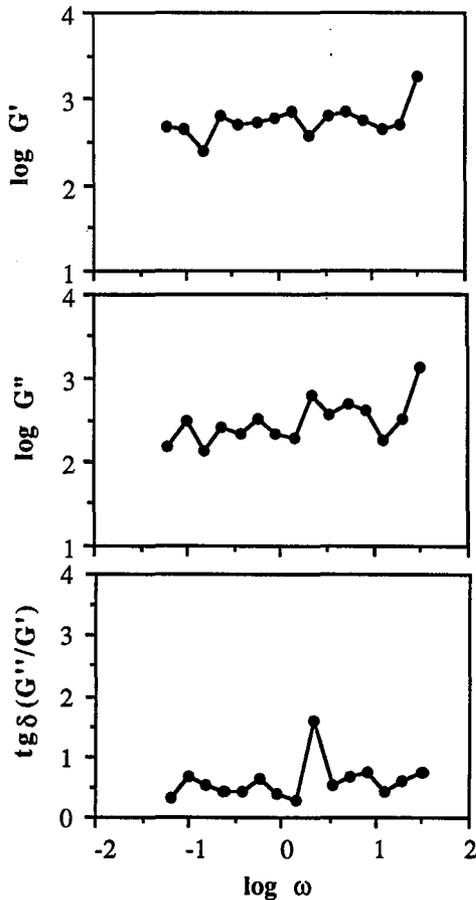


Figure III.4 : Paramètres viscoélastiques dynamiques mesurés sur la dispersion 9 (Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 10,5%; MS : 30,8%)

La prédominance du caractère élastique sur le caractère visqueux est une caractéristique classique des gels, en particulier des gels de lait et de polysaccharides (Richardson *et al.*, 1989; Doublier, 1992) ainsi que des matières grasses comme le saindoux (Davis, 1973). Sanchez *et al.* (1994b, 1994c et 1995) ont observé le même phénomène sur des fromages frais triple crème. La structure de type gel confirme les résultats trouvés en viscosimétrie. Cette prépondérance du caractère élastique peut s'expliquer par la présence d'un réseau continu dû à des interactions de type hydrophobes entre les agrégats caséines-globules gras, interactions permettant le stockage d'énergie mécanique, réversible durant la déformation du produit.

Le caractère visqueux est difficilement mesurable à cause de la faible sensibilité de l'appareil de mesure (plage de fréquence utilisable : 0,0062 à 31,333 rad/s).

Les douze dispersions peuvent être classées en deux groupes en ce qui concerne le niveau du module d'élasticité  $G'$ . Des valeurs moyennes de  $G'$  et  $G''$  sont données dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : Valeurs moyennes de  $G'$  et  $G''$  sur 4 essais pour les douze dispersions expérimentales (coefficient de variation inférieur à 5%)

Dispersion	$G'$ (Pa)	$G''$ (Pa)	$\text{tg } \delta$
1	1060	438	0,4
2	1614	487	0,3
3	1943	459	0,2
4	2021	409	0,2
5	3165	599	0,2
6	2498	484	0,2
7	457	362	0,8
8	504	360	0,7
9	529	299	0,6
10	514	330	0,6
11	697	374	0,5
12	646	318	0,5

Le premier groupe de produits (dispersions 1 à 6) présente un module élastique élevé. Cette élasticité pourrait être due à un réseau caséines-globules gras compact.

Le deuxième groupe comprend les dispersions 7 à 12 qui présentent des valeurs de  $G'$  plus faibles. Ces dispersions présentent donc un réseau plus lâche. L'évolution de  $\text{tg } \delta$  pour ces dispersions montre un pic pour une fréquence de 2,24 rad/s dénotant la prédominance du caractère visqueux sur le caractère élastique à cette fréquence particulière. Ce pic est répétable sur l'ensemble des quatre expériences. Ce brusque, mais bref changement du comportement rhéologique du produit est difficilement explicable. Nous n'avons pas trouvé d'interprétation à ce phénomène. Il serait intéressant de voir comment varie la linéarité des modules élastiques et visqueux à cette fréquence d'oscillation.

On peut constater une absence de différences d'intensité des modules visqueux entre les douze dispersions. Il apparaît donc que la technologie employée influence principalement l'élasticité des dispersions expérimentales.

La séparation des dispersions en deux groupes peut être reliée à la technologie. En effet, les dispersions 1 à 6 proviennent de crèmes homogénéisées à différentes pressions alors que les dispersions 7 à 12 proviennent de crèmes dont on a fait varier la composition.

### III.1.1.3 - Estimation de la consistance des dispersions par extrusion capillaire

Dans le cas de nos dispersions expérimentales, nous avons pu déterminer l'évolution de la force développée par le produit pour passer à travers le capillaire, nous donnant ainsi une indication sur leur fermeté. Le tableau III.4 regroupe les valeurs de contrainte  $\tau_e$  pour chacune des douze dispersions ainsi que l'aspect visuel qui a été observé sur ces produits lors de la mesure et l'aspect visuel des profils en extrusion capillaire. Ces aspects sont donnés à titre indicatif et ne sont qu'une appréciation personnelle de l'expérimentateur. La contrainte  $\tau_e$ , mesurée à partir des profils d'extrusion, est une valeur moyenne de consistance du produit et est calculée à partir de quatre essais. Un graphe caractéristique des profils en extrusion est présenté figure III.5 (dispersion 9) avec un agrandissement d'une partie du graphe pour mettre en évidence l'importance des irrégularités. Les autres graphes sont en annexe 9a et 9b. Les agrandissements d'une partie des profils d'extrusion capillaire sont présentés en annexe 9c et 9d.

Tableau III.4 : Valeurs des contraintes d'extrusion sur 4 essais, aspect global du profil et aspect textural visuel de la dispersion étudiée

Dispersion	$\tau_e$ (Pa)	Aspect du profil	Aspect du produit
1	321 ± 26	Petites irrégularités	granuleux
2	481 ± 24	Petites irrégularités	granuleux
3	618 ± 43	Grandes irrégularités	granuleux
4	720 ± 18	Grandes irrégularités	granuleux
5	1137 ± 57	Petites irrégularités	granuleux et collant
6	1799 ± 144	Grandes irrégularités	peu granuleux
7	392 ± 31	Petites irrégularités	granuleux et collant
8	292 ± 12	Petites irrégularités	très granuleux
9	259 ± 3	Petites irrégularités	granuleux
10	715 ± 21	Grandes irrégularités	lisse, très collant et forte synérèse
11	554 ± 39	Petites irrégularités	lisse et collant
12	225 ± 6	Petites irrégularités	granuleux

Notre hypothèse est que les irrégularités sont dues au passage d'agrégats constitutifs du produit. Ces agrégats plus ou moins gros entraînent, à l'entrée du capillaire, des phénomènes de pression-dépression se traduisant sur la courbe par un certain nombre d'irrégularités. Ces irrégularités sont le résultat de phénomènes de désagrégation dans le produit conduisant à des particules individualisées ou non et de taille plus ou moins importante suivant le degré de déstructuration du produit. Il serait alors intéressant de mesurer la taille des agrégats avant et après passage dans le capillaire pour déterminer le degré de désagrégation des dispersions au cours de l'extrusion et relier ce degré de désagrégation aux irrégularités des profils d'extrusion.

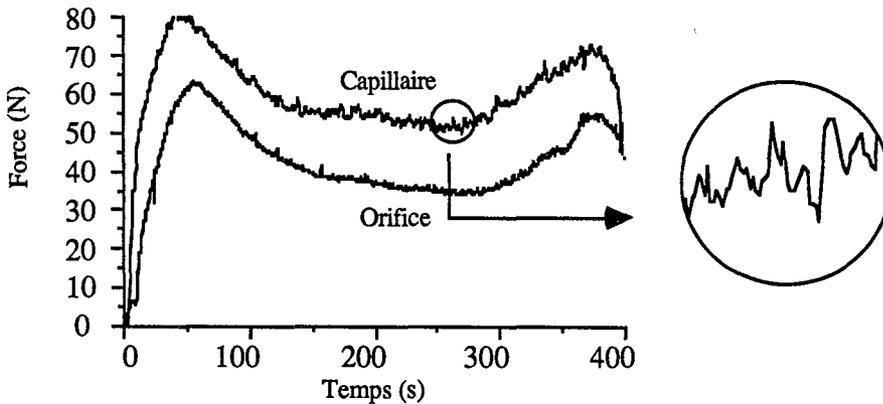


Figure III.5 : Profil en extrusion de la dispersion expérimentale 9  
(Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 10,5%; MS : 30,8%)

Il est clair que l'importance de la désagrégation dépend de l'organisation initiale du produit, de la force des interactions entre les particules constitutives et du rapport de taille entre le diamètre du capillaire et la taille des particules dispersées au sein du produit.

Nous avons donc cherché à donner une valeur numérique aux irrégularités des courbes d'extrusion capillaire, estimant, qu'elles donnent une information sur la structure et l'organisation micro- et macroscopique du produit.

### III.1.2 - Traitement des signaux en extrusion capillaire

#### III.1.2.1 - Dimension fractale et degré d'irrégularité des profils d'extrusion

Dans un premier temps, nous avons cherché à connaître la prédictibilité du signal : connaissant la valeur du signal au temps  $t$ , peut-on prédire la valeur au temps  $t+1$  ? Pour répondre à cette question, il est nécessaire de savoir si le signal est périodique ou non. Un signal périodique est révélateur de phénomènes d'autosimilarité. Si le signal suit une loi aléatoire (signal apériodique), la détermination d'une dimension fractale apparente devient hors de propos.

##### a - Application du théorème de Wiener-Khinchine

Les fonctions d'autocorrélation  $\psi_m$  des douze dispersions, déterminées à partir du théorème de Wiener-Khinchine, sont annexées à la fin du document (annexe 10). Un exemple d'évolution de  $\psi_m$  est présenté figure III.6 pour la dispersion 9.

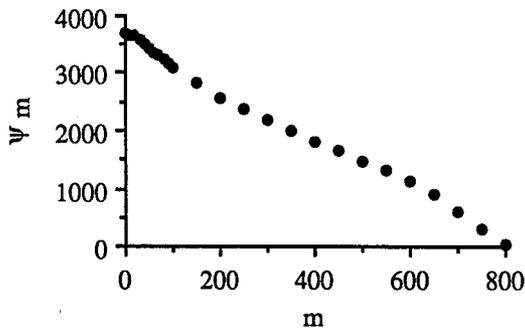


Figure III.6 : Evolution de la fonction d'autocorrélation  $\psi_m$  en fonction de  $m$  pour la dispersion 9 (Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 10,5%; MS : 30,8%)

La comparaison des fonctions  $\psi_m$  des profils d'extrusion avec les données simulées par ordinateur (cf Matériels et Méthodes, page 107) indique que l'évolution de  $\psi_m$  en fonction de  $m$  (où  $m$  représente la valeur de  $\Delta t$ ) est celui d'une fonction quasi-périodique :  $\psi_m$  ne tend pas rapidement vers 0 quand  $m$  augmente, ce qui permet d'affirmer que les signaux présentent des phénomènes d'autosimilarité ou de périodicité. Cette quasi-périodicité au sein

des signaux nous montre que les mécanismes de désagrégation des matériaux ne s'effectueraient pas de façon aléatoire mais suivant un certain ordre.

Une dimension fractale apparente  $D$  des profils en extrusion capillaire est alors déterminée.

### *b - Détermination de la dimension fractale apparente*

Une courbe normalisée est présentée figure III.7. Les autres courbes sont en annexes 11a et 11b. Nous n'avons pas jugé utile de mesurer les dimensions fractales apparentes sur les courbes provenant de l'écoulement des produits à travers l'orifice car ces courbes sont moins irrégulières que celles provenant du capillaire. En effet, quelques calculs réalisés sur la rugosité des courbes provenant de l'orifice donnent moins de précision (coefficient de variation plus élevé lorsqu'on détermine la moyenne, sur 4 essais, d'une dimension fractale d'un profil d'extrusion provenant de l'orifice).

Sur l'ensemble des courbes normalisées, une ondulation peut être observée. Cette ondulation peut être liée à la déformation du piston liée aux fortes pressions engendrées lors de l'extrusion.

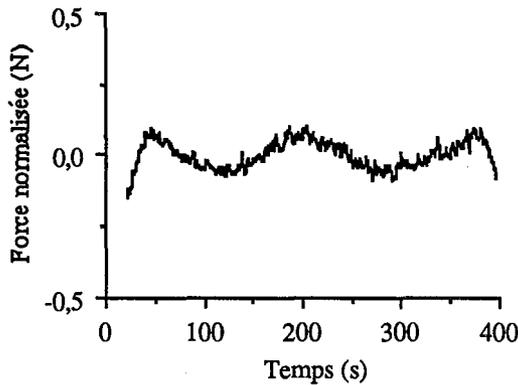


Figure III.7 : Courbe d'extrusion capillaire de la dispersion 9 normalisée par un polynôme de degré 4 (Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 10,5%; MS : 30,8%)

Les courbes normalisées sont traitées par analyse d'images et les résultats permettent de déterminer un graphe de Richardson (figure III.8). Les valeurs des dimensions fractales apparentes des douze dispersions sont présentées dans le tableau III.5 (moyenne de trois

essais). Nous ne donnons ici qu'un exemple de courbe de Richardson. Les autres se trouvent en annexes 12a et 12b.

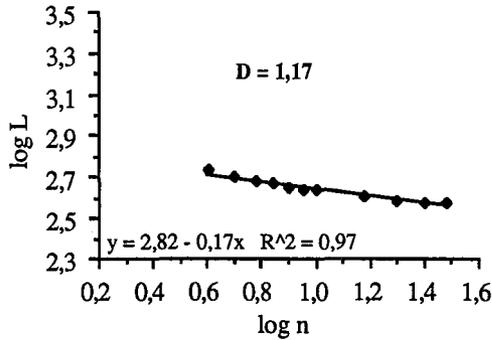


Figure III.8 : Graphe de Richardson permettant d'obtenir la dimension fractale de la dispersion expérimentale 9 (Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 10,5%; MS : 30,8%) avec L : longueur de la courbe et n : nombre d'itérations

Après une cinquantaine d'itérations, il n'y a plus d'évolution significative de l'épaisseur de la courbe. Celle-ci peut alors être assimilée à un rectangle et plus aucune information supplémentaire ne résulte de la dilatation.

Tableau III.5 : Dimensions fractales apparentes déterminées par analyse d'images sur quatre profils expérimentaux d'extrusion capillaire suivant le principe de Minkowski pour les douze dispersions (moyenne ± écart-type)

Dispersion	Dimensions fractales apparentes
1	1,27 ± 0,05
2	1,14 ± 0,03
3	1,20 ± 0,06
4	1,20 ± 0,01
5	1,16 ± 0,03
6	1,12 ± 0,02
7	1,14 ± 0,03
8	1,16 ± 0,03
9	1,20 ± 0,04
10	1,14 ± 0,03
11	1,15 ± 0,01
12	1,19 ± 0,01

Si une analyse de variance est réalisée sur les données du tableau III.5, les résultats montrent des différences significatives au seuil de 5% entre la plupart des dispersions. Les différences trouvées sont difficilement explicables en termes de paramètres technologiques ou de composition de la crème d'origine ou des bases fromagères elles-mêmes. Les dispersions 1 à 6 (dont on a fait varier l'homogénéisation de la crème initiale) présentent une plus large étendue de valeurs de dimension fractale apparente (1,12 à 1,27) que les dispersions 7 à 12 (1,14 à 1,20). La variation des paramètres technologiques et de composition entraîne des variations de structure. C'est donc en terme de relations avec la structure que l'on doit chercher les informations.

### III.1.2.2 - Etude de l'irrégularité des différents profils par analyse de Fourier

Le spectre de la dispersion 9 est présenté figure III.9, les autres se trouvent en annexes 13a et 13b . Tous les spectres sont normalisés à 1 pour pouvoir les comparer entre eux (les valeurs en puissance sont des valeurs relatives). Les valeurs absolues de l'amplitude moyenne des spectres avant normalisation à 1 sont résumées dans le tableau III.6.

L'analyse de Fourier permet de construire des spectres de puissance dans lesquels on peut mettre en évidence des pics de fréquence. Nous ne disposons cependant pas d'études permettant de savoir si un pic de fréquence particulier serait caractéristique d'une taille particulière d'agrégat ou d'un type particulier de rupture. Il est donc intéressant, à ce niveau, de relier ces fréquences à des éléments de structure.

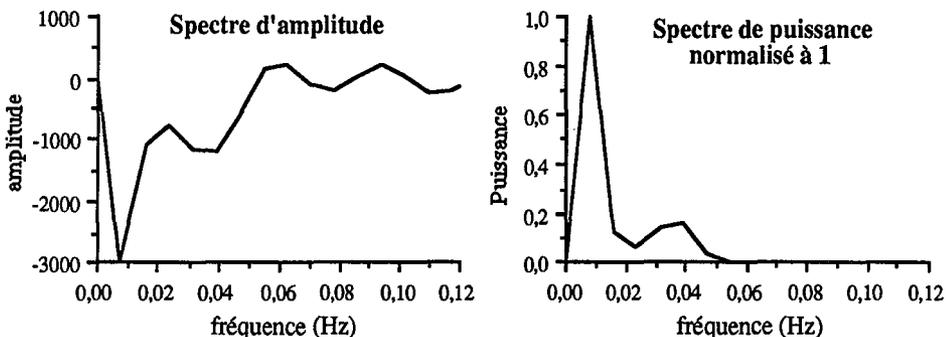


Figure III.9 : Spectres d'amplitude et de puissance de la dispersion 9  
(Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 10,5%; MS : 30,8%)

Tableau III.6 : Valeurs absolues des valeurs moyennes sur quatre essais de l'amplitude des spectres de puissance entre 0 et 0,2 Hz avant normalisation à 1 pour les dispersions 1 à 12 (coefficient de variation des mesures inférieur à 10%)

Dispersion	Valeurs absolues des amplitudes moyennes entre 0 et 0,2 Hz
1	7,1
2	5,5
3	9,9
4	13,1
5	20,1
6	26,4
7	5,5
8	3,6
9	3,8
10	21,3
11	22,8
12	13,4

Ces valeurs absolues des amplitudes mettent en évidence des différences importantes entre les dispersions (3,6 à 26,4 Hz). En ayant fait varier la technologie et la composition, on obtient des spectres différents. Il n'est cependant pas possible de relier clairement ces différences avec les paramètres de préparation du produit.

On tentera plus loin de relier les paramètres provenant des spectres avec la structure (cf chapitres III.4 et III.5). On peut tout de même remarquer une relation entre la contrainte d'extrusion  $\tau_e$  qui est une estimation de la consistance des dispersions expérimentales et l'amplitude moyenne des spectres (figure III.10). Il semble donc que cette amplitude permette également une estimation de la consistance des bases fromagères.

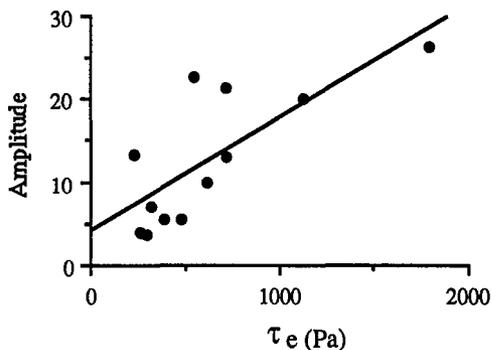


Figure III.10 : Relation entre la contrainte d'extrusion  $\tau_e$  et l'amplitude moyenne des spectres de puissance

On peut se demander si le pic à 0,004 Hz, présent pour l'ensemble des spectres, ne masque pas les pics supérieurs à cette fréquence. Cependant, si on transforme le spectre de puissance en spectre d'énergie (décibels en fonction de la fréquence), aucun pic caractéristique ne se dégage. Sur la figure III.11, on a choisi deux dispersions expérimentales qui présentent les profils les plus différents (dispersions 1 et 11). Aux plus hautes fréquences (entre 0,6 et 1 Hz), les pics sont plus marqués dans le cas de la dispersion 1. Cette constatation peut être faite directement sur les spectres de puissance initiaux à des fréquences plus basses allant de 0,05 à 0,1 Hz (annexe 13). Aux plus basses fréquences (0 à 0,6 Hz), aucune différence ne peut être mise en évidence sur les spectres d'énergie. Les résultats seront donc uniquement présentés sous la forme des spectres de puissance.

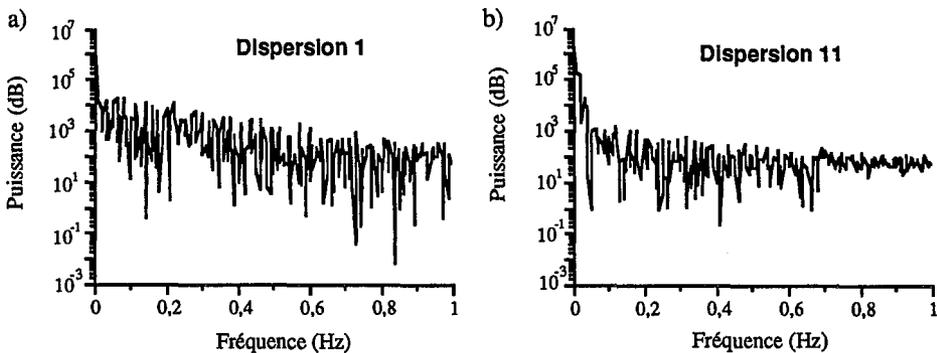


Figure III.11 : Spectres d'énergie des dispersions 1 et 11 exprimés en décibels  
 a) dispersion 1 : Pression : 4 MPa, 1 passe; MG : 15,1%; MS : 38,8%  
 b) dispersion 11 : Pression : 10 MPa, 2 passes; MG : 14,8%; MS : 39,7%

Tous les spectres de puissance présentent un pic maximal à 0,004 ou 0,008 Hz. Ce pic pourrait être expliqué par les travaux de Lee *et al.* (1992) qui se sont intéressés à l'émission de fréquences durant la mastication pour de nombreux produits et ont montré que la zone de fréquence de 0,004 à 0,1 Hz était caractéristique de la déformation de produits pâteux. Il serait intéressant de relier les fréquences acoustiques aux fréquences obtenues ici pour les spectres de puissance.

### III.1.1.3 - Conclusion

L'étude des propriétés rhéologiques nous a montré que :

- les propriétés d'écoulement mettent en évidence la thixotropie et le comportement rhéofluidifiant des dispersions expérimentales,

- ces produits ont une structure tridimensionnelle de type gel avec prédominance du caractère élastique sur le caractère visqueux,
- les propriétés d'extrusion permettent de déterminer une consistance instrumentale,
- l'application de techniques de traitement du signal aux expériences d'extrusion capillaire permet de quantifier le degré d'irrégularité des profils d'extrusion par une dimension fractale apparente  $D$  variant de 1,12 à 1,27 pour les dispersions expérimentales. L'analyse de Fourier met en évidence des pics de fréquence pouvant être caractéristiques d'une taille d'agrégat ou d'un type particulier de rupture de ces mêmes agrégats. Mais cette hypothèse reste à démontrer.

Il est difficile de relier les mesures rhéologiques à la technologie du produit. Il apparaît évident que la structure, c'est-à-dire la taille et l'agencement des particules influent sur ces propriétés. Il est donc intéressant de relier la structure aux propriétés mécaniques et sensorielles (chapitre III.4 et III.5).

### **III.1.3 - Evaluation quantitative des propriétés sensorielles texturales des dispersions alimentaires de type fromage frais**

#### ***III.1.3.1 - Première approche des paramètres sensoriels des fromages frais avec des produits commerciaux***

Avant de travailler sur les dispersions expérimentales, nous nous sommes intéressés à 6 fromages frais achetés dans le commerce, notés A, B, C, D, E et F et répertoriés dans le chapitre Matériels et Méthodes (page 89). Les produits, évalués par le jury, ont présenté des différences significatives, au seuil de 5%, pour les caractères homogène et lisse. La fermeté des produits a été jugée comme très proche d'un produit à l'autre sauf pour le "Délice de Saligny" (B) et le "Carré frais Gervais" (F) qui ont été estimés à 50% plus fermes que les autres fromages frais. Le caractère collant n'a pas été étudié pour ces six fromages. Au départ, nous avons choisi le caractère tartinable qui n'a finalement pas été retenu car les produits testés présentaient peu de différences de tartinabilité. Ces six produits ont permis d'une part, d'entraîner le jury à l'évaluation visuelle, tactile et en bouche de fromages frais et d'autre part, de connaître et améliorer les aptitudes du jury à différencier des produits proches d'un point de vue textural.

### III.1.3.2 - Les dispersions expérimentales et leurs caractéristiques sensorielles

#### a - Descripteurs et perception sensorielle

Le jury a déterminé que les dispersions expérimentales se situaient, au niveau de leur texture, comme globalement très proches des petits-suisse. Leurs caractères lisse, mou et collant étaient semblables au petit-suisse alors que leur aspect hétérogène et leur faible humidité étaient légèrement différents. Pour décrire les dispersions expérimentales, nous avons retenu avec l'ensemble du jury, parmi la liste de termes établies pour les dispersions alimentaires, les quatre termes lisse, mou, collant et homogène. Ces descripteurs ont été évalués de façon visuelle et tactile (entre les doigts) et non en bouche à cause de la présence d'un antibactérien dans les dispersions expérimentales. Nous avons comparé l'évaluation tactile et en bouche de trois produits laitiers (crème à 30%, fromage blanc à 40% et petit-suisse à 30% de MG/EST) pour les critères lisse, mou, collant et homogène pour savoir s'il existait des relations entre des caractéristiques perçues en bouche et au toucher. Les résultats sont présentés dans le tableau III.7.

Tableau III.7 : Comparaison de l'évaluation tactile (entre les doigts) et en bouche des descripteurs lisse, mou, homogène et collant (entre les doigts) ou adhérent (en bouche)

	lisse		mou		homogène		adhérent/collant	
	En bouche	Tactile	En bouche	Tactile	En bouche	Tactile	En bouche	Tactile
crème	9,2 ± 0,5	8,8 ± 0,6	8,4 ± 1,5	7,7 ± 1,7	8,8 ± 0,5	8,5 ± 1,4	1	1
30% MG	n.s.	n.s.						
fromage blanc	8,7 ± 1	8,7 ± 1,3	10	10	8,5 ± 1,2	7,8 ± 1,6	2,7 ± 1,5	2,2 ± 1,3
40% MG/EST	n.s.	n.s.						
petit-suisse	7,7 ± 1,2	7,3 ± 1,1	5,4 ± 1,7	5,4 ± 1,4	7,9 ± 1,6	7,7 ± 2,1	5,1 ± 1,4	4,4 ± 1,8
30% MG/EST	n.s.	n.s.						

n.s. = non significatif ( $p < 5\%$ )

Lorsque les résultats obtenus pour l'ensemble du jury sur chaque produit sont comparés deux à deux, on constate que l'ensemble des résultats montre qu'il n'y a pas de différences significatives entre les évaluations en bouche et tactile pour ces 4 descripteurs. Des travaux similaires réalisés par Mioche *et al.* (1991) ont montré également qu'il n'y avait pas de différence de perception entre les doigts et les molaires pour la fermeté d'émulsions. Il a été nécessaire, pour ce type d'épreuves, d'entraîner le jury à évaluer les dispersions expérimentales entre les doigts. L'aspect intéressant de l'évaluation tactile est qu'il n'y a d'interactions ni avec la saveur du produit, ni avec les phénomènes de dilution par la salive.

Le dégustateur peut alors se concentrer entièrement sur le paramètre à évaluer. Il sera donc possible, ultérieurement, de comparer les résultats des produits évalués tactilement avec ceux d'autres produits évalués en bouche pour ces trois descripteurs.

### b - Profils sensoriels

La figure III.12 montre deux profils sensoriels très différents (cas des dispersions 1 et 6). Ces profils, établis sur 9 critères, nous révèlent que la dispersion 1 est perçue comme moins ferme et plus granuleuse alors que la dispersion 6 apparaît comme plus lisse, homogène et compacte. L'aspect collant est peu différent entre ces deux dispersions. Cette première constatation est à mettre en relation avec les propriétés rhéologiques. La dispersion 1 présente des valeurs de seuil d'écoulement statique et de contrainte d'extrusion plus faibles que la dispersion 6 et apparaît comme moins élastique que cette dispersion. Enfin, la dimension fractale apparente du profil d'extrusion de la dispersion 1 caractérise un signal présentant de nombreuses irrégularités par rapport au profil d'extrusion de la dispersion 6, ce qui semble traduire la présence de granulosités dans le produit 1. Les profils sensoriels des 12 dispersions expérimentales établis sur 4 critères sont donnés en annexe 14.

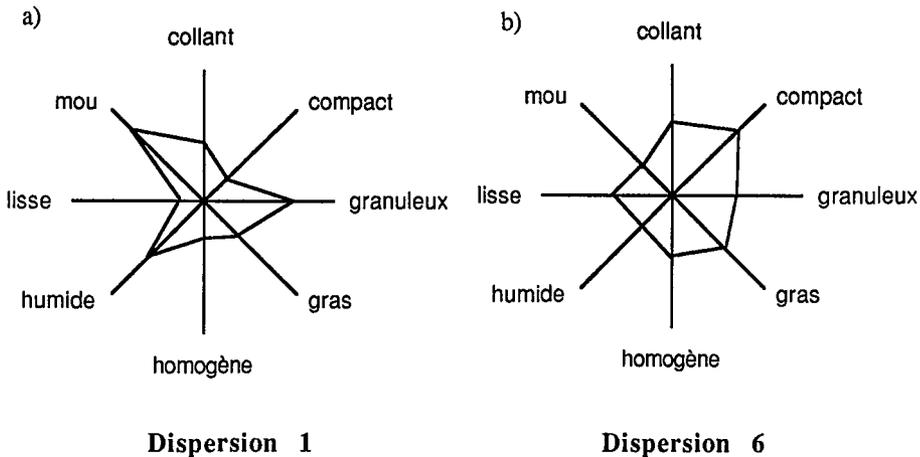


Figure III.12 : Profils sensoriels des dispersions 1 et 6 établis sur 9 descripteurs  
 a) dispersion 1 : Pression : 4 MPa, 1 passe; MG : 15,1%; MS : 38,8%  
 b) dispersion 6 : Pression : 25 MPa, 4 passes; MG : 16,9%; MS : 38,9%

Ces deux dispersions ont été choisies car elles constituent les extrêmes des dispersions expérimentales sur plusieurs caractères sensoriels.

### III.1.3.3 - Tests descriptifs et quantification des descripteurs

L'ensemble des douze dispersions expérimentales ont été testées par le jury pour les 4 critères précédemment cités. Pour chaque descripteur, les dispersions expérimentales ont été notées sur des échelles d'intervalles allant de 1 à 10.

La moyenne des résultats sur l'ensemble du jury est donnée dans le tableau III.8.

Pour les dispersions 1 à 6 (provenant de crèmes homogénéisées à différentes pressions), seuls les résultats pour les caractères lisse et mou ont présenté des différences significatives ( $p < 5\%$ ). Les produits n'ont pas montré de différences significatives au seuil de 5% pour les descripteurs collant et homogène. Le jury leur a attribué une note moyenne de 7,0 pour le caractère collant et 8,5 pour le caractère homogène.

Tableau III.8 : Moyenne des intensités sensorielles des descripteurs lisse, mou, collant et homogène, évalués visuellement et tactilement par 15 personnes sur les 12 dispersions expérimentales (coefficient de variation inférieur à 20%)

Dispersion	Lisse	Mou	Collant	Homogène
1	1,0	7,4	7,0	8,5
2	6,0	4,6	7,0	8,5
3	4,8	2,9	7,0	8,5
4	4,8	5,5	7,0	8,5
5	6,6	4,0	7,0	8,5
6	10,0	1,0	7,0	8,5
7	6,0	4,6	7,0	8,6
8	2,2	6,7	5,4	2,8
9	1,0	10,0	1,0	1,0
10	7,2	1,0	10,0	10,0
11	6,1	2,9	7,8	8,8
12	1,7	8,8	2,6	2,1

### III.1.4 - Relations entre les propriétés sensorielles et physico-chimiques et psychorhéologie des dispersions expérimentales

On peut noter ici la difficulté de relier des paramètres sensoriels et instrumentaux. Lors de l'évaluation sensorielle, les produits sont cisailés en bouche à une vitesse de l'ordre de 50  $s^{-1}$  (Shama et Sherman, 1973). Ce cisaillement, additionné de salive et d'une élévation de

température du produit va provoquer sa fissuration aux endroits les plus fragiles, puis le produit va se déstructurer sous forme d'agrégats et de particules individualisées. Les agrégats seront cassés jusqu'à ce que leur taille soit suffisamment petite pour être avalés. Le principe du cisaillement est reproduit en rhéologie. Les facteurs de variation de température et du taux d'humidité sont en général fixés lors des mesures instrumentales car il n'existe pas de dispositif permettant de faire varier simultanément ces paramètres.

Les corrélations entre les paramètres sensoriels et les paramètres rhéologiques peuvent être de plusieurs types : relations de cause à effet, corrélations simples, corrélations multiples, ... Nous avons établi la matrice de corrélations linéaires de l'ensemble des paramètres mesurés sur les douze dispersions expérimentales. De nombreuses corrélations avec les paramètres rhéologiques ont pu être mises en évidence. Les coefficients de régression linéaire ont été reportés dans la matrice de corrélation n°1.

#### III.1.4.1 - Caractère lisse

Le caractère lisse présente des corrélations d'une part, avec la dimension fractale apparente des profils en extrusion capillaire (figure III.13b) et d'autre part avec la contrainte d'extrusion (figure III.13a), le seuil d'écoulement statique (figure III.13c) et l'aire de thixotropie.

Le caractère lisse dépend de plusieurs facteurs. Il est également souvent dépendant de la teneur en MG et de la viscosité du milieu (Mela *et al.*, 1994) ainsi que de la distribution de taille des particules dispersées au sein du système (Richardson *et al.*, 1993). L'effet de la MG sur les perceptions va dépendre des propriétés physico-chimiques de celle-ci et de son degré d'interaction avec la matrice environnante : les fissures dans le produit seront alors différentes (mécanismes de fracture mis en jeu différents). Il en résultera donc une perception différente des produits.

D'après la figure III.13b, les douze dispersions se trouvent dans une gamme relativement étroite de valeurs de dimension fractale apparente ( $D = 1,12$  à  $1,27$ ). Ceci est dû au fait que les douze dispersions font partie de la même gamme de produits et sont donc relativement proches d'un point de vue textural. Néanmoins, il y a une corrélation significative ( $p < 5\%$ ) entre la perception du caractère lisse et la dimension fractale apparente.

La dimension fractale apparente des profils en extrusion capillaire représente une mesure globale de l'irrégularité de la courbe. Ainsi, l'irrégularité des courbes peut être reliée à la granulosité des produits perçue sensoriellement.

Par ailleurs, l'aspect lisse est fortement corrélé au caractère mou, lui-même corrélé à  $\tau_c$ . Kokini *et al.* (1984) avaient déjà mis en évidence une forte corrélation entre les

descripteurs mou et lisse pour vingt-sept produits semi-solides (beurre, margarine, mayonnaise, miel, sauce de salade, ketchup, ...).

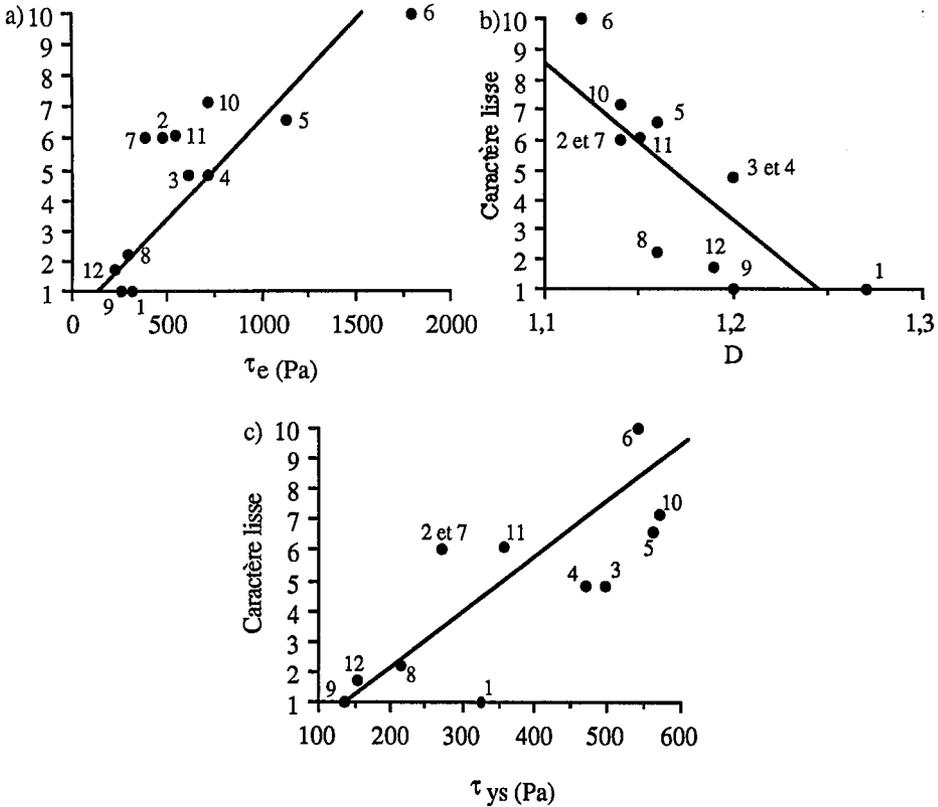


Figure III.13 : Corrélation entre le caractère lisse et trois paramètres instrumentaux, a) la contrainte d'extrusion  $\tau_e$  (Pa), b) la dimension fractale apparente des profils d'extrusion capillaire  $D$  et c) le seuil d'écoulement statique  $\tau_{ys}$  (Pa) pour les douze dispersions expérimentales (les numéros 1 à 12 renvoient aux tableaux II.2 et II.3, page 68)

En ce qui concerne les relations du caractère lisse avec  $\tau_{ys}$  et  $A_1$ , elles suivent la même évolution. Ces paramètres sont fortement corrélés entre eux ( $r = 0,988$ ). Si le comportement rhéologique de ces dispersions était modélisé, il serait peut-être possible de mettre en évidence une relation mathématique entre le seuil d'écoulement statique et l'aire de thixotropie, ces deux paramètres provenant d'une même expérience. Il semblerait que plus le produit est difficile à déstructurer (structure continue avec de fortes interactions entre les particules dispersées), plus il est perçu comme lisse.

Matrice de corrélation linéaire n°1 des différents paramètres physico-chimiques, sensoriels et rhéologiques mesurés sur les dispersions 1 à 12

	lisse	mou	collant	homog	MG	MS	Prot	MSNG	pH	G'	G''	$\tau_{ys}$	A <sub>1</sub>	$\tau_e$	D	A
lisse	1															
mou	-,940***	1														
collant	,720**	-,708**	1													
homog	,683*	-,618*	,922***	1												
MG	0,688*	-,599*	,796**	,802**	1											
MS	,719**	-,687*	,985***	,969***	,796**	1										
Prot	n.s.	n.s.	,685*	,773**	,641*	,735**	1									
MSNG	n.s.	n.s.	,722**	,688*	n.s.	,746**	n.s.	1								
pH	,685*	-,597*	,767**	,610*	,698*	,717**	n.s.	n.s.	1							
G'	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1						
G''	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,965***	1					
$\tau_{ys}$	,646*	-,691*	,754**	,774**	n.s.	,776**	,789**	0,735**	n.s.	,63*0	,664*	1				
A <sub>1</sub>	,717**	-,744**	,784**	,783**	n.s.	,802**	,757**	0,765**	n.s.	n.s.	n.s.	,988***	1			
$\tau_e$	,643*	-,648*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,726**	,700*	,761**	,736**	1		
D	-,810**	,751**	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1	
A	,693*	-,698*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,708**	,744**	,756**	n.s.	1

n.s. : non significatif

\* : p&lt;5%

\*\* : p&lt;1%

\*\*\* : p&lt;0,1%

La signification des abréviations est donnée dans la nomenclature

### III.1.4.2 - Caractère mou

C'est le caractère sensoriel le plus étudié. Il est simple à évaluer (simple morsure avec les dents ou compression avec le doigt) et peut souvent être corrélé avec des paramètres rhéologiques et physico-chimiques.

Le caractère mou est corrélé négativement aux caractères rhéologiques  $\tau_e$  et  $\tau_{ys}$  (figure III.14). Les paramètres  $\tau_e$  et  $\tau_{ys}$  permettent d'avoir une estimation de la consistance de nos dispersions alimentaires. Une valeur élevée indique que la fermeté du produit est importante, ce qui signifie que le produit est fortement résistant face à une contrainte.

Dans la majorité des produits laitiers (fromages à pâte cuite, petits-suisses, yaourts, ...), la fermeté est liée à la concentration en MS et en protéines (Modler *et al.*, 1983; Biliaderis *et al.*, 1992). Si la teneur en MS augmente, le produit est alors perçu comme plus ferme et développe des contraintes plus élevées face au cisaillement.

Dans le cas des douze dispersions, on trouve une corrélation avec la MS de  $r = -0,687$ .

Sur la figure III.14a, les dispersions 6 et 10 (homogénéisées à 25 et 10 MPa) sont perçues avec la même intensité sensorielle pour le caractère mou alors que les valeurs de contrainte varient du simple ( $\tau_e = 714,6$  Pa) pour la dispersion 10 à plus du double ( $\tau_e = 1798,8$  Pa) pour la dispersion 6. Il semblerait donc que le jury ait fait une erreur d'interprétation sur ces deux dispersions, ce qui explique en partie une répartition très large des points autour de la droite de régression.

La corrélation avec l'amplitude moyenne des spectres A présente un coefficient de régression plus faible ( $r = -0,698$ ) avec une répartition assez large des points autour de la droite de régression. On se trouve dans la même situation que pour la relation entre le caractère lisse et le paramètre A.

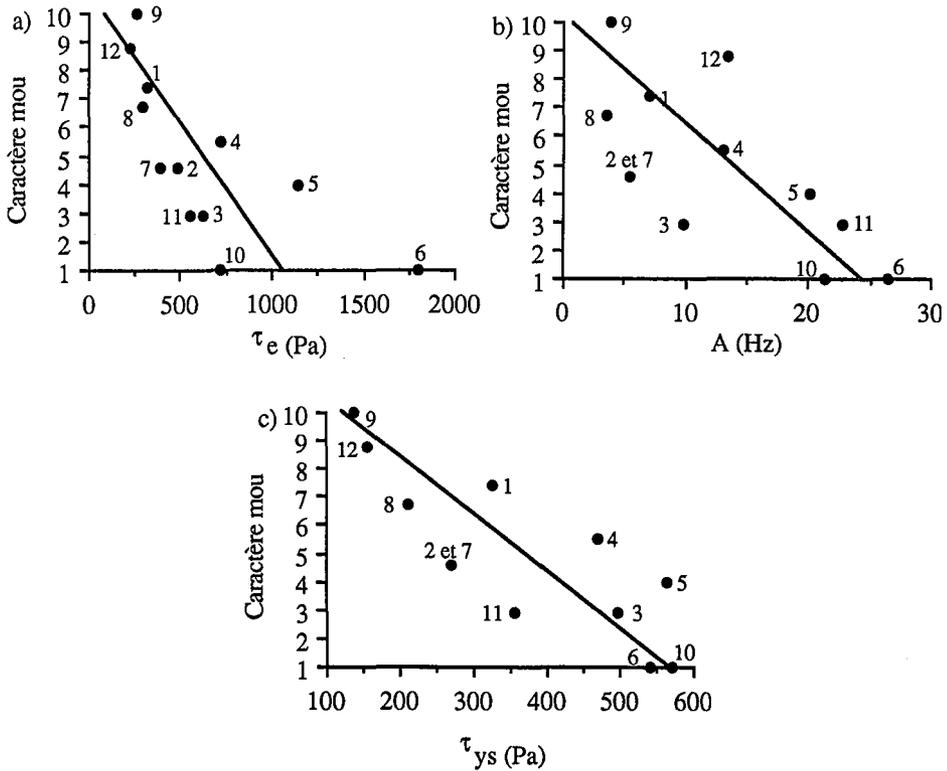


Figure III.14 : Corrélation entre le caractère mou et quatre paramètres instrumentaux, a) la contrainte d'extrusion  $\tau_e$  (Pa), b) l'amplitude moyenne des spectres de puissance A (Hz) et c) le seuil d'écoulement statique  $\tau_{ys}$  (Pa) pour les douze dispersions expérimentales (les numéros 1 à 12 renvoient aux tableaux II.2 et II.3, page 68)

**III.1.4.3 - Caractère collant**

Le caractère collant est corrélé au seuil d'écoulement statique ( $r = 0,754$ ) ainsi qu'à l'aire de thixotropie ( $r = 0,784$ ). Ces corrélations sont plus difficiles à expliquer parce que la perception du caractère collant provient en général de la présence de MG (libre ou non) dans le produit. On trouve peu de travaux en analyse sensorielle relatifs au caractère collant. L'adhésivité des produits est généralement évaluée en rhéologie grâce à des profils TPA (Texture Profile Analysis) de compression. Stamparoni et Noble (1991) ont travaillé sur des produits laitiers et ont montré instrumentalement que l'adhésivité, mesurée par un test de double morsure, augmentait avec la concentration en MG. Ici, la relation entre caractère collant et teneur en MG est vérifiée ( $r = 0,796$ ). Mais le caractère collant est également

fortement corrélé à la teneur en matière sèche ( $r = 0,985$ ). Une augmentation de la teneur en eau diminuerait donc le caractère collant de ces bases fromagères (figure III.15).

Selon la définition de Szczesniak (1963), l'aspect collant correspond au travail nécessaire pour vaincre les forces d'attraction entre la surface de l'échantillon et la surface de l'objet en contact (par exemple la langue, les dents, le palais, ...). Le phénomène mis en jeu pour évaluer cet aspect ne nécessite pas un cisaillement du produit (entre la langue et le palais ou entre les doigts). C'est donc un paramètre difficile à corrélérer avec des mesures rhéologiques. Cependant, une relation entre le caractère collant et le seuil d'écoulement statique ainsi que l'aire de thixotropie peut être observée. Cette relation n'est pas linéaire mais semble atteindre un palier à partir d'une valeur de seuil d'écoulement statique d'environ 400 Pa. Ce palier s'explique également par la borne supérieure fixée à 10 dans le cas de l'échelle d'intervalle utilisée pour cette étude. Le paramètre collant peut être dû, soit à une adhésion du produit à la surface de l'appareil de mesure (doigts), soit à une rupture interne du produit, modifiant ainsi, par une libération de MG ou de sérum, les propriétés d'adhésion des dispersions.

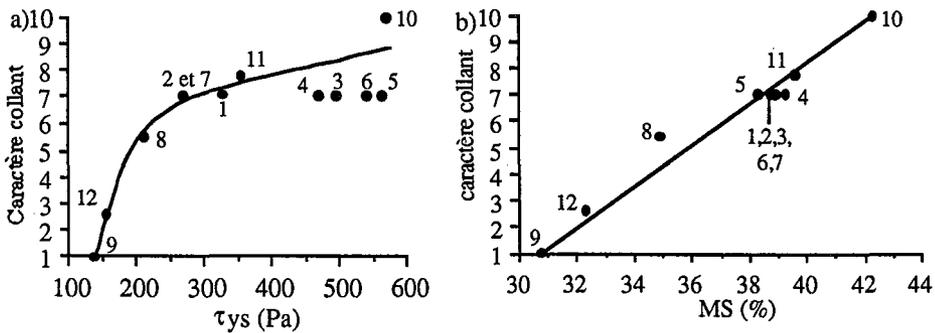


Figure III.15 : Evolution du caractère collant en fonction a) du seuil d'écoulement statique  $\tau_{ys}$  (Pa) et b) de la teneur en matière sèche MS (%) pour les douze dispersions expérimentales (les numéros 1 à 12 renvoient aux tableaux II.2 et II.3, page 68)

#### III.1.4.4 - Caractère homogène

L'évaluation du caractère homogène se fait essentiellement par voie visuelle. Les conditions ambiantes d'évaluation vont donc être très importantes (luminosité, température, ...). Tous ces paramètres peuvent modifier la perception du produit et la répétabilité du jury d'une séance à l'autre. Il faut cependant noter que la vision est très développée chez l'homme qui s'en sert chaque jour pour identifier des objets ou des personnes.

Le caractère homogène apparaît comme un aspect global du produit qui peut regrouper des descripteurs tels que lisse, gras, crémeux. Dans notre cas, il présente des corrélations avec les paramètres physico-chimiques (pH, teneurs en MG, MS, protéines et MSNG). Il présente également des corrélations avec les caractères lisse et collant mais non avec les mesures rhéologiques. Il pourrait donc servir de critère de qualité globale du produit.

### III.1.4.5 - Corrélation entre descripteurs sensoriels

Il est nécessaire de prendre en compte les corrélations existant entre les différents descripteurs, d'autant plus que ces corrélations s'avèrent très fortes (figure III.16). Ceci peut être le reflet de l'existence de descripteurs redondants ou, plus probablement, exprimer l'association de certaines textures qui interagissent les unes avec les autres. En particulier, les caractères lisse et mou sont fortement corrélés, ainsi que les caractères collant et homogène.

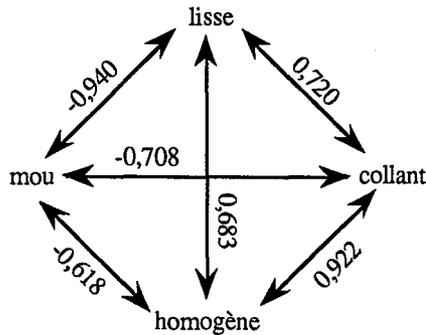


Figure III.16 : Coefficients de régression ( $r$ ) entre les différents descripteurs des douze dispersions expérimentales

De telles corrélations entre descripteurs sensoriels avaient déjà été mises en évidence par Kokini *et al.* (1984) sur des produits semi-solides. Ils avaient décrit des relations entre le caractère lisse et le caractère mou ainsi qu'entre les caractères lisse et crémeux. Les descripteurs collant et visqueux avaient également montré un coefficient de corrélation élevé dans la matrice de corrélation établie par ces auteurs et regroupant de nombreux paramètres sensoriels. Cependant aucune explication sur la structure de ces produits semi-solides n'a permis de comprendre ces corrélations entre les différents termes de texture.

### III.1.4.6 - Conclusion

Les propriétés sensorielles des dispersions expérimentales sont corrélées avec les propriétés instrumentales ci-après :

- le caractère mou dépend principalement de  $\tau_{ys}$  et de A
- le caractère collant dépend de  $\tau_{ys}$  et de la teneur en MS,
- le caractère lisse dépend de  $\tau_{ys}$  ( $r = 0,646$ ),  $\tau_e$  ( $r = 0,643$ ), D ( $r = -0,810$ ) et A ( $r = 0,693$ ).

On fait ainsi apparaître l'intérêt de la mesure en extrusion capillaire et de son exploitation mathématique au travers de la dimension fractale apparente. Plus précisément, il n'existe pas, à ce jour de méthode rhéologique permettant de quantifier le caractère lisse d'un produit alimentaire.

On met aussi en évidence que pour les bases fromagères, la dimension fractale apparente évolue dans une faible gamme de valeurs.

Il n'est pas possible de relier les propriétés rhéologiques avec la composition ou la technologie de préparation des produits étudiés. C'est pourquoi nous avons élargi notre étude à un ensemble plus vaste de dispersions alimentaires achetées dans le commerce.

### III.2 - Etude des propriétés rhéologiques et sensorielles de dispersions alimentaires commerciales

Nous avons fait le constat que toutes les dispersions commerciales n'ont pu être exploitées avec les mêmes instruments. On donne, dans le tableau ci-après (tableau III.9), les limites d'exploitation des différentes techniques.

Tableau III.9 : Domaine d'utilisation des techniques rhéologiques selon les dispersions étudiées où + signifie que la mesure est possible et - la mesure est impossible

Dispersion	Viscosimétrie (viscosité apparente)	Viscosimétrie (propriétés d'écoulement)	Viscoélasticité en régime dynamique	Extrusion capillaire
Petit-suisse	+	+	+	+
Fromage blanc	+	+	+	+
Crème épaisse	+	+	+	-
Concentré de tomates	+	+	+	-
Crème de marron	+	-	+	+
Purée de marron	-	-	-	+
Mayonnaise	+	+	+	+
Margarine	-	-	+	+
Pâté de foie	-	-	-	+

En viscosimétrie, il n'est pas possible d'étudier les produits qui présentent une viscosité élevée (purée de marron et pâté de foie). De plus, aux faibles vitesses de cisaillement (inférieures à  $10 \text{ s}^{-1}$ ), on peut observer des phénomènes de glissement liés à une libération de MG libre ou à la synérèse.

La viscoélasticité en régime dynamique permet d'étudier une large gamme de produits et donne des informations sur les modules de viscosité et d'élasticité des produits. C'est une mesure qui est difficile à relier avec des propriétés sensorielles et qui pose cependant des problèmes pour fixer le domaine de viscoélasticité linéaire des produits alimentaires.

L'extrusion capillaire a permis d'exploiter ces produits plus compacts que sont le pâté et la purée de marron. Les produits les plus fluides (crème et concentré de tomates) n'ont pu être étudiés dans les conditions expérimentales choisies pour cette étude. La méthode apparaît alors comme trop peu sensible.

### III.2.1 - Les propriétés rhéologiques

Comme pour les dispersions expérimentales, nous avons étudié les propriétés rhéologiques de ces dispersions commerciales grâce à des mesures en dynamique, en viscosimétrie et en extrusion capillaire. Contrairement aux dispersions expérimentales où nous avons choisi de ne présenter qu'un seul graphe par résultat, tous les graphes des dispersions commerciales sont présentés dans ce chapitre. En effet, les dispersions présentent de grandes différences. Il n'est donc pas possible de choisir une dispersion parmi les neuf étudiées qui présente des valeurs moyennes pour l'ensemble des paramètres.

#### III.2.1.1 - Propriétés d'écoulement

##### a - Viscosité apparente au cours du temps

Le cisaillement au cours du temps des dispersions permet d'avoir une estimation de la viscosité apparente des différents produits pour une vitesse de cisaillement donnée. Dans notre cas, cette viscosité apparente a été déterminée à différentes vitesses de cisaillement (1, 5, 10, 20, 50 et  $100 \text{ s}^{-1}$ ). L'évolution de la viscosité apparente au cours du temps est donnée sur la figure III.17 pour l'ensemble des dispersions commerciales pour une vitesse de cisaillement de  $20 \text{ s}^{-1}$ . Les autres vitesses de cisaillement sont présentées en annexe 15 pour chaque dispersion.

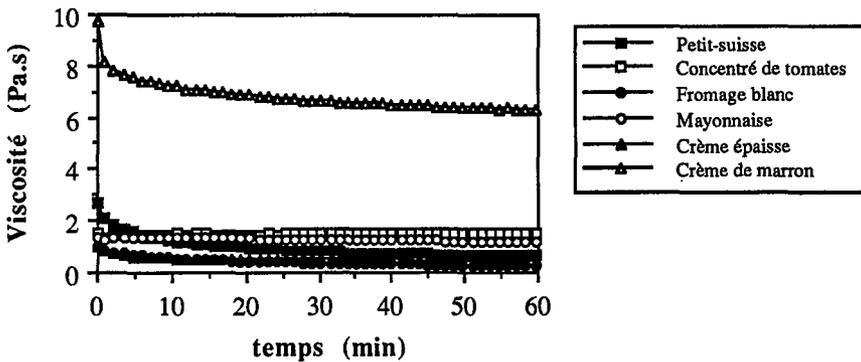


Figure III.17 : Viscosité en fonction du temps pour l'ensemble des dispersions commerciales à  $10^\circ\text{C}$  pour une vitesse de cisaillement de  $20 \text{ s}^{-1}$

D'après l'évolution de la viscosité apparente au cours du temps, on peut distinguer deux types de profils :

- les dispersions dont la viscosité n'atteint jamais une phase stationnaire au cours des 60 minutes de cisaillement (crème de marron, petit-suisse et fromage blanc),
- les dispersions dont la viscosité diminue pour atteindre rapidement une phase stationnaire (double concentré de tomates, mayonnaise et crème épaisse).

Aux faibles vitesses de cisaillement ( $1$  à  $10 \text{ s}^{-1}$ ), il n'est pas possible de déterminer une viscosité apparente à l'équilibre pour la crème épaisse car des phénomènes de glissement se produisent et cela conduit à des courbes présentant une distribution aléatoire de points. La margarine ainsi que la purée de marron et le pâté de foie présentent une trop forte consistance à  $10 \text{ }^\circ\text{C}$  pour pouvoir mesurer sa viscosité apparente.

Ces comportements d'écoulement sont révélateurs de structures initiales différentes (énergie de liaisons, arrangement des particules, stabilité du réseau, ...) et d'un comportement rhéofluidifiant. Pour l'ensemble des produits, la contrainte de cisaillement, à une vitesse de cisaillement donnée, est extrêmement sensible au temps, particulièrement dans les trois premières minutes, ce qui veut dire que la majorité de la structure est détruite pendant ces trois premières minutes. Ce comportement avait déjà été observé pour les dispersions expérimentales. Les produits sont rhéofluidifiants et présentent un comportement à l'écoulement dépendant du temps.

L'ensemble des viscosités apparentes pour les différentes vitesses de cisaillement de  $1$  à  $100 \text{ s}^{-1}$  est regroupé dans le tableau III.10. Ces valeurs sont calculées à un temps de  $50 \text{ min}$  à partir duquel on considère que l'on a un équilibre quasi-stationnaire.

Tableau III.10 : Viscosité apparente (Pa.s) à l'équilibre pour les dispersions commerciales à différentes vitesses de cisaillement.

Vitesse de cisaillement ( $\text{s}^{-1}$ )	Petit-suisse	Concentré de tomates	Fromage blanc	Mayonnaise	Crème de marron	Crème épaisse
1	37,3	96,8	18,7	42,3	175,1	-
5	8,1	26,6	5,0	19,9	61,0	-
10	4,5	12,8	3,4	11,2	31,5	-
20	3,2	6,6	2,2	6,8	18,9	0,4
50	1,6	3,4	0,9	3,3	10,8	0,3
100	0,4	1,5	0,3	1,2	6,5	0,5

La purée de marron ainsi que le pâté de foie présentent une consistance trop élevée pour la capacité du rhéomètre. Parmi les produits sur lesquels nous avons pu réaliser des mesures de viscosité apparente et quelle que soit la vitesse de cisaillement, la crème de marron présente la viscosité apparente la plus élevée. Ce produit possède une forte teneur en MS (69%) qui tend à augmenter la viscosité de la dispersion.

Le double concentré de tomates présente une viscosité apparente élevée à l'équilibre par rapport aux autres dispersions. Le produit a une très faible cohésion apparente : le double concentré de tomates forme des "paquets" d'agrégats indépendants les uns des autres et très nombreux dans la phase continue.

### *b - Courbes d'écoulement à vitesse de cisaillement variable*

Les courbes d'écoulement de la margarine, du pâté de foie, de la purée de marron et de la crème de marron n'ont pu être obtenues, la contrainte excédant les capacités du rhéomètre. Les profils d'écoulement des autres dispersions commerciales sont présentés figure III.18.

Parmi les cinq dispersions qui ont pu être étudiées, toutes présentent un comportement rhéofluidifiant dépendant du temps confirmé par l'apparition d'une aire de thixotropie. Cela ne suffit cependant pas pour affirmer que les dispersions sont thixotropes. En effet, aucune expérience n'a été réalisée pour voir si après un cisaillement puis un temps de repos, les dispersions retrouvaient leur structure initiale. Nous avons pu remarquer pour l'ensemble des dispersions étudiées en écoulement qu'aux faibles vitesses de cisaillement, la courbe de montée du deuxième cycle chevauche la courbe de descente du premier cycle. Comme l'ont constaté Ramaswamy et Basak (1991), cette caractéristique suggère en partie une rupture continue de la structure à chaque cycle de cisaillement ainsi qu'une récupération modérée de structure entre chaque cycle. On parle, dans ce cas, de thixotropie partielle.

Les cinq dispersions (petit-suisse, fromage blanc, crème épaisse et double concentré de tomates et mayonnaise) présentent un seuil d'écoulement statique  $\tau_{ys}$  tel que nous avons pu le voir sur les dispersions expérimentales.

Les quatre dispersions pour lesquelles nous avons pu effectuer plusieurs cycles de cisaillement (petit-suisse, fromage blanc, crème épaisse et double concentré de tomates) ont 94 à 98% de leur structure détruits dès le premier cycle (tableau III.11). La structure de la mayonnaise est complètement détruite dès ce premier cycle. Au deuxième cycle, on obtient une aire de thixotropie négative révélant probablement une réaggrégation de la structure de la dispersion. Comme dans le cas des dispersions expérimentales, les structures sont très fragiles face au cisaillement.

Le petit-suisse, le fromage blanc et la crème épaisse ont un comportement particulier avec la présence du seuil d'écoulement statique puis d'un deuxième sommet. Un tel sommet avait été mis en évidence par Sanchez (1994) sur des fromages frais triple crème. Bourne (1982) avait également trouvé ce type de courbes pour du pudding. Il émettait l'hypothèse que le premier pic était relatif à la contrainte nécessaire pour permettre l'écoulement alors que le deuxième sommet représente plutôt la cassure d'une structure plus "molle".

Tableau III.11 : Contrainte seuil et évolution de l'aire de thixotropie A des dispersions alimentaires commerciales

Dispersion	$\tau_{ys}$ (Pa)	A <sub>1</sub> (Pa/s)	A <sub>2</sub> /A <sub>1</sub> (%)	A <sub>3</sub> /A <sub>2</sub> (%)
Petit-suisse	142,2	34574	2,4	1,8
Fromage blanc	75,0	8733	1,9	1,4
Crème épaisse	228,4	29189	5,6	1,5
Double concentré de tomates	205,1	3213	2,9	1,0
Crème de marron	-	-	-	-
Purée de marron	-	-	-	-
Mayonnaise	159,3	4715	-	-
Margarine	-	-	-	-
Pâté de foie	-	-	-	-

$\tau_{ys}$  : seuil d'écoulement statique (Pa)

A<sub>1</sub> : aire de thixotropie après le premier cycle de cisaillement (Pa.s<sup>-1</sup>)

A<sub>2</sub> : aire de thixotropie après le deuxième cycle de cisaillement (Pa.s<sup>-1</sup>)

A<sub>3</sub> : aire de thixotropie après le troisième cycle de cisaillement (Pa.s<sup>-1</sup>)

- : absence de mesure liée aux capacités de montée en contrainte du rhéomètre

Le comportement rhéologique des produits utilisés a déjà été étudié par différents auteurs qui ont mis en évidence la complexité de ces matériaux. Les fromages frais (petits-suisse et fromage blanc) montrent des propriétés d'écoulement dépendantes du temps comme nous l'avons vu dans la partie III.1, résultats confirmant ceux de Sanchez *et al.* (1994b et 1994c). Mayfield *et al.* (1978) ainsi que Payne et Rizvi (1988) ont montré que les émulsions de viande présentaient un comportement rhéofluidifiant avec seuil d'écoulement. Nous n'avons pu réaliser la mesure sur le pâté de foie par suite de problème de sensibilité du rhéomètre. Le double concentré de tomates fait l'objet de controverses. En effet, Rao *et al.* (1981) ont montré que cette dispersion présentait des propriétés rhéofluidifiantes avec seuil d'écoulement alors que De Kee *et al.* (1983) ont décrit un écoulement dépendant du temps. Ces différences de comportements peuvent principalement être attribuées à la différence des

produits qui sont des dispersions plus ou moins concentrées. Dans notre cas, un seuil d'écoulement peut être observé. La mayonnaise et la margarine sont des produits partiellement thixotropes (Tiu et Boger, 1974; Kokini et Dickie, 1981; De Kee *et al.*, 1983). D'après nos courbes d'écoulement, la mayonnaise présenterait un seuil d'écoulement statique, très faiblement marqué vers 160 Pa. Des résultats similaires sur des mayonnaises à 80 et 85% de MG ont été mis en évidence par Ma et Barbosa-Canovas (1995). Nous n'avons pas trouvé, dans la bibliographie, d'éléments sur la crème et la purée de marron.

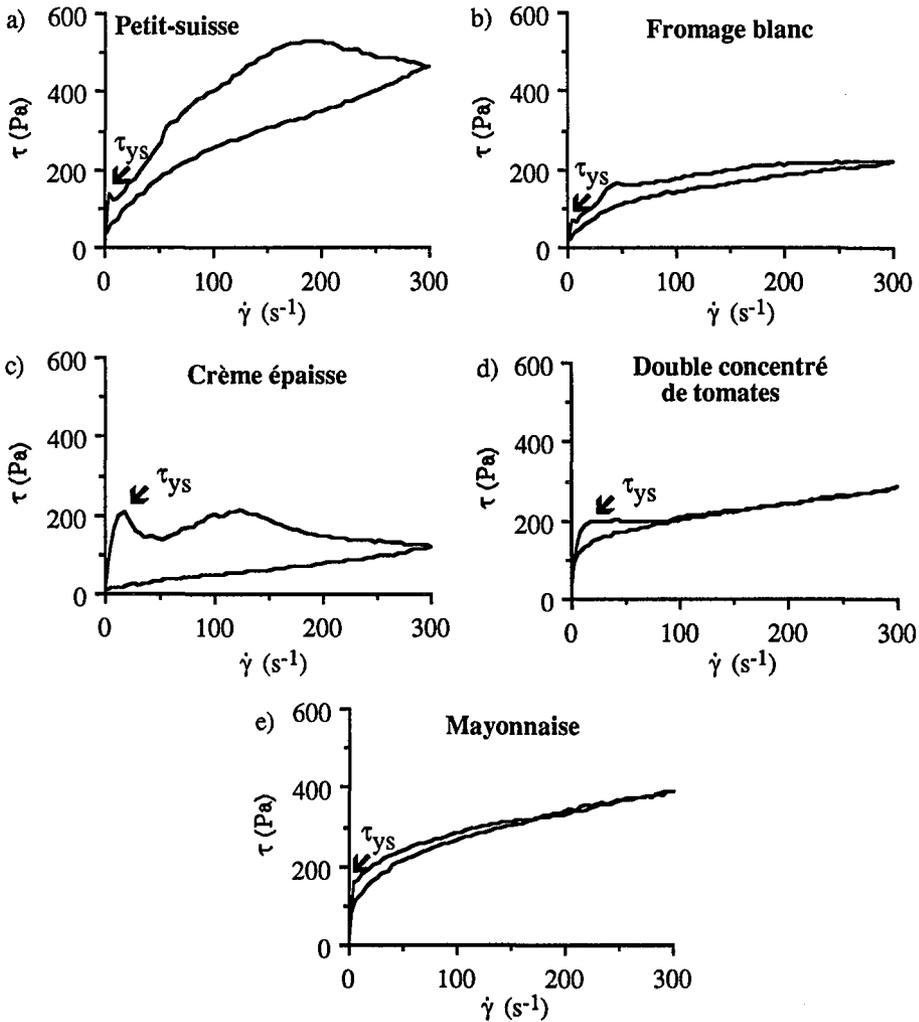


Figure III.18 : Evolution de la contrainte de cisaillement  $\tau$  (Pa) pour une vitesse de cisaillement variable  $\dot{\gamma}$  (0 à 300  $s^{-1}$ ) pour les dispersions commerciales

### III.2.1.2 - Propriétés dynamiques

Les graphiques en dynamique sont présentés figure III.19. Pour l'ensemble des produits, les paramètres  $G'$  et  $G''$  sont peu dépendants de la fréquence d'oscillation. Dans le cas de la crème de marron, du petit-suisse et du double concentré de tomates, on peut observer une prédominance du caractère élastique sur le caractère visqueux, ce qui se traduit par des valeurs de  $\tan \delta < 1$ . Les moyennes de  $G'$  et  $G''$ , sur la plage de fréquence étudiée, sont regroupées dans le tableau III.12.

Les produits ont un comportement plus proche de celui d'un solide que d'un liquide dans l'intervalle de fréquence considéré. Pour la mayonnaise, le fromage blanc, la crème épaisse et la margarine, on se trouve dans la situation inverse qui est caractérisée par une prédominance du caractère visqueux sur le caractère élastique. Ceci est particulièrement marqué dans le cas de la margarine où  $\log G''$  prend des valeurs une fois et demi supérieures à celles des autres produits. Ce produit possède une forte teneur en MG et MS (> 80%) et une très faible teneur en protéines de 0,04%. Dans le cas de la mayonnaise, Ma et Barbosa-Canovas (1995) ont observé cette prédominance de  $G''$  sur  $G'$  pour des mayonnaises à 75% de MG et l'expliquent par le fait que les gouttelettes d'huile sont moins bien "emballées" par les protéines. Ils considèrent la mayonnaise comme un gel faible.

Pour l'ensemble des produits, la faible dépendance de  $G'$  et  $G''$  avec la fréquence d'oscillation montre la présence d'un réseau formé par interactions entre particules dispersées. La structure est un réseau tridimensionnel de particules dispersées dans une phase continue liquide pouvant conduire à deux comportements viscoélastiques différents.

Tableau III.12 : Valeurs moyennes de  $G'$  et  $G''$  pour les dispersions commerciales

Dispersion	$G'$ (Pa)	$G''$ (Pa)	tg $\delta$
Petit-suisse	691	288	0,4
Fromage blanc	274	335	1,2
Crème épaisse	240	374	1,6
Concentré de tomates	2152	409	0,2
Crème de marron	1131	524	0,5
Purée de marron	-	-	-
Mayonnaise	266	484	1,8
Margarine	2061	7438	3,6
Pâté de foie	-	-	-

- : absence de mesures liée à la capacité du rhéomètre utilisé

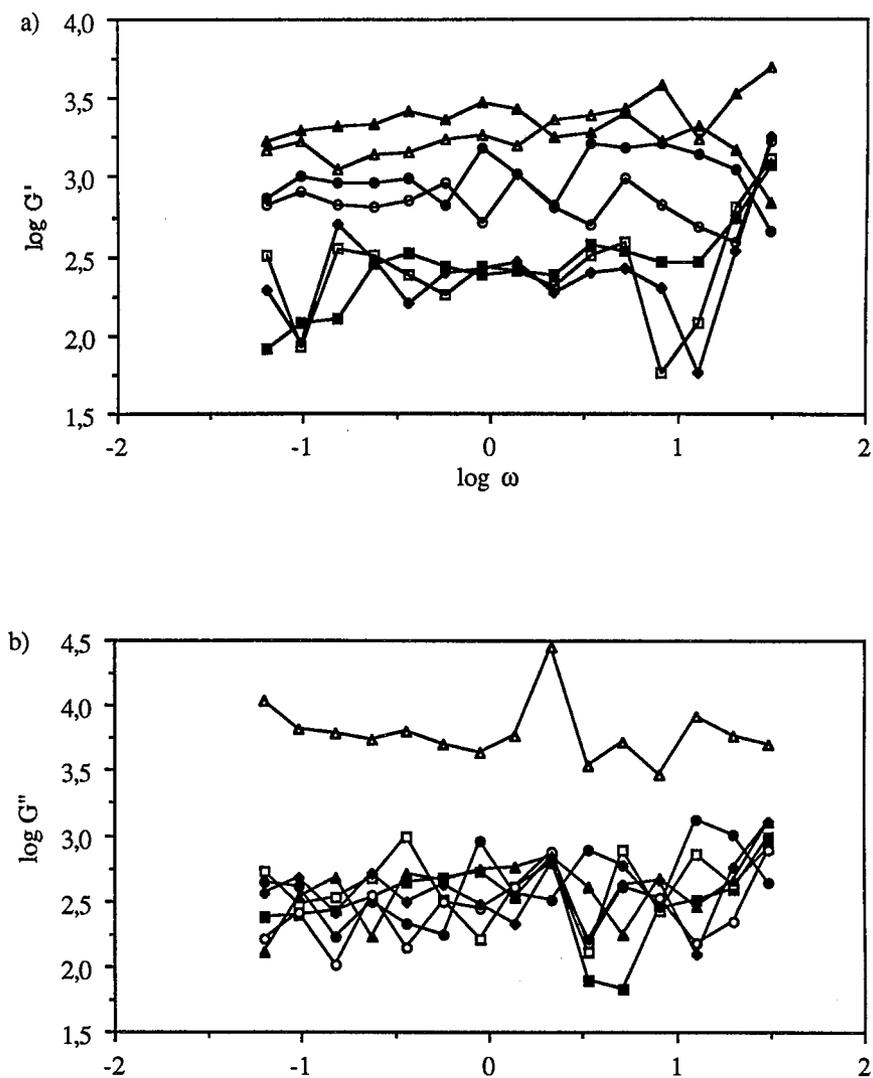


Figure III.19 : Paramètres viscoélastiques mesurés sur les dispersions réelles à 10°C  
 a) : Module d'élasticité  $G'$  (Pa) en fonction de la fréquence d'oscillation (rad/s)  
 b) : Module de viscosité  $G''$  (Pa) en fonction de la fréquence d'oscillation (rad/s)

- |     |                 |     |                      |
|-----|-----------------|-----|----------------------|
| —■— | Fromage blanc   | —▲— | Concentré de tomates |
| —□— | Mayonnaise      | —△— | Margarine            |
| —●— | Crème de marron | —◆— | Crème épaisse        |
| —○— | Petit-suisse    |     |                      |

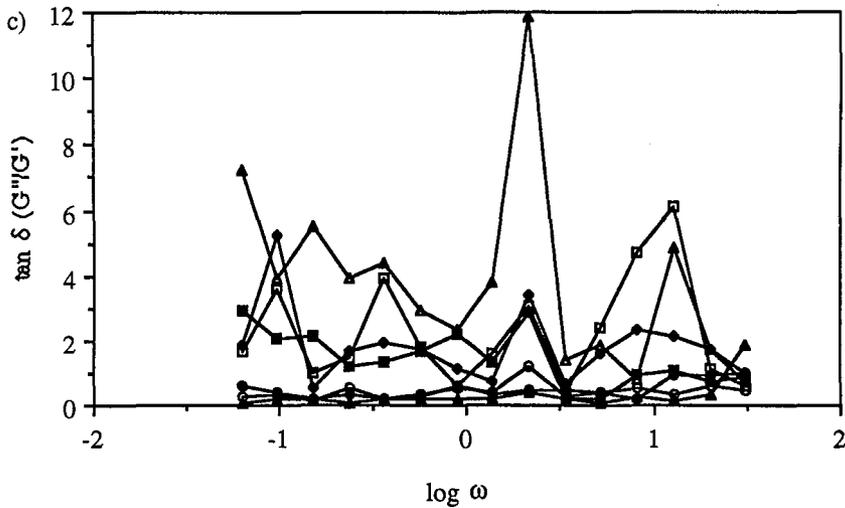
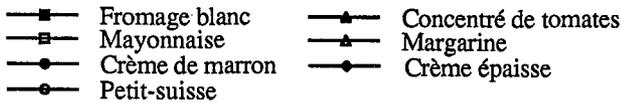


Figure III.19 : Paramètres viscoélastiques mesurés sur les dispersions réelles à 10°C

b) : Module de viscosité  $G''$  (Pa) en fonction de la fréquence d'oscillation (rad/s)

c) :  $\tan \delta (G''/G')$  en fonction de la fréquence d'oscillation (rad/s)



Sur la figure III.19, on observe le même pic de  $\tan \delta$  très marqué pour la margarine déjà observé sur les dispersions expérimentales 1, 2 et 7 à 12 (homogénéisées à faible pression) à une fréquence de 2,24 rad/s. Il est plus légèrement marqué pour la mayonnaise et la crème épaisse. Il est possible que la structure des dispersions qui présentent ce pic soit sensible à cette fréquence d'oscillation particulière de 2,24 rad/s.

### III.2.1.3 - Fermeté estimée par extrusion capillaire

Les profils en extrusion capillaire sont présentés figure III.20 (une répétition sur 4 essais est présenté en annexe 16 pour la mayonnaise). Le double concentré de tomates et la crème épaisse ne présentent pas de profils en extrusion. Ces produits étant trop fluides, ils s'écoulent à travers le capillaire dès le remplissage du porte-échantillon. La consistance de ces produits est en dessous du seuil de sensibilité de l'instrument de mesure.

Pour les autres produits, les profils sont tous du même type avec des irrégularités plus ou moins marquées. L'estimation de la fermeté est réalisée comme pour les dispersions expérimentales, en utilisant la méthode de Sanchez et Hardy (1993). Les valeurs estimées de  $\tau_e$  sont présentées dans le tableau III.13.

Tableau III.13 : Valeurs des contraintes d'extrusion (moyenne sur 4 essais) pour les différentes dispersions alimentaires à 10°C (coefficients de variation inférieurs à 10% pour l'ensemble des résultats)

Produits	$\tau_e$ (Pa)
Petit-suisse	427
Fromage blanc	140
Crème épaisse	-
Concentré de tomates	-
Crème de marron	623
Purée de marron	943
Mayonnaise	236
Margarine	709
Pâté de foie	2063

- : absence de mesure liée à la trop faible sensibilité de la méthode

La consistance estimée par extrusion capillaire permet de classer les produits. Elle est reliée à la contrainte à appliquer pour que le produit s'écoule à travers le capillaire. Si le produit présente un degré de structuration élevé, il sera plus difficile à extruder, les forces mises en jeu pour rompre les liaisons inter-particules devant être plus élevées. La structure dépend de l'état initial du produit (matériaux de départ et arrangement des particules au sein du produit), du procédé de fabrication et des conditions de conservation du produit. Nous n'avons pas eu accès à ces données par les fabricants.

Dans le cas du petit-suisse, la présence de deux phases peut être observée sur le profil du capillaire (phases observées sur les 4 répétitions). Une première phase très légèrement irrégulière et une deuxième phase irrégulière. Le profil est marqué par la présence d'une large dépression. Il semblerait donc qu'il y ait une différence notable de macrostructure entre le haut et le bas du petit-suisse liée à un drainage du lactosérum vers le bas, le rendant plus humide et plus hétérogène.

Qualitativement, il est difficile de classer les profils suivant leur degré d'irrégularité. En effet, tous présentent des pics plus ou moins réguliers au cours du temps, exceptées la purée de marron et la margarine. La purée de marron présente un profil très irrégulier avec une très forte amplitude des irrégularités par rapport aux autres dispersions. La margarine présente, quant à elle, un profil très lisse avec très peu de pics.

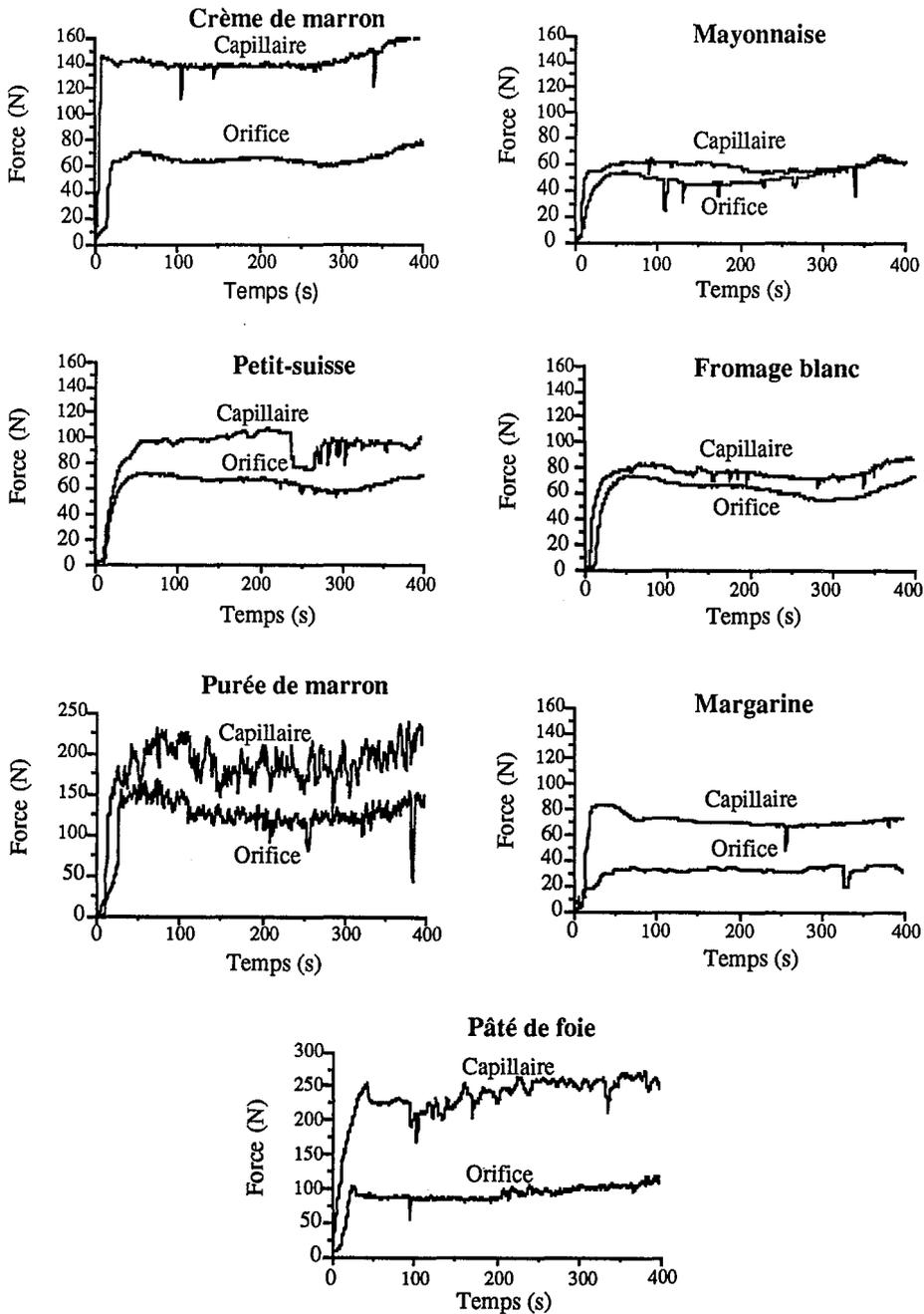


Figure III.20 : profils en extrusion des dispersions alimentaires commerciales

**III.2.2 - Traitement des signaux en extrusion capillaire. Dimension fractale apparente et analyse de Fourier**

*III.2.2.1 - Evolution de la fonction d'autocorrélation*

Pour l'ensemble des produits présentant un profil d'extrusion, nous avons établi, comme pour les dispersions expérimentales, l'évolution de la fonction d'autocorrélation  $\psi_m$  pour connaître la corrélation de la valeur de la force d'extrusion au temps  $t$  avec celle au temps  $t+1$  et donc déterminer si les signaux en extrusion présentent, ou non, une périodicité. L'évolution de  $\psi_m$  en fonction de  $m$  est présentée figure III.21.

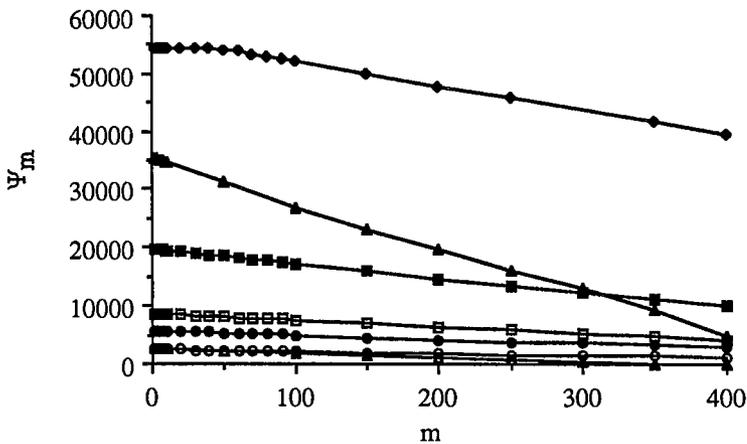


Figure III.21 : Evolution de la fonction d'autocorrélation  $\psi_m$  en fonction de  $m$  pour les dispersions alimentaires réelles

- Crème de marron
- ▲ Purée de marron
- Petit-suisse
- △ Margarine
- Fromage blanc
- ◆ Pâté de foie
- Mayonnaise

L'évolution de  $\psi_m$  confirme le caractère quasi-périodique des profils en extrusion capillaire. Comme dans le cas des dispersions expérimentales, il paraît donc intéressant de déterminer une dimension fractale apparente de ces courbes.

### III.2.2.2 - Détermination de la dimension fractale apparente des profils en extrusion capillaire

Pour déterminer cette dimension fractale, les différentes étapes ont été la normalisation des courbes par un polynôme de degré 4 (figure III.22) puis leur dilatation par analyse d'images pour réaliser les graphes de Richardson (figure III.23) permettant d'aboutir au calcul de la dimension fractale apparente des profils d'extrusion capillaire (Tableau III.14).

Tableau III.14 : Dimensions fractales des profils d'extrusion capillaire déterminées par analyse d'images suivant le principe de Minkowski et sur quatre essais

Produits	Dimensions fractales apparentes
Petit-suisse	$1,37 \pm 0,01$
Fromage blanc	$1,31 \pm 0,01$
Crème épaisse	-
Concentré de tomates	-
Crème de marron	$1,44 \pm 0,01$
Purée de marron	$1,56 \pm 0,03$
Mayonnaise	$1,23 \pm 0,02$
Margarine	$1,14 \pm 0,01$
Pâté de foie	$1,50 \pm 0,01$

Les courbes normalisées permettent de mettre en évidence l'amplitude des irrégularités pour les dispersions étudiées. Dans le cas de la crème de marron, le profil normalisé est linéaire, ce qui veut dire que l'extrusion est continue, sans variation de contrainte. Le produit semble donc très homogène quant à sa structure.

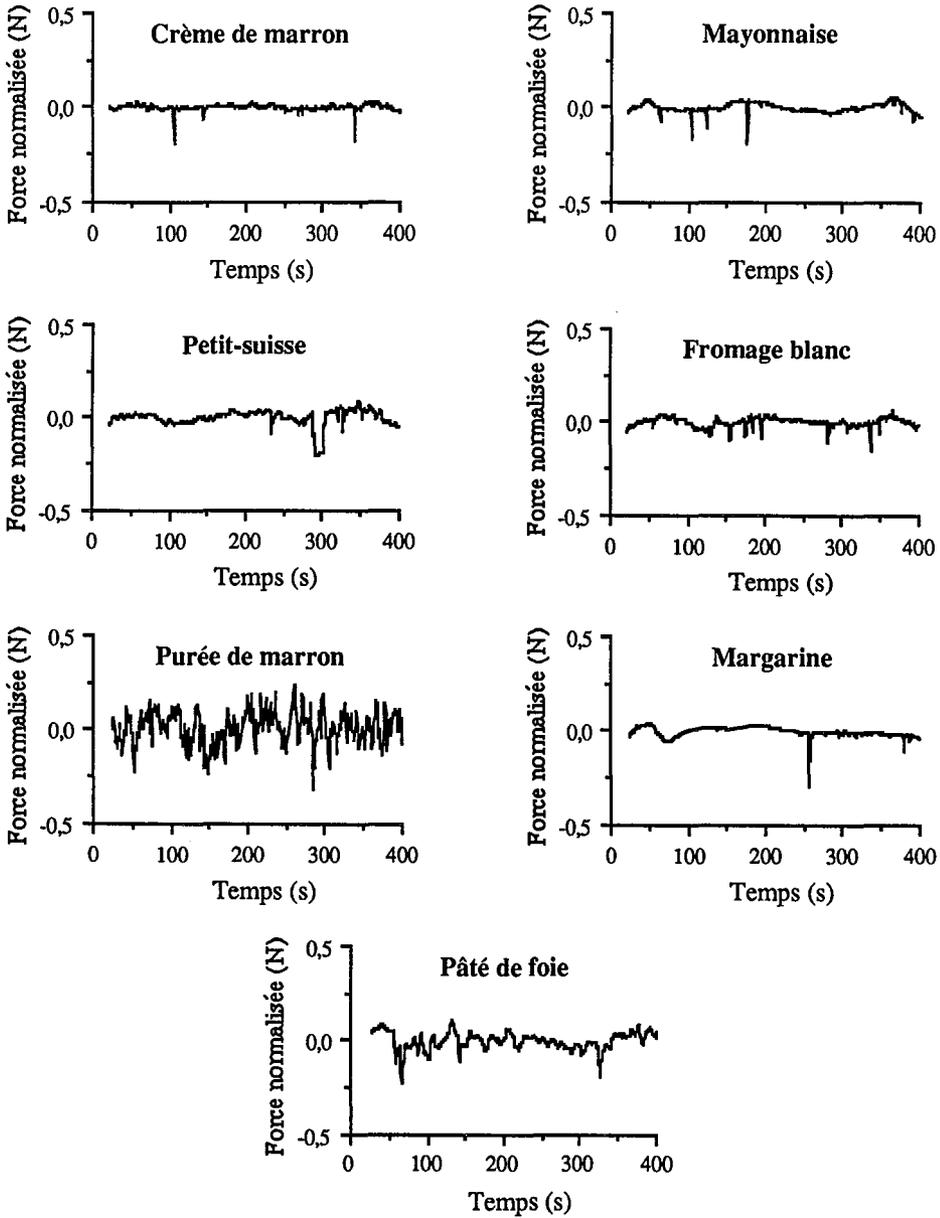


Figure III.22 : Courbes d'extrusion capillaire des dispersions commerciales normalisées par un polynôme de degré 4

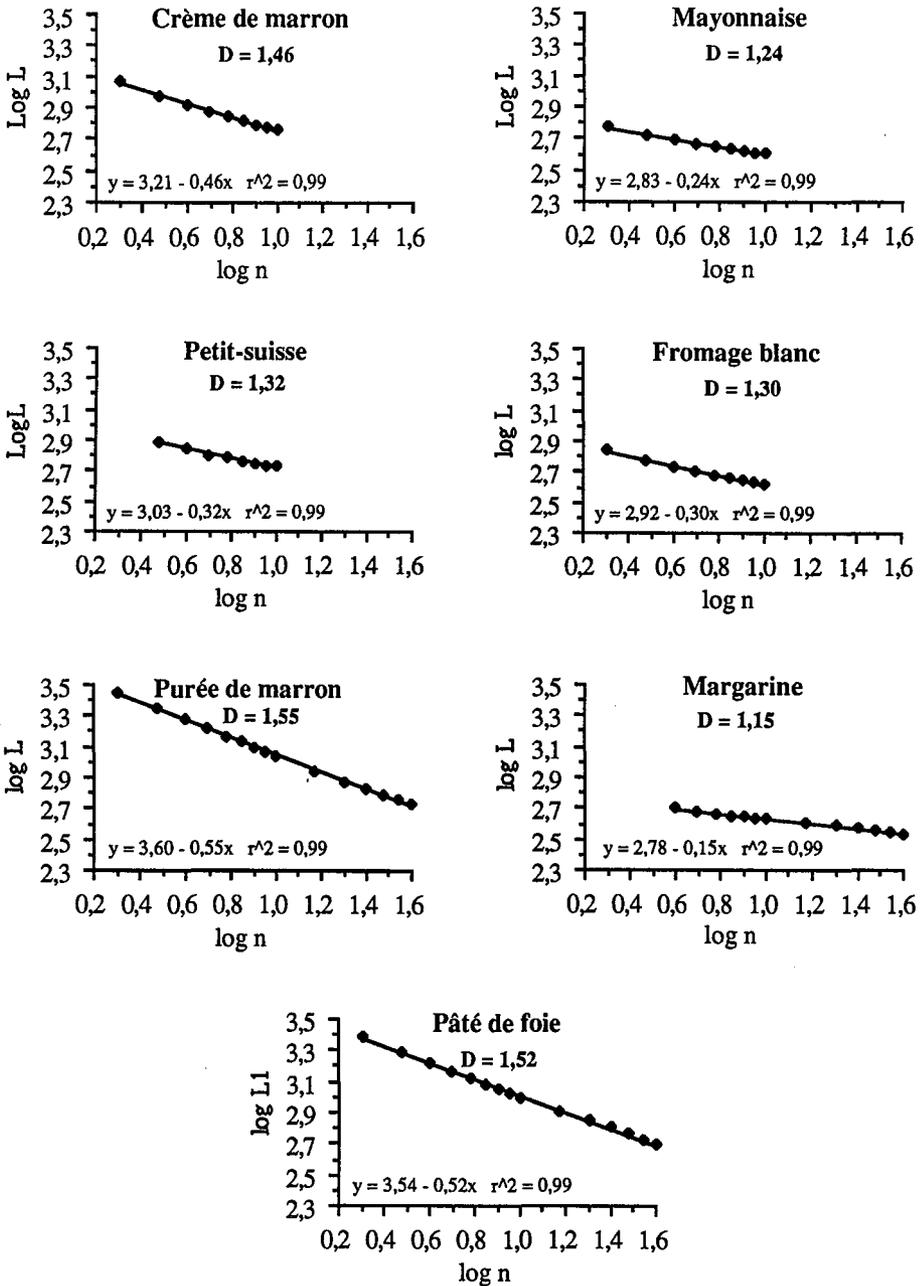


Figure III.23 : Graphes de Richardson permettant d'obtenir les dimensions fractales pour les différentes dispersions alimentaires commerciales avec un coefficient de régression imposé de  $r^2 = 0,99$

Comme pour les dispersions expérimentales, nous n'avons présenté qu'un seul graphe de Richardson par produit et supprimé les points aux extrémités pour aboutir à un coefficient de régression de  $r^2 = 0,99$  (figure III.22).

Les valeurs des dimensions fractales apparentes varient de 1,14 pour la margarine à 1,56 pour la purée de marron. Ces valeurs sont représentatives du degré d'irrégularité des courbes et donc de la texture des produits étudiés. Elles reflètent la granulométrie, c'est-à-dire la cohésion et la taille des particules dispersées ou agrégats présents dans le système. La faible valeur de la dimension fractale apparente indique que les phénomènes de désagrégation de la dispersion sont peu nombreux au sein du système lorsqu'il est soumis à une contrainte constante. Dans le cas de la purée de marron ( $D = 1,56$ ), le produit est très fragile, contrairement à la margarine, plus difficile à déstructurer ( $D = 1,14$ ). Les autres profils en extrusion présentent des irrégularités plus ou moins marquées se traduisant par des dimensions fractales apparentes variant de 1,23 pour la mayonnaise à 1,44 pour la crème de marron. On peut remarquer que le profil d'extrusion du petit-suisse a une dimension fractale apparente (1,37) plus élevée que celle du profil du fromage blanc (1,31). Les deux sont issus de la technologie de fabrication des fromages frais. Le petit-suisse a un rapport MG/MS plus élevé (29%) que le fromage blanc (23%) ce qui peut expliquer cette différence au niveau des valeurs de dimensions fractales apparentes. Ces valeurs sont globalement plus élevées que celles trouvées pour les dispersions expérimentales de type fromage frais. Elles se rapprocheraient en fait de la dimension fractale apparente de la dispersion expérimentale fabriquée à 4 MPa, 1 passe ( $D = 1,27$ ).

Notre méthode d'observation des irrégularités des courbes pourrait être appliquée à des capillaires de diamètres variés. Il serait alors peut-être possible, en exprimant le logarithme de la contrainte d'extrusion en fonction du diamètre des capillaires, d'avoir un outil d'observation de la fractalité de la structure.

#### *III.2.2.4 - Analyse de Fourier*

Parallèlement, par analyse de Fourier, nous avons d'une part, établi les spectres de puissance des différents profils (figure III.24) et d'autre part, calculé les moyennes des valeurs absolues des amplitudes des spectres entre 0 et 0,2 Hz (tableau III.15).

Tableau III.15 : Valeurs absolues des amplitudes des spectres de puissance entre 0 et 0,2 Hz

Produits	Valeurs absolues des amplitudes moyennes entre 0 et 0,2 Hz
Petit-suisse	65,1
Fromage blanc	47,0
Crème épaisse	-
Concentré de tomates	-
Crème de marron	36,2
Purée de marron	159,7
Mayonnaise	19,3
Margarine	23,8
Pâté de foie	587,7

Les valeurs obtenues ici pour les dispersions commerciales sont globalement plus élevées que celles obtenues pour les dispersions expérimentales. Ceci est dû au fait que certaines de ces dispersions (purée de marron, pâté de foie, margarine, crème de marron) présentent des fermetés plus élevées que les dispersions expérimentales. Le premier pic, relatif à la rupture globale de l'échantillon, est corrélable avec la fermeté des dispersions et tend à "écraser" les autres pics. Il est cependant tout à fait intéressant de discuter les profils en termes d'intensité et de nombre de pics. Les spectres présentent des aspects semblables à ceux des dispersions expérimentales avec un pic vers 0,004 Hz pour la mayonnaise, le petit-suisse le fromage blanc et la margarine. La crème de marron, la purée de marron ainsi que le pâté de foie présentent des profils beaucoup plus irréguliers avec plusieurs pics aux basses fréquences et un amortissement de la courbe jusque vers 0,4-0,5 Hz. Ces produits, par rapport aux quatre autres, présentent également une dimension fractale plus importante (révélatrice d'un profil plus irrégulier) ainsi qu'une amplitude moyenne plus forte (surtout dans le cas du pâté de foie). Ce sont des produits à faible teneur en MG (de l'ordre de 0,5%). La purée de marron présente un pic non plus à 0,004 Hz mais à 0,06 Hz donc à une fréquence plus élevée que les autres produits. Son spectre s'étend sur une gamme de fréquences plus importante (0 à 0,5 Hz). Elle a été estimée comme plus ferme et présente un degré de cohésion plus faible que les autres produits (facilement déstructurée).

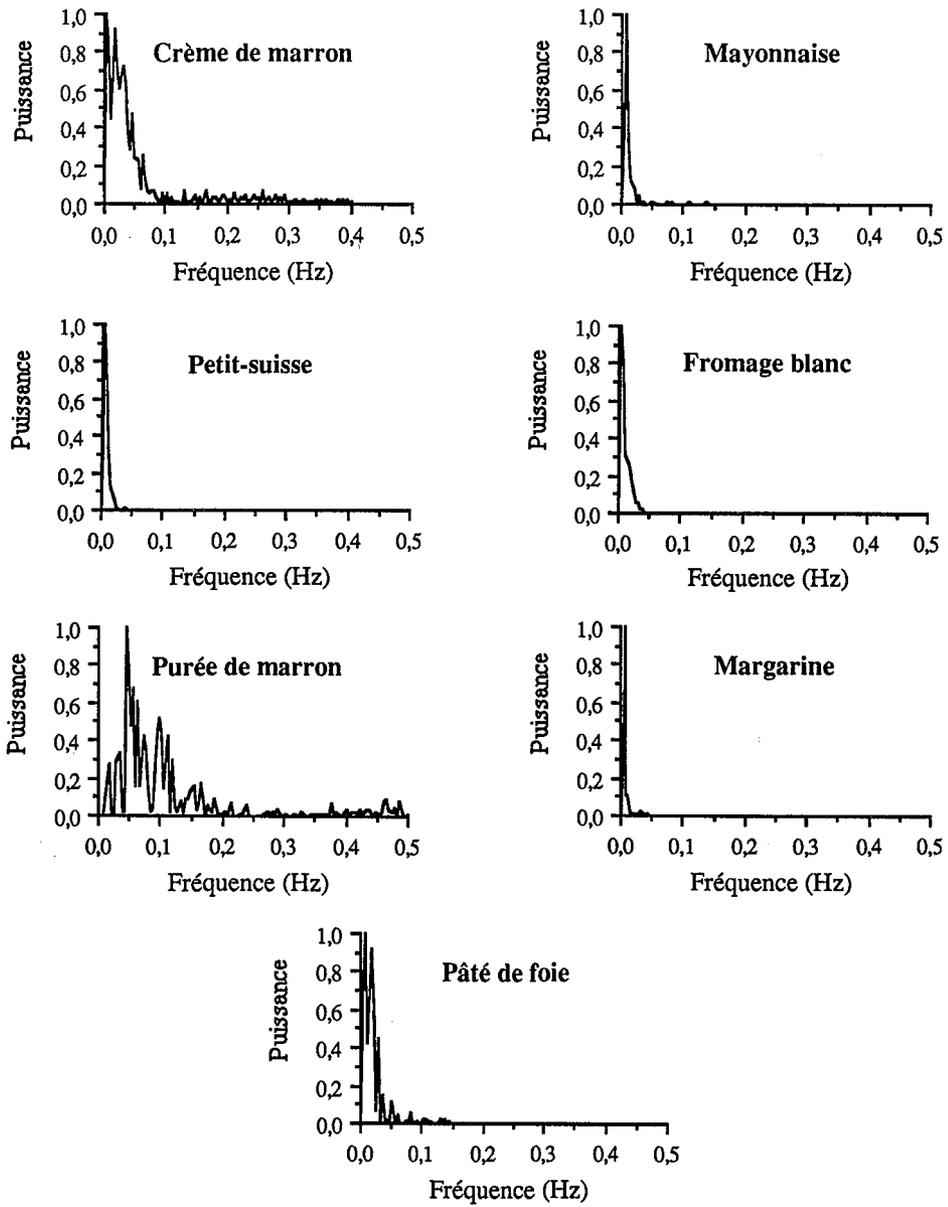


Figure III.24 : Spectres de puissance des dispersions alimentaires commerciales

### III.2.3 - Les propriétés sensorielles

Les propriétés sensorielles des dispersions alimentaires commerciales ont été étudiées sur huit descripteurs (lisse, mou, adhérent, homogène, gras, pâteux, onctueux et micro-hétérogène). Nous nous sommes intéressés aux profils sensoriels des produits (en ne prenant pas en compte les caractères gras et micro-hétérogène) ainsi qu'à l'intensité des caractères perçus par l'ensemble du jury. Enfin, nous avons discuté les différents descripteurs et déterminé les corrélations existants entre ceux-ci.

#### III.2.3.1 - Profils sensoriels des dispersions commerciales

L'ensemble des dispersions montre des profils sensoriels relativement différents exceptés le fromage blanc, la mayonnaise et la crème épaisse qui présentent, pour l'ensemble du jury, les mêmes caractéristiques texturales (figure III.25). Les caractères gras et micro-hétérogène n'ont pas été représentés sur ces profils sensoriels car lors de l'étude de ces deux descripteurs, le jury n'était pas au complet et les résultats se sont révélés non significatifs. Pour ces produits, il est intéressant de voir si les propriétés rhéologiques sont identiques. Il apparaît que les produits se comportent différemment à l'écoulement et en extrusion capillaire, mais présentent les mêmes propriétés viscoélastiques ( $G' < G''$ ) et le même spectre en analyse de Fourier. Des comportements rhéologiques différents relatifs à des structures différentes peuvent donc conduire à des propriétés sensorielles texturales identiques, en particulier sur les caractères étudiés ici.

Les profils sensoriels permettent d'avoir une comparaison visuelle de nos différents produits. Pour les descripteurs étudiés, la purée de marron ainsi que le pâté de foie présentent des caractéristiques sensorielles peu marquées. L'étude réalisée comprend un espace produit large dans lequel ces deux aliments apparaissent comme des produits extrêmes. Le petit-suisse, pour lequel l'ensemble des six paramètres texturaux est perçu de façon plus prononcée, pourrait être considéré comme une référence. En effet, l'ensemble des intensités se situe au milieu de l'échelle de mesure. Dans le cadre de cette étude, il correspondrait donc à une dispersion expérimentale. Le caractère adhérent est peu perçu, sauf pour la crème de marron qui présente un fort pourcentage en MSNG.

Enfin, on peut noter que les produits considérés comme lisses sont également perçus comme onctueux et homogènes. C'est le cas de la mayonnaise, de la margarine, du fromage blanc et de la crème épaisse. Nous verrons dans le paragraphe suivant que la perception de

ces caractères augmente la perception du caractère gras, comme cela a été montré par Mela *et al.* en 1994.

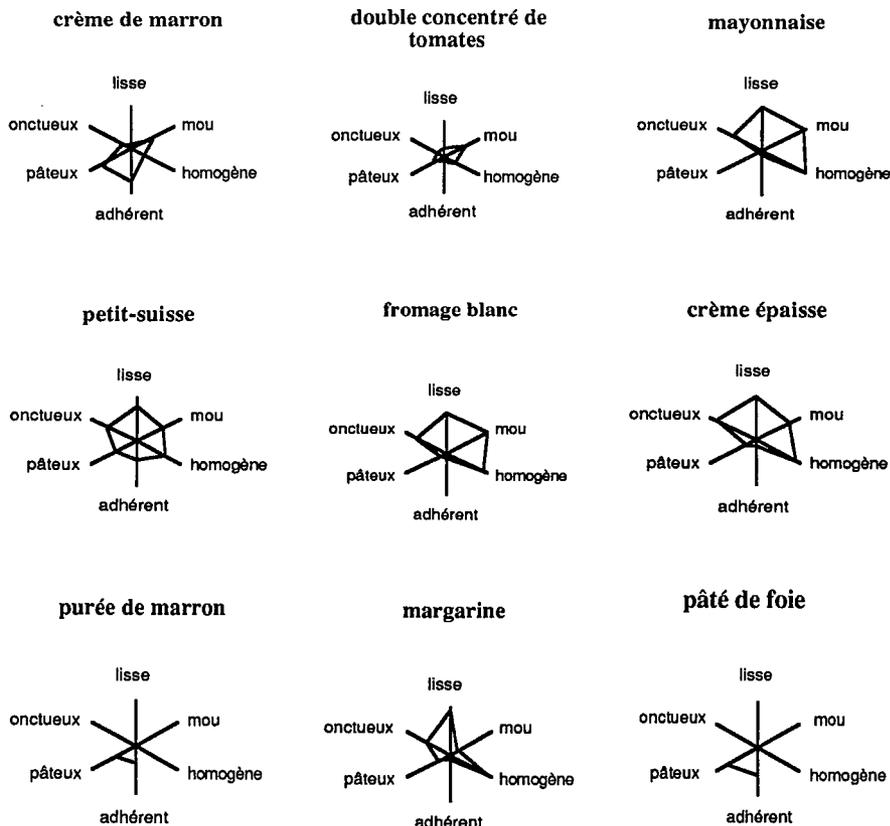


Figure III.25 : Profils sensoriels établis sur 6 critères sur une échelle de 0 à 5 pour les dispersions alimentaires

### III.2.3.2 - Tests descriptifs et quantification des descripteurs

L'ensemble des dispersions ont été testées par le jury pour les huit critères cités ci-dessus. Pour chaque descripteur, une note entre 1 et 10 a été donnée par rapport aux références choisies par le jury. La moyenne des résultats sur l'ensemble du jury est donnée dans le tableau III.16.

Tableau III.16 : Moyenne, pour l'ensemble du jury, des intensités sensorielles des descripteurs lisse, mou, adhérent, homogène, pâteux, onctueux, gras et micro-hétérogène, évalués visuellement, tactilement et en bouche par 15 personnes pour des dispersions alimentaires commerciales (coefficient de variation inférieur à 20%)

	Lisse	Mou	Adhérent	Homogène	Pâteux	Onctueux	Gras	Micro-hétérogène
Petit-suisse	7,7	5,4	5,1	7,9	3,9	8,6	-	3,5
Fromage blanc	8,7	10,0	2,7	8,5	2,9	10,0	5,2	1,0
Crème épaisse	9,2	8,4	1,0	8,8	1,0	7,3	6,5	2,0
Concentré de tomates	3,0	5,6	3,9	3,0	4,8	3,7	-	7,8
Crème de marron	2,8	2,9	8,1	3,6	7,4	3,8	2,6	10,0
Purée de marron	1,0	1,0	3,4	1,0	4,7	1,0	1,0	-
Mayonnaise	10,0	9,4	1,8	10,0	2,7	8,2	8,8	1,6
Margarine	9,0	7,0	4,2	8,8	3,7	6,8	10,0	1,0
Pâté de foie	1,0	1,0	5,9	1,0	6,8	1,0	-	7,9

- : valeurs non significatives liées à l'absence de 5 membres du jury lors de l'évaluation de ces descripteurs

Les résultats présentent globalement un coefficient de variation inférieur à 15%. Ces résultats vont nous permettre de réaliser des corrélations avec les paramètres rhéologiques mesurés précédemment.

#### III.2.4 - Psychorhéologie et relations avec la composition des dispersions alimentaires commerciales

Une matrice de corrélation linéaire regroupe les paramètres physico-chimiques, rhéologiques et sensoriels des dispersions alimentaires réelles (matrice n°2). Le nombre de paramètres utilisés pour déterminer les coefficients de régression dépend du nombre d'échantillons étudiés pour chaque type de mesure. Le tableau III.17 regroupe les paramètres étudiés et le nombre d'échantillon analysés. En effet, les corrélations sont établies sur 5, 7 ou 9 dispersions suivant le type de paramètres utilisés pour les corrélations. Mais dans chaque cas, le seuil de signification est déterminé pour l'ensemble des corrélations.

Tableau III.17 : Paramètres étudiés et nombre d'échantillons analysés pour chaque mesure

Type de mesures	Paramètre	Nombre de dispersions
Physico-chimiques	M.G., M.S., Protéines MSNG et pH	9
Sensorielles	lisse, mou, adhérent, homogène, gras, onctueux, pâteux et micro-hétérogène	9
Rhéologiques	Propriétés viscoélastiques ( $G'$ et $G''$ )	7
Rhéologiques	Propriétés d'écoulement ( $\tau_{ys}$ et $A_1$ )	5
Rhéologiques	Propriétés d'extrusion et dimension fractale ( $\tau_e$ , D et A)	7

**III.2.4.1 - Relations entre les mesures en analyse sensorielle et la composition physico-chimique**

*a - Caractères lisse, microhétérogène, homogène, onctueux et gras*

Ces caractères ont été regroupés dans un même paragraphe parce qu'ils évoluent tous de la même façon. La figure III.26 permet de voir qu'un produit lisse est également perçu comme homogène et onctueux.

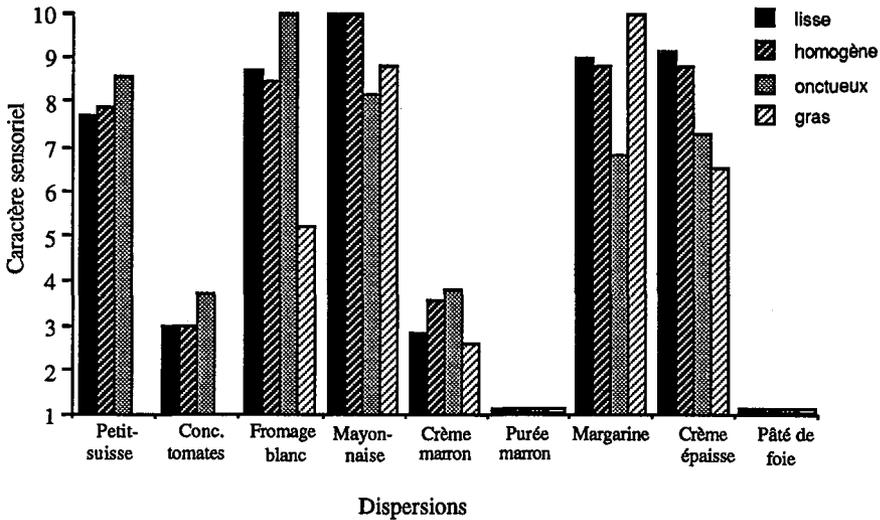


Figure III.26 : Intensités sensorielles des caractères lisse, homogène, onctueux et gras pour les différentes dispersions commerciales

Matrice de corrélation linéaire n° 2 des différents paramètres physico-chimiques, sensoriels et rhéologiques mesurés sur les dispersions commerciales

	lisse	mou	adher	homog	gras	onct	pâteux	micro	MG	MS	Prot	MSNG	pH	G'	G''	$\tau_{ys}$	A <sub>1</sub>	$\tau_e$	D	A	
lisse	1																				
mou	,916***	1																			
adher	n.s.	-,667*	1																		
homog	,996***	,906***	n.s.	1																	
gras	,895**	n.s.	n.s.	,899*	1																
onct	,932***	,905***	n.s.	,941***	n.s.	1															
pâteux	-,813**	-,802**	,917***	-,773**	n.s.	-,707*	1														
micro	-,943***	-,848**	,774*	-,915**	n.s.	-,845**	,870**	1													
MG	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,865*	n.s.	n.s.	n.s.	1												
MS	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,820**	1											
Prot	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1										
MSNG	n.s.	n.s.	,685*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,791*	n.s.	n.s.	n.s.	1									
pH	n.s.	-,701*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1								
G'	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1							
G''	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1						
$\tau_{ys}$	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1					
A <sub>1</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1				
$\tau_e$	-,745*	-,771*	n.s.	,771*	n.s.	-,816*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,739*	,925**	n.s.	n.s.	n.s.	1			
D	-,911**	-,831*	n.s.	-,905**	-,981**	-,754*	n.s.	,839*	,744*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1		
A	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	,942**	n.s.	1	

n.s. : non significatif

\* : p<5%

\*\* : p<1%

\*\*\* : p<0,1%

La signification des abréviations est donnée dans la nomenclature

Dans le cas de la mayonnaise, de la margarine, du fromage blanc, du petit-suisse et de la crème épaisse, la perception du caractère gras varie de 5 à 10 en intensité sensorielle alors que les concentrations en MG varient de 3,5% pour le fromage blanc à 84% pour la margarine. Il semblerait que l'intensité du caractère gras atteigne un palier vers une teneur en MG de 20%, palier à partir duquel l'intensité du caractère gras n'évolue plus que très faiblement (figure III.27). On se trouve dans le cas d'une relation non linéaire avec un plafond de perception sensorielle. D'autres interactions existent ou d'autres paramètres entrent en jeu dans la perception du caractère gras (taille et type de particules, agencement de ces particules, ...).

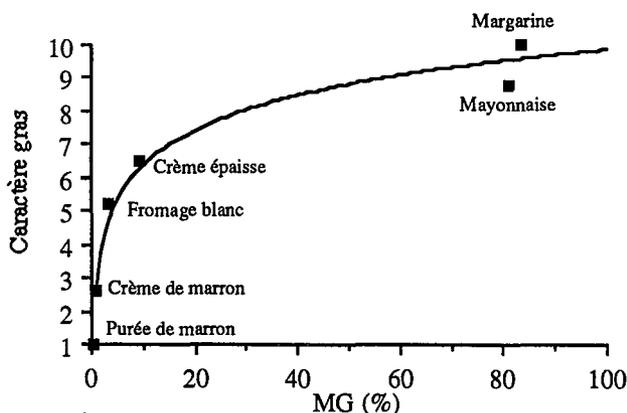


Figure III.27 : Intensité du caractère gras perçu sensoriellement en fonction de la teneur en MG (%) des dispersions alimentaires réelles

#### *b - Caractère mou*

Sur la figure III.28, il apparaît que l'évolution du caractère mou en fonction de la teneur en MS suit une courbe en U.

Dans la plupart des cas, pour un même type de produits, la fermeté est liée de façon linéaire à la teneur en MS. Les trois produits qui sont considérés comme les plus fermes sensoriellement sont la crème de marron, la purée de marron et le pâté de foie. La mayonnaise et la margarine sont considérées comme beaucoup moins fermes malgré leur forte teneur en MS (environ 85%). Ceci peut être dû à la forte teneur en MG qui modifie la perception du caractère mou. En effet, les produits sont différents et sont constitués par de la MG pouvant être à l'état liquide, solide ou cristallin avec des températures de fusion plus ou moins élevées. Il est donc difficile d'établir des lois directes avec la composition.

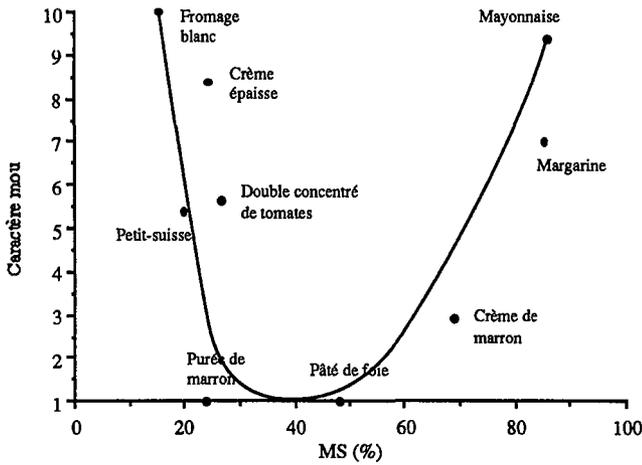


Figure III.28 : Intensité du caractère mou en fonction du taux de matière sèche MS (%)

*c - Caractères pâteux et adhérent*

Les caractères pâteux et adhérent ne présentent aucune corrélation linéaire et significative avec l'ensemble des paramètres physico-chimiques. Ces deux paramètres présentent la même évolution comme on peut le voir sur la figure III.29.

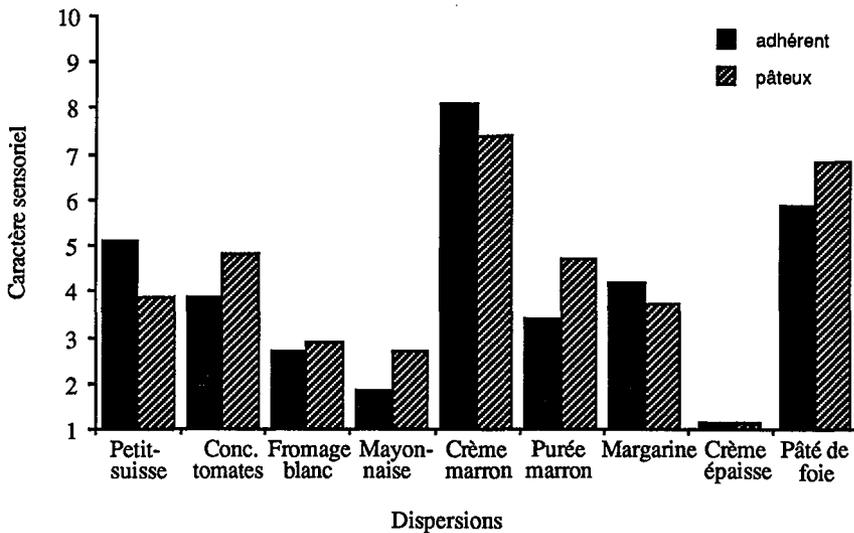


Figure III.29 : Intensités sensorielles des caractères pâteux et adhérent pour les différentes dispersions commerciales

*d - Interactions entre descripteurs*

Comme nous l'avons vu dans le cas des dispersions expérimentales, il existe de nombreuses interactions entre les descripteurs texturaux lors de l'évaluation des dispersions alimentaires. Ces corrélations sont présentées figure III.30. Il est en effet difficile d'estimer un paramètre textural indépendamment des autres.

Les coefficients de corrélation entre descripteurs ont été établis à partir de régressions simples. Les caractères lisse et homogène sont fortement corrélés entre eux ( $r = 0,996$ ) mais sont également corrélés avec d'autres descripteurs. Le caractère lisse prend en compte l'homogénéité du produit, son onctuosité ainsi que l'aspect gras tandis que, comme nous l'avons déjà précisé précédemment, l'homogénéité apparaît comme un critère global d'évaluation des dispersions.

Les variables sont multiparamétriques et il est donc nécessaire de prendre également en compte les paramètres rhéologiques pour comprendre et modéliser la perception sensorielle.

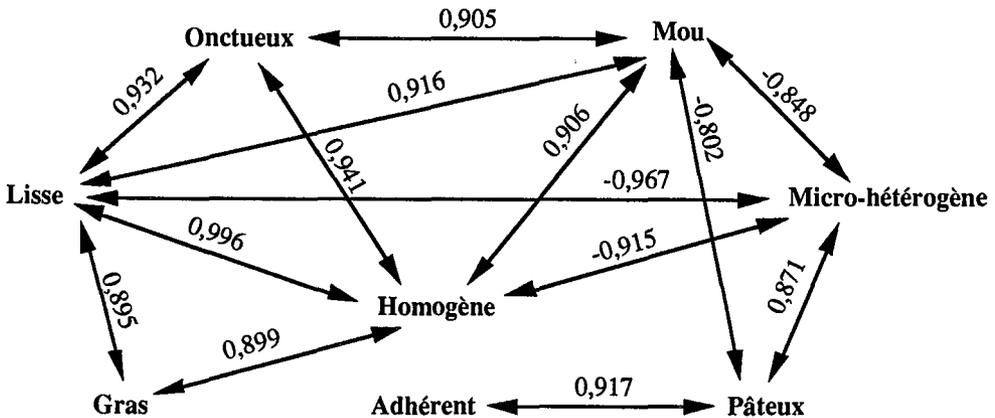


Figure III.30 : Coefficients de régression significatifs entre les descripteurs sensoriels des dispersions alimentaires commerciales

**III.2.4.2 - Psychorhéologie des dispersions commerciales**

*a - Propriétés sensorielles et mesures en écoulement*

Aucune corrélation linéaire ou non linéaire n'a pu être mise en évidence entre les paramètres d'écoulement (seuil d'écoulement statique et aire de thixotropie) et les paramètres sensoriels.

*b - Propriétés sensorielles et viscoélasticité des dispersions alimentaires commerciales*

Dans la matrice de corrélation n°2, on peut voir que les modules d'élasticité  $G'$  et de viscosité  $G''$  ne sont corrélés avec aucun paramètre sensoriel. Les propriétés viscoélastiques nous informent sur le type de structure (dans notre cas, structure de type gel) mais ne permettent en aucun cas, dans cette étude, de prédire des perceptions sensorielles de la texture. Cette absence de relation peut s'expliquer par différents points :

- l'évaluation sensorielle d'un produit dans la bouche conduit systématiquement à sa déstructuration, alors que les mesures de viscoélasticité en régime dynamique sont des mesures non destructives. Il semble donc difficile de relier un paramètre de texture avec les valeurs d'élasticité ou de viscosité à une fréquence donnée,
- le domaine de viscoélasticité linéaire est parfois difficile à déterminer. Si les mesures en dynamique sont effectuées en dehors de ce domaine, les valeurs de  $G'$  et  $G''$  peuvent être erronées et donc ne peuvent être corrélées avec des paramètres sensoriels,
- enfin, il peut exister des relations non linéaires et plus complexes entre les paramètres de viscoélasticité et des paramètres texturaux.

*c - Propriétés sensorielles et extrusion capillaire*

La contrainte d'extrusion permet une bonne estimation de la consistance sensorielle comme nous l'avons déjà vu avec les dispersions expérimentales (figure III.31).

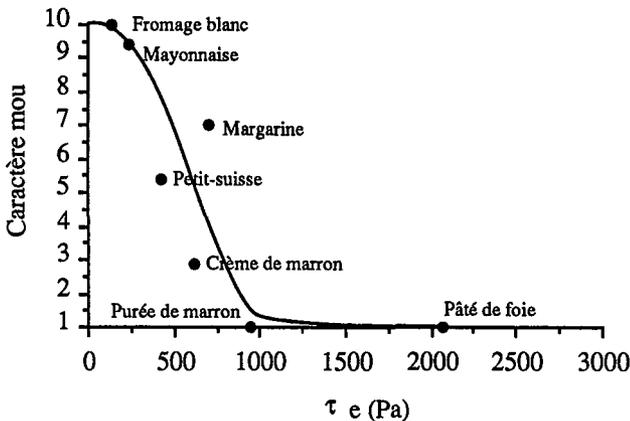


Figure III.31 : Corrélation existant entre la contrainte d'extrusion capillaire  $\tau_e$  (Pa) et le caractère mou perçu sensoriellement pour les dispersions alimentaires commerciales

La figure III.31 représente l'évolution du caractère mou en fonction de la contrainte d'extrusion capillaire. On peut clairement remarquer une tendance de type sigmoïde s'expliquant par les deux bornes fixées par l'utilisation d'une échelle d'intervalles. On peut quand même constater que les produits considérés comme étant les plus mous présentent des valeurs d'extrusion capillaire de l'ordre de 250 à 300 Pa (Fromage blanc, petit-suisse) alors que les plus fermes ont des valeurs de contrainte d'extrusion de 1000 à 2000 Pa (Purée de marron, pâté de foie)

#### *d - Propriétés sensorielles et mesures en traitement du signal*

Les valeurs moyennes des amplitudes des spectres sont corrélables de façon non linéaire avec les paramètres sensoriels gras et homogène. Cette corrélation est difficilement exploitable en termes de relations de cause à effet. La forme des spectres révèle des différences entre les dispersions alimentaires étudiées. Ce paramètre est peut-être corrélé à d'autres paramètres sensoriels non étudiés ici.

La dimension fractale apparente est reliée à la granulosité des produits par une relation non linéaire. Il existe des relations intéressantes entre la dimension fractale apparente et les paramètres sensoriels lisse, onctueux, gras et micro-hétérogène. D'après la figure III.32, il y a apparition du caractère micro-hétérogène à partir d'une valeur de dimension fractale apparente de 1,3 puis augmentation de la perception de ce caractère au delà de cette valeur avec simultanément, une diminution de la perception des caractères gras, lisse et onctueux. Il semblerait qu'en deçà de cette valeur, le jury ne perçoive pas la granulosité du produit.

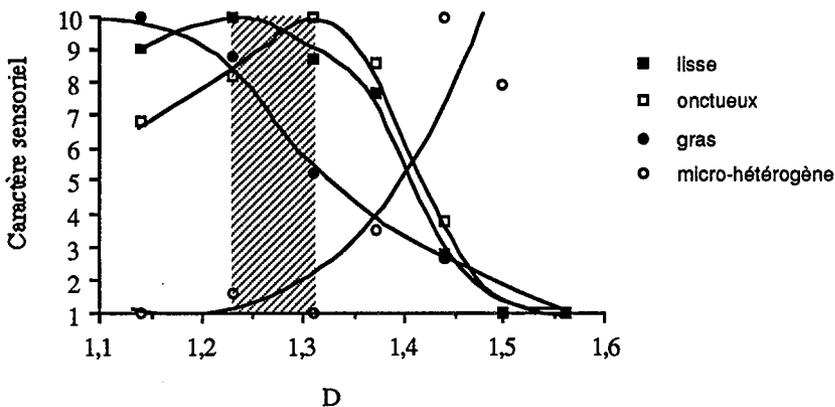


Figure III.32 : Evolution de quatre caractères sensoriels (onctueux, micro-hétérogène, lisse et gras) en fonction de la dimension fractale apparente

### **III.2.4.3 - Conclusion**

Il est clair qu'en étudiant ces dispersions commerciales, on travaille sur une plus large gamme de structure bien mise en évidence par les valeurs de dimension fractale apparente des profils en extrusion capillaire (1,14 à 1,56).

Des tendances très claires montrent qu'une dimension fractale apparente supérieure à 1,3 peut être associée à une diminution tout à fait perceptible des caractères lisse et onctueux et à un passage d'une perception d'un produit homogène vers un produit micro-hétérogène.

Le caractère lisse étant celui qui a pu être exploité par le jury d'analyse sensorielle dans les deux groupes de dispersions, on a cherché un modèle psychorhéologique pour prédire cette caractéristique texturale.

### **III.3 - Modèles psychorhéologiques pour les dispersions expérimentales et les dispersions commerciales**

#### **III.3.1 - Introduction**

Il est difficile de comparer les dispersions expérimentales avec les dispersions commerciales d'un point de vue sensoriel. En effet, chaque série de dispersions a été testée par rapport à des références différentes. Cela s'est avéré nécessaire car les dispersions expérimentales se trouvent dans une gamme de texture relativement étroite.

Nous nous sommes plus particulièrement intéressés au caractère lisse. En effet, ce caractère est important car dans les préférences du consommateur, il apparaît comme un critère essentiel d'appréciation de la qualité. En outre, peu de travaux ont été réalisés à propos de ce descripteur textural.

Par ailleurs, ce caractère s'est avéré commun pour les dégustateurs des dispersions expérimentales et commerciales.

#### **III.3.2 - Généralisation du comportement psychorhéologique des dispersions alimentaires**

D'après les résultats obtenus en rhéologie, on constate que les dispersions alimentaires étudiées ont toutes un réseau tridimensionnel de type gel viscoélastique. Le degré de structuration intervient de façon considérable sur la perception sensorielle des caractères texturaux. Un produit de type gel ayant un réseau continu et un profil d'extrusion ayant une faible amplitude d'irrégularités, présente des caractéristiques sensorielles de lisse, d'onctuosité et d'homogénéité. Les caractères gras, pâteux ou adhérent semblent plus difficiles à corrélérer à des paramètres rhéologiques.

##### ***III.3.2.1 - Des dispersions expérimentales vers les dispersions commerciales***

Lors des évaluations sensorielles, le jury a mis en évidence l'analogie du caractère lisse des dispersions expérimentales avec celui du petit-suisse. En effet, l'ensemble des dispersions expérimentales et des fromages frais (petit-suisse et fromage blanc) ont été classés sur une échelle sensorielle structurée de 1 à 10 pour quantifier leur caractère lisse et pouvoir comparer la perception sensorielle du caractère lisse des bases fromagères avec celle du petit-suisse (tableau III.18). Ce classement nous a permis de situer les bases fromagères

par rapport aux dispersions expérimentales et d'établir un modèle de prédiction du caractère lisse pour une majorité de produits à consistance semi-solide.

Tableau III.18 : Intensités moyennes perçues pour le caractère lisse et paramètres de calcul des modèles psychorhéologiques pour l'ensemble des dispersions expérimentales et commerciales

Dispersion	MSNG (%)	$\tau_{ys}$ (Pa)	A <sub>1</sub> (Pa/s)	D	$\tau_e$ (Pa)	Caractère lisse
Dispersion expérimentale 1	23,7	326	28798	1,27	321	6,5
Dispersion expérimentale 2	21,0	271	27133	1,14	481	6,6
Dispersion expérimentale 3	24,0	497	45624	1,20	618	6,6
Dispersion expérimentale 4	24,6	472	45562	1,20	720	6,6
Dispersion expérimentale 5	23,2	564	55479	1,16	1137	6,6
Dispersion expérimentale 6	22,0	542	53018	1,12	1799	6,7
Dispersion expérimentale 7	21,0	271	27133	1,14	392	6,6
Dispersion expérimentale 8	20,4	213	18461	1,16	292	6,5
Dispersion expérimentale 9	20,3	138	12680	1,20	259	6,5
Dispersion expérimentale 10	26,4	572	63577	1,14	715	6,6
Dispersion expérimentale 11	24,9	357	37524	1,15	554	6,6
Dispersion expérimentale 12	21,1	155	13816	1,19	225	6,5
Petit-suisse	14,2	142	34574	1,37	427	7,7
Fromage blanc	11,9	75	8733	1,31	140	8,7
Crème épaisse	15,0	228	29190	-	-	9,2
Double concentré de tomates	26,3	205	3213	-	-	3,0
Crème de marron	68,3	-	-	1,44	623	2,8
Purée de marron	23,7	-	-	1,56	943	1,0
Mayonnaise	4,7	159	4718	1,23	236	10,0
Margarine	1,5	-	-	1,14	709	9,0
Pâté de foie	14,8	-	-	1,50	2063	1,0

- : absence de mesure liée à la sensibilité de l'appareil

Le principe de modélisation que nous avons utilisé est le suivant. Nous avons cherché quels étaient les paramètres à prendre en compte pour obtenir le meilleur modèle de régression multiple qui puisse prédire le caractère lisse.

Nous avons travaillé dans un premier avec une première série de paramètres prenant en compte, des paramètres de composition (taux de MG, MS et protéines, concentration en MSNG) et des paramètres issus des courbes d'écoulement ( $\tau_{ys}$ , A<sub>1</sub>). Dans un second temps, la deuxième série de paramètres prenait en compte les paramètres de composition énumérés ci-dessus et les paramètres issus des profils d'extrusion capillaire ( $\tau_e$ , D et A)

Les meilleurs modèles de régression multiple, c'est-à-dire qui présentent le coefficient de régression le plus élevé, montrent que pour l'ensemble des produits, le caractère lisse semble s'expliquer par la teneur en MSNG qui correspond en fait à une fraction massique de

matière dispersée, la consistance du produit, exprimée par le seuil d'écoulement statique  $\tau_{ys}$  ou la contrainte d'extrusion  $\tau_e$  ainsi que la dimension fractale des profils en extrusion capillaire des dispersions lors d'un cisaillement. Les propriétés en écoulement donnent des informations sur la consistance et le degré de structuration des produits grâce à l'aire de thixotropie, dans des conditions de cisaillement données.

L'extrusion capillaire permet une estimation de la consistance des dispersions. La détermination de la dimension fractale apparente des signaux en extrusion capillaire est apparue, quant à elle, comme une méthode fiable pour quantifier le degré de rugosité de courbes en extrusion capillaire.

Nous allons donc établir deux modèles faisant intervenir un paramètre de composition d'une part, et des paramètres instrumentaux relatifs à une méthode de mesure d'autre part.

### III.3.2.2 - Modèles psychorhéologiques du caractère lisse

D'après les données obtenues au cours de cette étude, nous proposons deux modèles de régression multiple pour le caractère lisse. Dans un premier temps, un modèle est établi à partir de mesures obtenues en écoulement. Un deuxième modèle est établi à partir de mesures plus originales, à savoir les mesures en extrusion capillaire et le calcul de la dimension fractale apparente.

#### a - Modèle obtenu à partir des paramètres d'écoulement

Tous les paramètres ont été testés pour établir le modèle qui présentait le meilleur coefficient de régression.

Pour ce premier modèle, les paramètres pris en compte et qui présentaient le meilleur modèle ont été la teneur en MSNG, le seuil d'écoulement statique  $\tau_{ys}$  et l'aire de thixotropie  $A_1$ . Le modèle, établi par régression multiple sur 17 dispersions, a donné l'équation suivante:

$$\text{Lisse} = 11,3 - 0,3 \cdot \text{MSNG} - 1,1 \cdot 10^{-3} \cdot \tau_{ys} + 4,6 \cdot 10^{-5} \cdot A_1$$

Les paramètres de ce modèle de régression multiple sont regroupés dans le tableau III.19. Le coefficient de régression de ce modèle est  $r = 0,92$  (figure III.33). Chaque paramètre a une forte contribution au modèle.

Ce modèle prédit effectivement bien le caractère lisse. Il reste cependant limité à une certaine catégorie de produits semi-fluides pouvant être soumis à des essais d'écoulement à vitesse de

cisaillement variable et faisant apparaître une aire de thixotropie et un seuil d'écoulement statique.

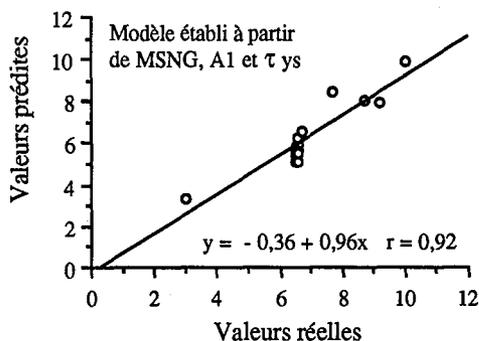


Figure III.33 : Corrélation entre valeurs réelles ( ◦ ) obtenues en analyse sensorielle et valeurs prédites (-) par un modèle de régression multiple pour le caractère lisse

Tableau III.19 : paramètres du modèle de régression multiple du caractère lisse en fonction d'un critère de composition (MSNG) et des variables ( $A_1$ ,  $\tau_{ys}$ ) obtenues à partir des courbes d'écoulement

Analyse de la variance

Source	DDL :	S. des carrés :	Test-F :
REGRESSION	3	30,1	25,0
RESIDUEL	13	5,2	$p = ,0001$
TOTAL	16	35,3	

Coefficient de régression et F partiel

Variable :	Coefficient :	(Valeur)-t :	Probabilité :	F Partiel :
CONSTANTE	11,3			
$A_1$	-1,1E-3	0,4	0,6782	0,18
$\tau_{ys}$	4,6E-5	2,2	0,0044	4,9
MSNG	-0,3	7,6	0,0001	57,6

MSNG : teneur en matière sèche non grasse (%)

$\tau_{ys}$  : seuil d'écoulement statique (Pa)

$A_1$  : aire de thixotropie (Pa/s)

*b - Modèle obtenu à partir des paramètres d'extrusion capillaire*

La même approche que pour le modèle précédent a été utilisée pour ce second modèle établi à partir de 19 dispersions. Les paramètres pris en compte sont la teneur en MSNG, la

dimension fractale apparente  $D$  et la contrainte d'extrusion capillaire  $\tau_e$ . La régression multiple a donné l'équation suivante :

$$\text{Lisse} = 20,3 - 0,1 \cdot \text{MSNG} - 9,2 \cdot D - 1,8 \cdot 10^{-3} \cdot \tau_e$$

Les paramètres du modèle sont présentés dans le tableau III.20. Il y a toujours une contribution importante de l'ensemble des paramètres.

Tableau III.20 : paramètres du modèle de régression multiple du caractère lisse en fonction d'un paramètre de composition (MSNG) et des variables obtenues à partir des courbes en extrusion capillaire

Analyse de la variance

Source	DDL :	S. des carrés :	Test-F :
REGRESSION	3	75,8	17
RESIDUEL	15	22,2	p = ,0001
TOTAL	18	98,1	

Coefficient de régression et F partiel

Variable :	Coefficient :	(Valeur)-t :	Probabilité :	F Partiel :
CONSTANTE	15,3			
D	-5,0	4,0	0,0012	15,8
$\tau_e$	-7,8E-4	3,1	0,0074	9,6
MSNG	-0,1	2,9	0,0111	8,4

D : dimension fractale apparente des profils d'extrusion

$\tau_e$  : contrainte d'extrusion capillaire (Pa)

MSNG : teneur en matière sèche non grasse (%)

Le coefficient de régression de ce modèle est de  $r = 0,87$  (figure III.34). Il reste bon malgré une valeur de  $r$  inférieure au premier modèle. Cependant, l'extrusion capillaire est applicable à une plus large gamme de produits (dans notre cas, il a été établi à partir des douze dispersions expérimentales et de sept dispersions commerciales). C'est une méthode applicable aux produits plus compacts. Il est possible d'appliquer des contraintes de cisaillement très importantes lorsque le produit présente une forte résistance au cisaillement. Inversement, pour des produits à consistance plus liquide, les conditions de mesure peuvent être modifiées pour pouvoir appliquer la méthode d'extrusion capillaire.

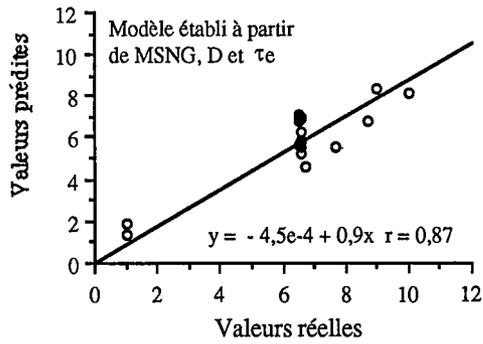


Figure III.34 : Corrélation entre valeurs réelles ( ◯ ).obtenues en analyse sensorielle et valeurs prédites (-) par un modèle de régression multiple pour le caractère lisse

Il serait nécessaire et intéressant, d'une part de valider le modèle par d'autres dispersions alimentaires et d'essayer de généraliser ces modèles à d'autres types de produits, soit plus fluides, soit plus solides.

### III.4 - Relation entre la structure et les propriétés mécaniques et sensorielles des dispersions alimentaires

Après avoir décrit les comportements rhéologiques et sensoriels de dispersions alimentaires puis établi les relations existant entre ces différents paramètres, nous nous sommes intéressés à l'estimation d'un paramètre de structure de ces dispersions. Cette quantification a consisté à déterminer la taille moyenne et l'étendue de taille des particules dispersées observables au sein du système. Les particules dispersées observables regroupent l'ensemble des particules qui peuvent être observées et mesurées par microscopie optique. Ces particules peuvent être de nature, de taille et de forme différentes.

Dans le cas des dispersions commerciales, nous avons travaillé sur des produits dilués dans l'eau. Dans le cas des dispersions expérimentales, la méthode par analyse d'images n'a pas permis de déterminer une taille moyenne de particules dispersées. Cette difficulté de mesure est liée à des problèmes de contraste de l'image. La base fromagère diluée au 50ème présente encore une trop forte concentration en particules dispersées et ne permet pas la dispersion des particules dans l'eau, ce qui pose alors, en analyse d'images, des problèmes de contraste.

#### III.4.1 - Propriétés structurales : estimation de l'étendue de la distribution de taille et de la taille moyenne des particules dispersées observables

Pour les dispersions commerciales, nous avons déterminé les diamètres moyens, notés  $d_{\text{moyen}}$  des particules ou agrégats au sein du système. Les dispersions ont été diluées dans de l'eau. En effet, il ne nous a pas été possible, par analyse d'images, d'étudier les dispersions à l'état brut. L'analyse d'images ne permet pas de réaliser une analyse granulométrique sur un produit trop concentré (c'est-à-dire dont la majorité des particules sont liées).

L'étendue de taille de ces particules dispersées est présentée figure III.35. Cette étendue de taille est en fait proche de la taille des plus grosses particules.

Les valeurs du diamètre moyen ainsi que des diamètres minimaux et maximaux de chaque produit qui a pu être observé sont regroupées dans le tableau III.21. A noter que :

- les dispersions suivantes ont été diluées : fromages frais, crème de marron, double concentré de tomates, crème épaisse, mayonnaise,
- une appréciation visuelle de la taille des particules a été réalisée en l'état pour les dispersions suivantes : purée de marron et pâté de foie.

Pour certains produits, les particules observées (à l'état dilué ou non) sont difficilement identifiables (fragments de produits végétaux, globules de matière grasse, fragments de matière grasse ou protéines animales, ...). En conséquence, ces valeurs ne sont qu'une première quantification la plus objective possible de la structure de ces dispersions.

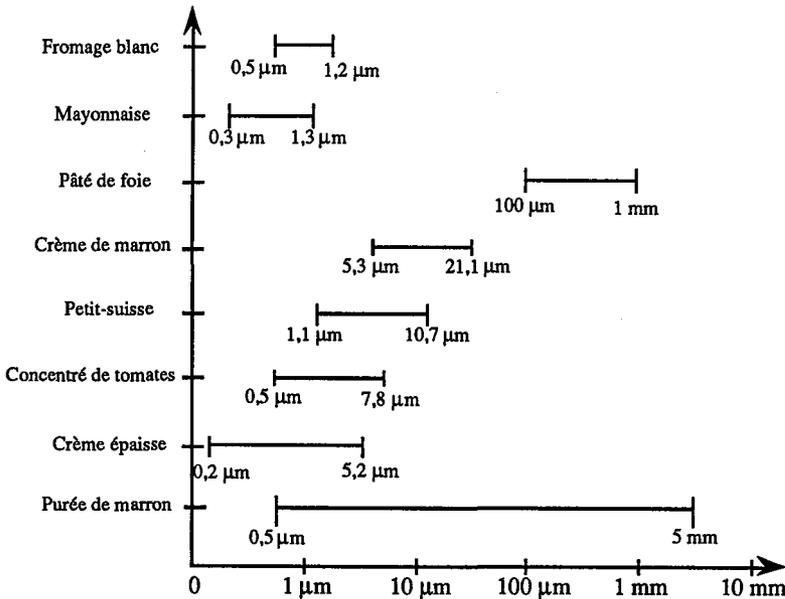


Figure III.35 : Répartition des produits selon l'étendue de la taille des particules dispersées observables

Tableau III.21 : Taille moyenne des particules dispersées déterminée par analyse d'images pour l'ensemble des dispersions commerciales

Produits	d <sub>moyen</sub> (µm)	Etendue de taille de particules dispersées	
		d <sub>minimal</sub>	d <sub>maximal</sub>
Petit-suisse	1,17	1,1 µm	10,7 µm
Fromage blanc	0,88	0,5 µm	1,2 µm
Crème épaisse	2,43	0,2 µm	5,2 µm
Concentré de tomates	1,51	0,5 µm	7,8 µm
Crème de marron	13,20	5,3 µm	21,1 µm
Purée de marron	422,0	0,5 µm	5 mm
Mayonnaise	1,22	0,3 µm	1,3 µm
Margarine	-	impossible à déterminer	
Pâté de foie	-	0,1 mm	1 mm

d<sub>moyen</sub> : diamètre moyen des particules dispersées (µm)

- : absence de valeur liée à l'impossibilité de quantifier ces produits en microscopie optique associée à l'analyse d'images

### III.4.2 - Essai de corrélation des paramètres de texture instrumentale et sensorielle avec les propriétés structurales

L'étendue de taille des particules dispersées observables est corrélée à plusieurs paramètres. Elle influe sur les amplitudes des irrégularités des signaux quantifiés par leur dimension fractale apparente, ainsi que sur la perception des caractères lisse et onctueux. La dimension fractale apparente étant calculée à partir d'une échelle log-log (graphe de Richardson), il y a une certaine cohérence à représenter cette dimension fractale apparente en fonction du logarithme de l'étendue de taille des particules (figure III.36). On constate alors que  $D$  augmente suivant le logarithme de l'étendue de taille. Parallèlement, les caractères lisse et onctueux ne sont plus perçus pour les produits qui présentent les plus grandes étendues de taille.

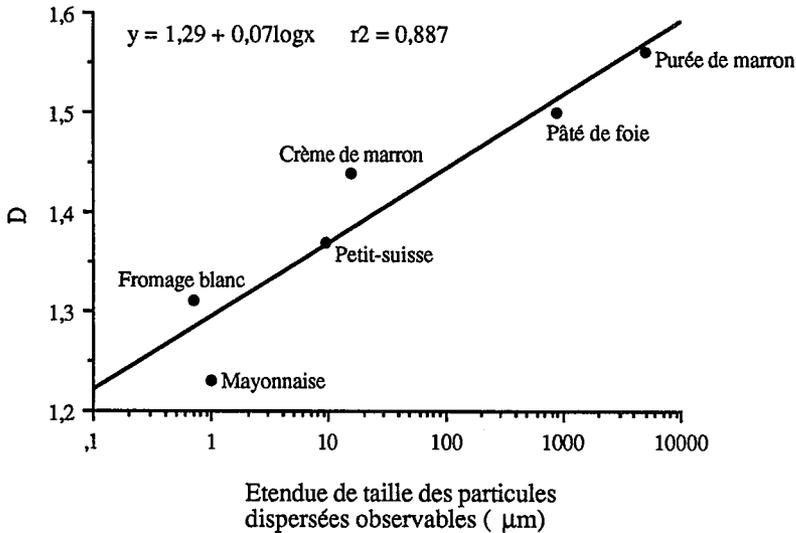


Figure III.36 : Relation entre la dimension fractale apparente et le logarithme de l'étendue de taille des particules observables

Une taille de particules dispersées plus petite comme dans le cas du petit-suisse, du fromage blanc ou de la crème épaisse, augmente la perception des caractères gras et lisse ainsi que l'onctuosité des produits. Cette perception plus intense de ces caractères est également due à une concentration en MG de 8 à 24 fois plus élevée dans les produits précédents que dans le cas du double concentré de tomates ou de la crème de marron. La margarine et la mayonnaise, qui présentent une forte teneur en MG (environ 80%) et de gros

agrégats de globules gras, ont été également évaluées comme très onctueuses. C'est la combinaison de plusieurs paramètres (MG, taille des particules dispersées, degré de désagrégation, sensibilité au cisaillement, ...) qui crée la perception de la texture d'une dispersion.

Le caractère onctueux est un descripteur textural complexe. Il fait intervenir la viscosité ainsi que le caractère lisse des produits. Richardson *et al.* (1993) et Mela *et al.* (1994) ont suggéré que la distribution de taille des particules dispersées (dans leur cas, des globules gras) contribue à la sensation du caractère onctueux, à partir d'une viscosité de l'ordre de 100mPa.s. Sur la figure III.37, on peut constater que le caractère onctueux diminue lorsque le logarithme de l'étendue de taille des particules augmente. Il apparaît donc que l'étendue de taille des particules dispersées est primordiale dans la perception de l'onctuosité et de la granulosité d'une dispersion alimentaire.

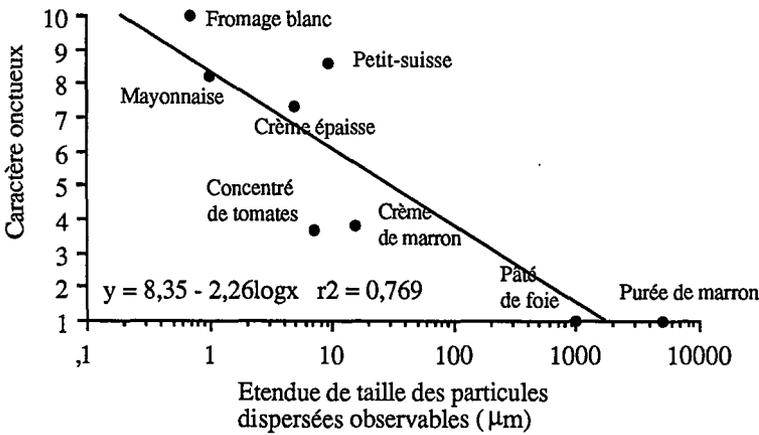


Figure III.37 : Intensité du caractère onctueux en fonction du logarithme de l'étendue de taille des particules dispersées observables

### **III.5 - La dimension fractale apparente et le spectre de Fourier peuvent-ils aider à quantifier l'hétérogénéité de structure des dispersions ?**

#### **III.5.1 - Relations classiques entre les propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles**

La perception sensorielle texturale des dispersions alimentaires est complexe. Par exemple, le caractère lisse dépend de la fermeté, de l'homogénéité, de l'onctuosité et de la sensation de gras d'une dispersion dans la cavité buccale. La désagrégation des produits se fait par cisaillement par les dents et entre la langue et le palais, ainsi que par hydratation et changement de température de l'aliment. Un paramètre instrumental ou physico-chimique ne suffit pas, à lui seul, pour prédire une caractéristique texturale. Les caractères adhérent et pâteux semblent plus difficiles à évaluer que les autres caractères et par conséquent sont plus difficiles à appréhender par voie instrumentale.

Il semblerait que la perception du caractère lisse soit liée au degré de désagrégation des dispersions dans la bouche, mécanisme particulièrement important pour comprendre l'organisation structurale initiale de ce type de matériau.

Un ensemble de lois psychorhéologiques ont été déterminées sur des bases fromagères expérimentales. Ces lois ont été extrapolées à une plus vaste gamme de produits. Il s'est avéré que les méthodes classiques (viscosimétrie, viscoélasticité en régime dynamique) ne permettent pas d'étudier le comportement rhéologique de matériaux alimentaires très compacts tels que le pâté de foie et la purée de marron. Seule l'extrusion capillaire associée aux techniques de traitement du signal permettent d'avoir une première approche du comportement de ce type de produit soumis à une contrainte ainsi que l'hétérogénéité de structure des dispersions.

#### **III.5.2 - Relation entre la dimension fractale apparente et la taille des particules dispersées observables**

Les dispersions expérimentales nous ont permis de montrer que, même avec une faible variation de structure, on peut identifier le caractère lisse au moyen de la dimension fractale apparente. Il n'a cependant pas été possible de relier, dans le cas de ces dispersions expérimentales, la dimension fractale apparente avec la taille moyenne des particules dispersées au sein du produit. En effet, l'analyse d'images n'a pas été suffisamment sensible pour exploiter de tels produits à taux élevé en MS (de l'ordre de 40%) et en MG (de 10 à 18%). La dilution choisie (50ème) ne permettait pas de disperser suffisamment les particules

dans le milieu pour réaliser leur étude granulométrique. Les objets à observer sont de l'ordre du micromètre et pour séparer deux objets sur une image, il est nécessaire de faire une érosion qui entraîne une très forte perte d'information.

Il aurait été possible d'étudier la taille des particules dispersées à une dilution plus élevée. Cependant, par rapport aux autres produits les conditions de dilution auraient été différentes et n'auraient pu permettre la comparaison avec les dispersions commerciales.

Il paraît important de déterminer une taille de particules pour mieux comprendre la perception du caractère lisse. Des études réalisées par Boyar et Kilcast (1986) ont montré que l'homme était capable de détecter en bouche des tailles minimales de particules de 20  $\mu\text{m}$  et percevoir jusqu'à 9  $\mu\text{m}$  pour un jury entraîné (Peyron *et al.*, 1994). Le jury serait donc capable de détecter de très faibles différences de granulométrie entre différentes dispersions.

Les relations entre la structure, les propriétés rhéologiques et sensorielles ont été mise en évidence sur des dispersions commerciales. Nous avons relié la dimension fractale apparente à un élément de la structure, à savoir l'étendue de taille des particules dispersées observables. Comme nous l'avons remarqué sur la figure III.36, la dimension fractale apparente augmente avec l'étendue de taille des particules : un produit très hétérogène est caractérisé par une dimension fractale apparente supérieure à 1,5.

Des expériences complémentaires ont permis d'extrapoler le raisonnement à un produit encore plus hétérogène, à savoir un pâté grossier (de type terrine de porc) qui présentait des tailles de particules observables allant de 1 mm à 1 cm. Si l'on compare avec la figure III.35, on constate que ce produit se situe au-delà de la taille des particules dispersées des produits étudiés jusque là.

Pour permettre le passage du produit au travers du capillaire, il a été nécessaire d'agrandir le capillaire de 3 à 5 mm.. Même avec un diamètre de capillaire plus élevé, le profil en extrusion a présenté de fortes irrégularités (figure III.38). la dimension fractale apparente du profil en extrusion est encore plus élevée que pour les autres produits. En effet, les mesures ont montré une valeur de D de  $1,67 \pm 0,02$ .

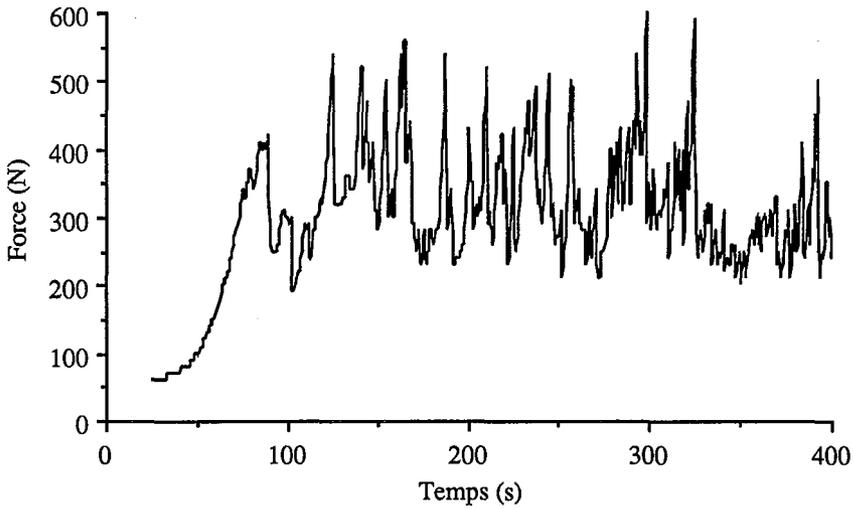


Figure III.38 : Profil en extrusion capillaire d'une terrine

D'après la figure III.39, la dimension fractale apparente du profil d'extrusion de la terrine se trouve dans le prolongement de la droite obtenue dans la figure III.36, ce qui permet d'extrapoler la relation entre la dimension fractale apparente et le logarithme de l'étendue de taille des particules dispersées observables.

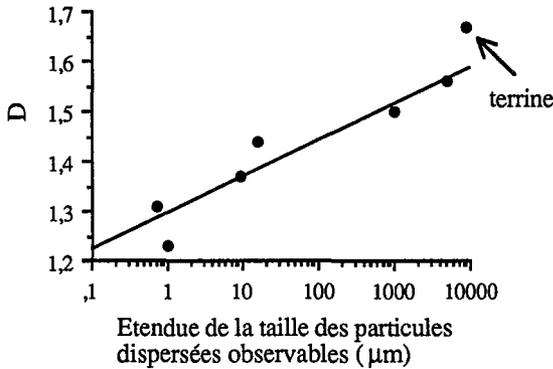


Figure III.39 : Relation entre la dimension fractale apparente et le logarithme de l'étendue de taille des particules observables

Les tailles de particules dispersées estimées par analyse d'images ont permis de montrer l'importance de ces mesures pour comprendre l'influence du paramètre structural sur

les propriétés mécaniques et sensorielles du produit fini. Les méthodes utilisées (microscopie optique) se sont avérées intéressantes car la taille des particules est importante pour la perception sensorielle et les propriétés mécaniques d'un matériau. Les méthodes d'observation restent cependant encore à améliorer parce que d'une part, l'effet de dilution perturbe la structure initiale et d'autre part l'analyse d'images n'est pas toujours appropriée aux produits très compacts et difficiles à disperser dans un milieu liquide.

Il apparaît ici nécessaire d'utiliser d'autres méthodes d'étude de la structure, telles que la microscopie électronique qui informe sur l'arrangement des constituants du produit ou des méthodes spectroscopiques non destructives telles que la Résonance Magnétique Nucléaire (Fourel *et al.*, 1995) ou les techniques d'ultrasons (McClements, 1995).

### **III.5.3 - L'analyse de Fourier comme outil d'observation de la structure**

Pour l'instant, l'analyse de Fourier nous permet de situer la gamme de fréquences des dispersions et de les comparer d'un point de vue qualitatif d'après leurs spectres en puissance. Les dispersions très hétérogènes présentent des spectres très irréguliers. Deux types de spectres peuvent être observés : ceux qui présentent un pic principal aux basses fréquences et ceux qui présentent un ensemble de pics aux basses fréquences puis un amortissement aux hautes fréquences. L'amplitude moyenne des spectres est un paramètre difficile à corrélérer avec les mesures effectuées dans cette étude, cependant on remarque que la densité des spectres est reliée à la perception de la granulosité des dispersions. La méthode peut donc encore être développée, particulièrement au niveau de la quantification des spectres.

D'après les spectres de puissance, l'augmentation des fréquences semble correspondre à la présence de grosses particules. Lorsque l'étendue de taille des particules dispersées est plus large, on observe des spectres plus denses (nombre de pics plus élevés entre 0 et 0,5 Hz).

Si on compare les spectres de puissance du pâté de foie et de la terrine (figure III.40), on remarque que sur le spectre de puissance de la terrine est caractérisé par des pics plus élevés et à des fréquences plus hautes que le pâté. Ces pics pourraient traduire la présence de plus grosses particules dans la dispersion.

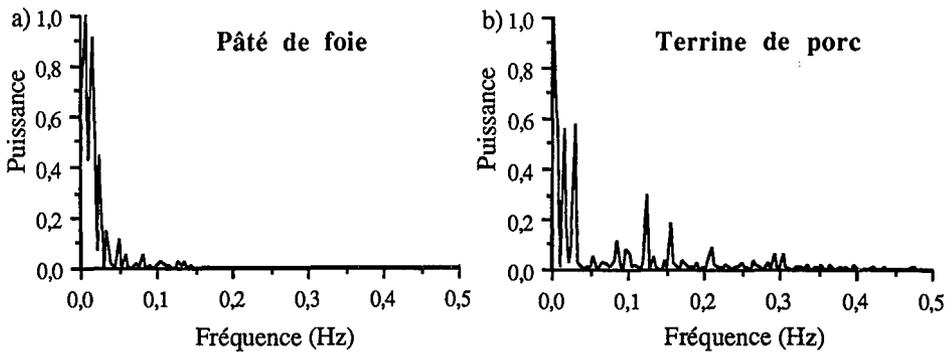


Figure III.40 : Spectres de puissance du pâté de foie (a) et de la terrine de porc (b)

Pour déterminer les limites de la méthode, il faut à présent travailler, d'une part sur des produits plus grossiers tels que des compotes avec des morceaux de fruits ou encore des fruits sur sucres et d'autre part sur des produits plus fluides avec des capillaires de plus petit diamètre.

La théorie de l'analyse de Fourier est particulièrement intéressante et peut être exploitée également sous d'autres aspects. En effet, le stockage des informations visuelles, sous forme d'un signal spatio-temporel, s'effectuerait, au niveau du cerveau, grâce à une transformée de Fourier (Ferguson, 1974). Il est donc intéressant de relier la transformée de Fourier de signaux physiques présentant de nombreuses irrégularités avec la perception que l'homme a de la granulosité d'un produit et plus particulièrement de l'irrégularité des profils en extrusion capillaire.

### III.5.4 - Dimension fractale, analyse de Fourier et perception sensorielle des caractères lisse et onctueux

#### *a - Caractères lisse et onctueux*

Le comportement des dispersions au cisaillement se répercute sur les propriétés mécaniques et sensorielles. En effet, les dispersions les plus sensibles au cisaillement et présentant des profils en extrusion capillaire très irréguliers (purée et crème de marron, pâté de foie) sont perçues comme granuleuses (micro-hétérogènes), fermes et peu onctueuses. Rhéologiquement, ce sont des produits présentant une force d'extrusion élevée et des propriétés viscoélastiques avec une prépondérance du caractère élastique sur le caractère visqueux. Grâce à la méthode d'extrusion capillaire, nous avons montré que la dimension fractale apparente et la contrainte d'extrusion capillaire permettaient de prédire le caractère

lisse grâce à un modèle de régression multiple. L'onctuosité est à mettre en relation avec l'allure des spectres. Les spectres les plus denses sont révélateurs d'absence d'onctuosité de la dispersion dans la cavité buccale.

### *b - Psychophysique du toucher et importance des références*

Les résultats obtenus en analyse sensorielle ont montré l'importance des références. Elles permettent d'augmenter ou d'affiner le domaine de perception d'une texture. En choisissant deux références d'intensité pour les dispersions expérimentales, il a été possible de travailler sur une gamme de dispersion très étroite. Cependant les résultats sensoriels obtenus ne sont valables que dans cette zone de perception. La gamme de texture a été agrandie avec les dispersions commerciales avec le choix de deux nouvelles références. Par rapport à ce choix, les dispersions expérimentales n'ont plus présenté aucune différence de texture, particulièrement pour les caractères lisse et mou. Pour une meilleure compréhension des relations entre mesures rhéologiques et sensorielles, il faudrait exploiter les produits en échelle de rapport de grandeur (une seule référence pour chaque descripteur). L'entraînement du jury est cependant plus délicat et plus long et n'a pas été possible dans le cadre de cette étude.

Il serait également intéressant de travailler sur une large gamme de dispersions expérimentales simples, dont on ferait par exemple varier la texture par ajout de billes de latex de taille variable pour obtenir une très large gamme de consistance et de granulosité. Pour éviter toutes interactions, les dispersions seraient évaluées au toucher, en aveugle, avec des références standard non variables dans le temps. Un exemple de référence pour le caractère lisse serait du papier de verre, très fin pour le lisse et très grossier pour le granuleux. La psychophysique deviendrait donc une psychophysique du toucher. Connaissant les relations qui existent entre la perception en bouche et entre les doigts, il serait possible d'extrapoler les intensités sensorielles perçues par un jury à une perception de la texture en bouche.

## **III.5.5 - Vers une approche nouvelle de la compréhension de la structure des systèmes complexes alimentaires**

### *III.5.5.1 - Autres outils de modélisation de la structure des systèmes complexes*

Une méthode nouvelle et originale a été proposée par Kaye (1993) pour caractériser la structure de produits alimentaires. La méthode consistait à déterminer une dimension fractale apparente (appelée dimension fractale structurale) de la distribution de taille de particules ou de pores au sein d'un système complexe. Cette dimension fractale apparente permet, grâce à

un algorithme mathématique, de remonter à la structure du produit par l'intermédiaire d'un tapis de Sierpinski (défini dans le chapitre 1, page 52). Plus la dimension fractale est élevée, plus le tapis de Sierpinski présente une disposition complexe et est difficile à générer d'un point de vue statistique. Si l'on applique une telle méthode à la distribution de taille de globules gras des crèmes 1 et 6, on obtient des dimensions fractales de l'ordre de 1,98 à 1,99. Cela confirmerait la complexité de la structure de nos dispersions expérimentales puisque pour une dimension fractale de 1,91, la répartition statistique des particules est déjà très complexe (Kaye, 1993). On pourrait alors aboutir à une modélisation de la structure, en tenant successivement compte des distributions de taille des différents composants du système. Il faut rester prudent quant à l'échantillonnage du produit qui perturbe la disposition des particules au sein du système. Toutefois, l'intérêt de cette méthode est qu'elle permet de travailler avec la taille des particules et d'estimer statistiquement leur disposition dans le produit. Aucune approche de ce type ne prend cependant en compte les distributions de taille des différents composants d'un système. Il reste donc encore le problème de relier toutes les distributions de taille de particules entre elles. L'idéal serait alors de pouvoir comparer cette disposition avec celle observée sur des microphotographies en microscopie électronique. Ces résultats ne sont qu'une toute première approche, à exploiter plus en détail, et ouvre une nouvelle voie d'étude de la structure de matériaux alimentaires.

#### ***III.5.5.2 - Méthode complémentaire de traitement du signal d'extrusion : utilisation des attracteurs***

Depuis l'introduction des fractales dans le monde mathématique, les scientifiques se sont intéressés à relier les phénomènes chaotiques et le domaine des fractales. Les deux "théories" apparaissent, en effet, complémentaires sur divers points.

Nombreux sont les phénomènes naturels dont l'évolution temporelle peut être décrite par des équations différentielles déterminées. Résoudre ces dernières doit permettre de répondre à la question suivante : que devient le système au bout d'un temps assez long ? Dans certains cas, son comportement dynamique devient chaotique et le traitement informatique des mesures effectuées permet alors de mesurer un attracteur étrange. Cet objet mathématique, abstrait, devrait nous aider à élucider les mécanismes fondamentaux de la turbulence, les réactions chimiques, les prévisions météorologiques, ... L'intérêt de telles études est de savoir si le système évolue de façon déterministe (dépendant des conditions initiales) ou si son évolution est complètement aléatoire.

De nombreux travaux s'intéressent à ces différents aspects pour des phénomènes physiques, médicaux, économiques ou autres. Dans le domaine de l'alimentaire, les intérêts restent encore flous. Seul Peleg (1993c) s'est intéressé à l'aspect chaotique ou déterministe de relations contrainte-déformation de compression de biscuits. Pour les différents signaux, il a

établi des attracteurs du phénomène de compression, attracteurs dont la forme évoluait avec les différents biscuits testés. Il apparaît en fait intéressant d'étudier l'évolution de signaux rhéologiques pour étudier leur prédictibilité. Il est alors intéressant d'étudier les profils d'extrusion capillaire de dispersions alimentaires par cette méthode pour étudier l'hétérogénéité de l'état de la matière (hétérogénéité des dispersions) ou des propriétés de la matière (hétérogénéité de l'écoulement). Les méthodes à appliquer sont souvent plus faciles à mettre en oeuvre que l'interprétation que l'on peut en tirer. C'est une voie qui reste cependant complètement ouverte dans le domaine des produits alimentaires.

A titre indicatif, nous avons voulu montrer qu'il existe d'autres méthodes, encore peu exploitées, de compréhension des comportements physiques de matériaux alimentaires. Dans le cas d'un signal temporel, si on exprime la mesure physique au temps  $t+1$  en fonction de la valeur au temps  $t$ , on aboutit à la représentation d'un attracteur (Peleg, 1993) qui révèle un certain degré d'organisation du signal. L'attracteur représente l'objet mathématique vers lequel tout converge. Comme nous pouvons le voir sur les figures III.41a et b, un signal, périodique ou aléatoire, fournit des attracteurs complètement différents et caractéristiques de l'organisation initiale du signal.

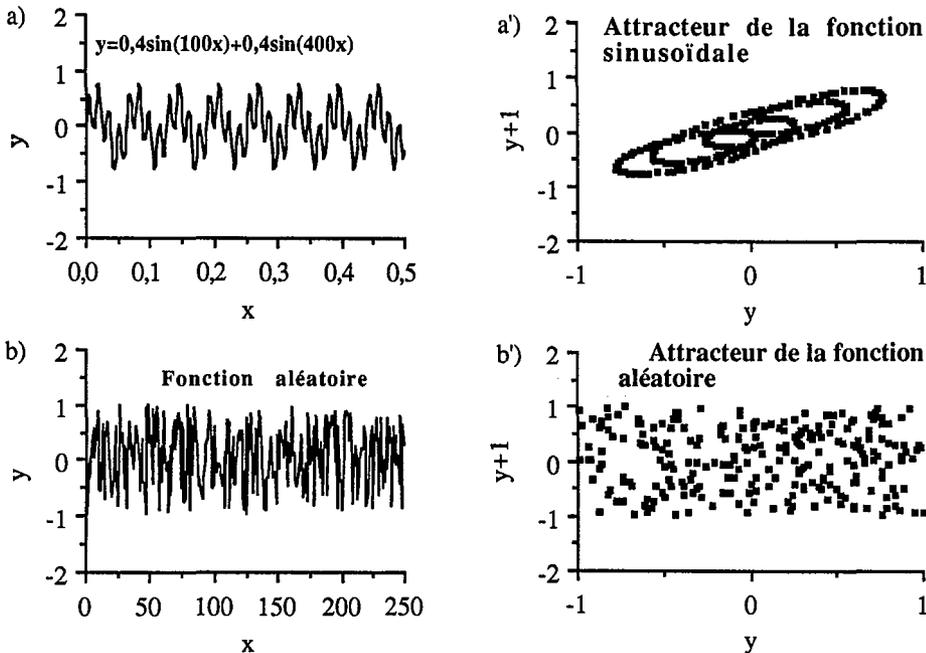


Figure III.41a et b : Fonctions sinusoïdale (a) et aléatoire (b) et attracteurs correspondants (a' et b')

Dans le cas de l'écoulement d'une dispersion modèle à travers un capillaire, si le signal d'extrusion est exprimé en terme d'attracteur, la représentation de ce dernier semble prendre une forme relativement organisée (figure III.42). Les attracteurs des autres dispersions sont présentés en annexe 17. En effet, pour l'ensemble des dispersions, la tendance générale de ces attracteurs est une courbe à  $45^\circ$  qui correspond au plateau des profils d'extrusion capillaire. Ces attracteurs sont un autre mode d'exploitation de profils rhéologiques.

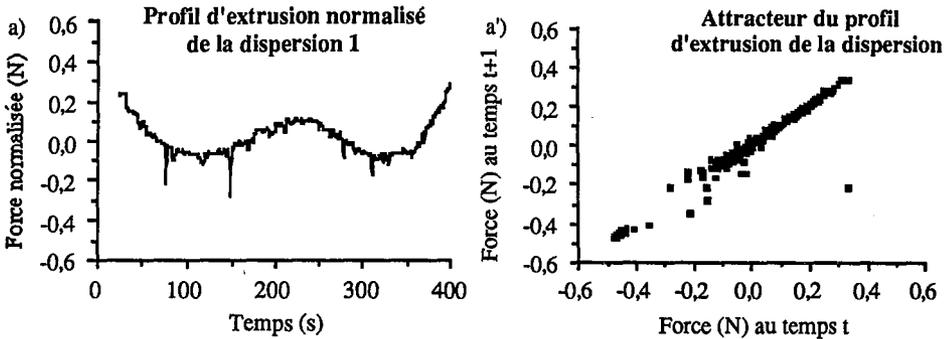


Figure III.42: Signal d'extrusion capillaire de la dispersion modèle 1 (a) et attracteur correspondant (a')

L'exploitation de cet attracteur sort du domaine de cette étude pour rejoindre le domaine des mathématiques. Néanmoins, il nous donne des informations sur le signal en extrusion et, en quelque sorte, sur la mémoire du matériau étudié, information très intéressante dans le cas d'un produit thixotrope. Dans le cas d'un produit dont les propriétés structurales sont dépendantes du temps, la structure à un instant donné  $t+m$  est toujours dépendante de l'histoire de cisaillement du produit, c'est-à-dire est dépendante de sa structure au temps  $t$ . L'utilisation d'outils tels que les attracteurs étranges permettrait de connaître le degré de dépendance entre la structure au temps  $t$  et celle au temps  $t+m$  et de tester l'influence de paramètres perturbateurs (cisaillement, température, ...) sur la structure finale du produit par rapport au produit initial, obtenu en fin de procédé de fabrication.



## **Conclusion**



## Conclusion

L'objectif de ce travail était, d'une part de développer une nouvelle approche pour quantifier l'hétérogénéité de la structure des dispersions alimentaires et d'autre part, de déterminer les relations existant entre les propriétés structurales, mécaniques et sensorielles de ces dispersions alimentaires. La première partie de l'étude a permis d'adapter et de mettre au point des méthodes rhéologiques en dynamique, en viscosimétrie et en extrusion capillaire. Un jury d'analyse sensorielle entraîné a été mis en place pour l'évaluation de produits à consistance semi-solide. Enfin, des méthodes de traitement du signal faisant appel au concept de géométrie fractale, ont été utilisées pour quantifier la rugosité des profils en extrusion capillaire de bases fromagères de type fromage frais. Dans une deuxième partie, les méthodes d'étude de la texture ont été appliquées à un ensemble de neuf dispersions commerciales permettant ainsi d'élargir la gamme de texture. Deux modèles psychorhéologiques ont été établis à partir d'une part, de mesures en écoulement à vitesse de cisaillement variable et d'autre part, de mesures en extrusion capillaire. Une troisième partie a permis de réaliser une estimation de la structure en déterminant l'étendue de taille des particules dispersées observables. Enfin, une discussion générale a mis en évidence l'intérêt de la méthode d'extrusion capillaire associée à la mesure de la dimension fractale apparente pour prédire le caractère lisse des dispersions alimentaires.

Toutes les dispersions étudiées ont présenté des propriétés d'écoulement rhéofluidifiantes dépendantes du temps avec, pour certaines d'entre elles, la présence d'un seuil d'écoulement statique. Leurs propriétés viscoélastiques dynamiques, à faible vitesse de déformation, ont montré deux groupes de produits : ceux dénotant une prépondérance du module élastique  $G'$  sur le module visqueux  $G''$  comme pour les fromages frais, la crème de marron et le double concentré de tomates et ceux pour lesquels  $G''$  est supérieur à  $G'$  aux faibles fréquences d'oscillation. C'est le cas de la mayonnaise, de la margarine, de la crème épaisse et du fromage blanc. Les profils d'extrusion capillaire ont montré la présence d'irrégularités plus ou moins marquées selon la dispersion étudiée. La quantification de ces irrégularités a été possible grâce à la mise au point de méthodes de traitement de signaux appliquées aux courbes de type contrainte en fonction du temps. La dilatation des profils d'extrusion par le principe de Minkowski en analyse d'images a permis de déterminer des dimensions fractales apparentes variant de 1,14 à 1,56. Ces dernières sont fortement liées aux propriétés sensorielles de granulosité et d'onctuosité. On a aussi mis en évidence une relation entre les dimensions fractales et le domaine de taille des particules dispersées étudiées avec des possibilités d'extrapolation à des produits très hétérogènes. Il serait notamment intéressant de l'exploiter sur des produits présentant des macrostructures encore plus grossières comme par exemple des fruits sur sucre ou des compotes avec des morceaux

de fruits. Il s'avère ainsi que la méthodologie originale que nous proposons présente un grand intérêt pour mesurer l'hétérogénéité des aliments complexes.

L'analyse de Fourier est prometteuse quant aux informations qu'elle peut apporter sur les propriétés texturales et structurales des dispersions complexes. L'allure des spectres de puissance, et plus particulièrement la densité de pics est fortement liée à la perception de l'onctuosité des dispersions alimentaires.

La taille des particules dispersées joue un rôle primordial dans la perception de la texture. Un produit lisse, onctueux et homogène se caractérise par une valeur de dimension fractale apparente du profil d'extrusion capillaire de 1,25 et par une étendue de taille de particules de l'ordre de 1 à 10  $\mu\text{m}$ .

L'ensemble des dispersions est divisé en deux groupes. Le premier groupe (fromages frais, crème épaisse, mayonnaise et margarine) comprend des produits de type gel, perçus comme lisses, mous, homogènes et onctueux et présentant une valeur de dimension fractale apparente des profils inférieure à 1,40. Le deuxième groupe (double concentré de tomates, crème de marron, purée de marron et pâté de foie) est constitué de dispersions qui pourraient être qualifiées de pâtes, perçus comme fermes, granuleuses, micro-hétérogènes et peu onctueuses. Ces dernières présentent des valeurs de dimensions fractales apparentes de profils d'extrusion supérieures à 1,40.

La granulosité d'un produit est un critère important de qualité. En effet, les propriétés sensorielles ont permis de mettre en évidence l'importance des descripteurs lisse, onctueux, mou, homogène ou gras dans la perception de la texture de dispersions alimentaires complexes. Des relations existent entre les paramètres instrumentaux et sensoriels (caractère mou et contrainte d'extrusion, caractère collant et seuil d'écoulement statique, ...) mais également entre les descripteurs eux-mêmes. Ces relations montrent la complexité de la perception de la texture qui est fortement liée au cisaillement du produit dans la cavité buccale. A l'attention des opérateurs de l'analyse sensorielle, la définition du caractère lisse a pu être complétée comme étant le descripteur perçu pour un produit homogène et visqueux qui n'offre d'aspérités, ni au toucher, ni en bouche et qui se désagrège difficilement lors de son cisaillement entre la langue et la voûte palatale. D'après les résultats obtenus, le caractère lisse est caractéristique des dispersions alimentaires de type gel.

Cette application au domaine alimentaire de concepts de la dynamique des systèmes complexes est encore peu exploitée et offre de nombreuses perspectives. Elle semble très intéressante comme nouveau moyen d'étude de l'état structural des aliments et de l'influence de certaines opérations unitaires de préparation et de formulation (fragmentation, hachage, broyage, extrusion, homogénéisation, mélange, ...). Il est évident que la technique devra être optimisée produit par produit en ajustant les conditions opératoires (diamètre du capillaire,

vitesse d'application de la contrainte d'extrusion, ...). Cela relève de l'activité normale d'un laboratoire de contrôle qualité.

Les méthodes d'exploitation des données structurales ou texturales telles que les "tapis de Sierpinski" ou les "attracteurs étranges" semblent pouvoir fournir des informations originales. Elles sont, à notre connaissance, très peu exploitées pour les produits alimentaires. Les résultats qu'elles nous ont fourni sont encore difficilement explicables à la lumière de la connaissance actuelle de l'organisation des éléments constitutifs du matériau "aliment". Il conviendrait de mettre en place d'autres techniques d'observation de la micro- ou macrostructure de ces matériaux afin de mieux percevoir l'applicabilité de ces nouvelles méthodes.



*Références bibliographiques*



Références bibliographiques

- ADDA J., GRIPON J.C. et VASSAL L., 1982.** The chemistry of flavour and texture generation in cheese. *Food Chem.*, **9**, 115-129.
- AFNOR, 1988.** Analyse sensorielle. Vocabulaire. NF V00-150.
- AFNOR, Juillet 1988.** Analyse sensorielle. Méthodologie. Guide général pour la sélection, l'entraînement et le contrôle des sujets qualifiés. NF V09-003.
- AGUILERA J.M. et STANLEY D., 1990.** Microstructural principles of food processing and engineering. Ed. Elsevier Sci. Publ. Ltd., Londres et New York.
- A.O.A.C., 1984.** Official Methods of Analysis, 40th edn. Association of Official Analytical Chemists, ed. W. Horwitz, Washington, DC.
- ASHBY M.F. et JONES D.R.H., 1991.** Matériaux. 2. Microstructure et mise en oeuvre. Ed. Dunod, Paris.
- BARBOSA-CANOVAS G.V. et PELEG M., 1983.** Flow parameters of selected commercial semi-liquid food products. *J. Texture Stud.*, **14**, 213-234.
- BARLETTA B.J. et BARBOSA-CANOVAS G.V., 1993.** Fractal analysis to characterize ruggedness changes in tapped agglomerated food powders. *J. Food Sci.*, **58**, 5, 1030-1035, 1046.
- BARLETTA B.J., KNIGHT K.M. et BARBOSA-CANOVAS G.V., 1993.** compaction characteristics of agglomerated coffee during tapping. *J. Texture Stud.*, **24**, 3, 253-268.
- BARRETT A.H., NORMAND M.D., PELEG M. et ROSS E., 1992.** Characterization of the jagged stress-strain relationships of puffed extrudates using the fast Fourier transform and fractal analysis. *J. Food Sci.* **57**, 1, 227-232, 235.
- BARRY B.W. et WARBURTON B., 1968.** Some rheological aspects of cosmetics. *J. Soc. Cosm. Chem.*, **19**, 725-744.

**BAUER W.H., SHUSTER D.O. et WIBERLEY S.E.**, 1960. Flow properties of lithium stearate-oil dispersions. *Trans. Soc. Rheol.*, **4**, 315-334.

**BEILKEN S.L., EADIE L.M., JONES P.N. et HARRIS P.V.**, 1990. Sensory and mechanical assessment of the quality of frankfurters. *J. Texture Stud.*, **21**, 395-409.

**BERGE P., POMEAU Y. et VIDAL C.**, 1988. L'ordre dans le chaos, vers une approche déterministe de la turbulence. Ed. Hermann, Paris.

**BIEDERMAN I.**, 1987. Recognition by components : A theory of human image understanding. *Psychological Review*, **94**, 115-145.

**BILIADERIS C.G., KHAN M.M. ET BLANK G.**, 1992. Rheological and sensory properties of yogurt from skim milk and ultrafiltered retentates. *Int. Dairy J.*, **2**, 5, 311-323.

**BISTANY K. et KOKINI J.**, 1983. Dynamic viscoelastic properties of foods in texture control. *J. Rheology*, **27**, 6, 605-620.

**BOURNE M.C.**, 1966. A classification of objective methods for measuring texture and consistency of foods. *J. Food Sci.* **33**, 1011-1015.

**BOURNE M.C.**, 1982. Food Texture and viscosity : concept and measurement. Academic Press, New York, EU.

**BOYAR M.M. ET KILCAST D.**, 1986. Food texture and dental science. *J. Texture Stud.* **17**, 221-252.

**BOYD J.V. et SHERMAN P.**, 1975. A study of force-compression conditions associated with hardness evaluation in several foods. *J. Texture Stud.*, **6**, 507-522.

**BRACEWALL R.**, 1989. L'analyse de Fourier. *Pour la Science*, Août, **142**, 74-85.

**BRESSOLETTE-HENRY A.**, Oct. 1993. Corrélations entre données sensorielles et instrumentales : application à la mesure de la texture de biscuit sec et de pains suédois. *CTUC. Bulletin de liaison.* **14**, 9, 18-31.

**BROCHETTI D. et PENFIELD M.P.**, 1992. Speech analyses techniques: a potential model for the study of mastication sounds. *J. Texture Stud.*, **23**, 111-138. Discussion paper.

- BROOKER B.E.**, 1986. Electron microscopy of normal and defective Cottage cheese curd. *J. Soc. Dairy Technol.*, **39**, 85-88.
- BRUCE V. ET GREEN P.**, 1993. La perception visuelle, physiologie, psychologie et écologie. Presses Universitaires de Grenoble.
- CHAMPIGNY J.P.**, 1986. Détermination de la dimension fractale de profils échantillonnés. Application à la rugosimétrie. Thèse ENSMM, Besançon.
- CHEN P., SUN Z. et HUANG L.**, 1992. Factors affecting acoustic responses of apples. *Transactions of the ASAE*. **35**, 6, 1915-1920.
- CHENG D.C.H. et EVANS F.**, 1965. Phenomenological characterization of the rheological behaviour of inelastic reversible thixotropic and antithixotropic fluids. *Brit. J. Appl. Phys.* **16**, 1599-1617.
- CHONG J.S. et CHRISTIANSEN E.B. et BAER A.D.**, 1971. Rheology of concentrated suspensions. *J. Applied Pl. Sci.*, **15**, 2007-2021.
- CIVILLE G.V. et LAWLESS H.T.**, 1986. The importance of language in describing perceptions. *J. Sensory Stud.* **1**, 203-215.
- CIVILLE G.V. et LISKA I.H.**, 1975. Modifications and applications to foods of the general foods sensory texture profile technique. *J. Texture Stud.* **6**, 19-31.
- CNERNA**, 1962. Vocabulaire technique des caractères organoleptiques et de la dégustation des produits alimentaires. Les cahiers Techniques du CNERNA. CNRS, **11**, B1-B86.
- COOLEY J.W. et TUKEY J.W.**, 1965. *Mathematic of computation*, **19**, 297.
- CORRIEU G. LALANDE M. et FISSETTE A.**, 1982. Corrélation entre la teneur en matière sèche du fromage frais maigre et sa viscosité apparente mesurée en ligne. *Sci. Aliments*, **2**, 41-54.
- CORRIEU G., MAINGONNAT J.F. et FERRET R.**, 1983. Un viscosimètre industriel pour la caractérisation en continu de produits alimentaires de viscosité élevée. *Ind. Alim. Agric.*, **100**, 235-240.

**COSTER M. et CHERMANT J.L.**, 1989. Précis d'analyse d'images. Ed. Presses du C.N.R.S.

**COSTER M. et DESCHANVRES A.**, 1978. IIème Symposium Européen d'Analyse d'Images en sciences des matériaux, biologie et médecine, Caen, France, 4/7 Oct. 1977. *Pract. Met.*, **S8**, 61-73.

**COUARRAZE, G. et GROSSIORD, J.L.**, 1992. Initiation à la rhéologie. Technique et documentation, Ed. Lavoisier, Paris.

**DACREMONT C., COLAS B. et SAUVAGEOT F.**, 1991. Contribution of air- and bone-conduction to the creation of sounds perceived during sensory evaluation of foods. *J. Texture Stud.*, **22**, 443-456.

**DAGET N. et JOERG M.**, 1987. Creamy perception I: in model dessert creams. *J. Texture Stud.*, **18**, 367-388

**DAGET N. et JOERG M.**, 1991. Creamy perception II: in model soups. *J. Texture Stud.*, **22**, 169-189.

**DAILLANT B. ET ISSANCHOU S.**, 1993. Influence of sugar and fat contents on preference for cream cheese : a preliminary study. *Food Quality and Preference*, **4**, 3, 133-139.

**DAVIS S.S.**, 1969. Viscoelastic properties of pharmaceutical semisolids. II. Creams. *J. Pharmaceutical Sci.*, **58**, 418-421.

**DAVIS S.S.**, 1971. Viscoelastic properties of pharmaceutical semisolids. III. Nondestructive oscillatory testing Creams. *J. Pharmaceutical Sci.*, **60**, 1351-1356.

**DAVIS S.S.**, 1973. Rheological properties of semi-solid foodstuffs. *J. Texture Stud.*, **4**, 15-40.

**DAVIS S.S., SHOTTON E. et Warburton B.**, 1968. Some limitations of continuous shear methods for the study of pharmaceutical semi-solids. *J. Pharmac. Pharmac.*, **20**, 1575-1675.

De **KEE, D., CODE, E.K. et TURCOTTE, G.**, 1983. Flow properties of time-dependent foodstuffs. *J. Rheol.*, **27**, 581-604.

**DICKINSON E. et STAINBY G.**, 1982. *Colloids in Food*. Applied Science Publishers. Londres et New York.

**DOUBLIER J.L.**, 1992. Rheology of polysaccharide systems : gels and mixtures. *IFTEC 92*, 15-18 Nov., La Haye.

**DRAKE B.**, 1963. Food crushing sounds : An introductory study. *J. Food Sci.* **28**, 233-241.

**DRAKE B.**, 1965. Food crushing sounds : Comparisons of objective and subjective data. *J. Food Sci.* **30**, 556-559.

**DRAKE B.**, 1989. Sensory textural/rheological properties - A polyglot list. *J. Texture Stud.* **20**, 1-27.

**DREWNOSKI A., SHRAGER E.E., LIPSKY C., STELLAR E. et GREENWOOD M.R.C.**, 1989. Sugar and fat : sensory and hedonic evaluation of liquid and solid foods. *Physiology and Behavior*, **45**, 177-183.

**DUMAY E., SOUCHET N. et CHEFTEL J.C.**, 1993. Etude multifactorielle des caractéristiques de texture et de structure d'émulsions gélifiées à base de surimi de sardine. *Sci. des Aliments*, **13**, 119-140.

**DUNKLEY W.L. et PATTERSON D.R.**, 1977. Relations among manufacturing procedures and properties of Cottage cheese. *J. Dairy Sci.*, **60**, 1824-1840.

**DZUY N.Q. et BOGER D.V.**, 1983. Yield stress measurements of concentrate suspensions. *J. Rheol.*, **27**, 321-349.

**FARIN D. PELEG S., YAVIN D. et AVNIR D.**, 1985. Application and limitations of boundary-line fractal analysis of irregular surface : proteins, aggregates and porous materials, *Langmuir*, **1**, 399-407.

**FERGUSON M.**, 1974. *La révolution du cerveau*. Ed. Calmann-Lévy.

- FERRY J.D.**, 1961. Viscoelastic properties of polymers. Wiley, New York, N.Y.
- FIL - IDF**, 1958. Détermination de la matière sèche du fromage et du fromage fondu. Norme 4.
- FIL - IDF**, 1969a. Fromages et fromages fondus. Détermination de la teneur en matière grasse. (Méthode de référence). Norme 5A.
- FIL - IDF**, 1969b. Détermination de la teneur en matière grasse par le méthode de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff. (Méthode de référence). Norme 4A.
- FORD E.W. et STEFFE J.F.**, 1986. Quantifying thixotropy in starch-thickened, strained apricots using mixer viscometry techniques. *J. Texture Stud.*, **17**, 71-85.
- FOUREL I., GUILLEMENT J.P. et LE BOTLAN D.**, 1995. Determination of water droplet size distributions by low resolution PFG-NMR. II. Solid Emulsions. *J. Colloid Interface Sci.*, **169**, 119-124.
- GATCHALIAN M.F., LEON S.Y.DE et YANO T.**, 1991. Control chart technique: a feasible approach to measurement of panelist performance in product profile development. *J. Sensory Stud.* **6**, 4, 239-254.
- GLASER J., CARROAD P.A. et DUNKLEY W.L.**, 1980. Electron microscopy studies of casein micelles and curd microstructure in Cottage cheese. *J. Dairy Sci.*, **63**, 37-48.
- GOULDEN J.D.S. et PHIPPS L.W.**, 1964. Factors affecting the fat globule sizes during the homogenization of milk and cream. *J. Dairy Res.*, **31**, 195-200.
- GOUYET J.F.**, 1992. Physique et structures fractales. Ed. Masson, Paris.
- GROSS M.O., RAO V.N.M. et SMIT C.J.B.**, 1980. Rheological characterization of low-methoxyl pectin gel by normal creep and relaxation. *J. Texture Stud.*, **11**, 3, 271-290.
- GUERAULT A.M.**, 1956. La fromagerie devant les techniques nouvelles. Ed. SEP, Paris. pp 301.

- HAMANN D.D. ET WEBB N.B.**, 1979. Sensory and instrumental evaluation of materials properties of fish gels. *J. Texture Stud.* **10**,117-130.
- HARRISON J.**, 1989. An introduction to fractals. Dans "The mathematics behind the computer graphics : V. Chaos and Fractals". Eds. Devaney R.L. et Keen L., American Mathematical Society, Providence RI.
- HENNEQUIN D. et HARDY J.**, 1992. Evaluation instrumentale et sensorielle de certaines propriétés texturales de fromages à pâte molle. *Int. Dairy J.*, **3**, 635.
- HENRY W.H., KATZ M.H., PILGRIM F.J. et MAY A.T.**, 1971. Texture of semi-solid foods: sensory and physical correlates. *J. Food Sci.*, **36**, 155-161.
- HOLDSWORTH S.D.**, 1993. Rheological models used for the prediction of the flow properties of food products: a literature review. *Food and Bioproducts Processing*, **71**, C<sub>3</sub>, 139-179.
- JACK F.R. et PATERSON A.**, Juillet 1992. Texture of hard cheeses. *Trends in Food Sci. and Technol.*, **3**, 160-164.
- JAUBERT G. et VESPERINI A.**, 1989. Texture des fromages de chèvre type "pâte" fraîche salée: influence de l'homogénéisation et du traitement thermique du fromage. *Revue des ENIL*, n°138, 13-18.
- JINESCU V.V.**, 1974. The rheology of suspensions. *Int. Chem. Eng.*, **14**, 3, 397-420.
- JOWITT R.**, 1974. The terminology of food texture. *J. Texture Stud.* **5**, 351-358 - Discussion paper.
- KALETUNC G., NORMAND M.D., JOHNSON E.A. et PELEG M.**, 1992. Instrumental determination of elasticity of marshmallow. *J. Texture Stud.*, **23**, 47-56.
- KAYE B.H.**, 1978. Specifications of the ruggedness and/or texture of a fine particle profile by its fractal dimension. *Powder Technol.*, **21**, 1-16.
- KAYE B.H.**, 1989. A random walk through fractal dimensions. VCH : New York.

**KAYE B.H.**, 1993. Applied fractal geometry and the fine particle specialist. Part. I : rugged boundaries and rough surfaces. Part. Part. Syst. Charact., **10**, 3, 99-110.

**KAWAMURA Y.**, 1964. Recent concepts of the physiology of mastication. Adv. Oral Biol. **1**, 77-109.

**KIOSSEOGLOU V.D. et SHERMAN P.**, 1983. Influence of egg yolk lipoproteins on the rheology and stability of O/W emulsions and mayonnaise. 1. Viscoelasticity of groundnut oil-in-water emulsions and mayonnaise. J. Texture Stud., **14**, 397-417.

**KOKINI J.L.**, 1986. Fluid and semi-solid food texture and texture-taste interactions. The physical basis of liquid food texture and texture-taste interactions. J. Food Eng., **51**-81.

**KOKINI J.L. ET DICKIE A.**, 1981. An attempt to identify and model transient viscoelastic flow in foods. J. Texture Stud., **12**, 539-557.

**KOKINI J.L. ET DICKIE A.**, 1982. A model of food spreadability from fluid mechanics. J. Texture Stud., **13**, 211-227.

**KOKINI J.L., POOLE M., MASON P., MILLER S. et STIER E.F.**, 1984. Identification of key textural attributes of fluid and semi-solid foods using regression analysis. J. Food Sci., **49**, 47-51.

**KOKINI J.L., KADANE J. ET CUSSLER E.L.**, 1977. Liquid texture perceived in the mouth. J. Texture Stud., **8**, 195-218.

**KOROLCZUK J. et MAHAUT M.**, 1988. Studies on acid cheese texture by computerized, constant speed, cone penetrometer. Le Lait, **68**, 349-362.

**KOROLCZUK J. et MAHAUT M.**, 1989. Viscosimetric studies on acid type cheese texture. J. Texture Stud., **20**, 169-178.

**KOROLCZUK J. et MAHAUT M.**, 1991. Consistency of acid fresh cheese. Role of whey protein. Milchwissenschaft, **46**, 153-156.

**KOROLCZUK J. et MAHAUT M.**, 1992. Effect of homogenization of milk on the consistency of UF fresh cheeses. Milchwissenschaft, **47**, 225-227.

- KRAMER A. et HAWBECKER J.V.**, 1966. Measuring and recording rheological properties of gels. *Food Technol.*, **20**, 111-115.
- KRIEGER I.M.**, 1968. *Trans. Soc. Rheol.*, **12**, 1, 5-11.
- KUNT M.**, 1981. *Traitement numérique des signaux*. 3ème édition. Ed. Georgi, Dunod.
- KURZ W., MERCIER J.P. et ZAMBELLI G.**, 1989. *Traité des matériaux*. 1. Introduction à la science des matériaux. Ed. Lavoisier, Techniques et Documentation. Presses polytechniques romandes, Lausanne.
- LARMOND E.**, 1976. Sensory measurement of food texture. In "Rheology and texture in Food Quality". AVI Publishing Co. Westport, Conn.
- LEE C.M.**, 1985. Microstructure of meat emulsions in relation to fat stabilization. *Food Microstruct.*, **4**, 63-72.
- LEE S.Y. et MORR C.V.**, 1992. Fixation and staining milkfat globules in cream for transmission and scanning electron microscopy. *J. Food Sci.*, **57**, 887-891.
- LEE III W.E., TAKAHASHI K. et PRUITT J.S.**, 1992. Temporal aspects of the oral processings of viscous solutions. *Food Technol.*, **46**, 11, 106, 108, 110-112.
- LE MOIGNE J.L.**, 1990. *La modélisation des systèmes complexes*. Ed. Dunod, Paris.
- LILLFORD P.J.**, 1989. Structure and properties of solid food foams, in "Foams: physics, chemistry and structure". Ed. by A.J. WILSON, Bsc, Dphil, MIBiol. Springer-Verlag. Berlin, Heidelberg, pp. 149-166.
- MA L. et BARBOSA-CANOVAS G.V.**, 1995. Rheological characterization of mayonnaise. Part II : flow and viscoelastic properties at different oil and xanthan gum concentrations. *J. Food Eng.*, **25**, 409-425.
- MAHAUT M., KOROLCZUK J., PANNETIER R. et MAUBOIS J.L.**, 1986. Eléments de fabrication de fromage de type pâte molle de lait de chèvre à caractère lactique par ultrafiltration de lait acidifié et coagulé. *Techn. Lait Mark.*, **1011**, 24-28.

**MANDELBROT B.B.**, 1967. How long is the coast of Britain? Statistical self-similarity and fractional dimension. *Science*, 156, 636-638. Reports.

**MANDELBROT B.B.**, 1975. *Les objets fractals, forme, hasard et dimension*. 1ère édition, Flammarion, Paris.

**MANDELBROT B.B.**, 1977. *The fractal geometry of nature*. Ed. Freeman W.H., New York.

**MANDELBROT B.B.**, 1989. *Les objets fractals, forme, hasard et dimension*. 3ème édition, Flammarion, Paris.

**MARKOV E. ET TSCHEUSCHNER H.D.**, 1989. Instrumental texture studies on chocolate. IV : comparison between instrumental and sensory texture studies. *J. Texture Stud.* 20, 151-160.

**MARR et NISHIHARA**, 1978. Representation and recognition of the spatial organization of three dimensional shapes. *Proceedings of the Royal Society of London, Series B*, 200, 269-294.

**MARSHALL R.J.**, 1990. Combined instrumental and sensory measurement of the role of fat in food texture. *Food Quality and Preference*. 2, 117-124.

**MARTIN A.N., BANKER G.S. et CHUN A.H.C.**, 1964. *Rheology*. *Adv. Pharmaceut. Sci.*, Eds H.S. Bean, A.H. Beckett, Academic Press, New York, Vol. 1, pp. 1-85.

**MARTINEZ-PADILLA L.P. et HARDY J.**, 1989. Quantifying thixotropy of bechamel sauce under constant shear stress by phenomenological and empirical models. *J. Texture Stud.*, 20, 71-85.

**MASSAGUER-ROIG S., RIZVI S.S.H. et KOSIKOWSKI F.V.**, 1984. Characterization of thixotropic behavior of soft cheeses. *J. Food Sci.*, 49, 668-684.

**MAYFIELD, T.L., HALE K.K.J., RAO, V.N.M. et ANGULO-CHACON, I.A.**, 1978. Effects of levels of fat and protein on the stability and viscosity of emulsions prepared from mechanically deboned poultry meat. *J. Food Sci.*, 43, 197-201.

- McCLEMENTS D.J.**, 1995. Advances in the application of ultrasound in food analysis and processing. Review. Trends Food Sci. Technol., **6**, Sept., 293-299.
- MEILGAARD M., CIVILLE G.V. et CARR B.T.**, 1987. Sensory Evaluation Techniques. CRC Press - 2ème édition.
- MELA D.J., LANGLEY K.R. ET MARTIN A.**, 1994. Sensory assessment of fat content : effect of emulsion and subject characteristics. Appetite, **1**, 67-81.
- MEWIS J. et SPAULL A.J.B.**, 1976. Rheology of concentrated dispersions. Advances in Colloid and Interface Science, **6**, 173-200.
- MILLER R.M., STINE C.M. et HARMON L.G.**, 1965. The effect of monoglycerides on the properties of Neufchatel and creamed cheese. Q. Bull. Mich. St. Univ. Agric. Exp. Stat., **48**, 231-237.
- MIOCHE L. ET TOURAILLE C.**, 1990. Mise au point d'un profil de texture pour l'analyse en bouche de produits alimentaires. Sci. Alim. **10**, 697-711.
- MIOCHE L. AUROY P., LEPETIT J. et COMPAGNON D.**, 1991. Oral perception of herdness in viscoelastic products. J. Texture Stud., **22**, 333-347.
- MINKOWSKI H.**, 1903. Math. Ann. Vol., **57**, 447.
- MODLER H.W. et KALAB M.**, 1983. Microstructure of yogurt stabilized with milk proteins. J. Dairy Sci., **66**, 430-437.
- MODLER H.W., LARMOND M.E., LIN C.S., FROELICH D. ET EMMONS D.B.**, 1983. Physical and sensory properties of yogurt stabilized with milk proteins. J. Dairy Sci. **66**, 422-429.
- MOLANDER E., KRISTIANSSEN K.R. ET WERNER H.**, 1990. Instrumental and sensoric measurement of Brie texture. Milchwissenschaft **45**, 9, 589-593.
- MOSKOWITZ H.**, 1983. Product testing and sensory evaluation of foods : marketing and R.D. approaches. Food and Nutrition Press. Westpost - USA, pp. 1-60.

- MUIR D.D. et HUNTER E.A.**, 1992. Sensory evaluation of fermented milk: vocabulary development and the relations between sensory properties and composition and between acceptability and sensory properties. *J. Society of Dairy Technol.* **45**, 3, 73-80.
- MUÑOZ A.M.**, 1986. Development and application of texture reference scales. *J. Sensory Stud.* **1**, 55-83.
- NAGAI T. et YANO T.**, 1990. Fractal structure of deformed starch and its sorption characteristics. *J. Food Sci.*, **55**, 5, 1334-1337.
- NORMAND M.D. et PELEG M.**, 1986. Determination of the fractal dimension of a particle silhouette using image processing techniques. *Powder Technol.*, **45**, 271-275.
- NORMAND M.D. et PELEG M.**, 1988. Evaluation of the "blanket" algorithm for ruggedness assessment. *Powder Technol.*, **54**, 255-259.
- NUEBEL C. et PELEG M.**, 1993. Compressive stress-strain relationships of two puffed cereals in bulk. *J. Food Sci.*, **58**, 6, 1356-1360, 1374.
- OLDFIELD R.C.**, 1960. Perception in the mouth. Dans "Texture in foods". Monograph n°7. Ed. Soc. Chem. Ind., Londres, pp3.
- OZHOVAN M.I. et PARSONS D.**, 1993. Dynamic uniform fractals in emulsions. *J. Experimental and theoretical physics.* **77**, 6, 939-943.
- PAYNE N.N. et RIZVI S.S.H.**, 1988. Rheological behaviour of comminuted meat batters. *J. Food Sci.*, **53**, 70-73, 87.
- PELEG M.**, 1980. A note on the sensitivity of the fingers, tongue and jaws as mechanical testing instruments. *J. Texture Stud.* **10**, 245-251 - Discussion paper.
- PELEG M.**, 1993a. Fractals and foods. *CRC Critical Reviews in Food Sci. and Nutrition*, **33**, 2, 149-165.
- PELEG M.**, 1993b. Tailoring texture for the elderly: theoretical aspects and technological options. *CRC Critical Reviews in Food Sci. and Nutrition*, **33**, 1, 45-55.

**PELEG M.**, 1993c. Do irregular stress-strain relationships of crunchy foods have regular periodicities? *J. Texture Stud.*, **24**, 215-227. Discussion paper.

**PELEG S., NAOR J. HARTLEY R. et AVNIR D.**, 1984. Multiple resolution texture analysis and classification. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, **6**, 4, 518-523.

**PELEG M. et NORMAND M.D.**, 1985. Characterization of the ruggedness of instant coffee particle shape by natural fractals. A research note. *J. Food Sci.* **50**, 829-831.

**PELEG M. et NORMAND M.D.**, 1993. Determination of the fractal dimension of the irregular, compressive stress-strain relationships of brittle, crumbly particulates. Part. Part. *Syst. Charact.*, **10**, 301-307.

**PENTLAND A.**, 1986a. Perceptual organisation and the representation of natural form. *Artificial Intelligence*, **28**, 293-331.

**PENTLAND A.**, 1986b. Local shading analysis. In A.P. Pentland (Ed.), *From pixels to predicates*. Norwood, New Jersey : Ablex.

**PERRY C.A. ET CARROAD P.A.**, 1980. Instrument for texture of small curd cottage cheese and comparison to sensory evaluation. *J. Food Sci.* **45**, 798-801.

**PERSOZ B.**, 1969. Dans "La rhéologie". Masson & Cie - Paris, 1-89.

**PEYRON M.A., MIOCHE L. et CULIOLI J.**, 1994. Bite force and sample deformation during hardness of viscoelastic models of foods. *J. Texture Stud.*, **24**, 59-76.

**PIERSON A. et LE MAGNEN J.**, 1970. Study of food textures by recording of chewing and swallowing movements. *J. Texture Stud.*, **1**, 327-337.

**POKORNY J., DAVIDEK J. ET DOBIASOVA S.**, 1984. Comparison of sensory analysis and rotational rheometry in the texture evaluation of margarines. *J. Texture Stud.* **15**, 395-406.

**QANNARI M.**, 1993. Relations entre données sensorielles et données expérimentales. *Agoral - Formulation-Mise au point de procédés - Massy*. 15/16 Sept.

**RAEUBER H.J. et NIKOLAUS H.**, 1980. Structure of foods. Discussion paper. *J. Texture Stud.*, **11**, 187-198.

**RAMASWAMY HS. et BASAK S.**, 1991. Rheology of stirred yogurts. *J. Texture Stud.*, **4**, 15-40.

**RAO M.A.**, 1977a. Measurement of flow properties of fluid foods. Developments, limitations, and interpretation of phenomena. *J. Texture Stud.*, **8**, 135-168.

**RAO M.A.**, 1977b. Measurement of flow properties of fluid foods. Developments, limitations, and interpretation of phenomena. *J. Texture Stud.*, **8**, 257-282.

**RAO M.A., BOURNE M.C. et COOLEY H.J.**, 1981. Flow properties of tomato concentrates. *J. Texture Stud.*, **12**, 521-538.

**RICHARDSON L.F.**, 1961. The problem of contiguity : an appendice of statistics of deadly quarrels. *General systems yearbook*, **6**, 139.

**RICHARDSON N.J., BOOTH D.A. et STANLEY N.L.**, 1993. Effect of homogenization and fat content on oral perception of low and high viscosity model creams. *J. Sensory Stud.*, **8**, 133-143.

**RICHARDSON R.K., MORRIS E.R., ROSS-MURPHY S.B., TAYLOR L.J. et DEA C.M.**, 1989. Characterization of the perceived texture of thickened systems by dynamic viscosity measurements. *Food Hydrocoll.*, **3**, 3, 175-191.

**ROEFS P.F.M.**, 1986. Structure of acid casein gels. A study of gels formed after acidification in the cold. Ph. D. Thesis, Wageningen Agricultural University, Pays-Bas.

**ROHDE F., NORMAND M.D. et PELEG M.**, 1993a. Effect of equilibrium relative humidity on the mechanical signatures of brittle food materials. *Biotechnol. Prog.*, **9**, 497-503.

**ROHDE F., NORMAND M.D. et PELEG M.**, 1993b. Characterization of the power spectrum of force-deformation relationships of crunchy foods. *J. Texture Stud.*, **24**, 45-62.

**SANCHEZ C.**, 1994. Effets des traitements technologiques sur les caractéristiques rhéologiques et microstructurales d'une émulsion fromagère complexe. Thèse en Biotechnologie et Industries Alimentaires, I.N.P.L., Nancy.

**SANCHEZ C. et HARDY J.**, 1993. A capillary extrusion method for the rheological characterization of homogenous and heterogenous foods with a viscous or pasty consistency. *Sci. des Aliments*, **13**, 611-628.

**SANCHEZ C., MAURER K. et HARDY J.**, 1994a. Influence of fat globule size on the rheological properties of a model acid fresh cheese. *Food Macromolecules and Colloids*, 23-25 Mars, Dijon.

**SANCHEZ C., BEAUREGARD J.L., CHASSAGNE M.H., BIMBENET J.J. et HARDY J.**, 1994b. Rheological and textural behaviour of double cream cheese. Part I: Effect of curd homogenization. *J. Food Eng.*, **23**, 579-594.

**SANCHEZ C., BEAUREGARD J.L., CHASSAGNE M.H., BIMBENET J.J. et HARDY J.**, 1994c. Rheological and textural behaviour of double cream cheese. Part II: Effect of curd cooling rate. *J. Food Eng.*, **23**, 595-608.

**SANCHEZ C., BEAUREGARD J.L., CHASSAGNE M.H., DUQUENOY A. et HARDY J.**, 1995. Effect of processing on rheology and structure of double cream cheese. *Food Res. Int.* A paraître.

**SAUVAGEOT F.**, 1975. L'évaluation sensorielle : outil scientifique? *Cahiers de Nutrition et de Diététique* **10**, 26-44.

**SAUVAGEOT F.**, 1984. Guide pratique d'analyses dans les industries des céréales. B. Godon et W. Loisel. Ed. Lavoisier.

**SCOTT BLAIR G.W.**, 1958. Rheology in food research. *Adv. Food Res.*, **8**, 1-61.

**SHAMA F. ET SHERMAN P.**, 1970. The influence of work softening on the viscoelastic properties of butter and margarine. *J. Texture Stud.*, **1**, 196-205.

**SHAMA F. ET SHERMAN P.**, 1973. Identification of stimuli controlling the sensory evaluation of viscosity. II. Oral methods. *J. Texture Stud.*, **4**, 111-118.

**SHAMA F. ET SHERMAN P.**, 1974. Lingual pressure associated with oral evaluation of viscosity. *Biorheology* **11**, 453-456.

**SHERMAN P.**, 1969. A texture profile of foodstuffs based on well defined rheological properties. *J. Food Sci.*, **34**, 458-462.

**SHERMAN P.**, 1982. Hydrocolloid solutions and gels. Sensory evaluation of some textural characteristics and their dependence on rheological properties. *Prog. Food Nutr. Sci.* **6**, 269-284.

**STAMPANONI C.R. ET NOBLE A.C.**, 1991. The influence of fat, acid, and salt on the temporal perception of firmness, saltiness, and sourness of cheese analogs. *J. Texture Stud.* **22**, 381-392.

**STANLEY D.W.**, 1987. Food texture and microstructure. Dans "Instrumental and sensory measurement". Ed. Moskowitz H.R., Marcel Dekker, New-York. pp. 35-64.

**STANLEY D.W.**, 1994. Understanding the materials used in foods - Food materials science. *Food Res. Int.*, **27**, 135-144.

**STEVENS S.S. et HARRIS J.R.**, 1962. The scaling of subjective roughness and smoothness. *J. Exptl. Psychol.*, **64**, 489-494.

**SZCZESNIAK A.S.**, 1963. Classification of textural characteristics. *J. Food Sci.*, **28**, 385-389.

**SZCZESNIAK A.S.**, 1968. Correlations between objective and sensory texture measurements. *Food Technol.*, **22**, 8, 49-54.

**SZCZESNIAK A.S.**, 1975. Textural characterisation of temperature sensitive foods. *J. Texture Stud.*, **6**, 139-156.

**SZCZESNIAK A.S.**, 1987. Correlating sensory with instrumental texture measurements. An overview of recent developments. *J. Texture Stud.*, **18**, 1-15.

**SZCZESNIAK A.S.**, 1991. Textural perceptions and food quality. *J. Food Qual.*, **14**, 75-85

**SZCZESNIAK A.S., BRANDT M. ET FRIEDMAN H., 1963.** Development of standard rating scales for mechanical parameters of texture and correlation between the objective and the sensory methods of texture evaluation. *J. Food Sci.* **28**, 4, 397-403.

**SZCZESNIAK A.S. et SKINNER E.Z., 1973.** Meaning of texture words to the consumer. *J. Texture Stud.* **4**, 378-384.

**TIBERGHIE G., 1984.** Initiation à la psychophysique. Ed. Presses Universitaires de France.

**TIU, C. ET BOGER, D.V., 1974.** Complete rheological characterization of time-dependent food products. *J. Texture Stud.*, **5**, 329-338.

**TRICOT C., 1988.** Dimension fractale et spectre. *J. Chimie Physique*, **85**, 3, 379-384.

**TRICOT C., 1993.** Courbes et dimension fractale. Ed. Sciences et Culture, Montréal.

**TRICOT C., QUINIOU J.F., WHEBI D., ROQUES-CARMES C. et DUBUC B., 1988.** Evaluation de la dimension fractale d'un graphe. *Rev. Phys. Appl.*, **23**, 2, 111-124.

**VAN WAZER, J.R., LYONS, J.W., KIM, K.Y. ET COLWELL, R.E., 1963.** Viscosity and flow measurement. Interscience Publi., New York.

**VASAVADA P.C., 1980.** Objective measurement of Cottage cheese texture. *Cult. Dairy Prod. J.*, **15**, 8-10.

**VASSAL L., MONNET V., Le BARS D., ROUX C. et GRIPON J.L., 1986.** Relation entre le pH, la composition chimique et la texture des fromages de type camembert. *Le Lait*, **66**, 341-351.

**VICKERS Z.M., 1976.** Crispness in foods - A review. *J. Food Sci.*, **41**, 1153-1157.

**VICKERS Z.M., 1988.** Instrumental measures of crispness and their correlation with sensory assessment. *J. Texture Stud.*, **19**, 1-14.

**VICKERS Z.M. ET BOURNE M.C., 1976.** A psychoacoustical theory of crispness. *J. Food Sci.*, **41**, 1158-1164.

**WHALLEY W.B. et ORFORD J.D.**, 1989. The use of fractals and pseudofractals in the analysis of two-dimensional outlines : review and further exploration. *Computers and Geosciences*, **15**, 2, 185-197.

**WOOD F.W.**, 1968. Psychophysical studies on the consistency of liquid foods. S.C.I. Monograph : Rheology and Texture of Foodstuffs, pp. 40-49.

**XIONG Y.L. et KINSELLA J.E.**, 1991. Influence of fat globule membrane composition and fat type on the rheological properties of milk based composite gels. II. Results. *Milchwissenschaft*, **46**, 4, 207-212.

**YOO B. et RAO M.A.**, 1994. Effect of unimodal particle size and pulp content on rheological properties of tomato puree. *J. Texture Stud.*, **25**, 421-436.

## *Annexes*



## *Annexes*

<i>Annexe 1</i> : questionnaire individuel d'analyse sensoriel.....	221
<i>Annexe 2</i> : Tests utilisés pour la sélection du jury .....	222
<i>Annexe 3</i> : Règles à respecter en analyse sensorielle .....	224
<i>Annexe 4</i> : Liste des dispersions alimentaires utilisées pour mettre en place les descripteurs de produits à consistance semi-solide .....	225
<i>Annexe 5</i> : Liste d'attributs texturaux et définitions des descripteurs .....	226
<i>Annexe 6</i> : Programme de génération des courbes de Weierstrass .....	229
<i>Annexe 7</i> : Courbes d'écoulement pour les dispersions expérimentales 1 à 12 .....	230
<i>Annexe 8</i> : Evolution des paramètres viscoélastiques des dispersions expérimentales 1 à 12.....	231
<i>Annexe 9</i> : Profils d'extrusion capillaire des dispersions 1 à 12 et agrandissement des profils.....	233
<i>Annexe 10</i> : Evolution de la fonction d'autocorrélation pour les dispersions expérimentales 1 à 12 .....	237
<i>Annexe 11</i> : Profils d'extrusion capillaire normalisés des dispersions 1 à 12 .....	238
<i>Annexe 12</i> : Graphes de Richardson des dispersions expérimentales 1 à 12 .....	240
<i>Annexe 13</i> : Spectres de puissance des dispersions expérimentales 1 à 12.....	242
<i>Annexe 14</i> : Profils sensoriels des dispersions expérimentales 1 à 12.....	244
<i>Annexe 15</i> : Evolution de la viscosité au cours du temps pour les dispersions commerciales à différentes vitesses de cisaillement.....	246

*Annexe 16* : Profil d'extrusion capillaire de la mayonnaise (3 répétitions) .....247

*Annexe 17* : Attracteurs du comportement à l'écoulement des dispersions  
expérimentales 1 à 12 et des dispersions commerciales .....248

## Annexe 1

### Questionnaire

Nom :  
Prénom :  
Adresse :  
Téléphone :  
Sexe :  
Date de naissance :  
Activité professionnelle :

#### Disponibilités

- 1 - Y a-t-il des jours de la semaine où vous n'êtes pas disponible régulièrement ?
- 2 - Serez-vous absent entre le 1<sup>er</sup> Juillet et le 30 Septembre ?

#### Santé

- 1 - Avez-vous ?
  - des problèmes dentaires (Ex. prothèse)
  - des rhumes ou sinusites fréquents
  - des affections buccales
  - des allergies alimentaires
  - d'autres problèmes pouvant affecter vos sens
- 2 - Prenez-vous régulièrement des médicaments qui affectent vos sens, en particulier votre goût et votre odorat ?

#### Habitudes alimentaires

- 1 - Suivez-vous régulièrement un régime basses calories ?  
Si oui, précisez :
- 2 - Quel(s) est (sont) votre (vos) aliment(s) préféré(s) ?
- 3 - Quel(s) est (sont) l'aliment (les aliments) que vous aimez le moins ?
- 4 - Quels aliments ne pouvez-vous pas manger ?
- 5 - Etes-vous agueusique à une ou plusieurs substances ?

#### Questionnaire

- 1 - L'analyse sensorielle vous semble-t-elle utile ? En quoi ?
- 2 - Avez-vous déjà effectué des tests de dégustation ?
- 3 - Aimez-vous les produits laitiers ?
- 4 - Fumez-vous ?
- 5 - Citez des aliments dont le goût se rapproche de celui du yaourt
- 6 - Comment décririez-vous la différence entre flaveur et texture ?
- 7 - Comment décririez-vous brièvement la différence entre croquant et croustillant ?
- 8 - Décrivez quelques-unes des flaveurs que l'on trouve dans un cracker à apéritif
- 9 - Citez des adjectifs relatifs à la texture d'un produit
- 10 - Comment décririez-vous, d'un point de vue textural, un petit-suisse ?

## Annexe 2

### Tests utilisés pour la sélection du jury

#### 1ère séance

1. Classez les produits présentés dans l'ordre croissant de leur viscosité puis attribuez leur une note de 1 à 9. La viscosité sera évaluée en bouche et à l'aide de la cuillère mise à votre disposition.

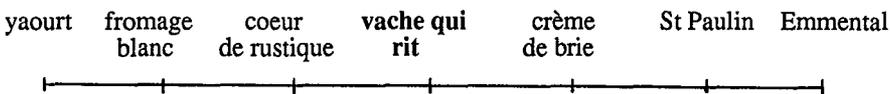
Produit à classer	Note attribuée à chaque produit suivant sa viscosité
eau	1
crème légère	2
crème épaisse	3
sirop d'érable	5
lait concentré sucré	8

**VISCOSITE:** La viscosité d'un fluide est due aux frottements intérieurs qui se produisent pendant l'écoulement de celui-ci. Un produit visqueux est épais et s'écoule avec difficulté dans la bouche.

2. Classez les produits fromagers sur une échelle de dureté.

La Vache qui rit est utilisée comme produit de référence et placée sur l'échelle. Les produits proposés seront donc placés par-rapport à cette référence.

La dureté sera évaluée en bouche et avec le couteau et la "tartine" mis à votre disposition.



2ème séance

3. Classez les produits présentés dans l'ordre croissant de leur dureté puis attribuez leur une note de 1 à 9, correspondant, selon-vous, à une valeur de dureté. La dureté sera évaluée en bouche.

Produit à classer suivant la dureté	Note attribuée à chaque produit suivant sa dureté
Petits-suisse	1
Olives	5
Cacahuètes cocktail	6
Carottes crues	7
Sucre candie	9

**DURETE:** en tant que caractéristique de la texture, qualifie un produit qui offre une résistance substantielle à la déformation ou à la rupture (NF V00-150, Juillet 1983)

4. Pour chaque produit, donner un ou plusieurs termes de texture couramment associés au produit.

Produit	Termes de texture les plus couramment associés au produit
1 - Orange	juteux, particules cellulaires
2 - Chips	croquant, croustillant, craquant
3 - Poire	juteux, granuleux, sablonneux
4 - Sucre cristallisé	cristallisé, dur grossier, fondant
5 - Figs sèches	granuleux, collant
6 - Fromage blanc	mou, crémeux, onctueux
7 - Sirop	liquide, sirupeux
8 - Caramel mou	collant, mou, pâteux, adhérent
9 - Carotte crue	dur, croquant

**TEXTURE:** ensemble des propriétés rhéologiques et de structure (géométrie et de surface) d'un produit alimentaire perceptible par les mécano-récepteurs, les récepteurs tactiles et éventuellement, par les récepteurs visuels et auditifs (NF V00-150, Juillet 1983)

## Annexe 3

### *Règles à respecter en analyse sensorielle*

Vous devez être objectif (ve) et ne pas tenir compte de vos affinités ou répulsions

#### *Avant la séance*

- ne pas fumer, consommer café, bonbons, chewing gums, ..., juste avant la dégustation
- éviter l'emploi d'after-shave, de parfum, ...
- éviter de se laver les mains avec un savon très parfumé
- ne pas utiliser de rouge à lèvres
- ne pas fumer dans la salle de dégustation
- signaler un état maladif, une grossesse
- être ponctuel
- prévenir en cas d'absence

#### *Pendant la séance*

- lire attentivement le questionnaire, vérifier qu'aucune question n'a été oubliée avant de quitter la salle
- ne pas hésiter à demander des explications si un point du protocole ou du questionnaire semble ambigu
- ne pas parler pendant le test
- ne pas influencer les autres dégustateurs
- pour bien déguster un produit, une petite quantité suffit. Si vous en prenez trop, vous vous "fatiguez" plus vite et pouvez déguster moins de produits.
- il est nécessaire de garder le produit en bouche quelques secondes puis de l'avaler, pour bien l'évaluer.
- entre deux échantillons, vous pouvez vous rincer la bouche, attendre un peu, si cela vous semble mieux.

## Annexe 4

*Dispersions alimentaires utilisées pour mettre en place la liste de descripteurs de produits à consistance semi-solide*

Pour chaque produit alimentaire un terme caractéristique ainsi que le type de perception.

Echantillon alimentaire	Propriété texturale caractéristique
Pâte au chocolat	Adhérent
Mousse au chocolat	Aéré
Pâte au chocolat	Collant
Purée de marron	Compact
Sirop	Coulant
Crème épaisse	Crémeux
Gélatine	Elastique
Purée de marron	Ferme
Miel liquide	Filant
Chocolat blanc	Fondant
Moutarde à l'ancienne	Granuleux
Beurre	Gras
Moutarde à l'ancienne	Hétérogène
Mayonnaise	Homogène
Huile	Huileux
Double concentré de tomates	Humide
Mayonnaise	Lisse
Crème de marron	Microhétérogène
Fromage blanc	Mou
Fromage blanc 40% de M.G.	Onctueux
Pâte au chocolat	Pâteux
Miel liquide	Recouvrant
Pâte au chocolat	Tartinable
Miel	Visqueux

<u>Termes relatifs à des caractéristiques mécaniques</u>	<u>Termes relatifs à la structure</u>		<u>Termes relatifs à des caractéristiques buccales</u>				
	relatifs à une taille de particules		relatifs à une forme ou l'orientation des particules				
ferme	firm	poudreux	powdery	feuilleté	flaky	sec	dry
dur	hard	fin	fine	filandreux	stringy	humide	wet
mou	soft	lisse	smooth	fibreux	fibrous	mouillé	wet
tendre	tender	crayeux	chalky	pulpeux	pulpy	liquide	liquid
flexible	yieldy	sablonneux	gritty	cellulaire	cellular	fluide	fluid
élastique	elastic	cendreux	gritty	aéré	aerated	juteux	juicy
caoutchouteux	rubbery	grossier	coarse	cristallin	crystalline	succulent	succulent
plastique	plastic	grumeleux	lumpy	spongieux	spongy	aqueux	aqueous
collant	sticky	farineux	mealy	gélatineux	gelatinous	sirupeux	syrupy
poisseux	sticky-tacky	pulvérulent		mousseux	mossy	huileux	oily
gluant	sticky-slimy	granuleux	grainy	vitreux	glassy	graisseux	greasy-fatty
adhésif	adhesive	floconneux	fluffy	gonflé	puffy	cireux	waxy
épais	thick	râpeux	rough	pâteux	pasty-coated	gluant	sticky-slimy
flexible	flexible	rêche	rough	plâtreux	plasty	visqueux	slimy
friable	crumbly	rugueux	rugged	poroux	porous	crèmeux	creamy
croquant	crunchy	cartonneux		microhétérogène	microheterogenous	onctueux	creamy-unctuous
craquant	crispy			hétérogène	heterogenous	moelleux	creamy-soft
croustillant	crusty			homogène	homogenous	velouté	velvety
visqueux	viscous			compact	compact-dense	gras	fat
fin	thin			cohésif	cohesive	ouateux	muffled
compressible	compressible					duveteux	fluffy
coulant	runny					léger	light
fragile	brittle					dilué	diluted
cassant	brittle					fuyant	getaway
résistant	though						
tartinable	spreadable						

Liste non exhaustive d'attributs texturaux

Annexe 5a

## Annexe 5b

## *Définitions de termes texturaux de produits à consistance pâteuse ou visqueuse*

**Adhérent:** substance qui tend à adhérer aux surfaces avec lesquelles elle est en contact, spécialement le palais, les dents et la langue pendant la mastication (JOWITT, 1974) (*Ex: pâte au chocolat*)

**Aéré:** produit solide ou semi-solide qui possède une texture où la structure prédominante est formée de trous disposés de manière régulière ou non telle qu'une mousse ou un produit poreux (JOWITT, 1974) (*Ex: mousse au chocolat*)

**Cohésif:** capacité d'un produit alimentaire à se déformer (de façon réversible ou irréversible) avant rupture (*Ex: chewing-gum*)

**Collant:** sensation tactile due à un produit pâteux, collant entre les doigts (JOWITT, 1974) (*Ex: miel*)

**Compact:** se dit d'un aliment solide qui forme un bloc (dont les éléments sont très rapprochés les uns des autres) (MIOCHE et TOURAILLE, 1990) (*Ex: crème de marron*)

**Compressible:** se dit d'un produit capable de diminuer de volume sous l'effet d'une contrainte manuelle ou en bouche (LAROUSSE, 1989) (*Ex: chamallow*)

**Coulant:** se dit d'un produit liquide, fluide, qui coule facilement. Caractéristique perçue visuellement (LAROUSSE, 1989) (*Ex: miel*)

**Craveux (poudreux):** qui possède une texture due à la présence ou à la facilité de faire apparaître de très petites particules (JOWITT, 1974) (*Ex: biscuits sablés*)

**Crémeux:** se dit d'une denrée produisant une sensation dans la cavité buccale analogue à celle d'un liquide épais, lisse et miscible (JOWITT, 1974) (*Ex: crème épaisse*)

**Desséchant:** se dit d'un produit qui dessèche, diminue la teneur en eau dans la bouche (LAROUSSE, 1989) (*Ex: biscuit à la cuillère*)

**Elastique:** élasticité; tendance d'un corps à reprendre la forme et les dimensions qu'il avait avant d'être soumis à une contrainte, lorsqu'on supprime cette contrainte (PERSOZ, 1969) (*Ex: gélatine*)

**Ferme:** qualifie un produit qui offre, lors de la mastication ou lors de l'application manuelle d'une contrainte, une résistance modérée à la rupture (AFNOR) (*Ex: vache qui rit*)

**Filant:** qui coule lentement sans se diviser et s'allonge en une sorte de fil continu (ROBERT, 1990) (*Ex: yaourt brassé*)

## Annexe 5b (suite)

**Fondant:** solide ou semi-solide qui passe à l'état liquide (CNERNA, 1962) (*Ex: crème glacée*)

**Granuleux:** qui se présente visuellement, en bouche et au toucher en petits grains plus ou moins durs (CNERNA, 1962) (*Ex: figue*)

**Gras:** état de ce qui est dans la bouche onctueux, épais, glissant (CNERNA, 1962) (*Ex: beurre*)

**Hétérogène:** se dit d'un ensemble qui manque d'unité, qui est composé d'éléments de nature différente (LAROUSSE, 1989) (*Ex: chocolat au riz*)

**Homogène:** se dit d'une substance, d'un mélange dont la composition et la structure sont les mêmes en tout point (LAROUSSE, 1989) (*Ex: mayonnaise*)

**Huileux:** qui évoque l'huile par son aspect (état de surface) et sa consistance (en bouche) (LAROUSSE, 1989) (*Ex: huile*)

**Humide:** quantité d'eau perçue visuellement à la surface d'un solide ou salive absorbée durant la mastication (MIOCHE et TOURAILLE, 1990) (*Ex: double concentré de tomates*)

**Lisse:** qui n'offre pas d'aspérité au toucher et en bouche (ROBERT, 1977) (*Ex: mayonnaise*)

**Microhétérogène:** se dit d'un produit qui possède un état de surface homogène mais qui dans la bouche possède une texture légèrement hétérogène. (*Ex:* )

**Mou:** qualifie un produit qui offre, lors de la mastication ou au toucher, une faible résistance à la déformation (AFNOR) (*Ex: petits-suisses*)

**Onctueux:** sensation provoquée sur la langue et le palais par un semi-solide et analogue à celle d'une crème sur la peau (CNERNA, 1962) (*Ex: fromage blanc*)

**Pâteux:** qui se présente dans la bouche avec la consistance tactile d'une pâte ou le devient après salivation (CNERNA, 1962) (*Ex: Pâte au chocolat*)

**Recouvrant (nappant):** quantité de film laissé sur les surfaces buccales (*Ex: Miel*)

**Tartinable:** se dit d'une substance alimentaire qu'on peut facilement tartiner (substance apte à l'étalement) (LAROUSSE, 1989) (*Ex: pâte au chocolat*)

**Vaseux:** qui provoque une impression de glissement lent et humide sur les surfaces de la cavité buccale (JOWITT, 1974) (*Ex:* )

**Velouté:** doux au toucher comme du velours (ROBERT, 1990) (*Ex: peau de pêche*)

**Visqueux:** qui est épais et s'écoule avec difficulté; qui est mou et adhère en formant une couche gluante (ROBERT, 1990) (*Ex: miel*)

## Annexe 6

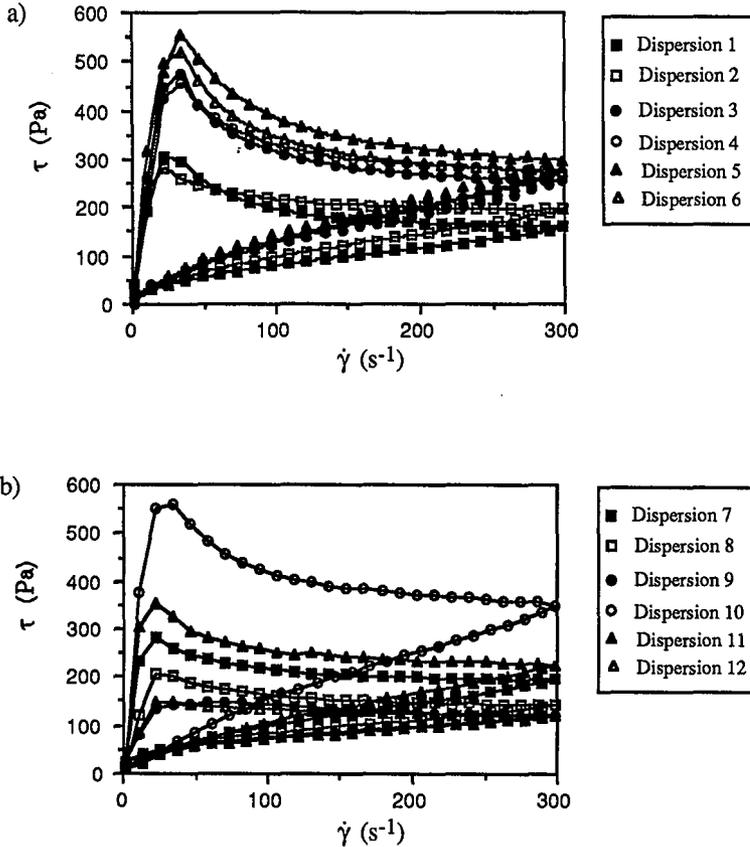
## Génération de courbes de Weierstrass en langage Quick C

```

/* VOLUME.C: Génération de fonctions de Weierstrass.*/
# include <stdio.h>
# include <math.h>
# include <float.h>
# include <stdlib.h>
# include <pgchart.h>
# include <graph.h>
# include <conio.h>
# include <string.h>
double y[201];
int i;
float f(float X)
{
    int j;
    for (j=1; j<33; j++)
        y[j]=y[j]+(sin(pow(2,j)*X)/(pow(2,0.25*j)));
}
main()
{
    int a;
    float x[201];
    x[0]=0;
    for (i=1; i<202; i++)
        x[i]=x[i-1]+0,002;
    for (i=0; i<201; i++)
    {
        f(x[i]);
        printf("x[%d]=%.23f y[%d]=%.23f", i, x[i], i, y[i]);
    }
    /* représentation graphique */
    _clearscreen (_GCLEARSCREEN);
    _setvideomode (_VRES16COLOR);
    _setviewport (0,0,600,250);
    _setwindow (1,0,0,600,250);
    _moveto_w (0,0);
    _lineto_w (0,250);
    _moveto_w (0,0);
    _lineto_w (600,0);
    _moveto_w (0,0);
    _setcolor (3);
    for (i=0; i<202; i++)
        - lineto_w (1500*x[i], 100*y[i]);
    getch ();
}

```

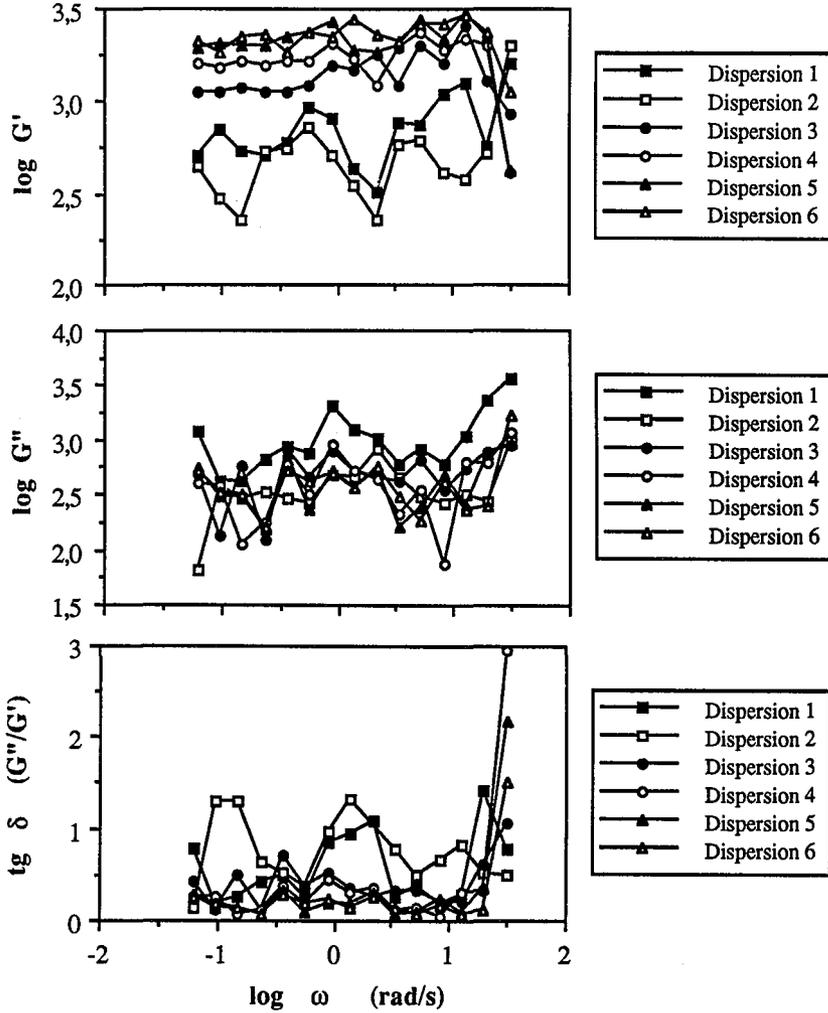
## Annexe 7



Annexe 7 : Evolution de la contrainte de cisaillement ( $\tau$ , Pa) pour une vitesse de cisaillement variable ( $\dot{\gamma}$ ,  $s^{-1}$ ) pour les dispersions 1 à 6 (a) et 7 à 12 (b)

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

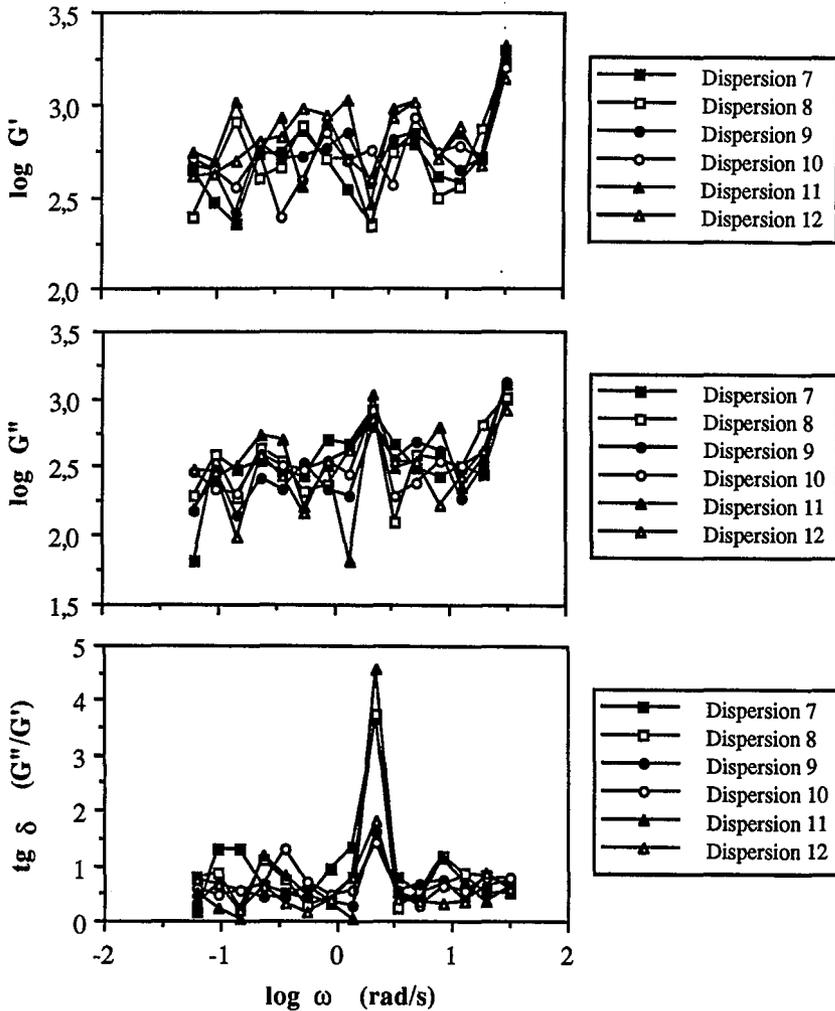
## Annexe 8a



Annexe 8a : Influence de la pression d'homogénéisation sur les paramètres viscoélastiques dynamiques mesurés sur les dispersions 1 à 6

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS

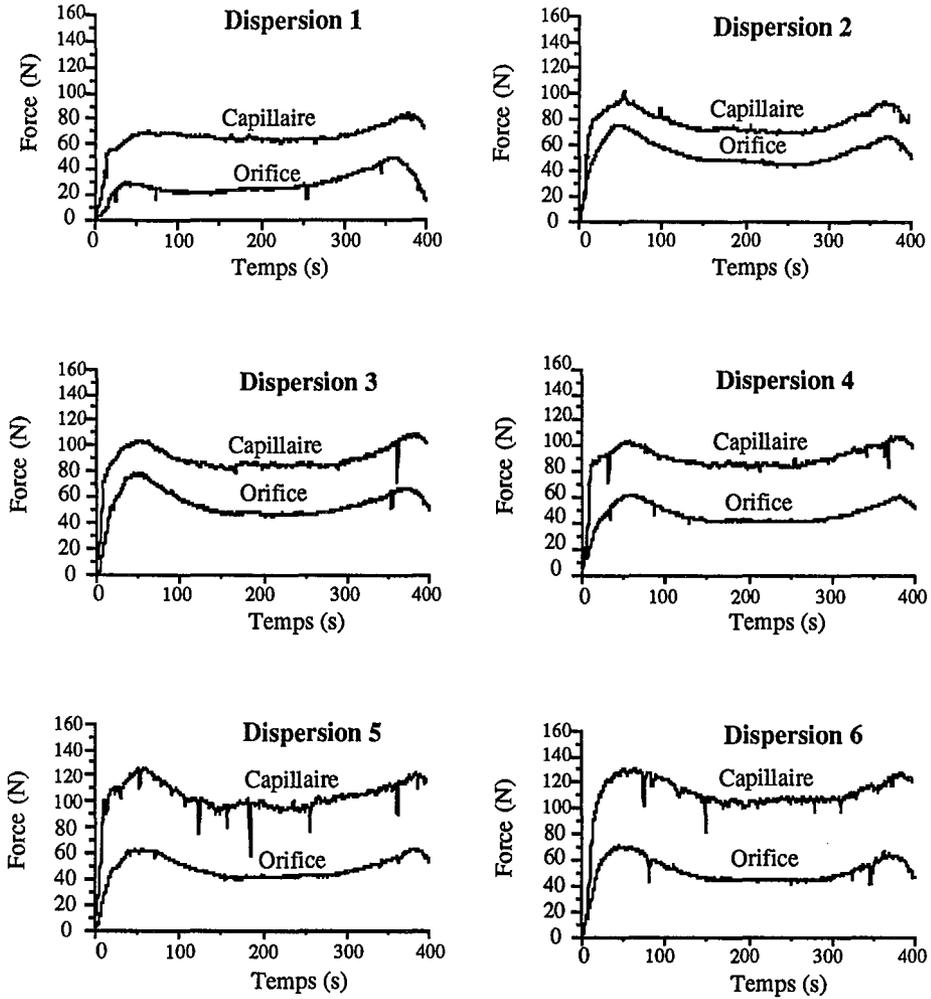
## Annexe 8b



Annexe 8b : Influence des proportions en MG et MS sur les paramètres viscoélastiques dynamiques mesurés sur les dispersions 7 à 12

Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

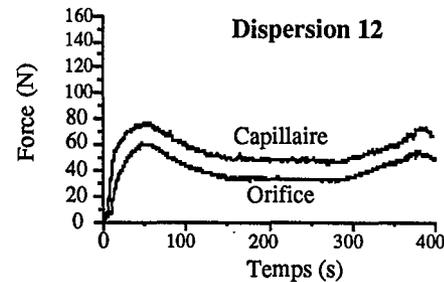
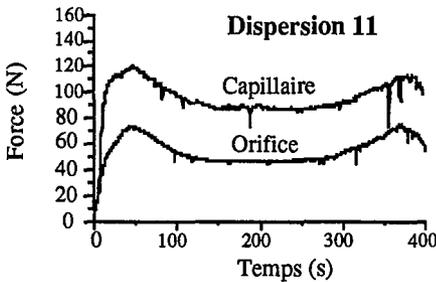
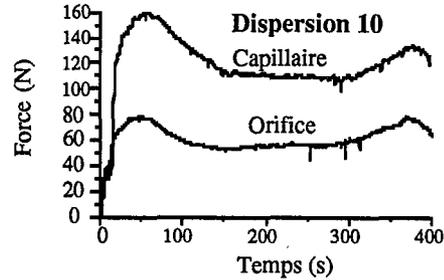
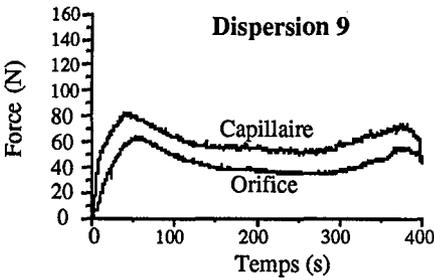
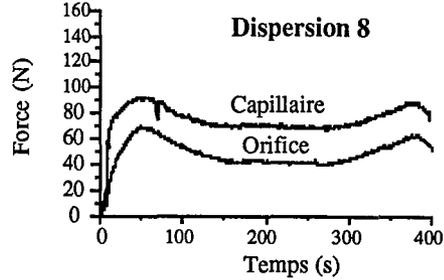
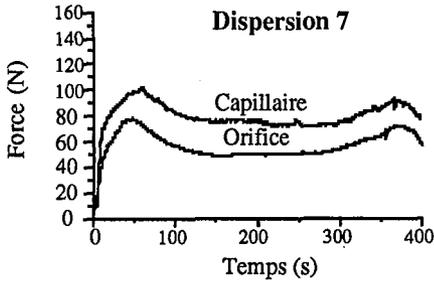
## Annexe 9a



Annexe 9a : Profils en extrusion des dispersions 1 à 6

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS

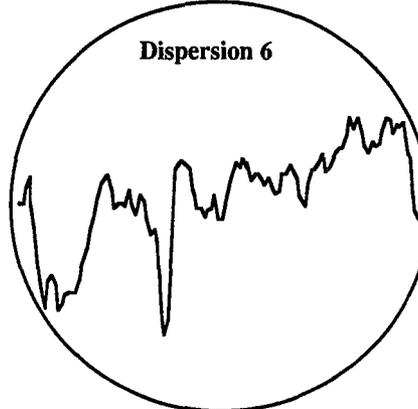
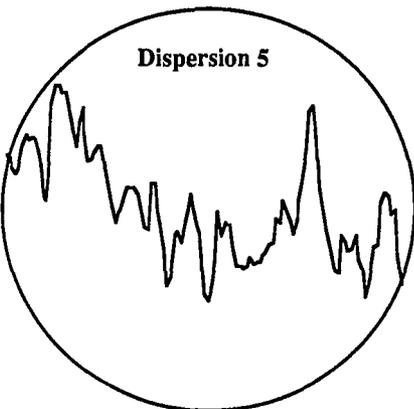
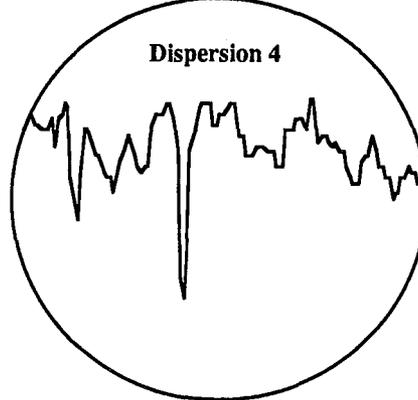
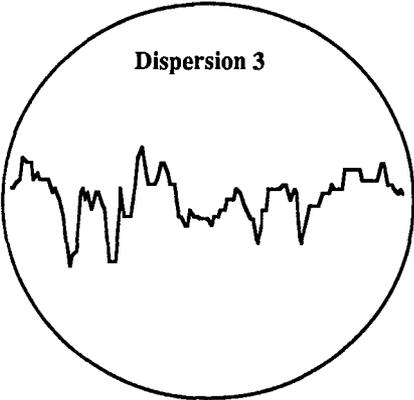
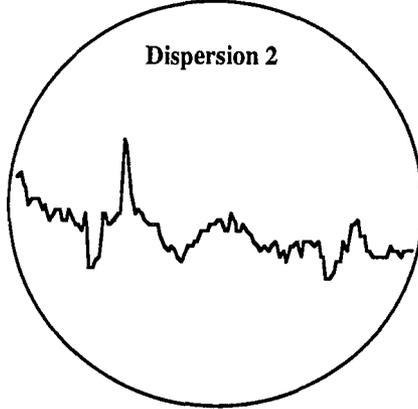
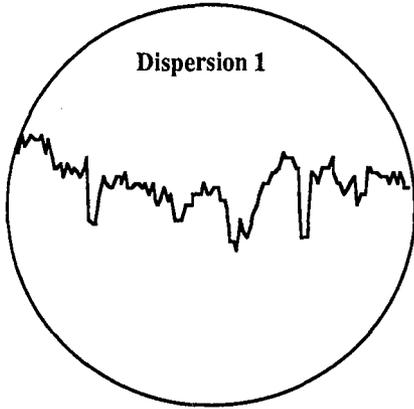
## Annexe 9b



Annexe 9b : Profils en extrusion des dispersions 7 à 12

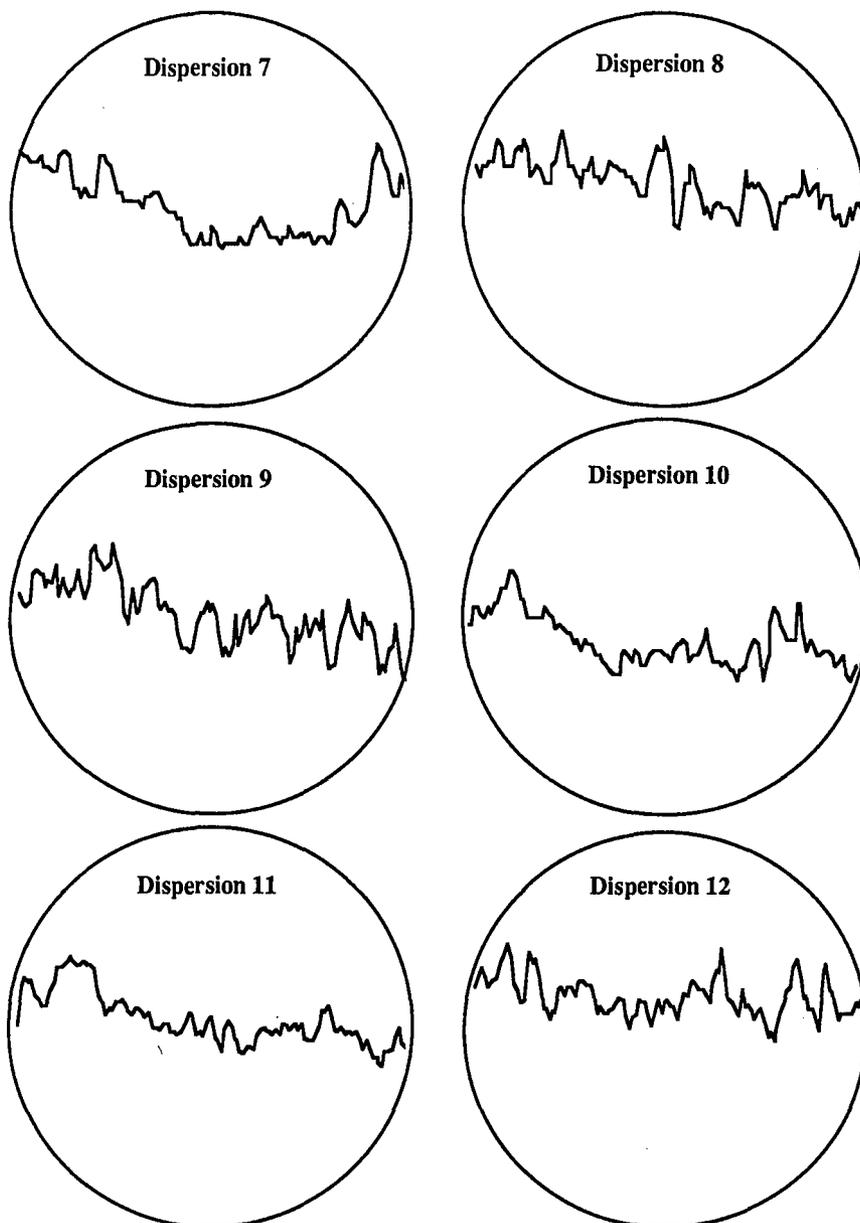
Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

Annexe 9c



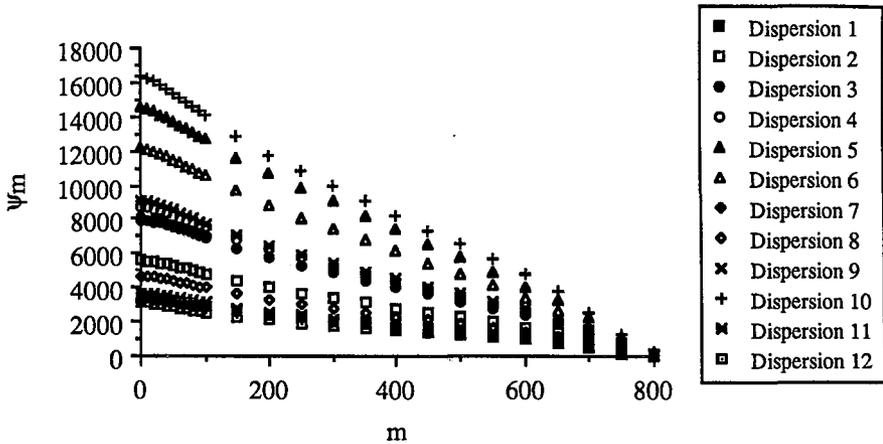
Annexe 9c : Agrandissement d'une partie des profils en extrusion capillaire des dispersions 1 à 6

Annexe 9d



Annexe 9d : Agrandissement d'une partie des profils en extrusion capillaire des dispersions 7 à 12

## Annexe 10

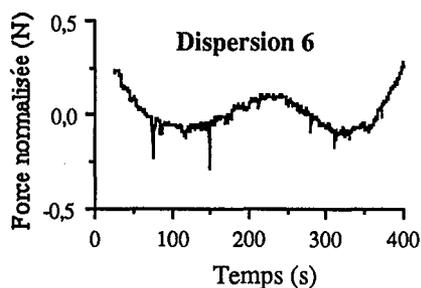
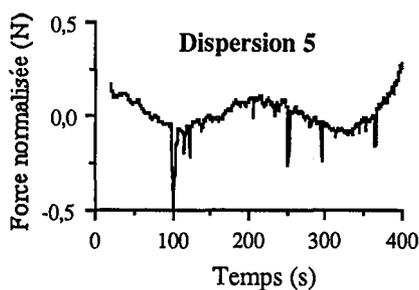
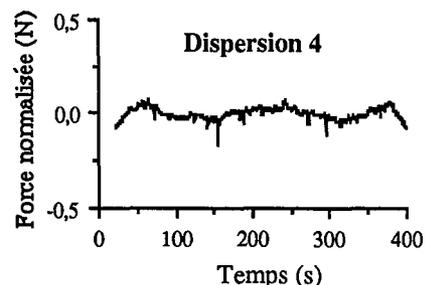
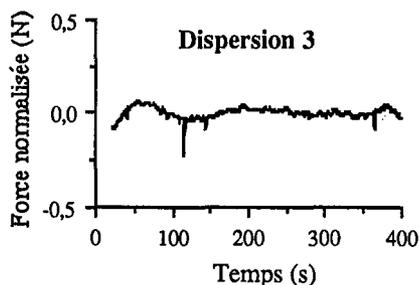
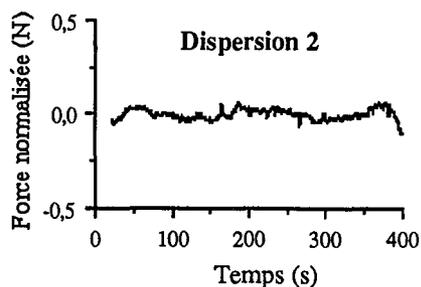
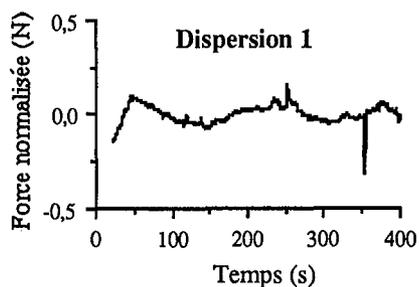


Annexe 10 : Evolution de la fonction d'autocorrélation

$\psi_m$  en fonction de  $m$  pour les dispersions expérimentales 1 à 12.

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

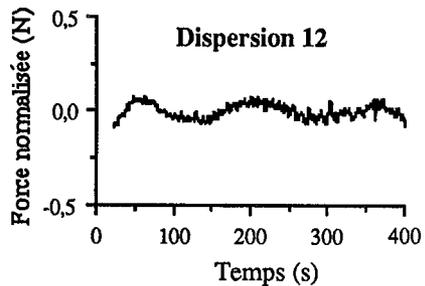
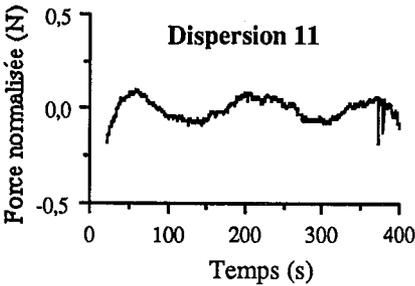
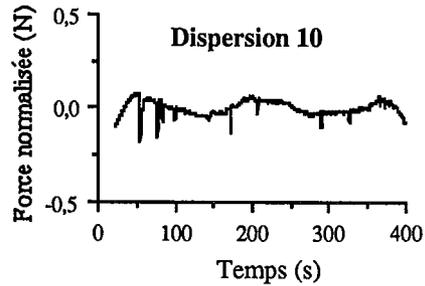
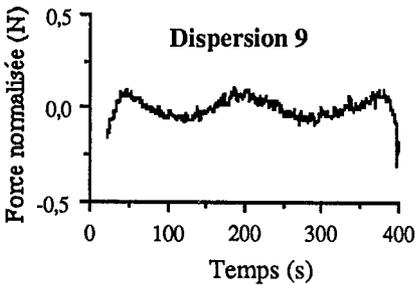
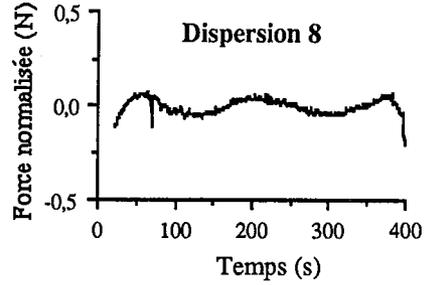
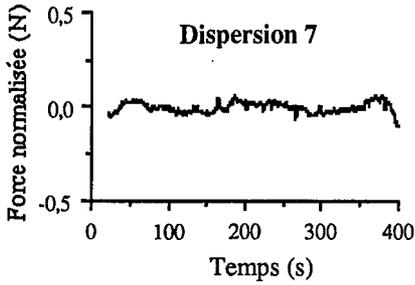
## Annexe 11a



Annexe 11a : Courbes d'extrusion capillaire des dispersions 1 à 6 normalisées par un polynôme de degré 4

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS

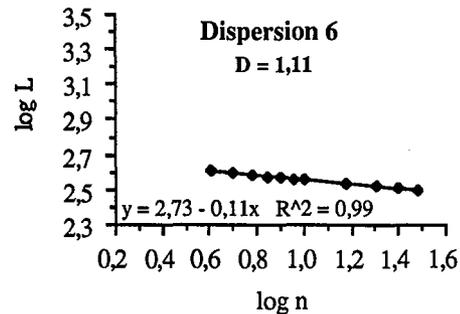
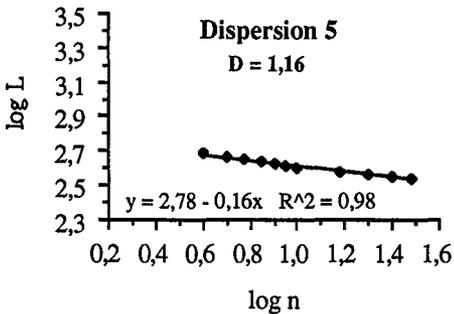
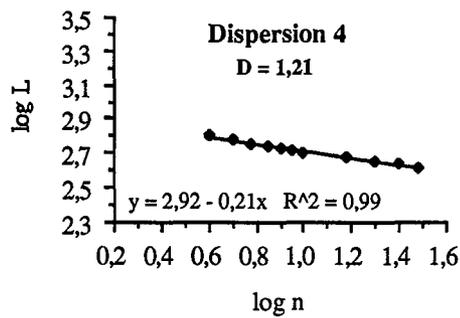
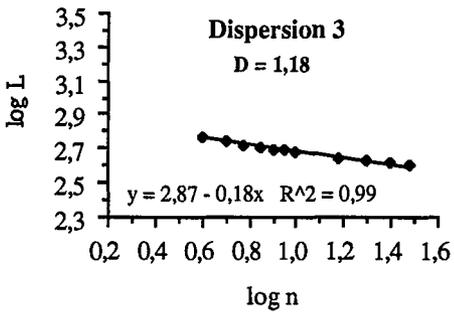
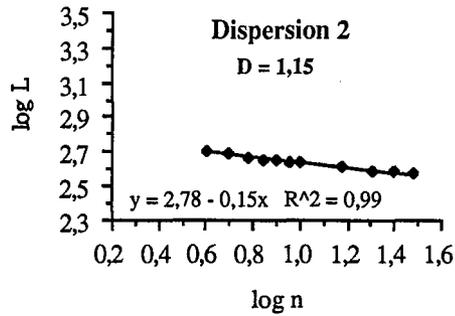
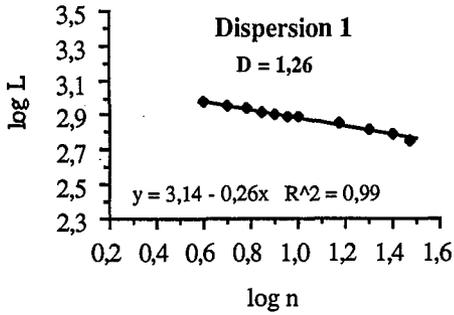
## Annexe 11b



Annexe 11b : Courbes d'extrusion capillaire des dispersions 7 à 12 normalisées par un polynôme de degré 4

Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

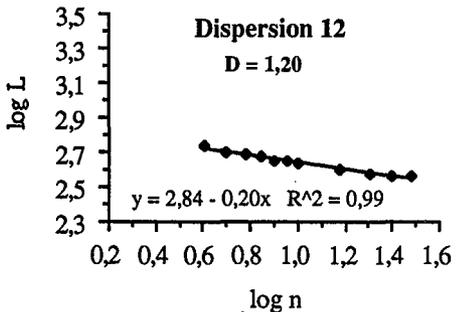
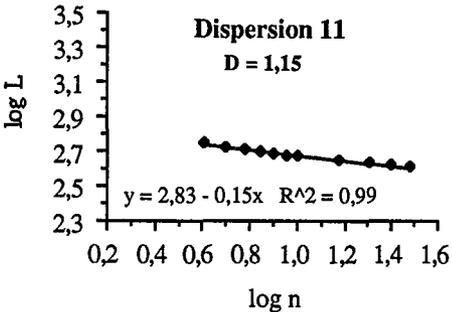
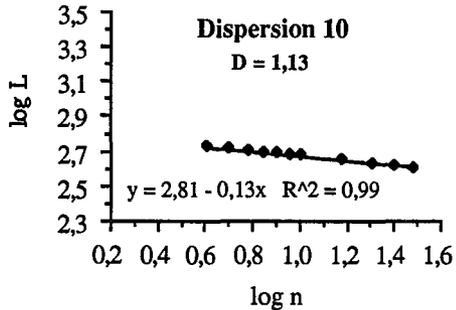
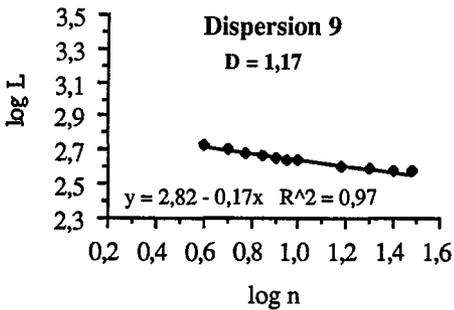
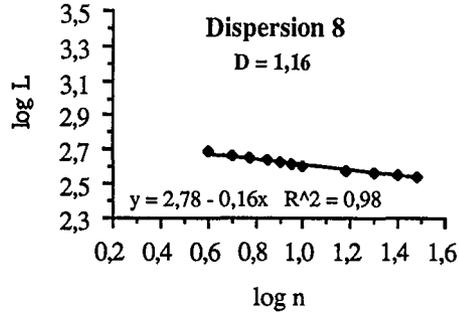
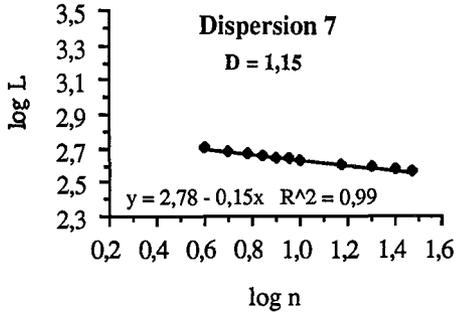
## Annexe 12a



Annexe 12a : Graphes de Richardson permettant d'obtenir  
les dimensions fractales pour les dispersions 1 à 6

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS

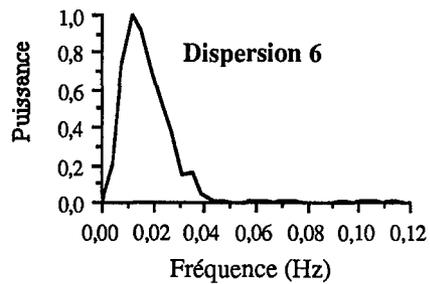
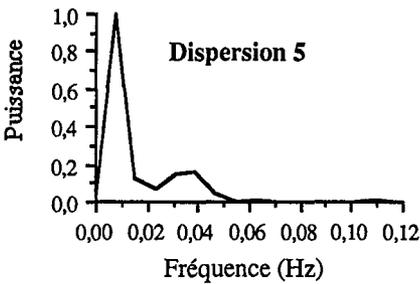
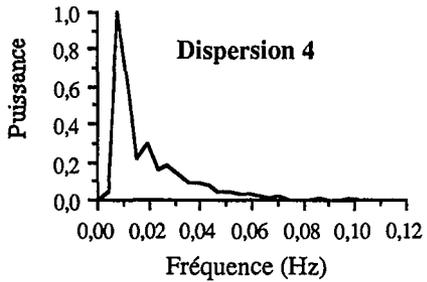
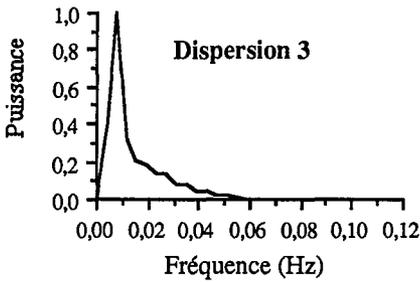
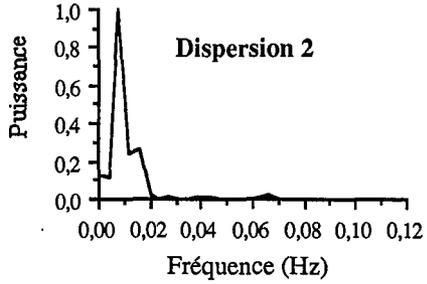
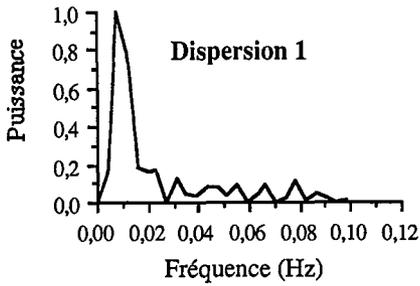
## Annexe 12b



Annexe 12b : Graphes de Richardson permettant d'obtenir  
les dimensions fractales pour les dispersions 7 à 12

Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

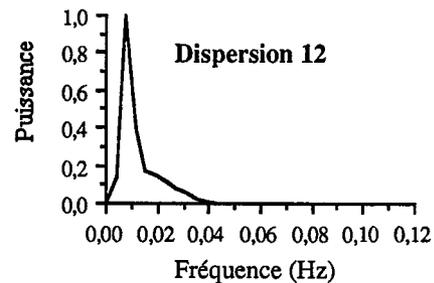
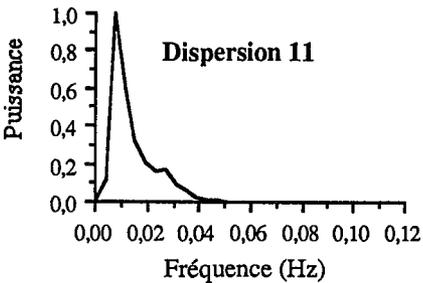
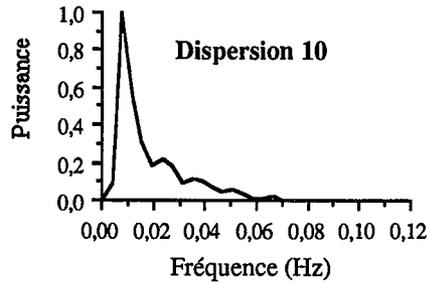
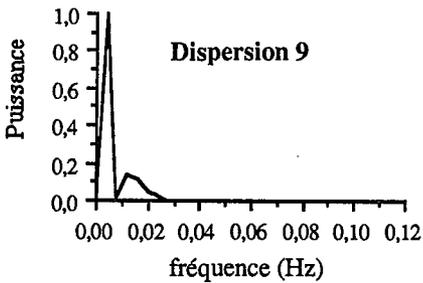
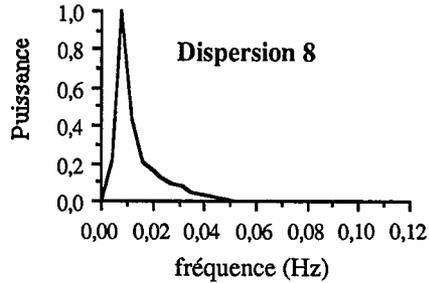
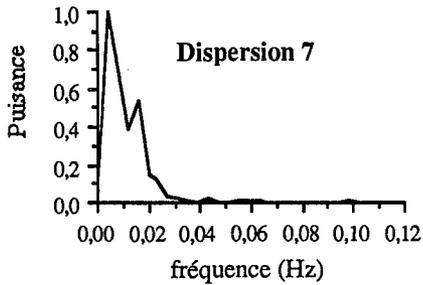
## Annexe 13a



Annexe 13a : Spectres de puissance des dispersions 1 à 6

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS

## Annexe 13b



Annexe 13b : Spectres de puissance des dispersions 7 à 12

Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

## Annexe 14a

<p>Dispersion 1</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>	<p>Dispersion 2</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>
<p>Dispersion 3</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>	<p>Dispersion 4</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>
<p>Dispersion 5</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>	<p>Dispersion 6</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>

Annexe 14a : Profils sensoriels établis sur 4 critères sur une échelle de 0 à 5 pour les dispersions expérimentales 1 à 6

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS

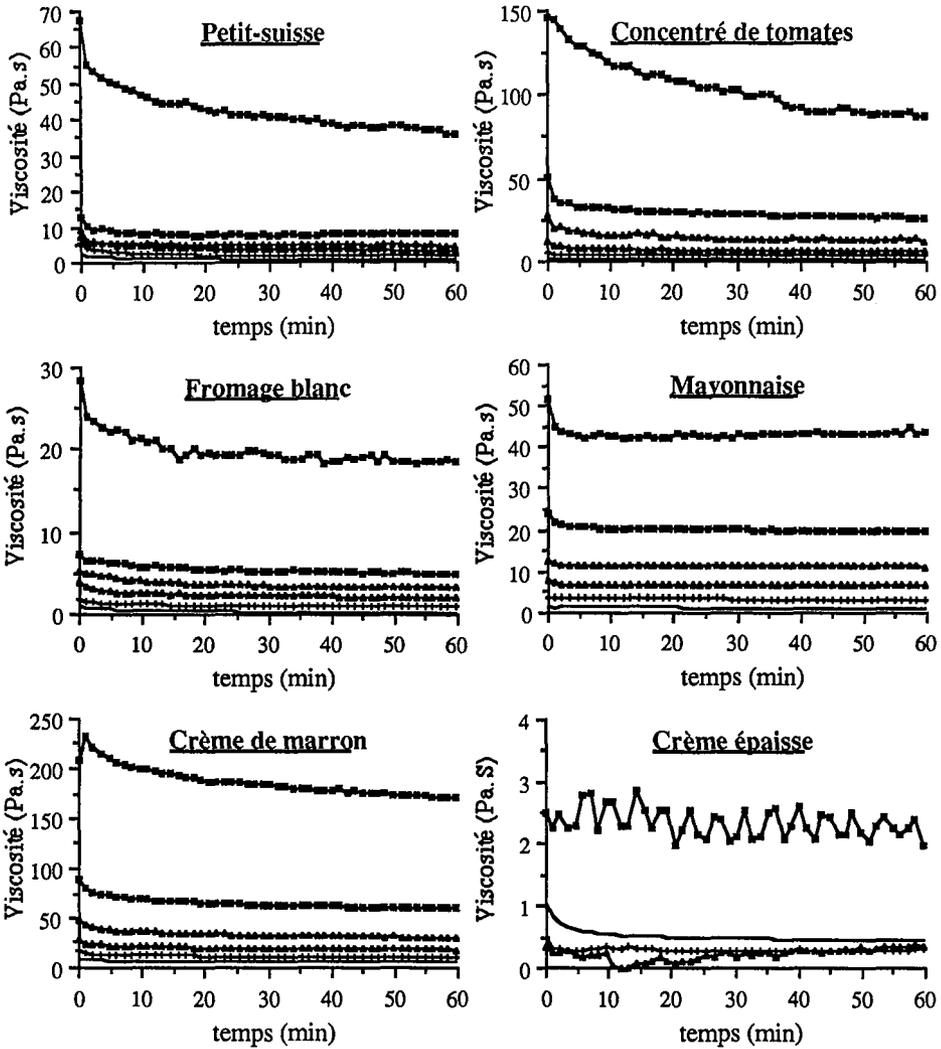
## Annexe 14b

<p>Dispersion 7</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>	<p>Dispersion 8</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>
<p>Dispersion 9</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>	<p>Dispersion 10</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>
<p>Dispersion 11</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>	<p>Dispersion 12</p> <p>Lisse</p> <p>Homogène  Mou</p> <p>Collant</p>

Annexe 14b : Profils sensoriels établis sur 4 critères sur une échelle de 0 à 5 pour les dispersions expérimentales 7 à 12

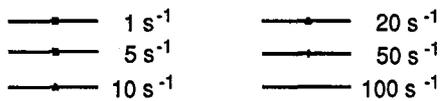
Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS

## Annexe 15

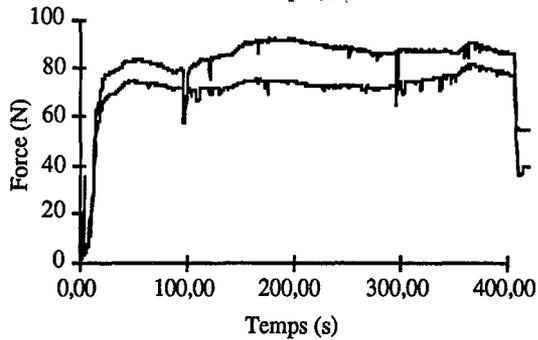
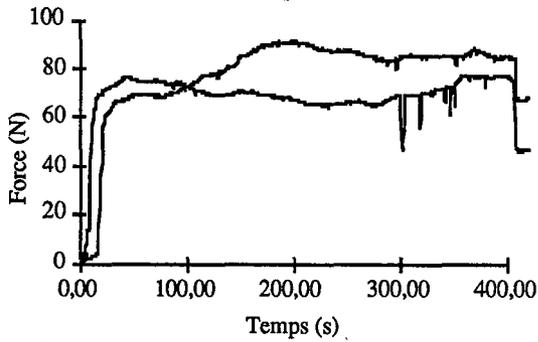
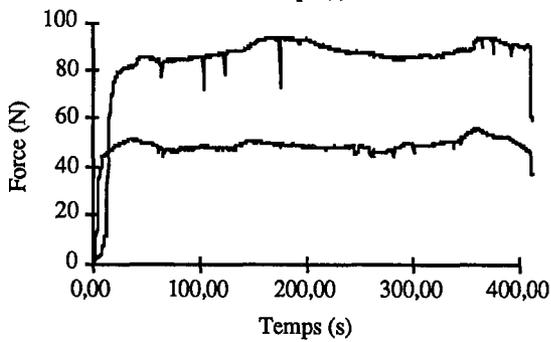
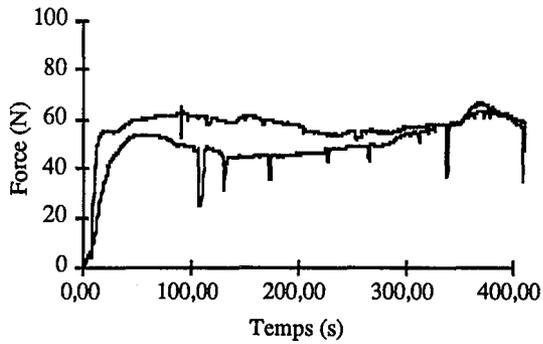


Annexe 15 : Viscosité en fonction du temps de cisaillement pour les dispersions commerciales à 10°C à différentes vitesses de cisaillement

Vitesse de cisaillement imposée :

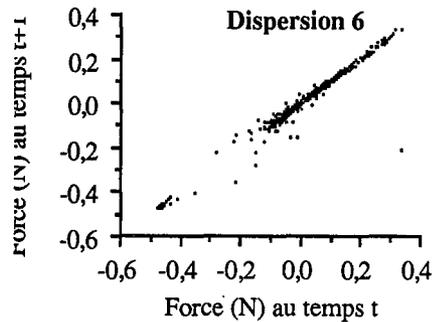
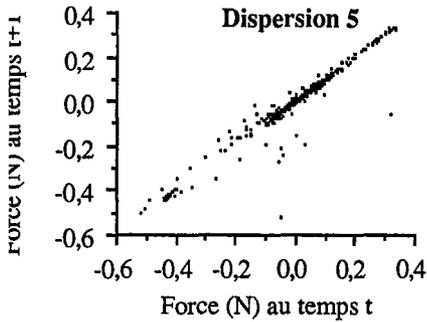
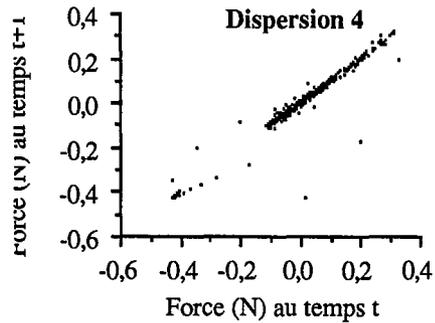
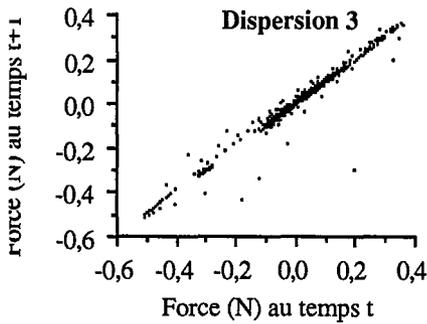
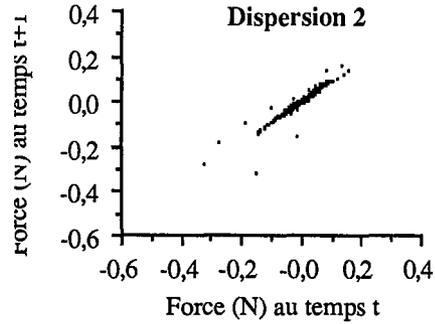
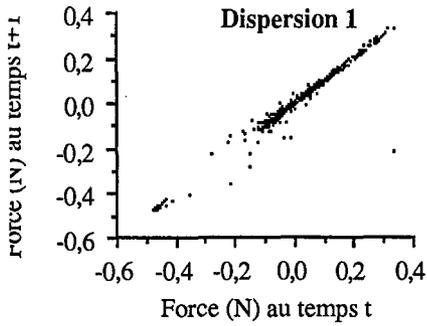


## Annexe 16



Annexe 16 : Répétition de 4 mesures en extrusion capillaire pour la mayonnaise

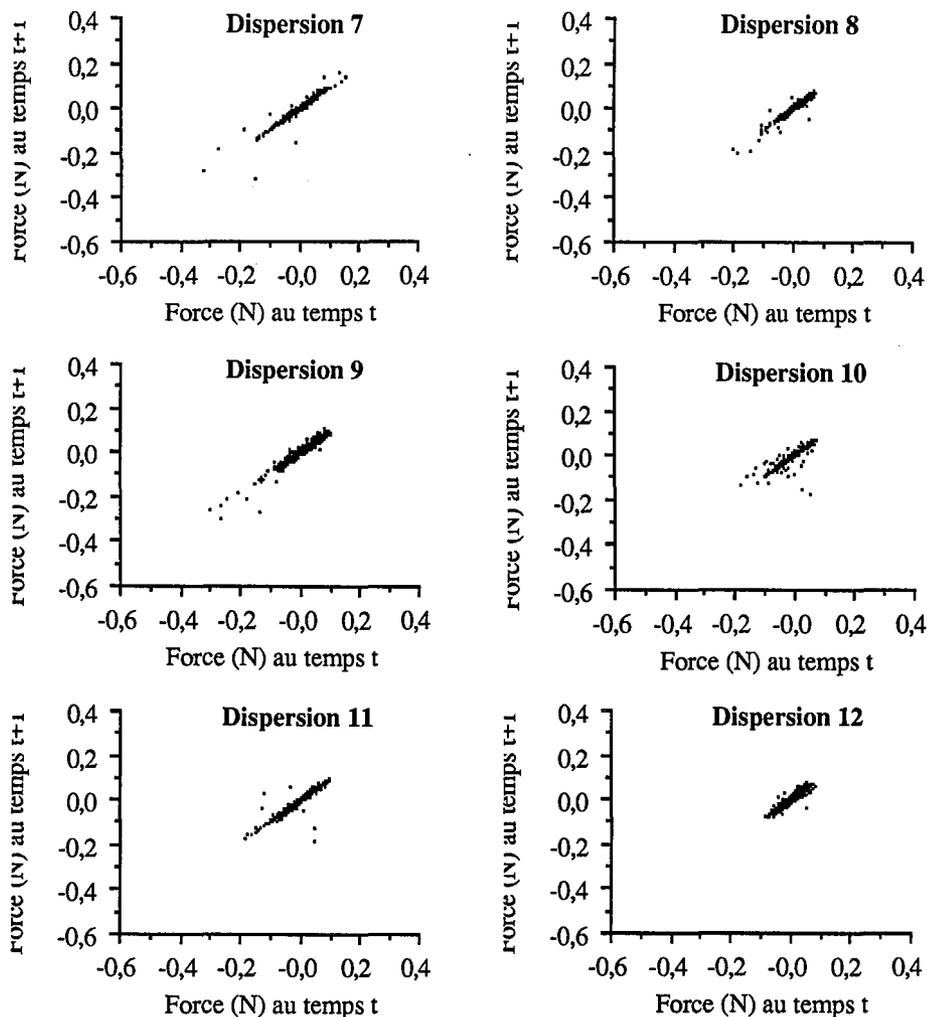
## Annexe 17a



Annexe 17a : attracteurs des dispersions 1 à 6 obtenus à partir des profils en extrusion capillaire normalisés

Dispersion 1 : 4 MPa, 1 passe, 15,1% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 2 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 3 : 15 MPa, 3 passes, 14,9% de MG, 38,9% de MS  
 Dispersion 4 : 15 MPa, 4 passes, 14,7% de MG, 39,3% de MS  
 Dispersion 5 : 20 MPa, 4 passes, 15,2% de MG, 38,4% de MS  
 Dispersion 6 : 25 MPa, 4 passes, 16,9% de MG, 38,9% de MS

## Annexe 17b

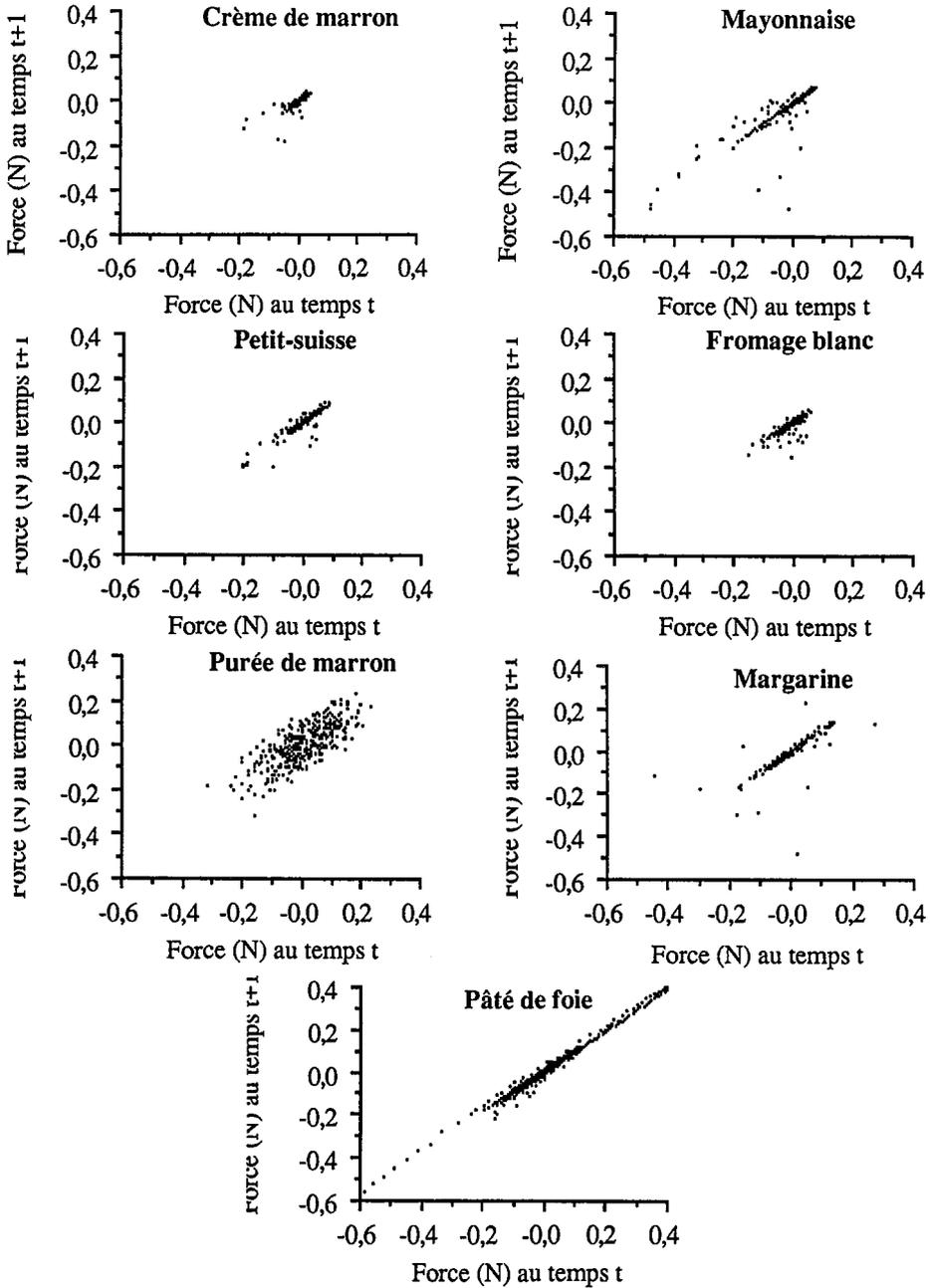


Annexe 17b : attracteurs des dispersions 7 à 12 obtenus  
à partir des profils en extrusion capillaire normalisés

Dispersion 7 : 10 MPa, 2 passes, 17,8% de MG, 38,8% de MS  
 Dispersion 8 : 10 MPa, 2 passes, 14,5% de MG, 34,9% de MS  
 Dispersion 9 : 10 MPa, 2 passes, 10,5% de MG, 30,8% de MS  
 Dispersion 10 : 10 MPa, 2 passes, 15,9% de MG, 42,3% de MS  
 Dispersion 11 : 10 MPa, 2 passes, 14,8% de MG, 39,7% de MS  
 Dispersion 12 : 10 MPa, 2 passes, 11,3% de MG, 32,4% de MS



## Annexe 17c



Annexe 17c : attracteurs des dispersions réelles obtenus à partir des profils en extrusion capillaire normalisés



**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE  
DE LORRAINE**

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

**Monsieur CUVELIER Gérard, Professeur, ENSIA Massy,  
Monsieur SAUVAGEOT François, Docteur ès Sciences, ENSBANA Dijon.**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Mademoiselle MAURER Karine**

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,  
une thèse intitulée :

**"Etude rhéologique et texturale de dispersions alimentaires. Essai de  
quantification de leur complexité structurale au moyen du concept de  
géométrie fractale".**

en vue de l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE  
LORRAINE**

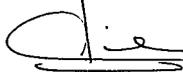
Spécialité : **"BIOTECHNOLOGIES & INDUSTRIES ALIMENTAIRES"**

NANCY BRABOIS  
2, AVENUE DE LA  
FORET-DE-HAYE  
BOITE POSTALE 3  
F - 5 4 5 0 1  
VANDŒUVRE CEDEX

Fait à Vandoeuvre le, **3 Janvier 1996**

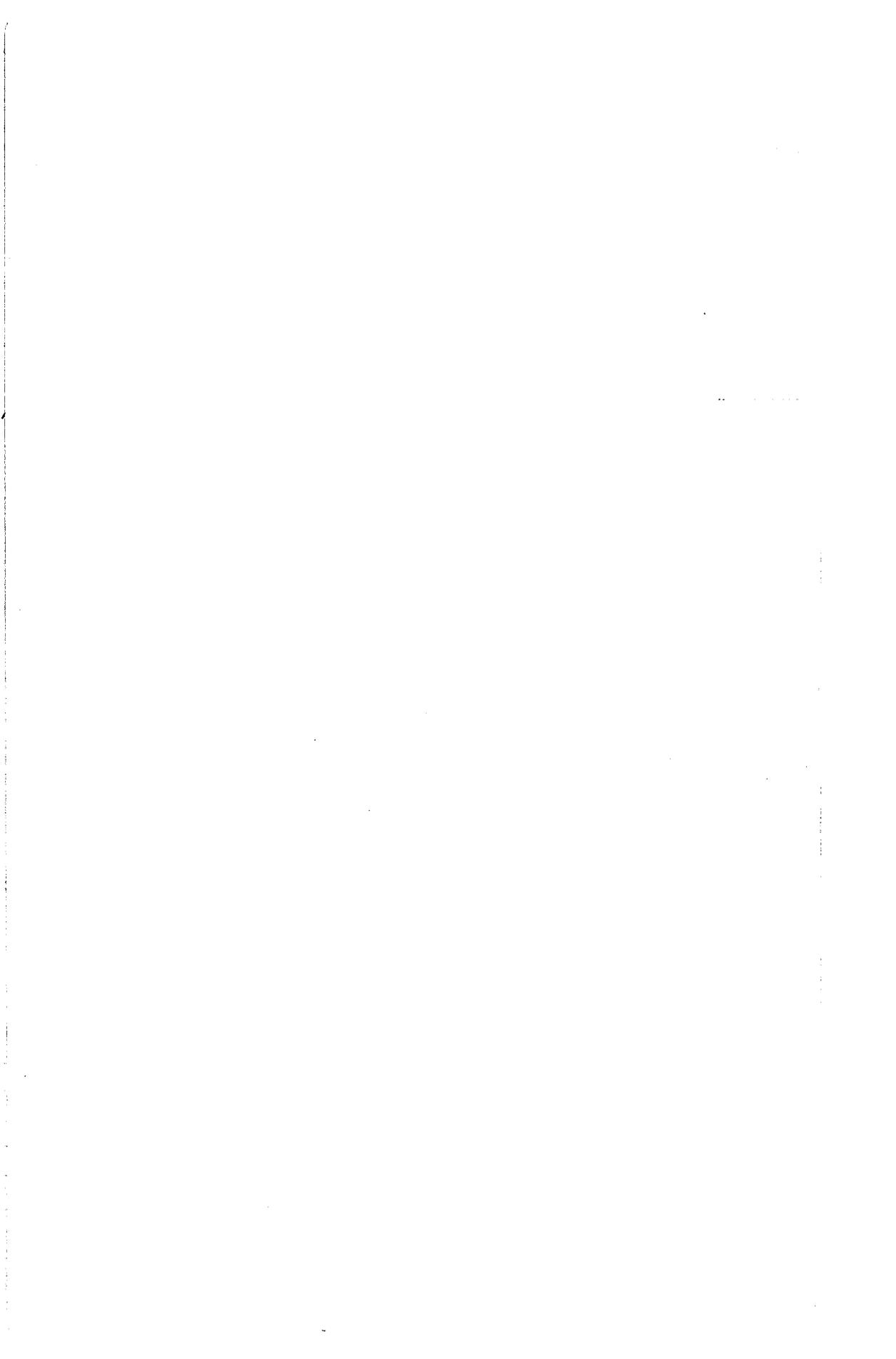
Le Président de l'I.N.P.L.

M. LUCIUS



**Service Commun de la Documentation  
INPL  
Nancy-Brabois**

TEL. 33/83.59.59.59  
FAX. 33/83.59.59.55



**Résumé :** Sur le plan sensoriel, les matériaux complexes et souvent hétérogènes que sont les dispersions alimentaires sont caractérisées par des propriétés telles que l'onctuosité et le caractère lisse. L'objectif de ce travail a été de mettre au point des méthodes d'observation de la complexité de cette catégorie de produits alimentaires. Dans un premier temps, on a caractérisé des dispersions modèles de type fromages frais puis des dispersions commerciales par des mesures de viscoélasticité, d'écoulement et d'analyse sensorielle. Dans un deuxième temps, des méthodes faisant appel au concept de géométrie fractale et de l'analyse de Fourier ont été mises au point pour quantifier leur complexité structurale. Enfin, des corrélations statistiques ont été établies entre les propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles de ces dispersions. Il est apparu, notamment, que les caractères "mou", "adhérent" et "gras" étaient respectivement corrélés à la contrainte d'extrusion capillaire, au seuil d'écoulement statique et à la teneur en matière grasse. Les profils d'extrusion capillaire traités par analyse de Fourier ou par la géométrie fractale fournissent des paramètres (amplitude spectrale, dimension fractale) dont on a montré qu'ils étaient corrélés avec les critères sensoriels (lisse, onctueux, gras, homogène). Par ailleurs, une première approche des relations entre la dimension fractale et un paramètre structural des dispersions (étendue de taille des particules dispersées) a permis de conclure sur l'intérêt de l'utilisation de ces concepts mathématiques pour faire la liaison entre la structure des matériaux alimentaires et leurs propriétés texturales.

---

**Abstract :** From the sensorial point of view, food dispersions which are complex and often heterogeneous materials are featured by properties such as creaminess and smoothness. The purpose of this work was to develop methods to observe the complexity of this category of food products. Firstly, model dispersion type fresh cheese and commercial dispersions were featured by the measure of viscoelasticity, flow properties and sensorial quantification. Secondly, methods using the fractal geometry concept and the Fourier analysis were developed to quantify their structure heterogeneity. Finally, statistical correlations between the structural, rheological and sensorial properties of these dispersions were established. 'Soft', 'adhesive' and 'fat' sensory characteristics are correlated with the capillary extrusion stress, the static yield value and the fat content respectively. The quantification of capillary extrusion profiles by the fractal geometry concept and the Fourier analysis gives parameters (spectrum magnitude, fractal dimension) which are correlated with sensory characteristics (smooth, onctuous, fat and homogeneous).

A first approach of relationships between fractal dimension and a structural parameter of the food dispersions (size distribution of dispersed particles) showed the interest of mathematical concepts to relate the structure of food materials with their textural properties.