



HAL
open science

Compréhension et modélisation des phénomènes physiques régissant la libération des stimuli orosensoriels

Clément de Loubens

► **To cite this version:**

Clément de Loubens. Compréhension et modélisation des phénomènes physiques régissant la libération des stimuli orosensoriels. Biomécanique [physics.med-ph]. AgroParisTech, 2010. Français. NNT : 2010AGPT0074 . pastel-00560501

HAL Id: pastel-00560501

<https://pastel.hal.science/pastel-00560501>

Submitted on 28 Jan 2011

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.



Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

L'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (AgroParisTech)

Spécialité : Sciences pour l'ingénieur

Soutenue le 26 novembre 2010

Clément de LOUBENS

Compréhension et modélisation des phénomènes physiques régissant la libération des stimuli orosensoriels

Directeurs de thèse : **Isabelle SOUCHON, Albert MAGNIN**

Jury

M. Patrice FLAUD, Professeur, Université Paris 7, Paris
M. Guy DELLA VALLE, Ingénieur de Recherche, INRA, Nantes
M. Cristian TRELEA, Professeur, AgroParisTech, Grignon
M. Michel NARDIN, Directeur de Recherche, CNRS, Mulhouse
M. Christoph HARTMANN, Groupe Leader, CRN Nestlé, Lausanne, Suisse
Mme Isabelle SOUCHON, Directrice de Recherche, INRA, Grignon
M. Albert MAGNIN, Directeur de Recherche, CNRS, Grenoble
M. Eric VERIN, Maître de Conférences, CHU de Rouen, Rouen

Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Directrice de thèse
Directeur de thèse
Membre invité

*A Tante Lise et Tonton Pierre,
« Prends ton temps pour manger »*

Remerciements

Je tiens à remercier Patrice Flaud, Professeur à Paris 7, et Guy Della Valle, Ingénieur de Recherche à l'INRA, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.

Je remercie Michel Nardin, Directeur de Recherche au CNRS, Christoph Hartmann, Groupe Leader au CRN de Nestlé et Eric Verin, Maître de Conférence au CHU de Rouen, d'avoir accepté de participer à mon jury de thèse. Je les remercie aussi pour leurs réflexions qui ont fait avancer ce travail et les échanges que nous avons pu avoir lors de mes comités de thèse ou lors de congrès.

Je tiens à remercier très chaleureusement Cristian Tréléa. Je te remercie pour ta grande disponibilité et tes conseils scientifiques avisés, simples et toujours efficaces !

Je suis très reconnaissant envers Isabelle Souchon, directrice de cette thèse, pour m'avoir ouvert les portes du laboratoire et m'avoir fait découvrir d'autres domaines scientifiques que la mécanique des fluides ! Au-delà de tes conseils scientifiques, de ton sens du détail, de tes relectures minutieuses d'articles, de résumés et de ce manuscrit, j'ai beaucoup apprécié la grande liberté de travail que tu m'as laissée et la confiance que tu m'as faite au cours de ces trois années. Je te remercie aussi pour ton aide très importante pour la préparation de mon après-thèse.

Je remercie vivement Albert Magnin, directeur de deux stages et de cette thèse, pour ces cinq années de recherche en collaboration. Je vous remercie pour la confiance que vous m'avez faite, le soin que vous avez pris à me proposer des sujets de recherche aussi variés qu'originaux, aux « frontières de la rhéologie »... Je vous remercie aussi pour les nombreux échanges scientifiques. De la rhéologie des selles à la déglutition, j'ai toujours pris beaucoup de plaisir à travailler avec vous. Je vous suis aussi très reconnaissant de m'avoir donné les bons coins à ammonites de la montagne de Lure !

Je voudrais aussi remercier spécialement Marion Doyennette (dite « Scully »). Collaborer avec toi a été un vrai plaisir. Nous n'étions pas trop de deux pour tenter d'entrer en communication avec cette machine bizarre qu'est le PTR-MS et pour comprendre ce qui en sortait. Je reste convaincu qu'il y a une forme de vie encore inconnue dans sa chambre de réaction... et tant de questions restent encore en suspens. Pourquoi le PTR-MS ne fonctionne pas le vendredi ? Trouveras-tu une explication rationnelle au fait qu'il y ait une corrélation entre le nombre d'échantillons préparés la veille et le bugg fatal du PTR-MS le lendemain rendant toute analyse impossible par la suite ? Quelle sont les mécanismes psychiques qui gouvernent l'ionisation ? Pourquoi l'hexanoate d'éthyle ne sinusoïde pas avec toi ? Je suis certain que tu sauras profiter des derniers mois de ta thèse pour trouver des réponses.

Je tiens à remercier Clémentine Lauwerjat pour m'avoir initié et passé le flambeau de la thématique sel!

Je remercie Olivier Monnoye, Corentin Peigné et Franck Chardin pour leur participation à ce travail lors de leurs stages et leur sympathie.

Je tiens à remercier l'ensemble des chercheurs, techniciens, thésards, stagiaires du GMPA pour leur sympathie. En particulier, je souhaite remercier Anne Saint-Eve, Maud Panouillé et Isabelle Délérès pour leur contribution plus que significative à ce travail ($p=0,000001$), ainsi que David Forest et David Lévêque pour leur aide technique et leur réactivité.

Je remercie aussi les membres du Laboratoire de Rhéologie, dont Guillaume Charlaix pour la conception de la machine à déglutir. Je voudrais aussi remercier Nicolas Mougin et Jérémy Patarin pour leur amitié.

Un grand merci revient à Aurélie Dupuy pour sa sympathie et sa joie de vivre. J'ai été très content de partager ce bureau avec toi et je te suis très reconnaissant d'avoir pris soin de mon diabète!

J'ai une pensée spéciale pour toutes les personnes qui ont fait quotidiennement, quelque soit les conditions (pluie, neige, grève, incident technique, colis piégé, signal d'alarme, train coupé en deux, etc.), le trajet Paris-Grignon avec moi : Marion, Julie, David, Isabelle... et bien sûr Steven pour avoir toujours une bonne idée de débat et pour nous avoir fait partager sa grande érudition!!

Je suis très reconnaissant envers mes parents pour leur confiance, leur patience sans faille (enfin quasiment...) et leur aide au cours de toutes ces années.

Enfin, cette thèse n'aurait jamais pu aboutir sans le soutien affectif de Justine et de Bernoulli. Je les remercie en particulier pour avoir respectivement relu avec grande attention et couvé cette thèse. Donc, si il reste des fautes d'orthographe, c'est à cause de Justine et des poils de chat, c'est à cause de Bernoulli!

COMPRÉHENSION ET MODÉLISATION DES PHÉNOMÈNES PHYSIQUES
RÉGISSANT LA LIBÉRATION DES STIMULI OROSENSORIELS

Résumé La compréhension et la modélisation des phénomènes régissant la libération des stimuli orosensoriels durant la consommation d'un aliment doit permettre de respecter des critères de conception à la fois nutritionnels et organoleptiques.

Un modèle de libération du sel au cours de la mastication a été développé pour des produits « solides ». La déstructuration du produit a été appréhendée en terme de génération de surface de contact entre le produit et la salive qui gouverne les transferts de sel. La surface de contact a été considérée comme étant le produit de deux fonctions. La première est reliée au sujet et est fonction de son efficacité masticatoire. La seconde est reliée au produit et dépend de ses propriétés de déstructuration qui peuvent être déterminées par des tests *in vitro*.

Durant la phase pharyngée, la biomécanique de la déglutition gouverne l'enduction des muqueuses par le bol alimentaire et ainsi la libération des composés d'arôme présents dans cette couche. Ces phénomènes sont régis par un écoulement en film mince, stationnaire, dans un contact élastohydrodynamique mou dont la cinématique équivaut à un processus d'enduction par des cylindres contrarotatifs lubrifiés par de la salive. Deux régimes ont été distingués. Lorsque le film de salive est fin, la viscosité du bol alimentaire a un grand rôle sur l'enduction et la libération des composés d'arôme. Lorsque le film de salive est épais, le bol est dilué par la salive durant le processus de déglutition et sa viscosité a un faible effet sur l'enduction et la libération des composés d'arôme. Ce second régime permet d'expliquer l'origine physique d'observations *in vivo* concernant la libération des composés d'arôme.

Mots clefs : sensoriel, arôme, sel, bouche, pharynx, mastication, déglutition, salive, bol alimentaire, enduction, viscosité, péristaltisme, lubrification, élastohydrodynamique, biomécanique, rhéologie

UNDERSTANDING AND MODELING OF PHYSICAL PHENOMENA
GOVERNING OROSENSORIAL STIMULI RELEASE

Abstract Understanding and modeling phenomena governing stimuli release during food consumption make it possible to respect both nutritional and sensorial criteria during its formulation.

A model of salt release during the course of mastication was developed for “solid” products. The breakdown was comprehended by the generation of the area of contact between the product and the saliva that governs the transfers of stimuli. The area of contact was written as the product of two functions. The first was related to the subject and was function of his masticatory performance. The second was related to the product and depended on its breakdown behavior that can be determined by *in vitro* tests.

During the pharyngeal stage, the biomechanics of swallowing governs pharyngeal mucosa coating and aroma compounds present in this layer. These phenomena are due to a thin film flow, stationary in a soft elastohydrodynamic contact whose the kinematics is equivalent to a forward roll coating process lubricated by saliva. Two sets of conditions were distinguished. When the saliva film is thin, food bolus viscosity has a strong impact on mucosa coating and on flavour release. When the saliva film is thick, the food bolus coating the mucosa is very diluted by saliva during the swallowing process and the impact of product viscosity on flavour release is weak. This second set of condition allowed us to explain the physical origin of *in vivo* observations on flavour release.

Key words : sensory, aroma, salt, mouth, pharynx, mastication, swallowing, saliva, food bolus, coating, viscosity, peristaltism, lubrication, elastohydrodynamics, biomechanics, rheology

Liste des communications associées à ce travail

Publications

- A biomechanical model of swallowing to understand the role of saliva and food bolus viscosity on flavour release, C. de Loubens, A. Magnin, M. Doyennette, I.C. Trélea, I. Souchon, soumis au Journal of Applied Physiology
- Mechanistic model to understand *in vivo* salt release and perception during eating of model dairy gels, C. de Loubens, A. Saint-Ève, I. Délérís, M. Panouillé, M. Doyennette, I.C. Trélea, I. Souchon, accepté par Journal of Agricultural and Food Chemistry
- Mechanistic model of *in vitro* salt release from model dairy gels based on standardised breakdown test simulating mastication, C. de Loubens, M. Panouillé, A. Saint-Ève, I. Délérís, I.C. Trélea, I. Souchon, accepté par Journal of Food Engineering
- Mechanisms explaining the role of viscosity and post-deglutitive pharyngeal residue on *in vivo* aroma release : a combined experimental and modeling study, M. Doyennette, C. de Loubens, I. Délérís, I. Souchon, I. C. Trélea, accepté par Food Chemistry
- Understanding of the influence of composition, structure and texture influence on salty perception in model dairy products, M. Panouillé, A. Saint-Ève, C. de Loubens, I. Délérís, I. Souchon, Food Hydrocolloids, doi : 10.1016/j.foodhyd.2010.08.021
- A lubrication analysis of pharyngeal peristalsis : application to flavour release, C. de Loubens, A. Magnin, E. Verin, M. Doyennette, I.C. Trélea, I. Souchon, 2010, Journal of Theoretical Biology, 267(3), 300-311
- Rapid determination of partition and diffusion properties for salt and aroma compounds in complex food matrices, C. Lauerjat, C. de Loubens, I. Délérís, I.C. Trélea, I. Souchon, 2009, Journal of Food Engineering, 93, 407-415

Communications orales

- How model cheese composition, texture and structure influence aroma and salt mobility, release and perception ? C. de Loubens, M. Panouillé, A. Saint-Ève, I. Délérís, I.C. Trélea, I. Souchon, ADSA Symposium, Denver, Juillet 2010
- Dynamics of salt release and perception from model dairy products investigated by sensory, *in vitro*, *in vivo* and modeling approaches, M. Panouillé, C. de Loubens, A. Saint-Ève, I. Délérís, M. Doyennette, F. Chardin, I.C. Trélea, I. Souchon, Food Oral Processing, Leeds, Juillet 2010
- Role of the viscosity on aroma compound release during eating of liquid foods : a combined experimental and modeling study, M. Doyennette, C. de Loubens, I. Délérís, I. Souchon, I. C. Trélea, Food oral processing, Leeds, Juillet 2010

Communications sous forme d'affiches

- The biomechanics of pharyngeal peristalsis : application to flavour release, C. de Loubens, M. Doyennette, M. Nardin, I.C. Trélea, A. Magnin, I. Souchon, Food oral processing, Leeds, Juillet 2010
- Product viscosity and delivery of flavor compounds in the mouth during eating, M. Doyennette, C. de Loubens, I. Délérís, I. Souchon, I.C. Trelea, 3rd International Symposium “Delivery of functionality in complex food systems : Physically-inspired approaches from nanoscale to microscale”, Wageningen, Octobre 2009
- Rheological properties and coating in “mouth” : Impact on flavor release, C. de Loubens, M. Doyennette, I.C. Trelea, I. Souchon, A. Magnin, The International Symposium on Food Rheology and Structure , Zurich, Juin 2009

Table des matières

Introduction générale	13
1 L'aliment et son environnement physiologique	17
1.1 Les propriétés sensorielles de l'aliment	19
1.1.1 Perception d'arômes	20
1.1.2 Perception de saveurs	20
1.1.3 Les dynamiques de perception	21
1.2 Méthodes de suivi de la libération des stimuli	21
1.2.1 Suivi de la libération des composés d'arôme	21
1.2.2 Suivi de la libération des composés sapides	24
1.3 Rôle des propriétés des stimuli	26
1.3.1 Propriétés de partage aux interfaces de transfert	26
1.3.2 Mécanismes de transferts de matière au sein d'une phase et entre deux phases	28
1.3.3 Les propriétés de mobilité et de volatilité des stimuli expliquent partiellement leur libération et leur perception	30
1.4 Rôle de la physiologie de l'individu	32
1.4.1 Anato-mo-physiologie de la consommation d'un aliment	32
1.4.2 Les cinétiques de libération des stimuli expliquées par la physiologie	38
1.4.3 La sphère oro-naso-pharyngée vue comme un réacteur	40
1.5 Rôle de l'interaction entre le produit et l'individu	44
1.5.1 De la rhéologie à la perception sensorielle	44
1.5.2 Rôle de la rhéologie du produit sur la libération des stimuli : des résultats contradictoires	48
1.5.3 Comportement mécanique des aliments soumis aux contraintes physiologiques de la « consommation »	52
1.6 Conclusions et démarche adoptée	58

2	Matériels et Méthodes	61
2.1	Produits alimentaires modèles étudiés	63
2.1.1	Gels laitiers	63
2.1.2	Solutions de glucose	67
2.2	Méthodes	69
2.2.1	Analyse sensorielle	69
2.2.2	Mesures de propriétés et de cinétiques de libération du sel par conductimétrie	71
2.2.3	Mesures <i>in vitro</i> et <i>in vivo</i> de la libération de composés d'arôme des solutions de glucose	75
2.2.4	Détermination de paramètres physiologiques	82
2.2.5	Simulateur péristaltique	83
3	Déstructuration du produit et libération des stimuli lors de la phase buccale	87
3.1	Introduction générale	89
3.2	Modèle <i>in vitro</i> de la libération du sel, Publication n°1	90
3.2.1	Introduction	91
3.2.2	Materials & Methods	93
3.2.3	Results	99
3.2.4	Discussion	103
3.2.5	Conclusion	106
3.3	Modèle <i>in vivo</i> de la libération du sel, Publication n°2	107
3.3.1	Introduction	108
3.3.2	Materials & Methods	110
3.3.3	Results & Discussion	116
3.4	Conclusion & Perspectives	127
4	Biomécanique de la déglutition et libération des stimuli lors de la phase pharyngée	131
4.1	Introduction générale	133
4.2	Rôle de la viscosité sur la libération <i>in vivo</i>	134
4.2.1	Introduction	134
4.2.2	Modèle de libération <i>in vivo</i> des composés d'arôme	135
4.2.3	Résultats et discussion	137

4.2.4	Conclusion	142
4.3	Analyse du péristaltisme pharyngé , Publication n°3	143
4.3.1	Introduction	144
4.3.2	The physiology of swallowing and biomechanical analysis	147
4.3.3	Lubrication model of pharyngeal peristalsis	151
4.3.4	Pharyngeal peristalsis simulator	157
4.3.5	Results	158
4.3.6	Application to flavour release and discussion	164
4.4	Modèle biomécanique du péristaltisme pharyngé, Publication n°4	169
4.4.1	Introduction	170
4.4.2	Elastohydrodynamic model of the pharyngeal peristalsis	172
4.4.3	Parametric study	178
4.4.4	Applications	181
4.4.5	Conclusion	186
4.5	Conclusion & Perspectives	187
	Conclusion générale	193
	Annexe A : Méthodes de mesure des coefficients de partage	199
	Annexe B : Etudes abordant le lien entre rhéologie, libération et perception	201
	Annexe C : Modèle de libération <i>in vivo</i> des composés d'arôme	204
	Annexe D : Paramètres du modèle de libération <i>in vivo</i> des composés d'arôme	208
	Table des figures	219
	Liste des tableaux	220
	Bibliographie	235

Introduction générale

Pour des raisons de santé publique, la formulation d'aliments doit tenir compte de recommandations d'ordre nutritionnel. Ces recommandations ont pour objet, par exemple, la réduction de la teneur en matière grasse et en sel des produits. Dans le cas du sel, le Plan National Nutrition Santé recommande de limiter sa consommation quotidienne à 6-8 g alors qu'elle peut atteindre 12 g pour 10 à 15% de la population française. C'est un enjeu majeur pour l'industrie agro-alimentaire, car la prise en compte de ces contraintes dans les recettes induit des pertes des qualités organoleptiques des produits. De plus, les notions de bien être et de plaisir associées à l'alimentation sont aussi des facteurs clés expliquant le choix et les préférences des consommateurs. Ainsi, la reformulation d'aliments répondant à des critères nutritionnels (moins de gras, sel, sucre) tout en respectant le « goût » de ces derniers est aujourd'hui une priorité industrielle.

Afin d'éviter des étapes de reformulation fastidieuses car souvent empiriques, il est nécessaire de comprendre les mécanismes qui déterminent la qualité sensorielle d'un produit et de proposer ainsi des outils de formulation raisonnée des aliments. Ces outils doivent permettre de concevoir le produit selon des critères sensoriels et nutritionnels prédéfinis.

La perception sensorielle évolue au cours de la dégustation car les stimuli qui la gouvernent sont libérés de manière temporelle. C'est cette dynamique de libération des stimuli et l'intégration par le cerveau de l'ensemble des signaux sensoriels qui forment l'image sensorielle propre au consommateur et au produit. Cette image sensorielle participe, par exemple, aux choix, aux préférences et aux comportements du consommateur. Elle est aussi impliquée dans les mécanismes de rassasiement et de satiété (Cecil et al., 1998; Sorensen et al., 2003). Les stimuli sensoriels responsables de cette image sont nombreux. Ils sont visuels, tactiles, auditifs, olfactifs et gustatifs.

Les stimuli sont libérés et perçus dans la sphère orosensorielle composée de la bouche, du pharynx et de la cavité nasale. En bouche, la libération des stimuli et la perception sensorielle sont rendues possibles grâce aux premières étapes de transformation de l'aliment par l'Homme. Durant ces étapes, l'aliment va être déstructuré par la mastication, hydraté par la salive, réaggloméré par des mouvements buccaux pour former le bol

alimentaire et être finalement dégluti. Lors de ces transformations, différents stimuli vont être envoyés au cerveau.

La texture va être perçue par les mécano-récepteurs situés sur la langue, dans les gencives et sous le palais. Cette perception est dynamique et évolue au cours de la mastication (Hutchings et Lillford, 1988). Elle dépend des propriétés physiques du produit sollicitées soit au cours de la mastication soit dans le contact formé par la langue et le palais. La perception répond donc à des propriétés géométriques (Strassburg et al., 2007), rhéologiques (Szczesniak et al., 1963) et tribologiques (de Wijk et al., 2006) du produit .

Les saveurs sont perçues par les récepteurs gustatifs situés sur la langue. La dynamique de perception de la saveur est en partie gouvernée par la libération temporelle de composés non-volatils qui se dissolvent dans la salive comme le chlorure de sodium responsable de la saveur salée (Neyraud et al., 2003).

La perception aromatique est liée à la dynamique de libération de molécules volatils odorantes (Baek et al., 1999) : les composés d'arôme. Ils doivent être libérés du produit afin d'atteindre les récepteurs olfactifs situés dans la cavité nasale.

Si la libération et la perception des composés d'arôme ou sapides dépendent de propriétés rhéologiques du produit (Phan et al., 2008; Koliandris et al., 2010), elles sont aussi reliées à des caractéristiques physiologiques propres à l'individu (Pionnier et al., 2004a,b) et à des évènements physiologiques (Buettner et al., 2001). Dans ce contexte, le développement de modèles mécanistiques décrivant la libération des stimuli et les processus physiques associés est un moyen de déterminer la part respective du produit et de l'individu sur la libération et la perception (Harrison et al., 1998; Wright et al., 2003b; Tréléa et al., 2008).

Au sein de l'UMR Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires (INRA - Agro-ParisTech), cette thématique a été abordée par plusieurs sujets de thèse. Saint-Eve (2006)¹ a montré dans le cas de yaourts que les dynamiques de libération et de perception des composés d'arôme étaient influencées par leur rhéologie et les propriétés physico-chimiques des composés d'arôme au sein de la matrice. Atlan (2007)² a développé des systèmes expérimentaux et des méthodes de traitement des données afin de déterminer les propriétés physico-chimiques des composés d'arôme concernées dans leur libération. Il a aussi développé un modèle de libération des composés d'arôme lors de la consommation *in vivo* qui prend en compte des propriétés propres aux composés d'arôme et à la matrice, mais également des paramètres physiologiques liés aux sujets.

1. Saint-Eve A., Compréhension de la libération et de la perception des composés d'arôme en condition de dégustation : cas du yaourt brassé aromatisé. Thèse, INAPG, 2006

2. Atlan S., Modélisation de la libération des composés d'arôme à partir de matrices alimentaires dans des systèmes expérimentaux et en bouche : détermination des propriétés et mécanismes de transfert de matière. Thèse, AgroParisTech, 2007

Les travaux de Saint-Eve et Atlan étaient dédiés à des produits plutôt « semi-liquides » qui ne sont pas mastiqués. Lauverjat (2009)³ s'est intéressée plus particulièrement au cas de produits « solides » nécessitant une étape de mastication. De nouvelles méthodes de caractérisation des propriétés physico-chimiques ont été développées et étendues au cas du sel. Son travail a permis de montrer le rôle prédominant de la mastication sur la libération et la perception pour ce type de produits.

L'ensemble de ces travaux, associés à ceux de la littérature, met en exergue l'influence importante de l'interaction entre les propriétés rhéologiques du produit, qu'il soit « liquide », « semi-liquide » ou « solide », et du comportement physiologique de l'individu. Ils nous conduisent à nous poser les questions suivantes :

Quels sont les mécanismes physiques, liés au produit et au sujet, à l'origine de la libération des molécules responsables des stimuli sensoriels ? Comment les modéliser ?

La compréhension des mécanismes gouvernant la libération des stimuli orosensoriels permettrait leur modélisation. À partir de la composition et de propriétés physiques du produit, ainsi que de paramètres physiologiques de l'individu, il serait ainsi possible de simuler les phénomènes qui vont gouverner la libération de stimuli en bouche. L'influence des modifications de propriétés du produit ou de « consommation » de l'aliment sur les dynamiques de libération pourrait être quantifiée. Ainsi, une démarche de conception des produits selon des critères prédéfinis serait envisageable.

Lors de l'analyse de la littérature, nous avons identifié deux étapes physiologiques clés expliquant la libération des stimuli. Lors de la phase buccale, la déstructuration de l'aliment par la mastication gouverne la libération des stimuli. Lors de la phase pharyngée, la biomécanique de la déglutition régit l'enduction des muqueuses pharyngées par le produit et ainsi la libération des composés d'arôme présents dans cette couche résiduelle. Notre démarche de travail a été organisée autour de ces deux phases.

Ce travail fait appel à différentes disciplines scientifiques : la physiologie humaine, la modélisation, le génie des procédés, la rhéologie et la mécanique des fluides. Il a donc été réalisé au sein de l'UMR Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires (Grignon) en collaboration avec le Laboratoire de Rhéologie (Grenoble). Nous avons eu recours à des méthodes expérimentales associées à des modèles physiques afin de répondre aux objectifs fixés.

Ce document est décomposé en 4 chapitres principaux.

La premier chapitre est une synthèse de la compréhension actuelle des phénomènes expliquant la libération des stimuli à l'origine des perceptions. Lors de cette synthèse,

3. Lauverjat C., Compréhension des mécanismes impliqués dans la mobilité et la libération du sel et des composés d'arôme et leur rôle dans la perception . Thèse, AgroParisTech, 2009

les deux étapes clés ainsi que les mécanismes associés expliquant la libération des stimuli ont été identifiés. Elle a aussi permis d'élaborer une démarche de travail qui sert de plan à la suite du manuscrit.

Le chapitre 2 récapitule l'ensemble des matériels et méthodes utilisés et explique certains choix.

Le chapitre 3 s'intéresse aux mécanismes de déstructuration du produit en bouche et à la modélisation de la libération des stimuli durant la mastication. Il est constitué de deux articles et d'une discussion permettant de dégager les perspectives issues de ce travail.

Le chapitre 4 est axé sur la biomécanique de la déglutition et ses impacts sur la libération des stimuli. Il est constitué de trois parties dont deux articles. Les différents résultats ainsi que les perspectives de ce travail sont ensuite discutés.

Une conclusion générale clôt ce travail et synthétise les différents résultats et perspectives. L'utilité des modèles présentés est aussi discutée selon des objectifs de formulation de l'aliment.

Chapitre 1

L'aliment et son environnement physiologique lors des premières étapes de transformation par l'Homme

L'élaboration de produits alimentaires doit prendre en compte des données et des recommandations d'ordre nutritionnelles. La prise en compte de ces contraintes induit des modifications des propriétés sensorielles du produit et donc de la dynamique de perception. Cette dynamique est déclenchée par la libération de stimuli visuels, tactiles, auditifs, olfactifs et gustatifs. L'objectif de cette première partie est de faire une synthèse de la compréhension actuelle des phénomènes expliquant la libération des stimuli à l'origine des perceptions. On s'intéressera plus particulièrement aux composés d'arôme et aux composés sapides : ils doivent être libérés de la matrice afin d'accéder aux récepteurs sensoriels. Les composés d'arôme doivent être transportés par le flux respiratoire afin d'atteindre les récepteurs olfactifs situés dans la cavité nasale, tandis que les composés sapides tels que le chlorure de sodium doivent être dissous dans la salive afin d'atteindre les récepteurs gustatifs situés sur la langue.

Les phénomènes expliquant la dynamique de libération des stimuli sont encore mal appréhendés et mal compris. Cela est dû à leurs natures diverses et complexes. Cependant, il a pu être mis en évidence qu'ils ont trois origines distinctes. La première est liée aux propriétés des stimuli au sein du produit, tandis que la seconde est liée à la physiologie de la consommation. La troisième origine, moins connue, est issue de l'interaction entre le produit et son environnement physiologique lors des premières étapes de transformation par l'Homme.

Après avoir défini les principales propriétés sensorielles d'un aliment, les techniques analytiques qui permettent le suivi de la libération des stimuli lors de la consommation d'un produit seront présentées. Puis, nous décrirons les phénomènes de libération liés aux propriétés des stimuli au sein de la matrice alimentaire. Ensuite, nous verrons comment les étapes physiologiques de la consommation influencent les dynamiques de libération et nous présenterons les paramètres clefs liés à l'interaction entre le produit et l'individu qui ont pu être mis en évidence. Enfin, nous discuterons de la manière dont ils ont pu être appréhendés jusqu'à maintenant.

1.1 Les propriétés sensorielles de l'aliment

La perception sensorielle d'un aliment est un phénomène complexe résultant de l'intégration de différents signaux envoyés au cerveau et évoluant au cours de la consommation. Ces informations, de nature très diverses (texture, température, etc.), interagissent et contribuent à former l'image sensorielle de l'aliment. Nous nous intéresserons en particulier aux stimulations olfactives et gustatives liées respectivement à la perception d'arômes et de saveurs.

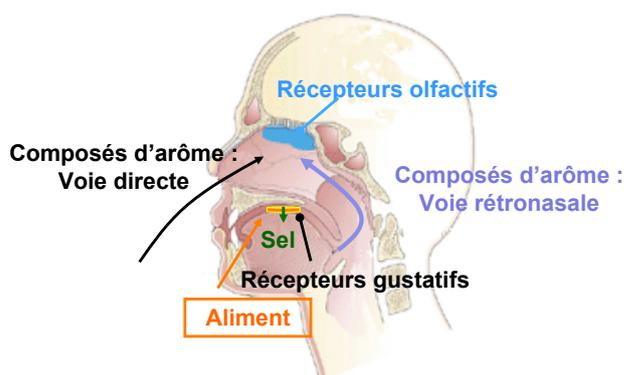


FIGURE 1.1 – Voies de perception des composés d'arôme et des composés sapides tel que le sel.

1.1.1 Perception d'arômes

Les stimuli olfactifs sont des molécules volatiles de classes chimiques différentes dont le poids moléculaire est compris en 30 et 300 Da. Leur seuil de perception par l'Homme peut varier dans une très large gamme. Ces molécules odorantes doivent être transportées jusqu'à la muqueuse olfactive située dans la cavité nasale pour être perçues. Il existe deux voies possibles. La première est directe ou dite orthonasale par flairage de l'aliment (Figure 1.1). La seconde est la voie rétronasale lorsque l'aliment est en bouche (Figure 1.1) : c'est la stimulation des récepteurs par cette dernière qui nous intéresse particulièrement ici. Lors de l'inspiration ou de l'expiration, les composés d'arôme vont être mis en contact avec les récepteurs olfactifs situés dans la cavité nasale et un signal électrique va être envoyé au cerveau. L'information olfactive est créée à partir de la mise en contact des molécules odorantes chimiques avec les récepteurs membranaires des neurorécepteurs olfactifs. Il s'en suit une cascade de réactions enzymatiques dont dépend l'ouverture de canaux ioniques qui engendre un phénomène électrique.

1.1.2 Perception de saveurs

Les saveurs d'un aliment sont perçues grâce aux récepteurs gustatifs situés dans la cavité buccale et en particulier sur la langue (Figure 1.1). La plupart des composés sapides sont hydrosolubles et non-volatils et de structures très variées. Ils sont dissous dans la salive au cours de la mastication pour atteindre les cellules réceptrices. Elles sont situées au niveau des bourgeons du goût, qui sont des organes en forme de bulbe d'oignon. En ce qui concerne la perception d'un stimulus sapide, la fixation d'un ion (par exemple Na^+) va entraîner l'ouverture de canaux ioniques et l'apparition d'un signal électrique. Nous nous sommes intéressés plus particulièrement au cas de la perception salée.

1.1.3 Les dynamiques de perception

La perception sensorielle est un phénomène dynamique qui évolue au cours de la dégustation d'un aliment. En effet, la consommation est un processus qui conduit à la libération temporelle des stimuli. Afin d'étudier ces dynamiques de perception, des méthodes d'analyse sensorielle ont été développées telles que le Temps-Intensité (T-I) ou la Dominance Temporelle des Sensations (DTS). Le T-I est une méthode consistant à demander au sujet d'évaluer l'évolution d'un descripteur (par exemple le descripteur « salé ») au cours du temps. Lors d'analyses DTS, le panéliste indique le descripteur qu'il juge dominant à chaque instant de la dégustation. Cette méthode permet d'accéder à un profil d'évolution des descripteurs dominants au cours de la dégustation.

Ces dynamiques de perception sont commandées par la libération temporelle des stimuli. Des méthodes analytiques ont été développées afin de suivre l'évolution au cours du temps de la libération des stimuli olfactifs et gustatifs.

1.2 Méthodes de suivi de la libération des stimuli lors de la consommation d'un produit

Dans cette section, nous présenterons les méthodes de suivi de libération des composés d'arôme puis des composés sapides au cours de la dégustation d'un produit.

1.2.1 Suivi de la libération des composés d'arôme

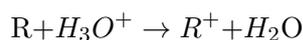
Les premières méthodes de suivi de libération des composés d'arôme étaient dites « hors ligne » et basées sur le piégeage des composés sur un support hydrophobe (Linforth et al., 1994; Pionnier et al., 2005). L'apparition de méthodes de spectrométrie de masse sensibles et rapides ont permis de mesurer des cinétiques de libération des composés d'arôme dans la cavité nasale pendant la consommation de produits en temps réel. Ces méthodes consistent à prélever et analyser l'air expiré du sujet. Elles permettent de détecter et d'identifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse mono isotopique. Leur principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées (ions) en fonction de leur rapport masse/charge (m/z). Classiquement, un spectromètre de masse se compose de trois parties principales :

- une source d'ionisation qui vaporise et ionise les molécules. Parmi les différents modes d'ionisation existants nous pouvons citer les plus classiques : l'ionisation chimique à pression atmosphérique (APCI) et l'ionisation par réaction de transfert de proton (PTR),

- un ou plusieurs analyseurs qui séparent les ions produits selon leur rapport masse sur charge m/z ,
- un détecteur qui amplifie le signal et quantifie les ions.

Un système informatique permet de traiter le signal et conduit à l'obtention d'un spectre de masse représentant l'abondance relative des ions en fonction des rapports m/z .

Deux équipes ont principalement contribué au développement significatif des techniques de spectrométrie pour suivre en temps réel la libération des composés d'arôme. [Lindinger et al. \(1998\)](#) ont développé la spectrométrie de masse par réaction de transfert de protons (Proton Transfert Reaction – Mass Spectrometry, PTR-MS), tandis que [Taylor et Linforth \(2000\)](#) ont travaillé sur la spectrométrie de masse par ionisation chimique sous pression atmosphérique (Atmospheric Pressure Chemical Ionisation – Mass Spectrometry, APC-MS). Dans ces deux techniques, l'échantillon à analyser est aspiré par une pompe et une ionisation chimique douce des composés d'arôme (R) à partir d'ions H_3O^+ est réalisée selon l'équation bilan suivante :



La principale différence entre la technique d'APCI-MS et la technique de PTR-MS réside dans l'origine des protons H_3O^+ et leur lieu de formation.

Dans la technique d'APCI-MS (Figure 1.2), les protons H_3O^+ sont formés à partir de l'eau contenue dans l'échantillon, c'est-à-dire dans les effluves nasales ou dans le produit par le biais d'une décharge par une aiguille Corona. Les ions moléculaires ainsi formés sont ensuite analysés par un quadropole ou une trappe ionique. La production des ions H_3O^+ et l'ionisation chimique des composés volatils se font dans le même tube.

Dans la technique de PTR-MS (Figure 1.3), la formation des protons H_3O^+ se fait en deux étapes. Lors de la première étape, ils sont formés par ionisation de la vapeur d'eau issue d'un réservoir d'eau désionisée (impact électronique). Ils sont ensuite transférés vers la chambre de réaction principale, balayée en continu par l'air ambiant. Lors de la deuxième étape, les réactions de transfert de protons se produisent entre les protons H_3O^+ et toutes les molécules introduites ayant une affinité pour les protons supérieure à celle de l'eau. La séparation entre la production d'ions H_3O^+ et l'ionisation des molécules volatiles permet un contrôle plus précis de l'ionisation.

Ces deux méthodes présentent une très bonne sensibilité et sont rapides.

La Figure 1.4 présente l'installation permettant de mesurer en temps réel la libération des composés d'arômes dans la cavité nasale, ainsi que des cinétiques typiques.

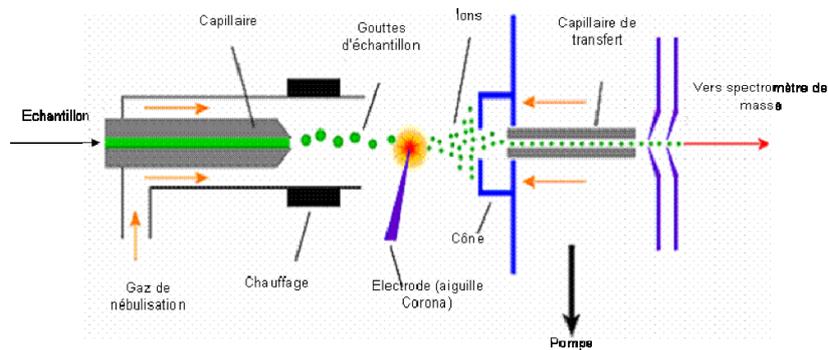


FIGURE 1.2 – Schéma d'un appareil d'APCI-MS. Issu de Taylor et Linforth (2000).

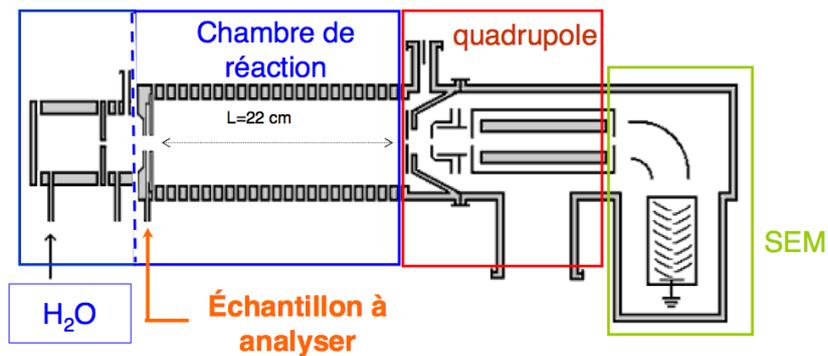


FIGURE 1.3 – Schéma d'un appareil de PTR-MS. Issu de Lindinger et al. (1998).

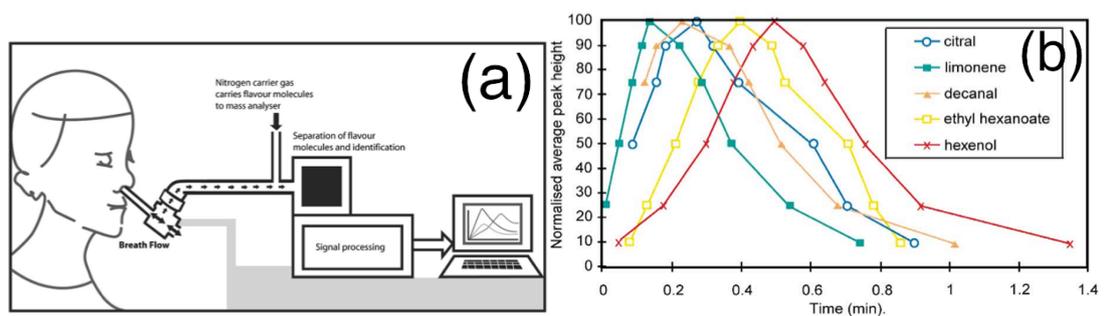


FIGURE 1.4 – Schéma de l'analyse en temps réel de la libération des composés d'arôme dans la cavité nasale d'un sujet (a) et cinétiques de libération de différents composés d'arôme lors de la consommation de gels de pectine ou de gélatine (b). Issu de Harvey et Barra (2003).

1.2.2 Suivi de la libération des composés sapides

Contrairement à la libération des composés d'arôme, des méthodes « hors ligne » ou « en ligne » coexistent encore pour les composés sapides. Elles permettent aussi bien d'analyser la libération de chlorure de sodium que d'autres composés associés à l'astringence, l'acidité ou l'amertume.

1.2.2.1 Méthodes d'analyse « hors ligne »

Ces méthodes sont basées sur l'analyse de la salive prélevée soit directement dans la cavité buccale du sujet à l'aide d'un coton-tige pendant la consommation (Davidson et al., 1998, 2000), soit par expectora de la salive par les sujets (Lawrence, 2009). L'échantillon ainsi récolté est ensuite analysé pour quantifier le composé sapide d'intérêt.

Différentes méthodes d'analyse peuvent être envisagées.

Par exemple, l'analyse des ions contenus dans la salive peut être réalisée par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) couplée à un détecteur conductimétrique (Phan et al., 2008). Une séparation préalable par chromatographie d'échange d'ions permet d'obtenir des résultats spécifiques à chaque composé à analyser. Cette technique est sensible, précise et fiable mais présente l'inconvénient d'être longue (15 à 30 minutes par échantillon).

La technique de spectrométrie de masse à ionisation à pression atmosphérique (APCI-MS) a également été utilisée pour le dosage des composés dans la salive (Davidson et al., 2000; Pionnier et al., 2004b). Cette technique basée sur l'ionisation douce des composés présente l'avantage de ne pas nécessiter de préparation de l'échantillon et est donc rapide. Cependant, l'équipement reste très onéreux.

1.2.2.2 Méthodes « en ligne »

Différentes techniques existent pour suivre la libération des composés sapides en continu pendant la mastication. Elles ont souvent le défaut d'être invasives et de perturber le comportement naturel du sujet.

La technique de conductimétrie permet le suivi en continu de certains composés, comme le sel, au cours de la mastication (Jack et al., 1995; Davidson et al., 1998; Neyraud et al., 2003). Jack et al. (1995) ont utilisé un appareil dentaire placé sous le palais et équipé d'électrodes. Cet appareillage ne semble pas perturber la mastication.

Sur la base du même système, Davidson et al. (1998) ont ajouté une électrode pH afin d'estimer les changements de concentration des acides au cours de la mastication. Cette méthode présente l'avantage d'être en temps réel, mais le positionnement de l'appareillage sous le palais est loin d'être idéal. D'une part, il est possible que les électrodes mesurent également la concentration en sel en surface de l'aliment et non celle dans la salive. Et d'autre part, le positionnement sous le palais n'est pas très représentatif de ce qui peut être perçu au niveau des récepteurs gustatifs de la langue.

Neyraud et al. (2003) ont préféré installer deux électrodes dans le réservoir salivaire situé sous la langue pour suivre la libération du sel pendant la mastication de chewing-gums salés. Toutefois, cette zone est aussi éloignée des récepteurs de la langue. Une cinétique de libération typique du sel mesurée par conductivité est présentée Figure 1.5.

Si l'ensemble des auteurs s'accordent sur les techniques de suivi des composés d'arôme, les méthodes *in vivo* de suivi de libération des composés sapides sont beaucoup moins consensuelles.

La libération des composés d'arôme lors de la consommation peut être mesurée dans la cavité nasale d'un sujet par des méthodes de spectrométrie en ligne (PTR-MS ou APCI-MS).

Le suivi de libération des composés sapides dans la salive est plus problématique car les techniques sont invasives et peuvent perturber le comportement naturel du sujet.

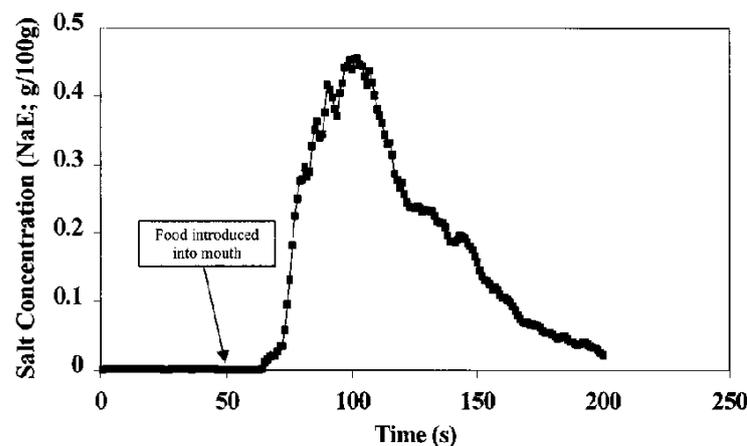


FIGURE 1.5 – Cinétique de libération du sel lors de la consommation de chips. Issu de Davidson et al. (1998).

1.3 Rôle des propriétés des stimuli au sein du produit sur leur libération en « bouche »

Indépendamment de son environnement physiologique, par sa composition et sa structure, le produit va modifier les propriétés de transfert et d'équilibre des stimuli. Il s'agit de propriétés de volatilité et/ou de partage aux interfaces de transfert et des propriétés de mobilité (diffusion ou transport au sein de la matrice).

1.3.1 Propriétés de partage aux interfaces de transfert

Un soluté i présent dans une phase 1 au contact d'une seconde phase 2 évolue jusqu'à atteindre un équilibre thermodynamique. Le coefficient de partage K_{2-1} rend compte de l'affinité du soluté i pour chacune des phases lorsque l'équilibre est atteint (Poling et al., 2000).

L'équilibre thermodynamique entre les deux phases est atteint lorsqu'il y a égalité des potentiels chimiques :

$$\mu_i^1 = \mu_i^2 \quad (1.1)$$

avec μ_i^1 et μ_i^2 le potentiel chimique du composé i dans chacune des phases 1 et 2 (J/mol).

Ce potentiel chimique dépend de la température T (°K), de la pression p (Pa) et de l'activité a_i :

$$\mu_i(T, p) = \mu_i^0(T) + R.T.\ln(a_i) \quad (1.2)$$

avec R la constante des gaz parfaits (J/mol.K) et μ_i^0 la valeur du potentiel chimique dans les conditions standard de pression (J/mol). Dans le cas d'un système à température et pression données, (1.1) et (1.2) se simplifient en :

$$a_i^1 = a_i^2 \quad (1.3)$$

De plus, on définit le coefficient de partage K' du soluté i comme le rapport des fractions molaires x_i de ce constituant entre les deux phases 1 et 2 :

$$K'_{2-1} = \frac{x_i^2}{x_i^1} \quad (1.4)$$

Selon la nature de l'interface, l'égalité des activités chimiques conduit à différentes relations. Dans le cas d'une interface entre deux phases 1 et 2 liquide - solide ou liquide-liquide, les égalités (1.3) et (1.4) s'écrivent de la manière suivante :

$$x_i^2 = \frac{\gamma_i^1}{\gamma_i^2} \cdot x_i^1 \quad (1.5)$$

$$K'_{2-1} = \frac{\gamma_i^1}{\gamma_i^2} \quad (1.6)$$

avec γ_i^1 et γ_i^2 les coefficients d'activité.

Dans le cas d'une interface liquide - vapeur ou solide - vapeur, les égalités (1.3) et (1.4) deviennent :

$$x_i^2 = \frac{P_i^0}{P_T} \cdot \gamma_i^1 \cdot x_i^1 \quad (1.7)$$

$$K'_{2-1} = \frac{P_i^0}{P_T} \gamma_i^1 \quad (1.8)$$

avec P_i^0 la pression de vapeur saturante (Pa), P_T la pression totale (Pa).

Cependant, dans le cas de solutions diluées, le coefficient de partage d'un constituant i entre deux phase K_{2-1} est alors exprimé par le rapport des concentrations en i dans chacune des phases à l'équilibre C^* :

$$K_{2-1} = \frac{C_2^*}{C_1^*} \quad (1.9)$$

C'est cette dernière expression qui est communément utilisée pour représenter l'état d'équilibre d'un soluté à l'interface entre deux phases. Le coefficient de partage peut être mesuré expérimentalement par différentes méthodes (cf. Annexe A, p.200) telles que la méthode de Phase-Ratio-Variation (PRV) développée par [Ettre et al. \(1993\)](#), valable aussi bien pour les composés volatils que pour les composés sapides ([Lauverjat et al., 2009a](#)).

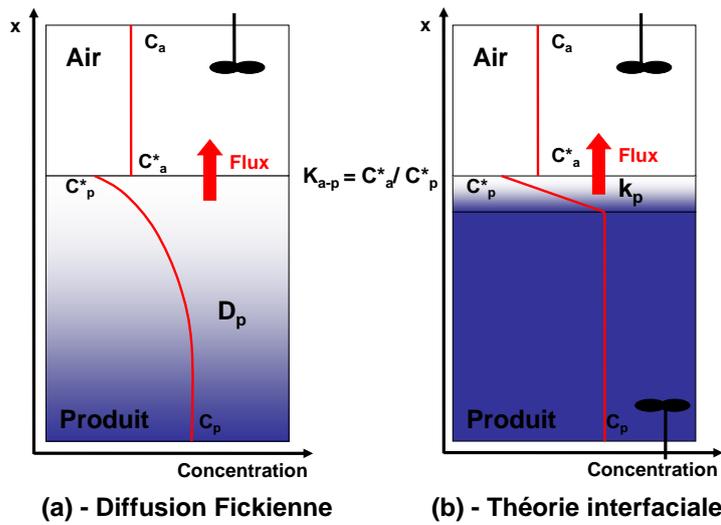


FIGURE 1.6 – Illustration du principe de la diffusion Fickienne (a) et de la théorie interfaciale (b).

1.3.2 Mécanismes de transferts de matière au sein d'une phase et entre deux phases

Les mécanismes de transferts de matière au sein d'une phase ou entre deux phases peuvent être représentés par deux modèles fondamentaux. Selon la situation et les phénomènes physiques considérés, nous pourrions tirer parti de l'un ou de l'autre des modèles (Cussler, 1997).

1.3.2.1 Diffusion fickienne

Le modèle le plus général et complet est basé sur la loi de Fick qui relie le gradient de concentration, par un coefficient de diffusion D_i (m^2/s), au flux de matière de matière surfacique \vec{j}_i ($\text{kg}/\text{s}/\text{m}^2$) :

$$\vec{j}_i = -D_i \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(C_i(\vec{x})) \quad (1.10)$$

avec $C_i(\vec{x})$ le champ de concentration (kg/m^3).

La Figure 1.6-a illustre le principe de la diffusion fickienne. Considérons une couche de produit noté p échangeant des composés d'arôme avec de l'air noté a . Nous supposons que l'air est suffisamment agité pour que la concentration en composés d'arôme reste uniforme dans l'air (appelé « espace de tête »). À l'interface entre les deux phases, les concentrations C_a^* et C_p^* sont toujours à l'équilibre thermodynamique, soit :

$$K_{a-p} = \frac{C_a^*}{C_p^*} \quad (1.11)$$

Dans le cas de la diffusion fickienne, un gradient de concentration au sein du produit apparaît. Pour déterminer l'évolution de la concentration en soluté, on associe à la loi de Fick (1.10) un bilan de matière local :

$$\frac{\partial C_i}{\partial t} = -\text{div}(\vec{j}_i) \quad (1.12)$$

Pour être appliquée, cette loi demande d'avoir une bonne connaissance de la géométrie de l'échantillon. Ainsi, pour modéliser les processus de transfert de matière lors de la mastication, un modèle plus général appelé la « théorie interfaciale » est souvent utilisé (Hills et Harrison, 1995; Harrison et al., 1998).

1.3.2.2 La théorie interfaciale

Ce modèle considère que les échanges sont limités par le transfert de matière aux interfaces. Dans ce cas la concentration dans le coeur de l'échantillon reste uniforme (Figure 1.6-b). Concrètement, nous pouvons distinguer deux cas :

1. Soit le milieu est mélangé et ce mélange permet de garder une concentration uniforme dans le coeur du produit.
2. Soit le temps de l'expérience est suffisamment court comparé au temps caractéristique de la diffusion pour éviter la mise en place d'un gradient de concentration au sein de l'échantillon.

Le flux surfacique de soluté j_i est alors donné par la différence de concentration entre le coeur de la phase C_p et l'interface de la phase C_p^* (Figure 1.6-b) :

$$j_i = -k_p (C_p^* - C_p) \quad (1.13)$$

avec k_p le coefficient de transfert de matière au sein de la phase 1 (en m/s).

À partir de (1.12) et (1.13), l'évolution de la concentration dans le produit est donnée par :

$$\frac{dC_p(t)}{dt} = k_p A (C_p^*(t) - C_p(t)) \quad (1.14)$$

où A est la surface de contact entre les deux phases (en m^2).

Le coefficient de diffusion D ou le coefficient de transfert de matière k_p peuvent-être mesurés par des méthodes de dilution de l'espace de tête (Marin et al., 1999; Lauverjat et al., 2009a) ou l'air est balayé en continu par un débit d'air et analysé.

1.3.3 Les propriétés de mobilité et de volatilité des stimuli expliquent partiellement leur libération et leur perception

Des relations entre libération, perception et propriétés de mobilité et de volatilité des composés d'arôme ont souvent été observées (van Ruth et al., 2004; Saint-Eve et al., 2006; Lauverjat et al., 2009b). Par exemple, l'augmentation de l'intensité perçue et de la quantité de composés d'arôme hydrophiles libérée lors de la consommation s'explique très bien par une augmentation du coefficient de partage air - produit (i.e. plus grande affinité du composé pour l'air que pour le produit) résultant de l'ajout de matière grasse dans le produit (Saint-Eve et al., 2009; Lauverjat et al., 2009b).

Cependant, nous ne pouvons pas toujours expliquer les différences de libération ou de perception par des propriétés de mobilité et de volatilité des stimuli. Par exemple, une modification de la composition du produit peut induire une diminution du coefficient de partage air - produit, mais la libération *in vivo* est plus importante (Boland et al., 2006; Lauverjat et al., 2009b). Ces résultats s'expliquent par une augmentation de la fermeté du produit qui induit une augmentation de la quantité d'arôme libérée car le temps de mastication du produit est plus long (Boland et al., 2006; Lauverjat et al., 2009b).

Dans le cas du sel, la mobilité s'avère aussi insuffisante pour expliquer la perception salée (Panouillé et al., 2010).

De plus, la perception et la libération ne sont pas toujours corrélées. Par exemple, Weel et al. (2002) observent une influence de la texture des gels sur la perception et non sur la cinétique de libération (Figure 1.7).

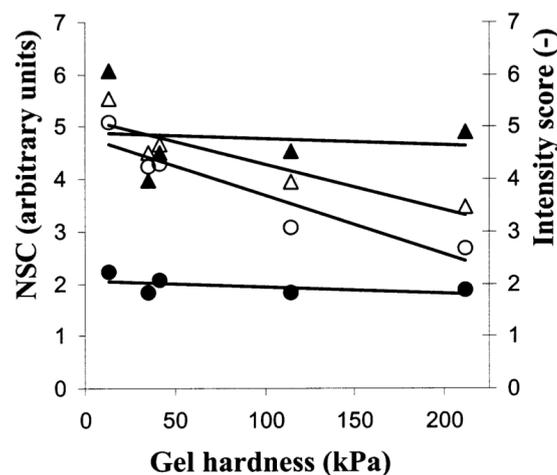


FIGURE 1.7 – Influence de la fermeté de gels de protéines sur la perception (symboles creux) et l'intensité maximale de libération dans la cavité nasale (NSC, symboles pleins) pour l'ethylbutyrate (triangle) et le diacetyl (cercle) : la perception est influencée par la fermeté du gel, tandis que la libération ne l'est pas (Weel et al., 2002).

Les raisons de ces différences de perception n'offrent pas de consensus (Weel et al., 2002; Hollowood et al., 2002; Mestres et al., 2005; Boland et al., 2006; Lauverjat et al., 2009b). Mais l'environnement physiologique et le processus oral semblent jouer un rôle prépondérant. Est-ce directement lié à une influence du processus oral sur les mécanismes de libération ? Ou est-ce lié à une influence du processus oral sur la perception de texture qui interagirait avec la perception aromatique ?

Ainsi, afin de déterminer la part respective de la cinétique de libération et des interactions sensorielles sur la perception, il faut comprendre les mécanismes physiologiques mis en jeu.

La mobilité et la volatilité des stimuli influencent leur libération et leur perception, mais sont insuffisantes pour expliquer complètement ces phénomènes.

L'environnement physiologique semble jouer un rôle majeur soit en influençant les mécanismes physiques de libération, soit en induisant des interactions sensorielles.

1.4 Rôle de la physiologie de l'individu

Les cinétiques de libération des stimuli sont fortement liées aux séquences physiologiques de la mastication et de la déglutition. Nous décrivons tout d'abord l'anatomo-physiologie de la consommation d'un aliment. Ensuite, nous montrerons les liens entre libération et physiologie. Enfin, les modèles de libération des stimuli actuels développés à partir de l'ensemble de ces connaissances seront présentés. Ils ont permis d'identifier des paramètres clefs gouvernant la libération des stimuli.

1.4.1 Anatomo-physiologie de la consommation d'un aliment

Cette section a pour objectif de donner des éléments descriptifs de l'anatomie et de la physiologie de la consommation. Une analyse plus approfondie sera présentée par la suite (cf. § 4.3 page 143).

1.4.1.1 Anatomie de la tête et du cou

L'anatomie complète de la tête et du cou est représentée dans la Figure 1.8 en vue latérale (a) et postérieure (b). On distingue trois cavités d'intérêt pour notre étude : les cavités buccale, nasale et pharyngée. Il faut noter la présence de :

- i. la langue qui guide les aliments vers les dents et expulse le bol alimentaire vers le pharynx et sélectionne les aliments solides ;
- ii. le voile du palais qui permet d'assurer l'étanchéité entre les cavités buccale et pharyngée lors de la mastication et nasale et pharyngée lors de la déglutition ;
- iii. l'épiglotte qui assure en partie l'étanchéité entre le pharynx et le larynx (système respiratoire) ;
- iv. le sphincter oesophagien supérieur qui est à la jonction entre le pharynx et l'oesophage.

Le pharynx est un carrefour aéro-digestif . Plus précisément, il est constitué de trois zones :

- i. le nasopharynx constitué de la cavité nasale et du palais mou ;
- ii. l'oropharynx se situant au niveau de la base de la langue, constitué de la vallécule (crevasse) au dessus de l'épiglotte et présente une forme assez aplatie ;
- iii. le laryngopharynx (ou hypopharynx) constitué de l'épiglotte, l'entrée du larynx et des sinus piriformes.

La Figure 1.9 représente l'anatomie des muscles constricteurs du pharynx. Il y a principalement trois muscles différents qui se superposent : inférieur, médian et supérieur. Ils sont composés de fibres multidirectionnelles striées dont la contraction permet la propulsion du bol alimentaire vers l'oesophage.

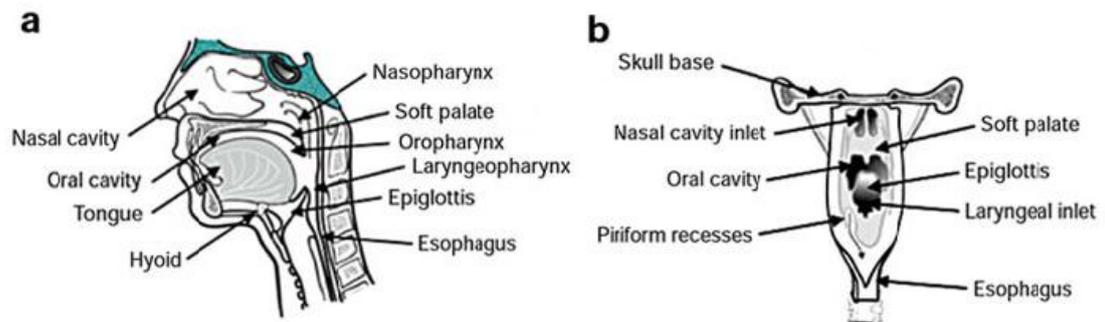


FIGURE 1.8 – Anatomie de la tête et du cou : vue latérale (a) et vue postérieure (b). Issu de [German et Palmer \(2006\)](#).

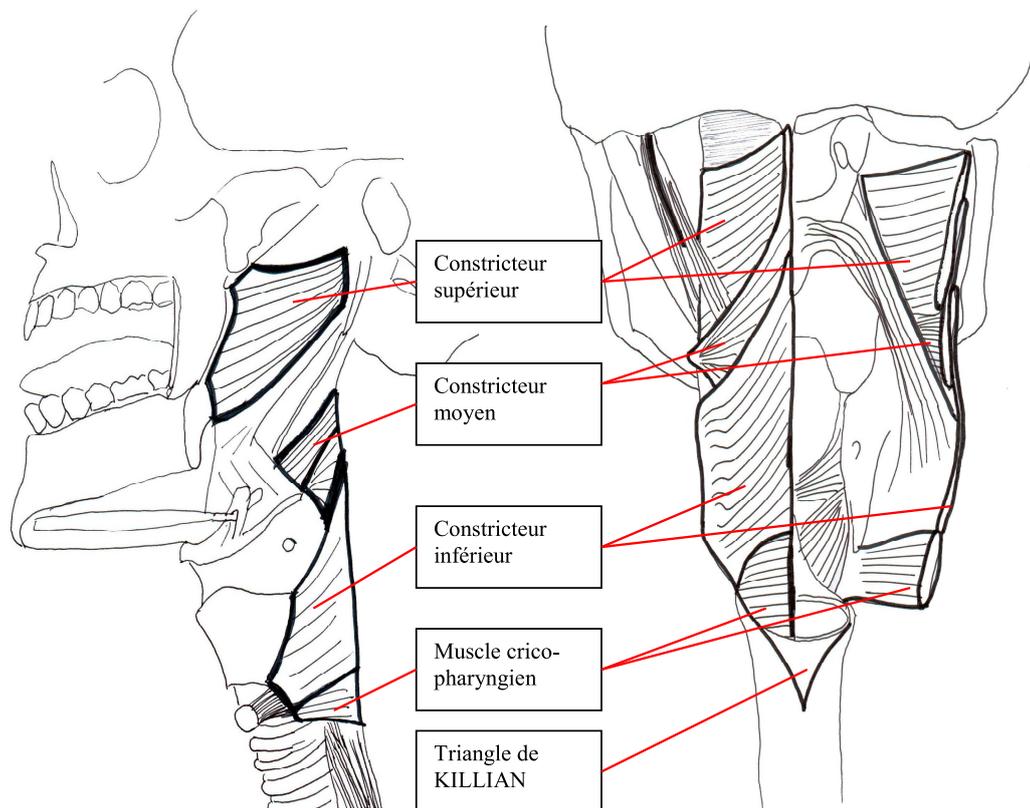


FIGURE 1.9 – Vue latérale (gauche) et postérieure (droite) des muscles constricteurs du pharynx. Issu de [Peluchon \(2001\)](#)

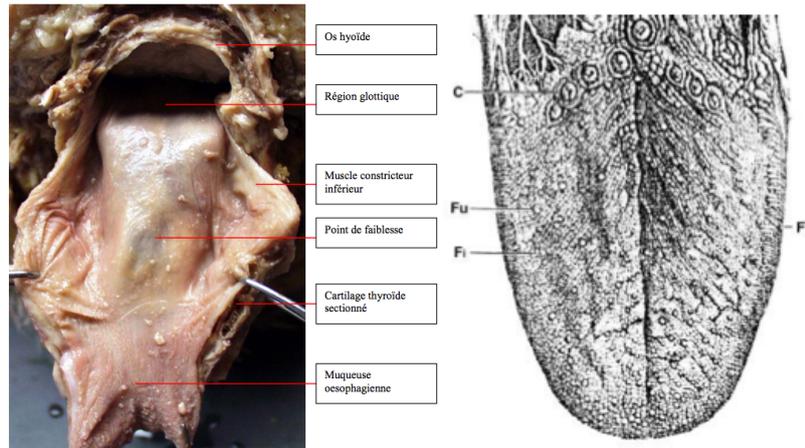


FIGURE 1.10 – Vue antérieure de la région pharyngo-oesophagienne (gauche), issu de [Peluchon \(2001\)](#). Vue de la partie supérieure de la langue (droite), issu de [Warren et Carmichael \(1930\)](#)

La Figure 1.10-a représente une vue antérieure de la région pharyngo-oesophagienne suite à une dissection. Nous pouvons visualiser la partie des tissus faisant face à la base de la langue et à l'épiglotte. Ces tissus présentent un aspect relativement lisse, contrairement à la partie supérieure de la langue (Figure 1.10-b) qui présente des papilles dont la hauteur est d'environ 300 μm ([Ranc et al., 2006](#)).

La cavité nasale humaine présente une anatomie complexe (Figure 1.11). On peut distinguer trois zones : le vestibule (ou valve nasale), la zone olfactive et le méat. Ces zones vont être balayées de manières différentes selon le sens du flux respiratoire.

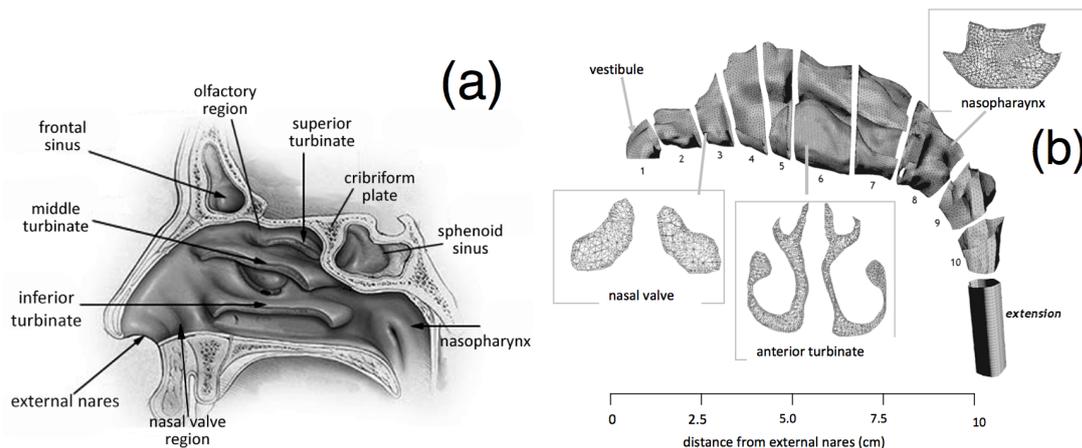


FIGURE 1.11 – Anatomie de la cavité nasale. (a) : vue transversale (adapté de *The Gray's anatomy of the human body*, publication originale en 1918), on retrouve le vestibule (“nasal valve region”), le méat (“inferior turbinate”) et la zone olfactive (“olfactory region”). (b) : vue 3D de la cavité nasale et coupes postérieures du vestibule (nasal valve), du méat (turbinate) et du nasopharynx, issu de [Inthavong \(2008\)](#).

1.4.1.2 Séquences physiologiques de la consommation

La déglutition peut être décomposée en trois phases : orale, pharyngée et oesophagienne. Les différentes phases illustrées par des radiographies obtenues à l'aide d'un marqueur radio-opaque (baryte) sont récapitulées sur la Figure 1.12 page suivante.

Phase orale

Lors de la phase orale, l'aliment est déstructuré par la mastication (Figure 1.12-A). La mastication est un processus préparatoire à la digestion. Elle est due à l'activité des muscles élévateurs et abaisseurs de la mandibule, mais aussi à celle des muscles de la langue et des joues.

La préparation du bol alimentaire est assurée par des mouvements rythmiques appelés cycles masticatoires. Ils sont constitués de phases d'ouverture et de fermeture de la mandibule. La fin du cycle est caractérisé par une occlusion totale des dents.

Durant ces cycles répétés, la consistance du bol alimentaire évolue. Des particules de plus en plus petites sont générées et le tout est hydraté par le flux salivaire (Lucas et al., 2002). Ce phénomène d'hydratation permet de former un bol « cohésif » (Lucas et al., 2002). Le flux salivaire provenant de différentes glandes peut être stimulé de différentes manières. On distingue donc le flux salivaire « au repos » (0,3 mL/min) et le flux salivaire « stimulé » (1,5 mL/min) (Sreebny, 2000). Les différences interindividuelles sont très importantes : le flux salivaire peut varier d'un facteur 10 sur un panel de 10 personnes (Neyraud et al., 2003).

Différents tests permettent de caractériser le comportement masticatoire des individus tels que l'électromyographie et l'efficacité masticatoire. L'électromyographie est une mesure de l'activité des muscles à l'aide d'électrodes (Brown, 1993a,b). L'efficacité masticatoire est un paramètre mesurable très facilement. Il s'agit d'une représentation de la qualité de mastication de l'individu. Elle consiste à faire mastiquer un bol alimentaire de référence (carotte crue, cacahuètes ou silicone dentaire) durant un nombre de cycles spécifié au départ, puis à le faire recracher pour analyser la taille des particules (Olthoff et al., 1984; Julien et al., 1996). Elle dépend de paramètres tels que la surface de contact entre les dents ou encore la force développée par les muscles (Julien et al., 1996). L'efficacité masticatoire est donc une image globale du comportement masticatoire du sujet.

Enfin, il existe, selon les individus, de grandes variations sur les paramètres masticatoires (nombre de cycles, efficacité masticatoire, etc.). Cependant, pour un individu et un aliment donnés, il n'y a pas de différences significatives sur ces paramètres (Peyron et al., 1996; Woda et al., 2006).

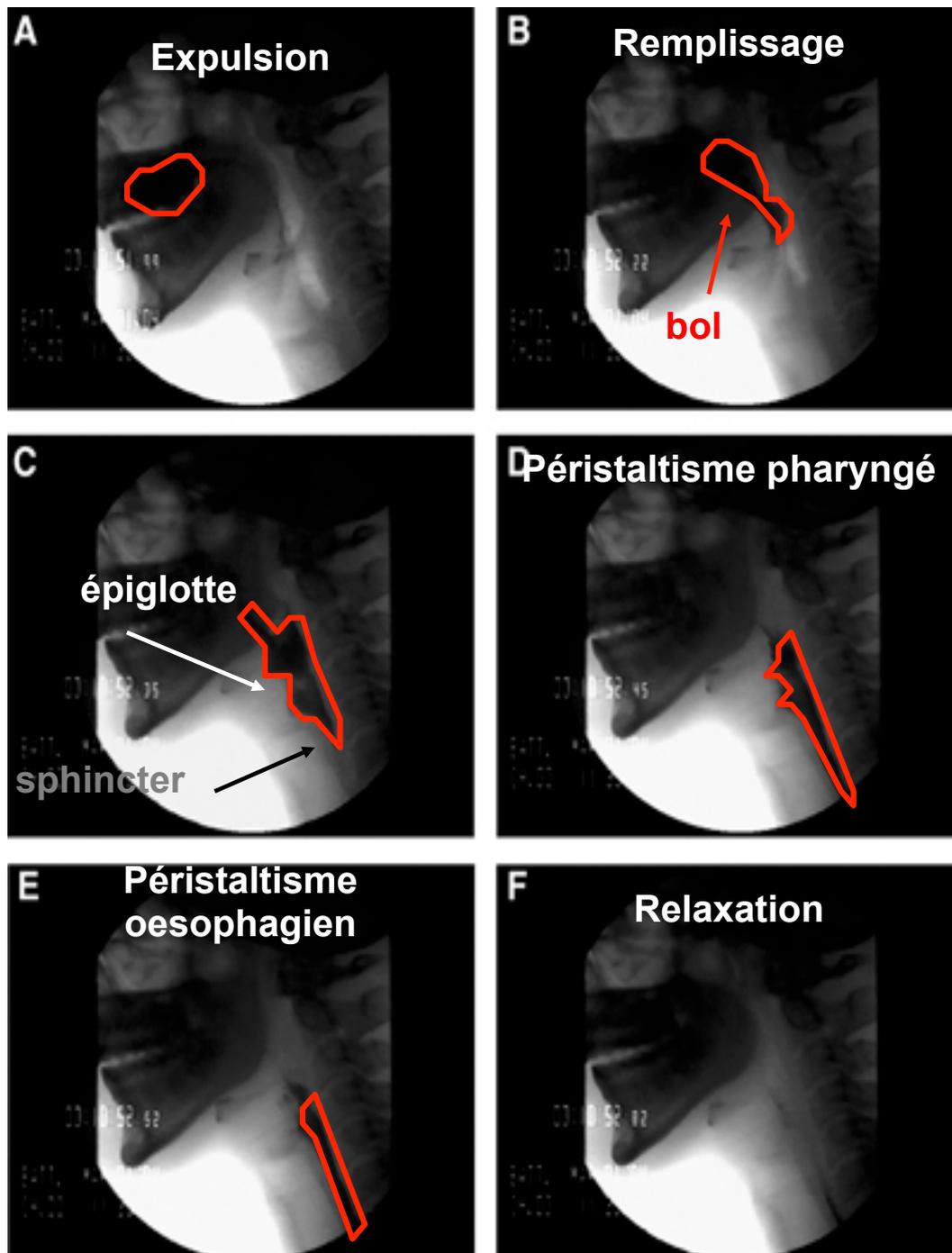


FIGURE 1.12 – Séquences de la déglutition visualisées par radiographie. Issu de Netter Images.

Phase pharyngée

Lorsque le bol est déstructuré, le vélopharynx s'ouvre et isole la cavité nasale afin d'éviter des phénomènes de régurgitation par le nasopharynx. L'épiglotte s'abaisse et ferme l'entrée du larynx. La langue vient progressivement se plaquer contre le palais. Le bol est expulsé vers le pharynx (Figure 1.12-B).

Par des mouvements de va-et-vient, la base de la langue permet l'expansion de l'hypopharynx afin d'accueillir le bol (Figure 1.12-C).

Le sphincter supérieur oesophagien se dilate complètement tandis que les muscles constricteurs du pharynx se contractent. Leur opposition permet la présence d'une force circulaire de fermeture et chasse le bol dans l'oesophage grâce au déplacement de cette contraction (Figure 1.12-D). Il s'agit d'une onde péristaltique.

Puis, le bol passe le sphincter oesophagien (Figure 1.12-E). Le nasopharynx et l'épiglotte s'ouvrent de nouveau.

La phase de déglutition est très rapide ($<0,5$ s) et l'onde péristaltique se propage à une vitesse d'environ 0.2 m/s (Dantas et al., 1990; Chang et al., 1998; Meng et al., 2005).

La mastication est un processus présentant des différences interindividuelles importantes.

La déglutition est principalement réalisée par une onde péristaltique propulsant le bol alimentaire vers l'oesophage.

1.4.2 Les cinétiques de libération des stimuli expliquées par la physiologie

1.4.2.1 Cas des composés d'arôme

Les cinétiques de libération des composés d'arôme sont très liées aux séquences physiologiques de la mastication et de la déglutition. [Buettner et al. \(2001\)](#) ont montré que la jonction entre le voile du palais et la langue est une barrière extrêmement efficace contre la fuite de composés volatils de la cavité buccale vers la cavité nasale lorsque le produit est en bouche (Figure 1.13). Pour un aliment liquide, la première expiration suivant la déglutition permet de transporter les composés aromatiques vers les récepteurs olfactif et est donc associée à la perception (Figure 1.13). Dans le cas d'un aliment solide, il peut y avoir des phases transitoires d'ouverture et de fermeture du voile du palais durant la mastication qui permettent aux cavités buccale et nasale de communiquer. ([Buettner et al., 2002](#); [Hodgson et al., 2003](#)).

La Figure 1.14 présente un exemple de cinétique de libération de composés d'arôme mesurée dans la cavité nasale d'un sujet. La phase P1 de la cinétique, avant la déglutition, correspond aux échanges qui ont lieu lors de la mastication du produit. La phase P2 correspond à la libération après déglutition. Pour un produit ne nécessitant pas d'étapes de mastication, la phase P1 est absente.

De plus, [Buettner et al. \(2001; 2002\)](#) ont mis en évidence la présence d'un film résiduel enduisant les muqueuses pharyngées suite à la déglutition. Ce film permet de prolonger la libération des composés d'arôme ([Wright et al., 2003a](#); [Weel et al., 2004](#); [Tréléa et al., 2008](#)). Cela correspond à la phase P2 de la cinétique présentée Figure 1.14. Les techniques de radiographie utilisant un produit de contraste permettent de visualiser les zones privilégiées de retenues du produit sur les muqueuses pharyngées. La Figure 1.15-A représente une vue sagittale de l'oropharynx et de l'hypopharynx après déglutition. Nous pouvons observer que le produit enduit l'ensemble des muqueuses du pharynx, en particulier la partie dorsale de la langue et la paroi postérieure du pharynx. De plus, il y a des zones de retenue privilégiée au dessus et en dessous de l'épiglotte : les vallécules et les sinus piriformes. Ces zones sont aussi visibles sur des vues postérieures (Figure 1.15-B). Pour des sujets sains (Figure 1.15-B), une faible quantité de matière est retenue dans les sinus piriformes de manière symétrique ainsi qu'au niveau des vallécules (au-dessus de l'épiglotte). Étant situés sous le larynx, les sinus piriformes ne sont pas balayés par le flux respiratoire. Lors de la respiration, la zone des vallécules est confinée et donc peu balayée par le flux respiratoire. Par conséquent, la quantité de produit retenu dans ces régions anatomiques ne devrait pas avoir d'influence sur la cinétique de libération des composés d'arôme, contrairement à la partie dorsale de la langue et la paroi postérieure du pharynx qui sont balayées par le flux respiratoire.

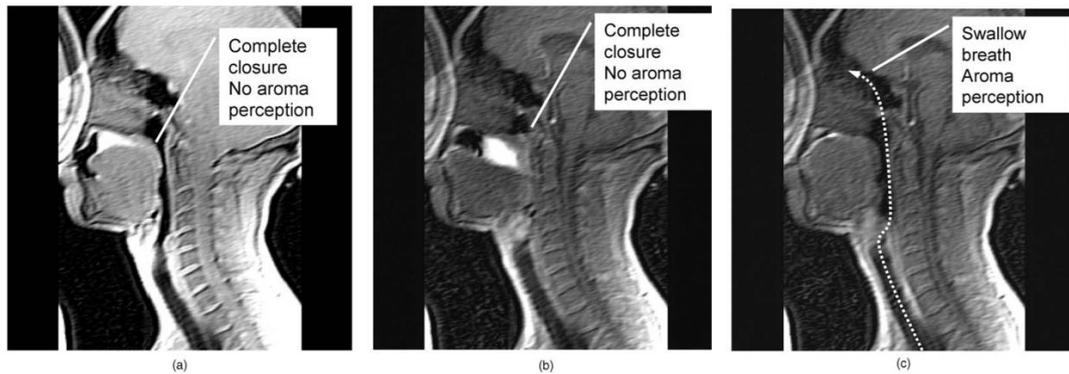


FIGURE 1.13 – Étapes de la consommation d'un aliment liquide : (a) préparation à la déglutition, le vélopharynx assure une étanchéité parfaite ; (b) péristaltisme pharyngé ; (c) première expiration après la déglutition associée à la perception. Issu de [Buettner et al. \(2002\)](#).

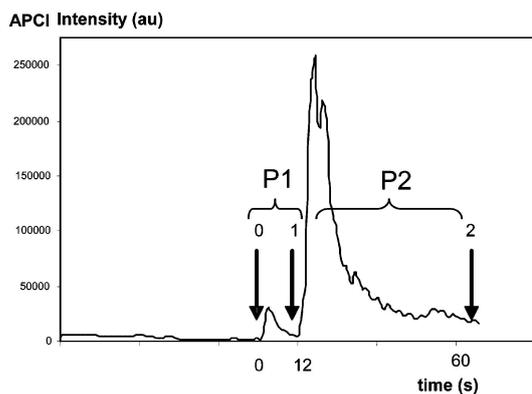


FIGURE 1.14 – Exemple de cinétique de libération de composés d'arôme : P1 correspond à la phase de libération de composés d'arôme lorsque le produit est mastiqué, P2 correspond à la phase de libération après la déglutition. Issu de [Saint-Eve et al. \(2006\)](#).

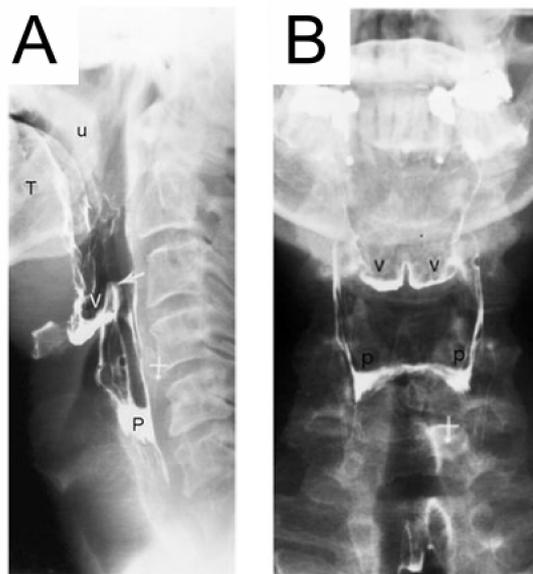


FIGURE 1.15 – Visualisation par radiographie des résidus de baryte (en blanc) après déglutition au niveau de l'oropharynx et de l'hypopharynx : coupe sagittale (A) et frontale (B). Le produit de contraste enduit l'ensemble des muqueuses. palais mou (u), partie dorsale de la langue (T), vallécules (v), épiglote (flèche), sinus piriformes (p). Issu de [Levine \(1989\)](#) et [Jones et Donner \(1988\)](#).

1.4.2.2 Cas du sel

Il existe moins d'évènements physiologiques qui gouvernent la libération des composés non-volatils. En effet, le pharynx et le système respiratoire ne sont pas concernés. La Figure 1.5 page 25 présente un exemple de cinétique. Nous pouvons observer une première partie de cinétique durant laquelle la concentration en sel augmente grâce à la mastication du produit. Durant la seconde partie, la concentration en sel diminue suite à la déglutition et au renouvellement de la salive par le flux salivaire (Neyraud et al., 2003).

Les différentes étapes de libération des stimuli sont très bien expliquées par les différentes phases physiologiques de la mastication et de la déglutition. Pour les composés d'arôme, l'intensité maximale est libérée à la déglutition. Les composés sapides sont libérés grâce à la mastication.

1.4.3 La sphère oro-naso-pharyngée vue comme un réacteur

L'ensemble des connaissances sur la physiologie de la consommation d'un aliment a pu être synthétisé dans des modèles mécanistiques représentant la libération des stimuli durant la consommation. Ces modèles considèrent la « bouche » comme un lieu de mélange et de transfert de matière tel un réacteur. Ce type d'approche met en lumière des variables clés gouvernant la dynamique de libération.

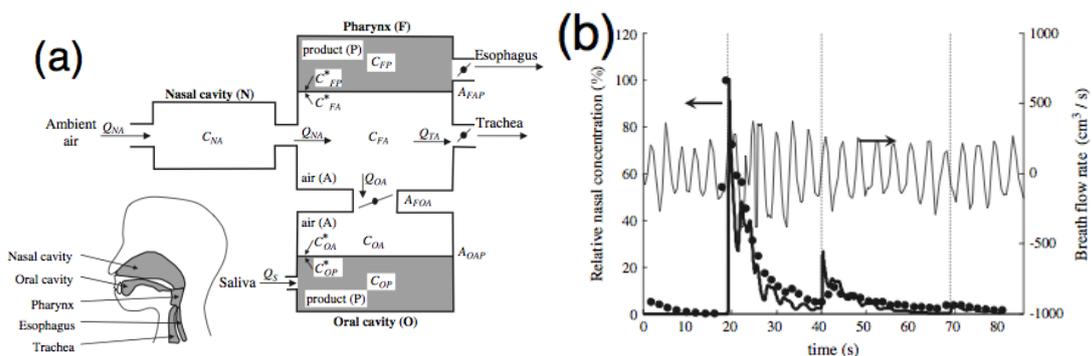


FIGURE 1.16 – (a) Représentation schématique de la cavité nasale (N), du pharynx (F) et de la cavité orale (O) comme des réacteurs interconnectés échangeant du produit (P) et de l'air (A). (b) Libération de l'acétate d'éthyle dans la cavité nasale d'un sujet durant la consommation d'un yaourt : concentration relative dans la cavité nasale mesurée (\bullet) et simulée ($-$ gras), flux respiratoire ($-$ fin), et instants des déglutitions ($|$). Issu de Tréléa et al. (2008).

Les premiers modèles ont été développés par Harrison et al. (1998; 1998) pour des produits liquides ou solides. Les transferts de matière entre les différentes phases (produit / salive / air) sont représentés par la théorie interfaciale (cf. § 1.3.2.2 page 29).

Le modèle le plus récent et le plus complet du point de vue de la physiologie a été développé par Tréléa et al. (2008). La sphère oro-naso-pharyngée est considérée comme une série de trois réacteurs représentant les cavités buccale, nasale et pharyngée échangeant de la matière entre elles (Figure 1.16). Ce modèle présente une quinzaine de paramètres. Ces auteurs ont de plus confronté ce type de modélisation à des données expérimentales obtenues par APCI-MS.

La Figure 1.16 représente la cinétique de libération d'un composé d'arôme (l'acétate d'éthyle) dans la cavité nasale d'un individu mesurée et simulée dans le cas d'un yaourt. Entre la mise en bouche du produit et la première déglutition ($t < 20$ s), la concentration en composés d'arôme dans la cavité nasale est nulle car le voile du palais assure une étanchéité parfaite entre la cavité buccale et la cavité nasale. À la première déglutition ($t = 20$ s), la concentration en composés d'arôme atteint un pic. Ce pic s'explique par la libération quasi-instantanée de l'air enrichi en composés d'arôme de la cavité buccale vers la cavité nasale. Ensuite, la concentration décroît progressivement à cause de l'appauvrissement en composés d'arôme de la couche résiduelle de produit enduisant les muqueuses pharyngées. Lors de la seconde déglutition ($t = 40$ s), le cycle recommence de manière moins marquée.

La prise en compte de la mastication dans le cas des produits « solides » complique le problème. Harrison et al. (1998) et Wright et al. (2003; 2003b) ont développé des modèles de libération des composés d'arôme au cours de la mastication, mais les prédictions n'ont jamais été comparées à des données expérimentales. Ils montrent l'importance d'avoir une connaissance détaillée du processus de mastication afin de déterminer l'évolution de la surface de contact entre le produit et la salive.

Ces modèles mécanistiques font intervenir d'une part des paramètres liés à la physiologie du sujet (volumes des cavités du système respiratoire supérieur, flux respiratoire, flux salivaire, etc.) ainsi que des paramètres liés aux propriétés des stimuli dans le produit (coefficient de partage entre le produit et l'air et coefficients de transfert de matière). L'ensemble de ces paramètres peut être mesuré expérimentalement pour un individu et un produit donné. Le Tableau 1.1 (page 60) récapitule les principales grandeurs liées à la physiologie humaine et utilisées dans ces modèles qui seront reprises dans ce manuscrit.

Les paramètres les plus délicats à déterminer, et qui ont une influence importante sur les prédictions, sont liés *a priori* à l'interaction entre le produit et l'individu. Nous pouvons supposer qu'ils sont à l'origine des différences de libération et de perception

entre des produits ne pouvant être expliquées par les propriétés de mobilité et de volatilité des stimuli.

Les paramètres clefs qui ont pu être mis en évidence sont relatifs à la phase de consommation :

1. Lors de la phase buccale, il s'agit de **la surface de contact entre le produit et l'air** et **entre le produit et la salive** générées soit par la compression du produit entre langue et palais, soit par la mastication.
2. Lors de la phase pharyngée, il s'agit de **la surface de contact entre le produit et l'air** et **l'épaisseur de produit résiduelle enduisant les muqueuses pharyngées** générées par le péristaltisme pharyngé.

Étant donné que ces paramètres résultent des processus mécaniques ayant lieu en bouche et dans le pharynx, nous supposons qu'ils sont liés à l'interaction entre les contraintes mécaniques imposées par l'individu et la rhéologie du produit.

La Figure 1.17 synthétise les paramètres clefs gouvernant la libération des stimuli. Il a été mis en évidence que la libération des stimuli dépend directement de leurs propriétés au sein du produit, de paramètres et de séquences physiologiques et de l'interaction entre le produit et l'individu.

Notre objectif est de déterminer quels sont les paramètres clefs liés au sujet et au produit gouvernant leur interaction. Nous faisons l'hypothèse que cette interaction dépend de propriétés rhéologiques du produit et des sollicitations mécaniques rencontrées lors de la consommation.

À notre connaissance, il n'existe pas dans la littérature de modèles décrivant la libération des composés non-volatils tels que le sel.

L'analyse de la littérature permet d'identifier des paramètres clefs expliquant la libération des stimuli, mais encore mal appréhendés. Il s'agit de :

- la surface de contact entre le produit et l'air ou le produit et la salive,*
- l'épaisseur de produit résiduelle dans la pharynx.*

Ces paramètres dépendent a priori des contraintes physiologiques auxquelles le produit est soumis ainsi que de ses propriétés rhéologiques.

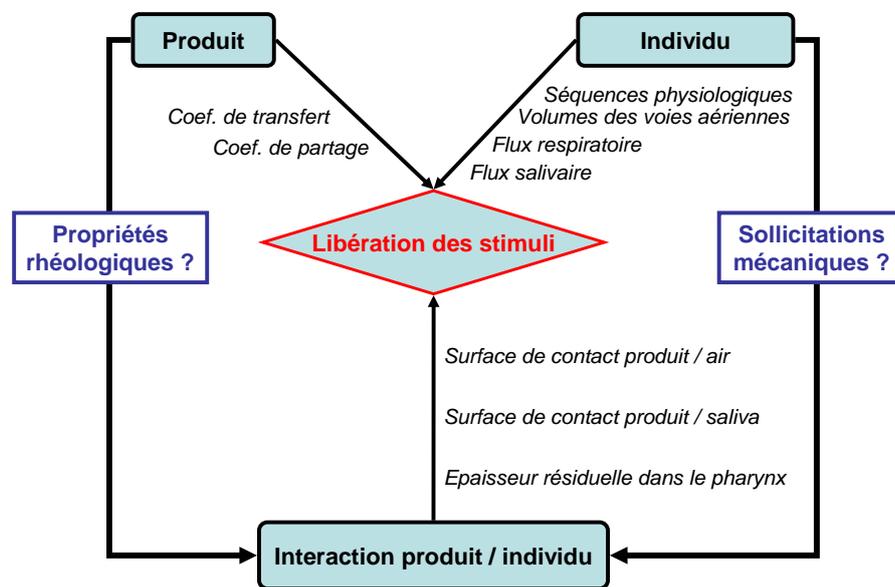


FIGURE 1.17 – Synthèse des principaux paramètres connus gouvernant la libération des stimuli. Ils dépendent des propriétés des stimuli dans le produit, de la physiologie de l'individu et de leur interaction. Nous supposons que cette interaction résulte des propriétés rhéologiques du produit et des sollicitations mécaniques rencontrées lors de la consommation.

1.5 Rôle de l'interaction entre le produit et l'individu

L'interaction entre le produit et l'individu agit *a priori* sur la génération de surfaces de contact entre les différentes phases en présence (produit / air / salive) ainsi que sur l'épaisseur de produit résiduelle dans le pharynx. Supposant que cette interaction dépend des propriétés rhéologiques du produit et des sollicitations mécaniques rencontrées lors de la consommation, nous rappellerons tout d'abord quelques principes de rhéologie. Nous analyserons ensuite les différentes observations concernant le rôle de la rhéologie du produit sur la libération des stimuli. Enfin, nous verrons comment le comportement mécanique du produit sous des contraintes physiologiques a pu être appréhendé jusqu'à maintenant.

1.5.1 De la rhéologie à la perception sensorielle

La rhéologie est l'étude de la déformation de la matière sous l'effet des contraintes appliquées. Elle concerne de nombreux domaines depuis les procédés de mise en forme, à la médecine, la géomécanique, et l'agro-alimentaire, etc.

En agro-alimentaire, un test empirique des propriétés rhéologiques, l'analyse de texture, est fréquemment utilisé. Le test classique consiste à faire une double compression du produit à vitesse imposée et de mesurer l'évolution de la force. Différents paramètres empiriques sont identifiés à partir des courbes obtenues comme la « fermeté », la « cohésion » et le « collant » du produit. Ce test présente l'avantage d'être simple à mettre en oeuvre. De plus, certains paramètres sont très bien corrélés aux résultats obtenus par analyse sensorielle (Figure 1.18).

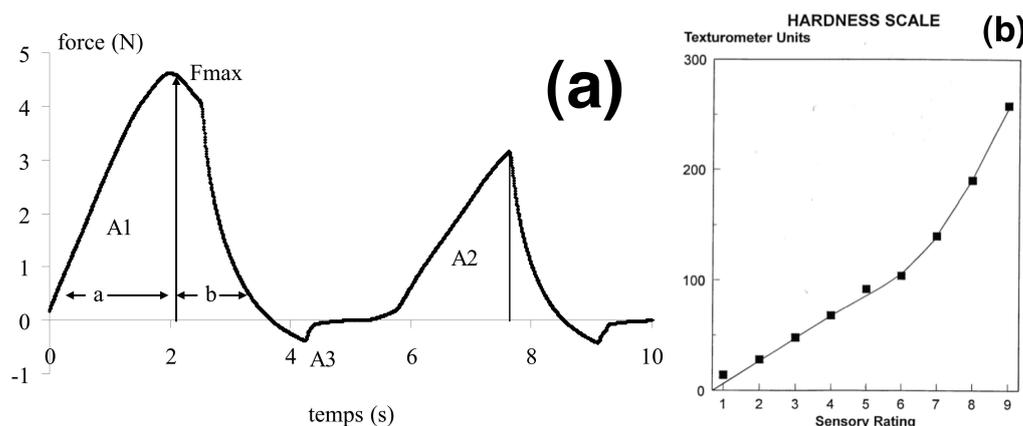


FIGURE 1.18 – (a) Courbe type de profil d'analyse de texture, la fermeté correspond à la force maximale atteinte lors de la première compression. (b) Corrélation entre l'évaluation de l'échelle de « fermeté » évaluée par un texturomètre et un panel sensoriel. Issu de [Szczesniak et al. \(1963\)](#).

De manière théorique, on peut distinguer d'une part les solides idéaux qui se déforment élastiquement et qui retrouvent leur état d'origine lorsque la contrainte est retirée, des fluides idéaux purement visqueux qui se déforment irréversiblement (ils coulent).

Cependant, dans la plupart des cas, la matière présente des comportements intermédiaires qui dépendent de l'intensité des contraintes mises en jeu, du temps caractéristique des sollicitations et de l'échelle d'observation (milieu continu ou non).

La relation entre les champs de déformation et de contraintes est donnée par la loi de comportement du matériau.

1.5.1.1 Écoulements complexes

En toute généralité, lorsqu'il y a écoulement, le tenseur des contraintes est relié au tenseur de la vitesse de déformations par la viscosité. La viscosité représente la résistance du fluide à l'écoulement. Dans le cas d'un écoulement de cisaillement (Figure 1.19), cette relation se simplifie en :

$$\tau = \mu(\dot{\gamma}, T) \cdot \dot{\gamma} \quad (1.15)$$

où τ est la contrainte de cisaillement (en Pa), $\dot{\gamma}$ la vitesse de cisaillement (en 1/s), T la température (en K) et μ la viscosité en cisaillement (en Pa.s).

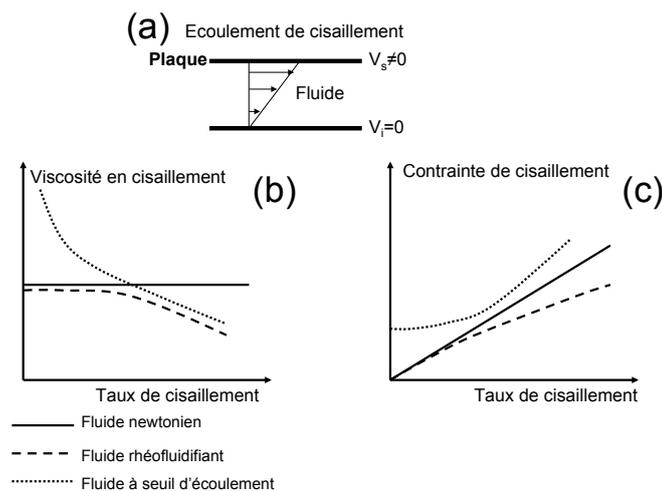


FIGURE 1.19 – Schématisation d'un écoulement de cisaillement entre deux plaques dont l'une est animée d'une vitesse de translation non nulle (a) et évolution de la viscosité (b) et de la contrainte de cisaillement (c) en fonction du taux de cisaillement pour différents comportements rhéologiques.

La viscosité μ dépend de la température T (en K) et du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. Dans le cas d'un fluide newtonien, la viscosité est indépendante du taux de cisaillement (Figure 1.19). A température donnée, (1.15) se simplifie en :

$$\tau = \mu \cdot \dot{\gamma} \quad (1.16)$$

Cependant la viscosité du fluide peut dépendre du taux de cisaillement. Par exemple, dans le cas d'un fluide rhéofluidifiant, la viscosité décroît avec le taux de cisaillement ou dans le cas d'un fluide à seuil d'écoulement, il existe une contrainte seuil notée s (en Pa) en dessous de laquelle le fluide ne coule pas (Figure 1.19). Ce comportement peut être modélisé par une loi d'Herschel-Bulkley :

$$\tau = s + K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (1.17)$$

avec K la consistance du fluide (en Pa.sⁿ) et n l'indice de rhéofluidification.

Afin de modéliser l'écoulement, la loi de comportement du fluide doit être associée aux équations de Navier-Stokes et aux conditions initiales et limites. Les équations de Navier-Stokes sont obtenues en considérant l'équilibre dynamique d'une parcelle fluide soumise à différentes forces (inertielles, volumiques et surfaciques). La forme générale du système d'équations obtenu alors étant extrêmement complexe à résoudre, son adimensionnalisation permet de ne garder que les termes prépondérants selon la situation considérée, de réduire le nombre de variables et de faciliter le processus de résolution. Ainsi, on peut définir différents nombres sans dimension comme le nombre de Reynolds Re représentant les effets visqueux sur les effets inertiels par :

$$Re = \frac{\rho U L}{\mu} \quad (1.18)$$

avec ρ la masse volumique du fluide (en kg/m³), U la vitesse caractéristique de l'écoulement (en m/s), L l'échelle de longueur caractéristique (en m) et μ la viscosité du fluide (en Pa.s).

Par exemple, lorsque le nombre de Reynolds est très faible devant l'unité ($Re \ll 1$), les effets inertiels sont négligeables devant les effets visqueux et le système se simplifie par les équations des films minces développées par Osborne Reynolds en 1886. Dans un écoulement bidimensionnel ou la longueur caractéristique L est orientée selon l'axe \vec{x} et la hauteur h orientée selon l'axe \vec{z} et sachant que $L \ll h$, les équations du film mince sont données par $\frac{\partial p}{\partial x} = \frac{\partial^2 u}{\partial z^2}$ et $\frac{\partial p}{\partial z} = 0$ avec $p(x, z)$ le champ de pression (en Pa) et $u(x, z)$ la vitesse dans la direction \vec{x} (en m/s).

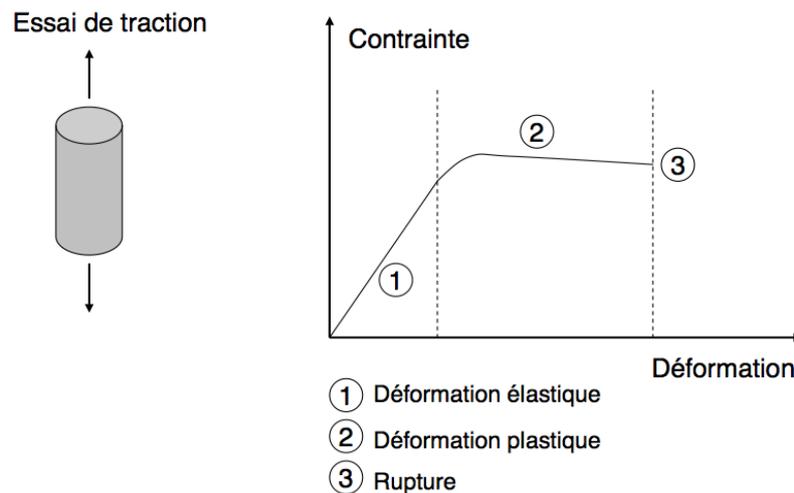


FIGURE 1.20 – Essai de traction et réponse typique.

1.5.1.2 Propriétés des matériaux « solides »

Pour des faibles déformations, les matériaux présentent un comportement élastique : le tenseur des déformations est proportionnel au tenseur des contraintes. Dans le cas d'un matériau en traction (Figure 1.20), cette relation se simplifie en :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (1.19)$$

où σ est la contrainte de compression (en Pa), E le module d'élasticité (en Pa) et ε le taux de déformation.

Si cette relation est dépendante de la vitesse de chargement, le matériau présente un comportement viscoélastique.

Si l'on augmente les sollicitations, le matériau se déforme plastiquement (déformation permanente) et / ou jusqu'à la rupture (Figure 1.20). Lorsque l'on atteint les déformations plastiques et la rupture du matériau, on peut définir le seuil de plasticité et la déformation plastique, ainsi que les limites de contrainte et de déformation à la rupture.

On distingue les matériaux ductiles des matériaux fragiles. Les matériaux ductiles ont la capacité à se déformer plastiquement sans se rompre. La rupture se fait lorsqu'un défaut, induit par la déformation plastique, se propage. À l'inverse, les matériaux fragiles ne supportent pas les déformations et cassent dans le domaine élastique.

1.5.2 Rôle de la rhéologie du produit sur la libération des stimuli : des résultats contradictoires

Nous pouvons supposer que l'interaction entre les propriétés rhéologiques du produit et les sollicitations mécaniques appliquées durant la consommation vont modifier certains paramètres tels que les surfaces de contact. L'objet de cette section est d'analyser les différentes observations concernant le lien entre propriétés rhéologiques du produit et libération des stimuli. Nous distinguerons les produits dits « liquides » et « semi-liquides » qui ne nécessitent pas de mastication, des produits dits « solides » nécessitant une étape de mastication.

1.5.2.1 Aliments dits « liquides » et « semi-liquides »

Dans le cas des aliments « liquides » et « semi-liquides », les principaux résultats de la littérature analysant le lien entre la rhéologie du produit ou la concentration en viscosifiants à la libération et/ou la perception des stimuli sont donnés en Annexe B, page 202. Différents exemples de résultats sont discutés en distinguant le cas des composés d'arôme et le cas du sel.

Cas des composés d'arôme

Saint-Eve et al. (2006) ont étudié l'influence de la viscosité complexe des yaourts sur la libération et la perception aromatique. Pour une même composition, un traitement mécanique a permis de diminuer la viscosité complexe du produit (de 160 à 20 Pa.s) tout en conservant des propriétés de partage et de diffusion très similaires au produit initial (Kora et al., 2004; Deleris et al., 2007). Les auteurs ont observé que le traitement mécanique influence la perception et la libération. Par exemple, l'intensité maximale mesurée par APCI-MS augmentait de façon significative de 20 à 30 % entre deux yaourts de même composition mais de propriétés rhéologiques différentes.

Un second groupe d'études a analysé l'influence d'agents épaississants (hydrocolloïdes) sur la libération et la perception aromatique (Hollowood et al., 2002; Cook et al., 2003a; Hodgson et al., 2005; Cook et al., 2005). N'ayant pas démontré que les propriétés physico-chimiques (coefficient de partage et de transfert) étaient inchangées en modifiant la concentration en agent de texture, il est plus délicat d'interpréter leurs résultats d'un point de vue rhéologique. Par exemple, Hollowood et al. (2002) ont montré que l'intensité aromatique perçue par un panel sensoriel décroît avec la concentration en viscosifiants. Ils n'ont pourtant pas observé d'effets de la concentration en viscosifiant sur les courbes de libération *in vivo*.

Cook et al. (2003a; 2005) ont relié l'intensité aromatique perçue à la contrainte de Kokini pour des solutions épaissies par différents agents de texture (Figure 1.21).

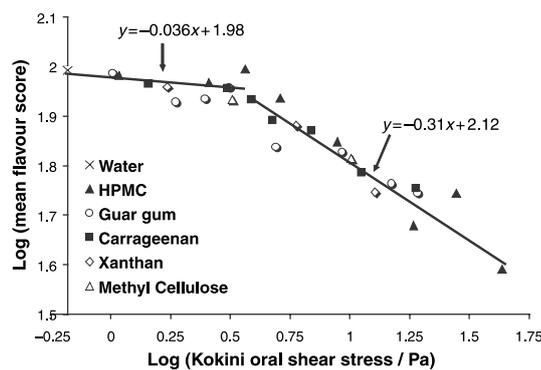


FIGURE 1.21 – Corrélation entre l'intensité aromatique de banane perçue pour différentes solutions contenant des hydrocolloïdes et la contrainte orale de cisaillement de Kokini. Issus de [Cook et al. \(2005\)](#).

Connaissant la vitesse et la force maximale imposées par la langue et les paramètres de la loi de comportement d'un fluide rhéofluidifiant, Kokini et al. (1977; 1983) ont déterminé la contrainte exercée entre la langue et le palais. Cette dernière permet donc de ramener le comportement rhéologique du fluide à un seul point de comparaison cohérent avec les sollicitations mécaniques imposées par la langue. Cependant, l'intensité perçue n'est pas corrélée avec celle mesurée dans la cavité nasale. Pour expliquer le manque de corrélation entre les mesures *in vivo* et les analyses sensorielles, différents auteurs (Hollowood et al., 2002; Cook et al., 2003a, 2005) supposent l'existence d'interactions sensorielles entre la texture et les arômes.

Ainsi, il n'y a pas de consensus sur le lien entre propriétés rhéologiques et libération des composés d'arôme. Ces discordances peuvent être expliquées :

- d'une part, par les natures très variées des propriétés rhéologiques des fluides étudiés. Par exemple, les yaourts présentent un comportement de fluide à seuil, tandis que les fluides viscosifiés avec des hydrocolloïdes présentent plutôt des comportements rhéofluidifiants.
- d'autre part, l'influence des propriétés rhéologiques n'a pas toujours été découplée de celle des propriétés physico-chimiques.

Cas du sel

Dans le cas des composés non-volatils, tels que le sel, la perception serait gouvernée par la capacité au mélange des fluides avec la salive plutôt que par un niveau de viscosité. Cette capacité au mélange est donnée par (i) la microstructure du fluide (solutions de polymères ou granulaires) (Ferry et al., 2006), (ii) le poids moléculaire dans le cas de biopolymères (Koliandris et al., 2010), (iii) la concentration ou viscosité du fluide pour un épaississant donné (Ferry et al., 2006; Koliandris et al., 2010).

1.5.2.2 Aliments dits « solides »

Dans le cas des aliments dits « solides » et qui nécessitent donc une étape de mastication avant d'être déglutis, [Harrison et al. \(1998\)](#) et [Wright et al. \(2003b\)](#) ont montré que la surface de contact entre le produit et la salive générée par la mastication est un paramètre gouvernant la cinétique de libération des stimuli. Ce paramètre dépend *a priori* de comportement masticatoire du sujet et des propriétés de fracture du produit. Le rôle de la rhéologie du produit sur les cinétiques de libération des stimuli a été examiné soit par des paramètres de texture du produit soit par des paramètres régissant sa loi de comportement (module élastique, contrainte à la rupture, etc.). Les principales études reliant propriétés rhéologiques ou de texture à la libération et/ou la perception des stimuli sont récapitulées en Annexe B, page 203. Certains de ces résultats vont être discutés dans le cas des composés d'arôme et le cas du sel.

Cas des composés d'arôme

Avec un protocole de dégustation imposé, [Weel et al. \(2002\)](#) observent une influence de la texture du produit sur la perception, mais pas sur les cinétiques de libération des composés d'arôme (Figures 1.7), contrairement à [Mestres et al. \(2005\)](#) qui ont réalisé les mêmes expériences. Ces derniers insistent sur le fait que les courbes de libération doivent être analysées finement afin de trouver des descripteurs qui rendent bien compte de la dynamique de libération très différente selon les produits et les individus. Avec un protocole de dégustation libre, [Boland et al. \(2006\)](#) et [Lauverjat et al. \(2009b\)](#) observent des profils de libération différents pour des gels de différentes compositions (Figure 1.22-a). Ces observations ne pouvant être expliquées par la mobilité ou le partage aux interfaces des composés d'arôme, ils concluent à une influence de la rhéologie du produit. En effet, ils constatent que le sujet adapte son temps de mastication selon la rhéologie du produit (Figure 1.22-b) : un produit plus ferme est mastiqué plus longtemps et la quantité d'arôme libérée est plus importante. [Koliandris et al. \(2008\)](#) corrélient même l'intensité maximale de la libération et la déformation à la rupture de gels d'hydrocolloïdes.

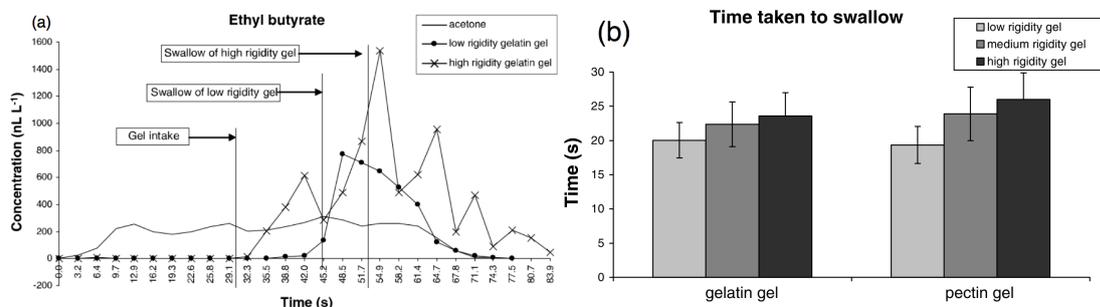


FIGURE 1.22 – (a) Cinétiques de libération de l'ethylbutyrate pour des gels de gélatine de différentes fermetés. (b) Influence de la texture de gels sur le temps de mastication des gels. Issu de [Boland et al. \(2006\)](#).

Cas du sel

En ce qui concerne les composés sapides, dans le cas de fromages, Jack et al. (1995) observent une influence de la texture du produit sur la libération du sel, contrairement à Phan et al. (2008). Panouillé et al. (2010) montrent l'influence de la composition et de la texture de fromages modèles sur la perception salée : les fromages les moins fermes sont perçus comme les plus salés.

Enfin, pour les produits « liquides » et « semi-liquides » le rôle de la rhéologie du produit sur la libération des stimuli n'a jamais été clairement identifié ni expliqué. De nombreux phénomènes pouvant influencer la libération et la perception, il est souvent difficile de découpler les effets directement à partir d'analyses sensorielles ou de cinétiques de libération. Pour les produits « solides », le sujet adapterait son comportement à la rhéologie du produit. Il est donc nécessaire de recourir à d'autres méthodes qui permettraient d'analyser le comportement du produit sous des contraintes physiologiques ou à des modèles mécanistiques afin de découpler les effets et d'analyser les cinétiques de libération finement.

1.5.3 Comportement mécanique des aliments soumis aux contraintes physiologiques de la « consommation »

L'objet de cette section est de faire l'état de l'art de la compréhension et de la modélisation du comportement mécanique du produit soumis aux contraintes physiologiques de la consommation. Nous distinguerons la phase buccale de la phase pharyngée.

1.5.3.1 Comportement du produit lors de la phase buccale

Produits « liquides » et « semi-liquides »

De nombreuses études se sont déjà intéressées au comportement mécanique d'un produit « liquide » ou « semi-liquide » dans la cavité buccale. Avant d'être dégluti, le produit est soumis à une compression entre la langue et le palais durant environ 1 s (Kokini et al., 1977). Généralement, la géométrie de la cavité buccale est simplifiée : la langue et le palais sont schématisés par deux plaques parallèles comme représenté Figure 1.23 (Kokini et al., 1977; Nicosia et Robbins, 2001; Mathmann et al., 2007; Mossaz et al., 2010). Mossaz et al. (2010) se sont intéressés plus particulièrement aux paramètres liés au sujet et au produit influençant la génération d'une surface de contact entre le produit et l'air. Des gels laitiers représentés physiquement comme des fluides à seuil d'écoulement ont été étudiés. Un modèle numérique prédisant la surface générée par la compression a été développé et comparé avec succès à des données expérimentales et sensorielles. Cette étude a permis de mettre en avant les paramètres liés au fluide ou au sujet influençant le plus la génération de surface. Ils ont pu montrer, par exemple, que le seuil d'écoulement du fluide a un effet très limité sur la surface générée par la compression contrairement à sa consistance.

Très récemment, l'efficacité du mélange du fluide et de la salive a été étudiée à travers l'étude de ruptures de gouttes (Desse et al., 2010).

Produits « solides »

La mastication d'un produit « solide » est souvent considérée comme le résultat de deux processus physiques : la sélection des particules à mastiquer et leur rupture (Lucas et Luke, 1983; Voon et Brown, 1986). Mathématiquement, cela peut être décrit par des lois probabilistes permettant de calculer l'évolution de la taille des particules au cours de la mastication (van der Bilt et al., 1987; Baragar et al., 1996; Harrison et al., 1998; Wright et al., 2003b). La Figure 1.24 montre l'évolution de la taille moyenne et médiane des particules selon le nombre de cycles masticatoires prédit par ce type de modèle. Dans le cas présent, à partir de 10 cycles masticatoires, l'évolution de la taille moyenne est très différente selon les paramètres de la fonction de sélection. Ce type de modèle permet d'avoir une description très détaillée de l'état du bol alimentaire au cours de la

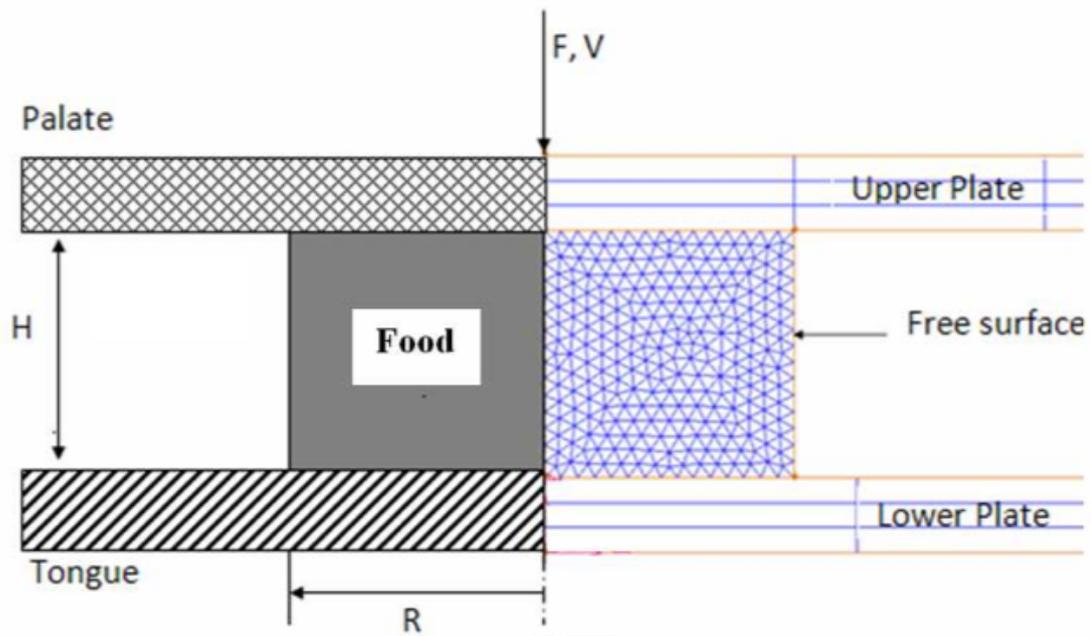


FIGURE 1.23 – Représentation schématique du contact langue / palais et maillage utilisé pour une approche numérique. Le produit est comprimé entre deux plaques rigides représentant la langue et le palais. Issus de Mossaz et al. (2010).

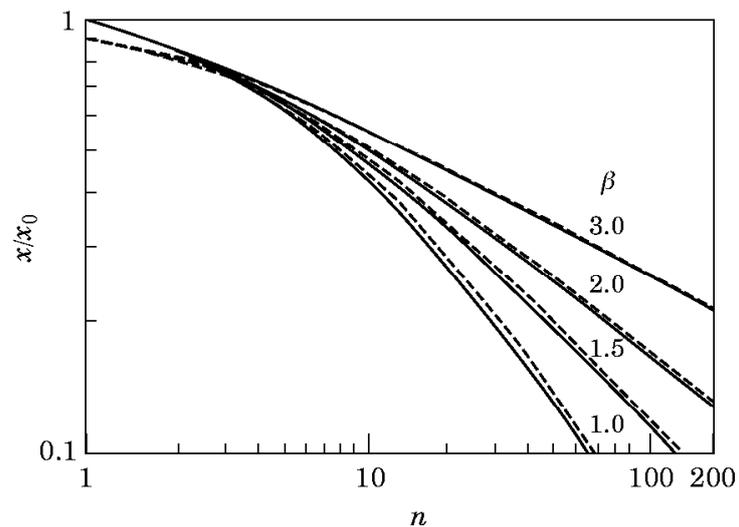


FIGURE 1.24 – Prédiction de l'évolution de la taille moyenne (- -) et médiane (-) des particules par rapport à sa taille initiale (x/x_0) en fonction du nombre de cycles masticatoires (n) pour différents paramètres de la fonction de sélection des particules (β). Issu de Baragar et al. (1996).

mastication, mais semble trop complexe pour pouvoir être appliqué concrètement car il présente un nombre de paramètres important qui dépendent *a priori* de l'aliment et de l'individu considéré.

La distribution de la taille des particules peut aussi être déterminée à partir de lois empiriques calées sur des expectoras du produit (Wright et al., 2003b; Kobayashi et al., 2006, 2010).

Il n'existe, à notre connaissance, aucun modèle prédictif permettant de déterminer l'évolution de la taille des particules au cours de la mastication.

Afin d'étudier l'influence de paramètres oraux sur la déstructuration du produit, l'utilisation de masticateurs artificiels peut être intéressante car ils permettent de déstructurer le produit dans des conditions standardisées (Jensen et al., 2003; Salles et al., 2007; Woda et al., 2010a). Par exemple, le système développé par Salles et al. (2007) est composé de deux mâchoires circulaires (Figure 1.25-a) et d'une langue centrale mobile. De l'air ou de la salive peuvent être prélevés au cours des essais. La Figure 1.25-b montre une cinétique de libération de composés d'arôme lors de la mastication d'un chewing-gum par le masticateur artificiel. Les cinétiques obtenues à l'aide du masticateur sont très différentes de celles que l'on peut obtenir *in vivo* car il manque les compartiments pharynx et nez et la quantité de produit reste constante tout au long du processus de déstructuration.

Ce type de système peut permettre aussi de comprendre les mécanismes de déstructuration au cours de la mastication. Par exemple, Yven et al. (2010) ont montré *in vivo* dans le cas de flocons de maïs, que les pétales étaient tout d'abord fracturées pour être ensuite réagglomérées par la salive et que ces mécanismes pouvaient s'expliquer par les propriétés mécaniques des flocons de maïs. Ils ont pu retrouver ce type de comportements avec un masticateur artificiel.

Des systèmes plus simples peuvent aussi être utilisés. Koliandris et al. (2008) et Mills et al. (2011) ont suivi la libération du sel dans l'eau après avoir déstructuré la matrice grâce à une compression générée par un analyseur de texture. Ces systèmes permettent de montrer l'importance de la déstructuration de la matrice sur la libération du sel dans des conditions maîtrisées. Par exemple, Koliandris et al. (2008) ont pu corrélérer l'intensité de libération du sel à un temps donné avec la déformation à la rupture de gels d'hydrocolloïdes (Figure 1.26).

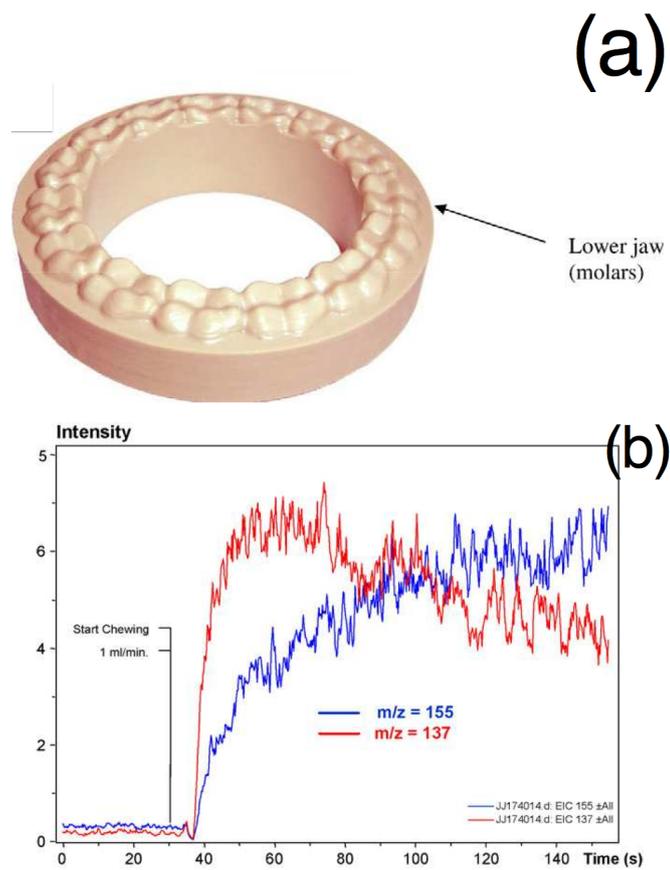


FIGURE 1.25 – Mâchoire inférieure du simulateur de mastication développé par Salles et al. (2007) (b) Exemple de cinétiques de libération de deux composés d'arômes obtenues à l'aide du masticateur artificiel couplé à l'APCI-MS pour un chewing-gum. Issu de Mielle et al. (2010).

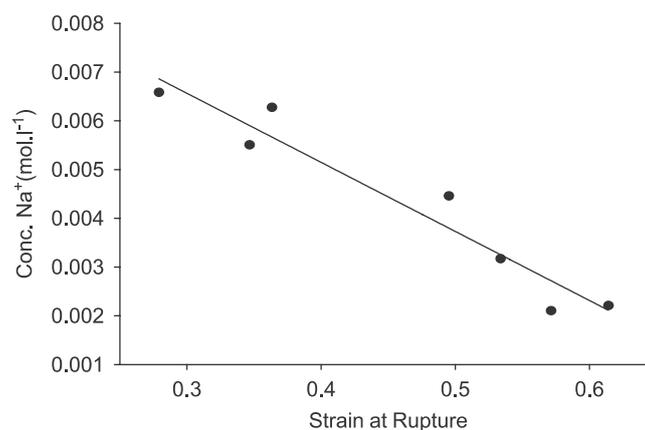


FIGURE 1.26 – Corrélation entre la libération de Na^+ dans des conditions standardisées de déstructuration de gels d'hydrocolloïdes et la déformation à la rupture de ces gels. Issu de Koliandris et al. (2008).

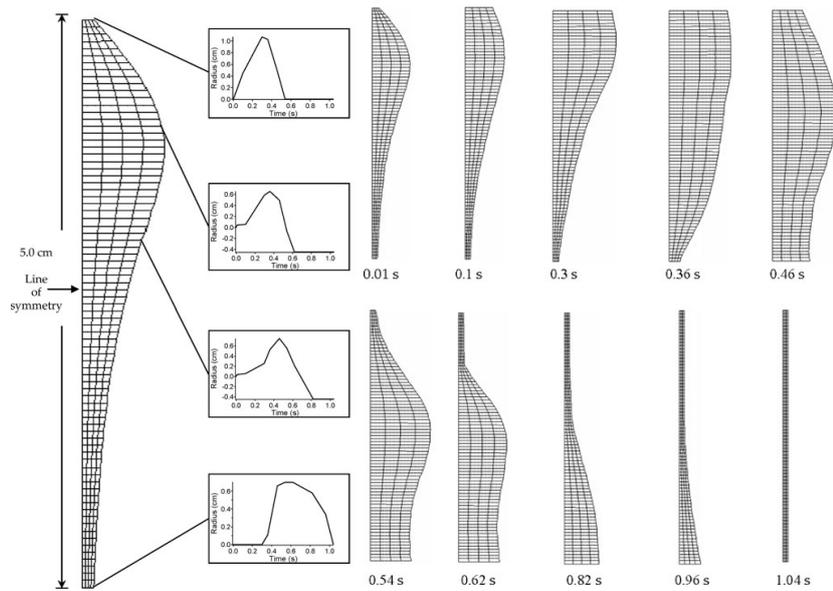


FIGURE 1.27 – Évolution du maillage de la cavité pharyngée à différents pas de temps du modèle éléments finis de la déglutition développé par [Chang et al. \(1998\)](#) et [Meng et al. \(2005\)](#).

1.5.3.2 Comportement du produit lors de la phase pharyngée

Lors de la phase pharyngée, le bol alimentaire est chassé vers l'oesophage par le péristaltisme pharyngé. Il n'existe, à notre connaissance, que peu d'études s'intéressant aux écoulements liés au péristaltisme pharyngé. [Chang et al. \(1998\)](#) et [Meng et al. \(2005\)](#) ont développé des modèles numériques afin d'étudier l'influence de la rhéologie du bol alimentaire sur son écoulement. Ils ont considéré un modèle axisymétrique du pharynx, représenté Figure 1.27, dont la géométrie et le maillage évolue au cours du temps. Sur cette figure, les phases de remplissage du pharynx ($t < 0.46$ s) et d'évacuation par l'onde péristaltique ($t > 0.54$ s) peuvent être visualisées. Les auteurs ont ainsi pu calculer l'évolution du débit d'évacuation du bol alimentaire pour différents comportements rhéologiques. De telles prédictions sont une aide précieuse au traitement de la dysphagie.

Plus récemment, [Mizunuma et al. \(2009\)](#) ont développé un modèle numérique appliqué à la déglutition de gels. Ils considèrent que le morceau de gel est poussé par la vague péristaltique et ils introduisent des lois de frottement aux interfaces entre les muqueuses et le gel.

Afin de comprendre le rôle de la viscosité du produit sur la libération des composés d'arôme, [Weel et al. \(2004\)](#) ont développé un modèle expérimental de la déglutition appelé « artificial throat ». Le principe est donné sur la Figure 1.28. Il comporte un

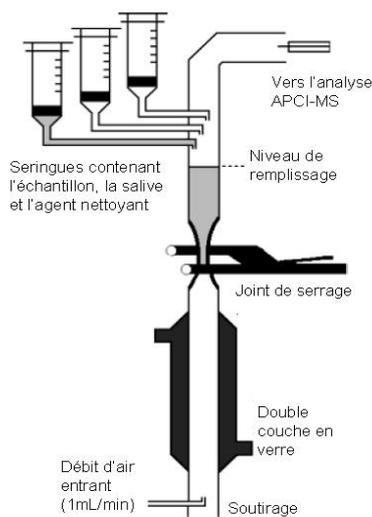


FIGURE 1.28 – Schéma de la gorge artificielle développée par Weel et al. 2004.

réservoir contenant le fluide aromatisé. La déglutition est déclenchée par l'ouverture d'un clapet et le fluide enduit un tube représentant les parois du pharynx. Le tube est ensuite balayé par un flux d'air analysé en temps réel par APCI-MS. Dans un second temps, ces mêmes auteurs ont réalisé des mesures *in vivo*. Ils ont utilisé des solutions de carraghénane dont les viscosités variaient de 1 à 44 mPa.s. Dans le cas de la gorge artificielle, une augmentation de la viscosité induit une augmentation de la quantité d'arômes libérée. En effet, étant donné que l'écoulement est gravitaire, plus le fluide est visqueux, plus la quantité résiduelle le long des parois du tube est importante. Par contre, ils ne constataient pas d'influence de la viscosité sur la quantité d'arôme libérée *in vivo*. Ils insistaient sur le fait qu'une version future de la gorge artificielle devrait prendre en compte le mouvement péristaltique.

L'ensemble des modèles actuels s'intéressent à l'écoulement dans son intégrité et ne permettent pas de modéliser le phénomène d'enduction des muqueuses car l'échelle de longueur caractéristique étudiée n'est pas adaptée au problème d'enduction des muqueuses pharyngées. Cette analyse sera détaillée ultérieurement (cf. §4.3).

Lors de la phase buccale, le comportement des produits « liquides » et « semi-liquides » a déjà été partiellement étudié.

Par contre, les phénomènes de génération de surface entre le produit et la salive lors de la mastication d'un produit « solide » sont encore mal appréhendés.

Quels paramètres liés au produit et au sujet gouvernent l'évolution de la surface de contact ?

Lors de la phase pharyngée, les phénomènes d'enduction des muqueuses pharyngées n'ont jamais été étudiés à notre connaissance.

1.6 Conclusions et démarche adoptée

Cette synthèse bibliographique montre que la libération des stimuli dépend du produit, de l'individu et de leur interaction (Figure 1.17). Les rôles respectifs du produit et de l'individu sont bien compris, mais les interactions entre le produit et l'individu sont encore mal appréhendées bien qu'elles aient un rôle capital sur la libération et la perception. Cependant, nous pouvons faire l'hypothèse que les phénomènes mis en jeu dépendent de propriétés rhéologiques du produit et des contraintes mécaniques rencontrées lors de sa consommation. Les paramètres liés à ces interactions et qui ont pu être identifiés dépendent de la phase de consommation.

Lors de la phase buccale, la génération d'une surface de contact entre le produit et la salive joue un rôle prépondérant sur la libération des stimuli. Mais les paramètres du produit ou de l'individu gouvernant cette génération de surface sont encore inconnus.

Lors de la phase pharyngée, l'enduction des muqueuses par le péristaltisme pharyngé est un phénomène important expliquant les cinétiques de libération des composés d'arôme. Mais les phénomènes physiques mis en jeux n'ont jamais été étudiés.

De plus, nous avons vu que l'interprétation directe de cinétiques de libération est très complexe car les phénomènes sont multiples et difficiles à découpler. Nous proposons donc d'avoir recours à des systèmes expérimentaux, des aliments modèles et des modèles physiques simples afin de déterminer les phénomènes et paramètres fondamentaux gouvernant la génération de surface lors de la mastication et l'enduction des muqueuses pharyngées.

Après avoir présenté les matériels et méthodes utilisés (Chapitre 2), nous étudierons au Chapitre 3 la déstructuration du produit et la modélisation de la libération des stimuli au cours de la phase buccale (Figure 1.29). Nous choisirons comme aliments « solides » modèles des gels laitiers déjà utilisés dans des études antérieures (Lauverjat et al., 2009a,b; Saint-Eve et al., 2009; Lawrence, 2009; Panouillé et al., 2010; Drago et al., 2010) afin de profiter de connaissances approfondies sur leurs propriétés. Un modèle de transfert du sel lors de la déstructuration des produits sera développé. Les hypothèses de base de ce modèle seront validées *in vitro* sur des cinétiques de libération obtenues dans des conditions de déstructuration standardisées. Ensuite, nous appliquerons ce modèle à des données obtenues *in vivo* afin de déterminer les paramètres clés liés au produit ou à l'individu expliquant la génération de surface entre le produit et la salive lors de la mastication. Nous avons fait le choix de développer cette approche sur le sel, car la physiologie mise en jeu est moins complexe que pour les composés d'arôme : les cavités nasale et pharyngée ainsi que le système respiratoire ne sont pas concernés.

Dans le Chapitre 4, nous étudierons la phase pharyngée et l'enduction des muqueuses par le péristaltisme pharyngé (Figure 1.29). Le péristaltisme pharyngé sera étudié d'un point de vue biomécanique. Bien que les bols alimentaires présentent des comportements rhéologiques très divers et complexes, nous nous attacherons à étudier uniquement des fluides newtoniens (solutions de sirop de glucose) afin de déterminer les phénomènes physiques mis en oeuvre. Une analyse de la littérature médicale permettra de poser des hypothèses de base et de définir un système d'étude de la déglutition pertinent par rapport à la physiologie de la déglutition. Un premier modèle sera développé sur la base de cette analyse et validé grâce à un système expérimental. L'analyse des résultats obtenus montrera qu'un second modèle plus fin devra être développé. Enfin, nous comparerons les résultats obtenus par cette approche avec ceux obtenus en parallèle par une approche *in vivo*.

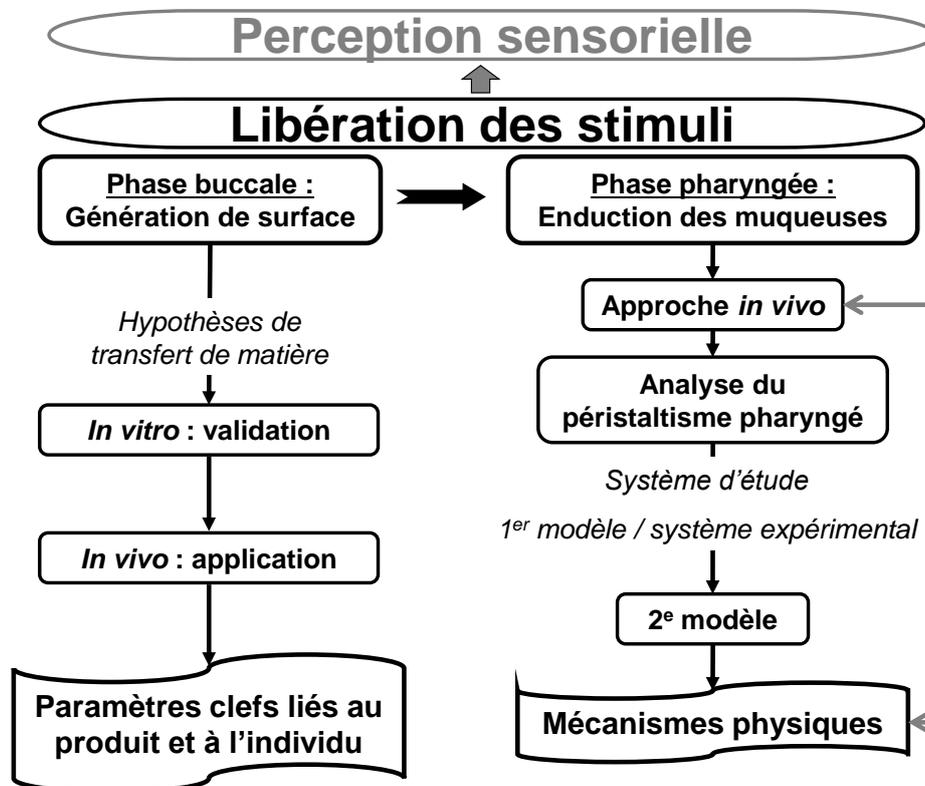


FIGURE 1.29 – Démarche adoptée.

Tableau 1.1 – Principales grandeurs utiles à la modélisation de la libération des stimuli et de la déglutition utilisées dans ce manuscrit.

Paramètre	Référence	
Volume de la cavité orale	26-38 cm ³	Xue et Hao, 2006
Volume de la cavité nasale	8-10 cm ³	Cankurtaran et al., 2007
Volume du pharynx	23-35 cm ³	Xue et Hao, 2006
Épaisseur résiduelle de produit dans le pharynx	55 µm	Wright et al., 2003a
Flux salivaire	1-4 10 ⁻² cm ³ /s	Engelen et al., 2005; Dawes, 2008
Volume de salive en bouche	1,1 cm ³	Dawes, 2008
Surface de contact air / produit en bouche	200-230 cm ²	Collins et Dawes, 1987
Surface de contact air / produit dans le pharynx	33 cm ²	Normand et al., 2004
Volume tidal	390-500 cm ³	Palsson et al., 2003
Fréquence respiratoire	12-20 cycles / min	Marieb, 2008
Viscosité de la salive	1-10 mPa.s	Schipper et al., 2007
Vitesse de l'onde péristaltique	0,1-0,5 m/s	Dantas et al., 1990; Chang et al., 1998; Meng et al., 2005
Module élastique des muqueuses	20-200 kPa	Diridollou et al., 2000; Kim et al., 1998
Épaisseur des muqueuses	1-4 mm	Diridollou et al., 2000

Chapitre 2

Matériels et Méthodes

2.1 Produits alimentaires modèles étudiés

2.1.1 Gels laitiers

Des gels laitiers ont été choisis comme modèles d'aliments "solides" modèles pour étudier la libération du sel et la déstructuration du produit lors de la mastication. Ils ont été préférés à des produits commerciaux afin de maîtriser leur composition. De plus, ce type de matrices avait déjà été utilisé dans des études antérieures (Floury et al., 2009; Lauverjat et al., 2009a,b; Lawrence, 2009; Saint-Eve et al., 2009; Drago et al., 2010; Panouillé et al., 2010), ce qui nous a permis de bénéficier de larges connaissances sur leurs propriétés.

2.1.1.1 Composition

Les matrices modèles sont des gels laitiers emprésurés, élaborés à partir de matières premières de qualité alimentaire : eau, protéines laitières, matière grasse, NaCl.

Protéines

Les matrices ont été préparées en utilisant une poudre de rétentat de lait écrémé ultrafiltré et traité thermiquement (PL 60, Triballat, France) dont les caractéristiques sont précisées dans le Tableau 2.1. Ce choix a été motivé par la volonté d'obtenir des gels qui, une fois gélifiés, ne présentent pas de phénomène de synérèse. Un lot unique a été utilisé pendant toute la thèse. Ce lot initial a été aliquoté dans des sachets de 150 g, ces derniers étant conditionnés sous vide et stockés à l'abri de la lumière.

Matière grasse

La matière grasse utilisée était de la Matière Grasse Laitière Anhydre (MGLA) désodorisée provenant de chez Corman (Goé, Belgique). La température de fusion de la

Tableau 2.1 – Caractéristiques de la poudre PL60 (Triballat, France) de rétentat de lait ultrafiltré utilisée pour la fabrication des matrices modèles.

Poudre PL60	
Extrait Sec Total	977 g/kg
Matières Azotées Totales	624,3 g/kg
Matière Azotées non Protéiques	12,5 g/kg
Protéines sériques	78,9 g/kg
Caséines	532,9 g/kg
Lactose	230,79 g/kg
Ca	18,21 g/kg
Na	1,55 g/kg

matière grasse laitière anhydre utilisée est de 32°C. Un seul et même lot a été utilisé tout au long de la thèse. Ce lot a été aliquoté dans des pots plastiques de 250 mL, conservés à l’abri de la lumière en chambre à 4°C afin d’éviter tout phénomène d’oxydation.

Eau

Afin de limiter l’apport de minéraux autres que ceux présents dans la poudre de rétentat de lait, de l’eau milliQ a été utilisée dans la fabrication des matrices.

Autres constituants

Les autres ingrédients utilisés pour la préparation des matrices étaient du NaCl (Prolabo, Fontenay-sous-bois, France), une solution de soude à 1N (Prolabo, Fontenay-sous-bois, France), de la glucono-delta-lactone (Sigma Aldrich, Allemagne) et de la chymosine (Chr. Hansen)

Matrices étudiées

Quatre matrices ont été étudiées dont la composition variait selon trois facteurs :

- la teneur en poudre de lait : 2 niveaux (150 ou 250 g/kg) ;
- la teneur en matière grasse : 2 niveaux (0 ou 40 g/kg) ;

Les matrices étaient toutes salées à 1% de NaCl. Par la suite, les produits seront codés de la manière suivante : teneur en poudre (250 ou 150) / teneur en gras (40 ou 0). Le Tableau 2.2 récapitule les notations et la composition des matrices.

2.1.1.2 Fabrication des matrices

La première étape de fabrication est l’hydratation de la poudre de rétentat de lait ultrafiltré PL60 et l’homogénéisation de la matière grasse laitière anhydre. Pour cela, l’eau, la poudre, le NaCl et 2 g de matière grasse préalablement fondue sont ajoutés dans le bol inox d’un blender (Waring blender, Waring Corp., Winsted, CT, USA) et mélangés durant 2 minutes à une vitesse d’agitation de 5 000 rpm. Puis la quantité de MGLA est ajoutée et le mélange est agité pendant 10 minutes à une vitesse de

Tableau 2.2 – Composition des 5 matrices modèles étudiées.

Code	Poudre de lait [g/kg]	Matière grasse [g/100g DM]	Présure [g/kg]	Eau [g/kg]
250/40	250	40	1.27	573
250/0	250	0	1.27	740
150/40	150	40	0.78	740
150/0	150	0	0.78	850

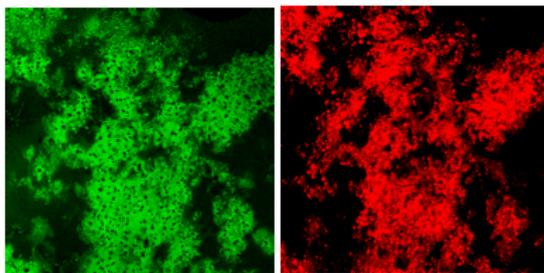


FIGURE 2.1 – Imagerie confocale d’une matrice modèle (250/40) : protéines (gauche) et matière grasse (droite). La matière grasse est concentrée dans le réseau protéique. Issu de Panouillé et al. (2010).

15 000 rpm. Il est ensuite refroidi dans un bain-marie contenant de l’eau froide jusqu’à atteindre la température de 32°C.

Une fois la température du mélange à 32°C, le pH est mesuré grâce à une électrode pH spécifique pour les textures crémeuses (InLab 410, Mettler Toledo, Poissy, France) étalonnée à 32°C. Selon la valeur du pH, une solution de soude à 1 N (entre 200 µL et 2 mL) ou de la glucono-delta-lactone (entre 0,2 et 2 g) est ajoutée afin d’atteindre le pH d’emprésurage désiré (6,20). L’ajustement du pH peut prendre jusqu’à 2 h, spécialement dans le cas d’un ajout de glucono-delta-lactone. Pendant la période d’ajustement du pH, le mélange est maintenu à la température de 32°C dans un bain-marie.

Enfin, le mélange est emprésuré ou non avec une solution de chymosine (diluée à 1/10). Les matrices sont gélifiées dans des boyaux en PVDC (polychlorure de vinylidène, Krehalon, Evry, France) de 5 cm de diamètre.

La gélification s’opère dans un bain-marie à 32°C et dure 3 h. Après gélification, les matrices sont placées à 4°C pendant 12 h avant tout essai.

2.1.1.3 Propriétés des matrices

L’ensemble de ces matrices a déjà été caractérisé par Panouillé et al. (2010) d’un point de vue de la texture (instrumentale et sensorielle), des propriétés rhéologiques (oscillations en faibles déformations et tests de compression), de la structure (microscopie confocale), de la mobilité du sel dans la matrice (coefficient de diffusion) et de la perception de l’intensité salée (profil sensoriel). Quelques résultats de cette étude sont synthétisés dans les paragraphes suivants.

Structure des matrices

La microstructure des matrices avait été observée par microscopie confocale laser (Figure 2.1). Après gélification, la formation d’un réseau de protéines était clairement visible. Elles étaient agrégées et des bulles d’air étaient encore présentes. Le réseau protéique était plus dense pour les matrices les plus concentrées en poudre de lait. La matière grasse était concentrée dans le réseau protéique et absent du sérum, ce qui suggérait des interactions entre la matière grasse et les caséines (Panouillé et al., 2010).

Tableau 2.3 – Propriétés mécaniques et intensité d’attributs sensoriels. Issu de Panouillé et al. (2010).

Code	Module élastique (kPa)	Contrainte à la rupture (kPa)	Déformation à la rupture (%)	Fermeté (score)	Intensité salée (score)
150/0	5	13	60	7,4	5,2
150/40	11	14	54	7,2	6,6
250/0	15	37	62	8,6	4,7
250/40	41	33	43	8,4	5,0

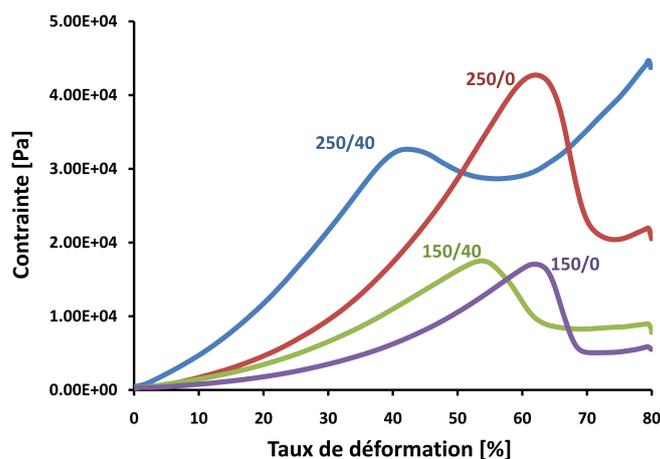


FIGURE 2.2 – Courbe contrainte-déformation lors de la compression des matrices (vitesse de compression : 1 mm/s). Données issues de Panouillé et al. (2010).

Propriétés rhéologiques

Un balayage en fréquence aux faibles déformations des matrices montrait qu’elles avaient toutes un comportement de gel (Panouillé et al., 2010). Les modules élastiques, les contraintes et les déformations à la rupture des produits mesurés lors d’essais de compression sont donnés dans le Tableau 2.3. Ces produits présentaient des modules élastiques différents, ce qui se traduit par des perceptions de fermeté différentes. La Figure 2.2 présente les courbes contrainte-déformation des quatre matrices obtenues lors d’un essai de compression (Panouillé et al., 2010). Quelque soit la matrice, la contrainte augmente jusqu’à atteindre un maximum local qui correspond à l’initiation de la fracture du produit. La seconde partie de la courbe correspond à la déstructuration du produit.

Intensité salée

Un profil sensoriel avait permis de noter l’intensité salée au cours de la dégustation des produits. Les scores sont indiqués dans le Tableau 2.3. L’ajout de matière grasse augmentait cette perception de manière significative (Panouillé et al., 2010).

2.1.2 Solutions de glucose

Des solutions de glucose ont été choisies comme fluides tests pour comprendre les phénomènes d'enduction des muqueuses pharyngées car elles présentent un comportement newtonien et sont comestibles. Elles ont été utilisées aussi bien pour des analyses *in vitro* que *in vivo*.

2.1.2.1 Composition

La base de la préparation est un sirop de glucose (C*Sweet M01623, Cerestar, Europe) et de l'eau (Evian ou eau mQ). L'extrait sec des solutions finales variait de 0 g/100 g à 70 g/100 g.

2.1.2.2 Rhéométrie

Les viscosités de ces solutions ont été mesurées avec un rhéomètre Physica MCR301 (Anton Paar) équipé d'une géométrie Couette, en régime permanent et sur une plage de taux de cisaillement variant de 1000 à 0,1 1/s. La température de la géométrie de mesure est contrôlée avec un système Peltier : 35°C pour les solutions utilisées lors des essais de libération de composés d'arôme et à la température de l'expérience (20°C environ) pour les mesures réalisées avec le simulateur péristaltique. Les viscosités variaient de 9 à 400 mPa.s.

2.1.2.3 Aromatisation

Pour les mesures de libération des composés d'arôme, les solutions ont été aromatisées à l'aide d'une balance Precisa (Mettler Toledo, Poissy, France) avec du diacétyle et de l'hexanoate d'éthyle. Ces composés avaient été préalablement dissous dans 99.46% de propylène glycol (Aldrich, France). ces deux composés ont été retenus car ils présentent des comportements très différents : le diacétyle est un composé hydrophile, tandis que l'hexanoate d'éthyle est hydrophobe (Tableau 2.4).

Les concentrations en diacétyle et hexanoate d'éthyle dans les solutions étudiées étaient respectivement 20 mg/L et 88 mg/L pour les expériences *in vivo* et 140 mg/L et 8.3 mg/L pour les expériences *in vitro*.

Tableau 2.4 – Propriétés physicochimiques des composés d'arôme utilisés.

	Diacétyl	Hexanoate d'éthyle
Formule chimique	$C_4H_6O_2$	$C_8H_{16}O_2$
Famille chimique	cétone	ester
N° de CAS	431-03-8	123-66-0
Masse molaire	86,1 g/mol	144,2 g/mol
LogP ^a	-1.34	2.83
Partage air / eau *10 ³ (25°C)	0,547 ^b	29,5 ^c
Densité	0,985	0,865
Odeur caractéristique	note beurrée	note fruitée

^aLogP = Log du coefficient de partage d'un composé entre l'eau et l'octanol – valeurs calculées à partir du logiciel EPI Estimation Programs Interface v3.10

^b : Voutsas et al. (2001)

^c : Athès et al. (2004)

2.2 Méthodes

2.2.1 Analyse sensorielle

Des méthodes d'analyse sensorielle ont été utilisées pour caractériser les gels laitiers. Ces analyses ont été menées par Anne Saint-Ève. Elles ont permis de montrer que ces produits ont des caractéristiques sensorielles différentes et ont donc un intérêt à être étudiées. De plus, elles ont éclairci les liens entre libération et perception du sel. Les méthodes et résultats sont donc rapportés ici. Deux méthodes d'analyse sensorielle ont été utilisées : le temps-intensité et l'analyse de dominance temporelle des sensations.

2.2.1.1 Temps - Intensité

16 panélistes volontaires ont été entraînés pour évaluer l'évolution de la perception salée au cours de la consommation des produits selon la méthodologie temps - intensité (TI). Quatre sessions d'entraînement ont permis au panel de se familiariser avec la perception salée avec de l'eau salée et avec les produits (identification, évaluation, perception temporelle), ainsi qu'avec le logiciel d'acquisition des données (Fizz software, Biosystèmes, 1990).

Les quatre produits ont été évalués au cours de la même session et deux sessions ont été organisées. Les échantillons étaient servis à 15°C. La masse de l'échantillon était d'environ 5 g. Les panélistes devaient rincer leur bouche avec de l'eau et manger un morceau de pomme entre chaque échantillon.

Pour chaque évaluation, le panéliste devait cliquer sur l'extrémité gauche de l'échelle horizontale (correspondant à aucune sensation) lors de la mise en bouche du produit. Ensuite, le panéliste devait bouger le curseur le long de l'échelle selon l'évolution de l'intensité de ses perceptions.

2.2.1.2 Dominance Temporelle des Sensations (DTS)

La perception temporelle des quatre matrices a été étudiée par la méthode de DTS où chaque panéliste note au cours du temps l'intensité du descripteur perçu comme dominant. L'analyse a été réalisée avec 16 panélistes toujours volontaires et motivés.

Sept attributs ont été choisis suivant le profil sensoriel déjà réalisé par [Panouillé et al. \(2010\)](#) sur les mêmes produits : humide, mou, ferme, friable, collant, gras et salé.

L'ensemble des attributs a été présenté simultanément sur un écran avec un bouton. Le panéliste devait cliquer sur « débiter » une fois qu'il avait mis le produit en bouche.

Durant la dégustation, le panéliste devait évaluer l'attribut qu'il considérait comme dominant. Lorsque l'attribut dominant changeait, il devait cliquer sur une nouvelle sensation dominante.

Finalement, pour chaque panéliste et chaque produit, nous obtenons le nom de l'attribut dominant durant le temps. Le protocole de consommation était libre.

L'analyse des résultats a été réalisée avec Fizz Data Treatment. Tout d'abord, les proportions de dominance ont permis de tracer une courbe DTS selon le temps, ce qui permet de visualiser quel descripteur est dominant à un temps donné (Figure 2.3). La proportion de dominance est calculée en divisant le nombre de citations par le nombre de juges et le nombre de répétitions. Plus le taux de dominance est important, meilleur est l'accord entre les panélistes.

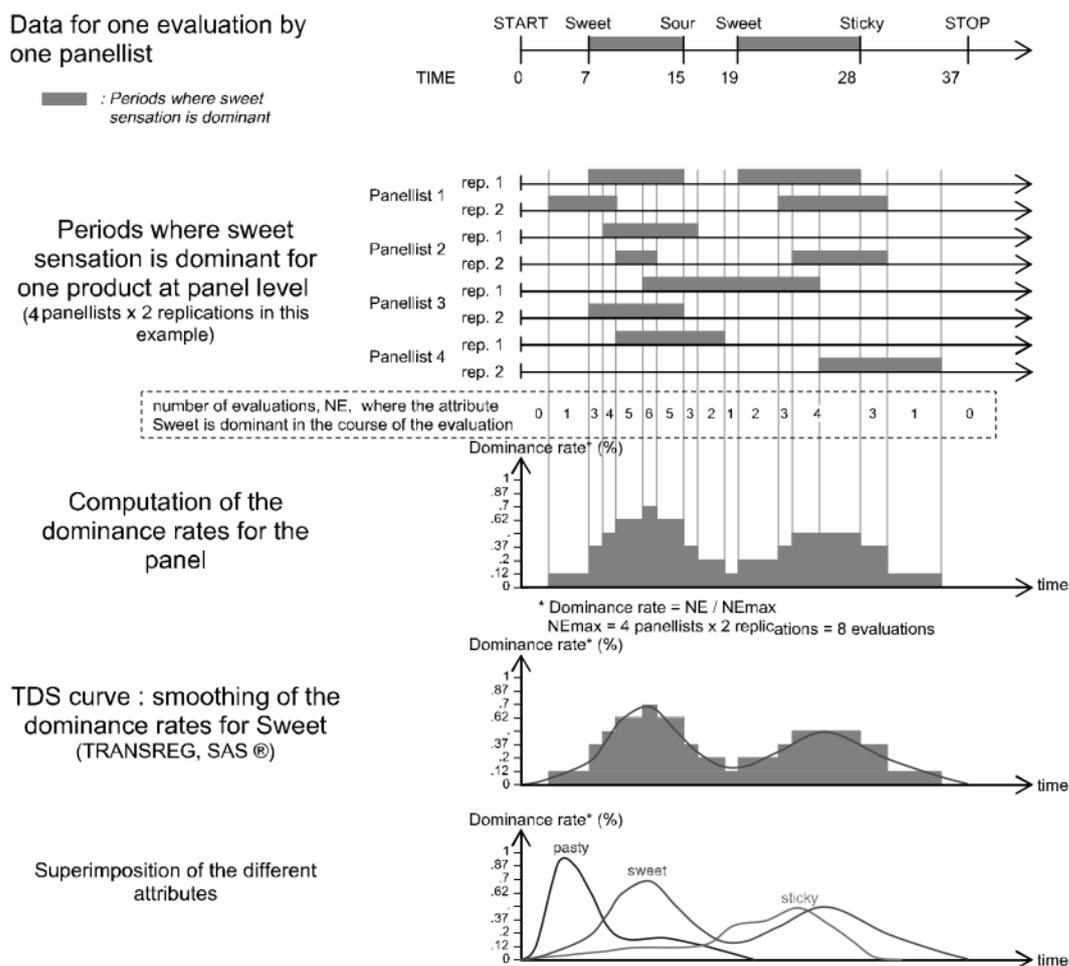


FIGURE 2.3 – Méthodologie pour construire les courbes DTS. Issu de [Pineau et al. \(2009\)](#).

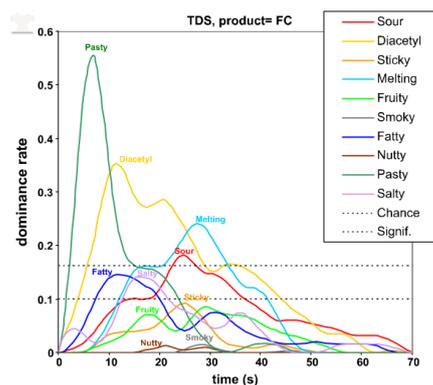


FIGURE 2.4 – Exemple de représentation graphique obtenue par la méthode DTS. Le niveau de chance est ici de 0.1 et le niveau de significativité à 0.18. Issu de Pineau et al. (2009).

Pour chaque produit, la courbe de dominance est tracée pour tous les descripteurs sur un même graphe (Figures 2.3 et 2.4). Deux autres courbes sont également tracées pour aider l'interprétation :

1. La première appelée « niveau de chance » représente le taux de dominance d'un attribut qui a pu être obtenu par chance (1/nombre d'attributs).
2. La seconde, appelée « niveau de significativité », est basée sur un test binomial et exprime la plus petite valeur de la proportion étant significativement plus importante que le niveau de chance (Figures 2.4). Lorsque les courbes DTS sont au dessus de ce niveau de significativité, elles peuvent être considérées comme cohérentes au niveau des panélistes (Pineau et al., 2009).

2.2.2 Mesures de propriétés et de cinétiques de libération du sel par conductimétrie

2.2.2.1 Principe de la mesure de conductivité

Une sonde de conductimétrie (Heito, France) a été utilisée pour mesurer la concentration en sel et suivre sa libération au cours du temps dans différents milieux (eau ou salive). La conductimétrie est une méthode simple et robuste permettant de déterminer la conductivité d'une solution par la mesure du courant entre deux plaques parallèles immergées dans la solution. La mesure par conductimétrie est une mesure globale qui dépend de l'ensemble des électrolytes présents dans le milieu. Le signal s fournit par la sonde peut s'écrire de la manière suivante :

$$s = \sum_i a_i [X_i] + b \quad (2.1)$$

où a_i est la conductance du soluté i (S.m²/g), $[X_i]$ la concentration en soluté i (g/m³) et b une constante.

Cependant, les matrices modèles contiennent du NaCl mais également d'autres électrolytes tels que du chlorure de potassium (KCl), du calcium, des phosphates, des citrates et des lactates (Floury et al., 2009). Cette méthode ne nous permettant pas de dissocier spécifiquement le NaCl des autres électrolytes, nous proposons de raisonner en électrolytes globaux et nous déterminerons donc des propriétés et des cinétiques de libération de l'ensemble de ces électrolytes présents dans la matrice et non du NaCl en particulier. Dans la suite du manuscrit, nous appellerons « sel », l'ensemble des électrolytes qui participent au signal de conductivité.

La sonde a été calibrée par rapport au NaCl pour les différentes plages de mesures choisies selon les besoins des expériences. Les concentrations seront donc toujours données en g/L eq. NaCl.

2.2.2.2 Détermination du coefficient de partage eau / matrice du NaCl : Méthode Solid / Liquid – Phase Ratio Variation (SL – PRV)

Le coefficient de partage du sel K_{e-p} entre l'eau et le produit et la concentration initiale en sel dans le produit C_{prod}^0 ont été déterminés selon la méthode SL-PRV (Lauverjat et al., 2009a). Cette méthode est adaptée de la méthode PRV développée par Ettre et al. (1993) pour les composés d'arôme.

Afin de déterminer le coefficient de partage eau / produit du sel, sept flacons de 250 mL (Schott, France) sont remplis avec différents ratio r de matrices salées et d'eau milliQ. Le volume de produit varie entre 10 et 40 mL et le volume d'eau entre 40 et 150 mL. Les flacons sont ensuite placés dans une enceinte thermostatée à 13°C pendant 48 h afin d'atteindre l'équilibre thermodynamique. Une fois l'équilibre atteint, la conductivité est mesurée dans l'eau. Un bilan de matière montre que la concentration à l'équilibre dans l'eau C_{eau}^{eq} est donnée par :

$$C_{eau}^{eq} = \frac{C_{prod}^0}{r + 1/K_{e-p}} \quad (2.2)$$

où r est défini comme le volume d'eau sur le volume de matrice ($r = V_{eau}/V_{prod}$) et K_{e-p} comme étant le rapport entre la concentration en sel à l'équilibre dans l'eau et la concentration dans le produit ($K_{e-p} = C_{eau}^{eq}/C_{prod}^{eq}$).

Le coefficient de partage eau / produit K_{e-p} et la concentration initiale C_{prod}^0 sont déterminés par une régression non linéaire (Atlan et al., 2006).

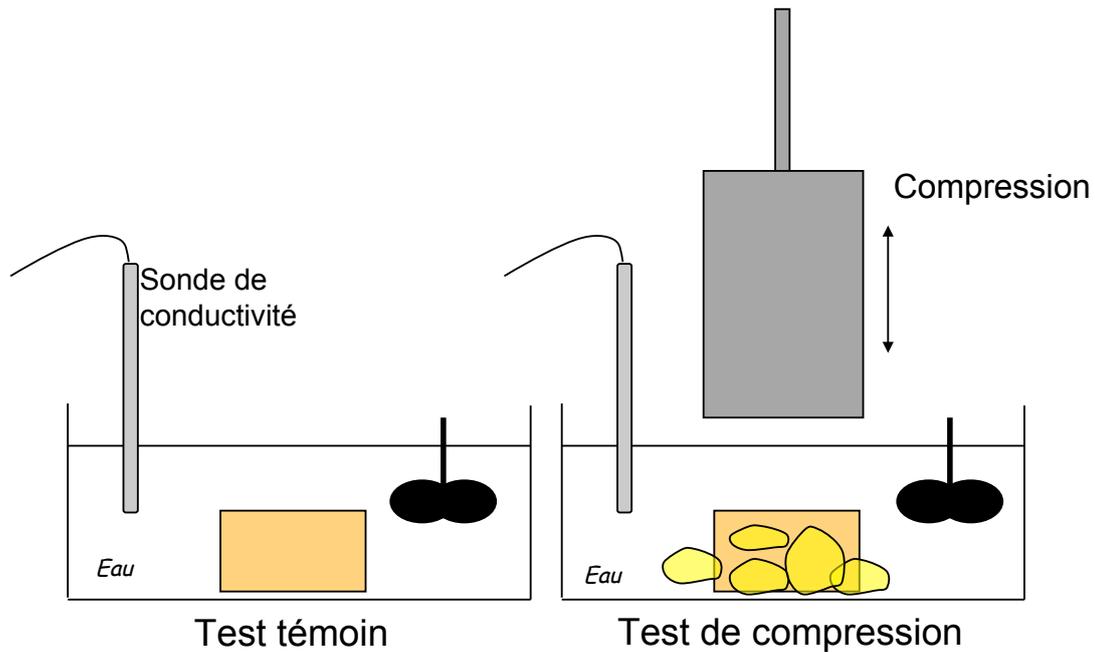


FIGURE 2.5 – Schéma du système permettant de suivre la libération du sel des matrices modèles après une compression standardisée.

2.2.2.3 Suivi de la libération du sel après une compression standardisée

Un système expérimental a été utilisé afin de mesurer la libération du sel après une compression standardisée des matrices laitières modèles. Il est basé sur les systèmes utilisés par [Koliandris et al. \(2008\)](#) et [Mills et al. \(2011\)](#). Le système est représenté sur la Figure 2.5. Il était composé d'une sonde de conductivité (Heito, France), d'un texturomètre (TAXT2, Stable Microsystems) équipé d'une sonde en Téflon de 35 mm de diamètre, d'un bêcher contenant de l'eau mQ à 37°C (400 mL) et un barreau magnétique.

À $t = 0$, la mesure en ligne de l'évolution de la conductivité commençait.

À $t = 60$ s, un cylindre calibré de produit (12 mm de hauteur et 10 mm de rayon, soit environ 3 g de produit) était placé dans le becher.

À $t = 150$ s, le produit était comprimé à un taux de déformation de 80 % de sa hauteur initiale. La mesure était arrêtée à 400 s.

Trois répétitions par produit ont été faites. La même expérience a été réalisée sans compression et est appelée « test témoin ».

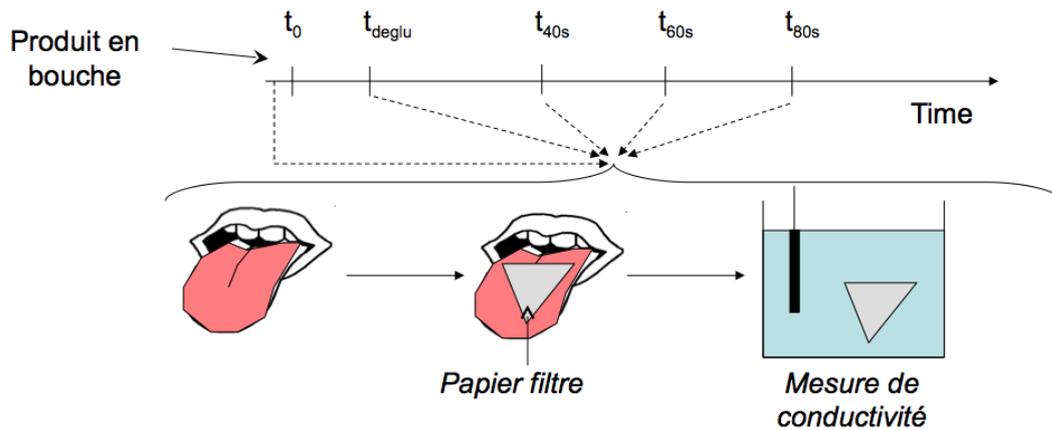


FIGURE 2.6 – Méthode de prélèvement de la salive durant la consommation des matrices modèles afin de déterminer la cinétique de libération du sel.

2.2.2.4 Mesure de la libération du sel dans des conditions *in vivo*

Prélèvement de salive

8 panélistes volontaires ont été recrutés pour cette étude. Avant la consommation du produit, leur flux salivaire avait été stimulé avec un parafilm. Le prélèvement de salive durant la consommation de 5 g de produit consistait à appliquer un papier filtre Whatman sur la langue durant quelques secondes (Figure 2.6). Le premier prélèvement avait lieu à $t = 0$ avant l'introduction du produit en bouche. Un second prélèvement avait lieu juste après la première déglutition à t_{deg} et quatre autres prélèvements à $t_{deg} + 10$ s, 40, 60 et 80 s.

Le protocole de consommation était libre. Avant chaque prélèvement, le panéliste devait déglutir et racler sa langue avec ses dents afin d'éviter le prélèvement de produit.

Chaque morceau de papier filtre a été pesé avant et après le prélèvement afin de connaître la masse de salive prélevée. 4 répétitions par produit et par panéliste ont été faites.

Mesure de la concentration en sel dans la salive

Le morceau de papier filtre utilisé pour le prélèvement de salive a été placé et secoué dans 15 mL d'eau mQ à 20°C. La conductivité de la solution a été mesurée.

Connaissant le taux de dilution, la conductivité et la concentration en sel de la salive prélevée ont pu être déterminées. La contribution du papier filtre au signal de conductivité avait préalablement été mesurée et soustraite au signal global.

2.2.3 Mesures *in vitro* et *in vivo* de la libération de composés d'arôme des solutions de glucose

Des mesures de libération de composés d'arôme (diacétyl et hexanoate d'éthyle) ont été réalisées dans des conditions *in vitro* afin de déterminer des grandeurs propres au composé au sein des solutions de glucose (coefficients de transfert de masse et de partage) et dans des conditions *in vivo* de dégustation de ces solutions pour déterminer leurs cinétiques de libération. Toutes les mesures ont été réalisées à 35°C afin d'éviter des phénomènes thermiques lors de la consommation des produits.

2.2.3.1 Détermination du coefficient de partage air / produit

Les coefficients de partage entre l'air et le produit K_{a-p} ont été mesurés pour chaque solution et chaque composé d'arôme selon la méthode PRV développée par [Ettre et al. \(1993\)](#). Le principe est identique à la méthode SL-PRV (cf. [2.2.2.2 page 72](#)).

Une quantité connue de solution (de 20 à 500 mg) est placée dans des vials (22,4 cm³) et incubée à 35°C pendant 5 h.

L'espace de tête contenu au-dessus de l'échantillon est analysé par chromatographie en phase gazeuse. Pour cela, les flacons sont placés sur un portoir thermostaté d'un injecteur automatique CombiPal (CTC Analytics, Suisse), qui permet à l'aide d'une seringue « gaz » de 2,5 mL (Hamilton, Suisse) de prélever et d'injecter dans la colonne de chromatographie un volume défini de l'espace de tête en équilibre avec le produit. Afin d'éviter la condensation sur le corps de la seringue, celle-ci est maintenue à 37°C. 2 mL de la phase gaz sont prélevés et injectés dans un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (CPG – FID, HP 6890, Allemagne).

Les conditions opératoires sont les suivantes :

- colonne chromatographique semi-capillaire (longueur 30 m, diamètre interne 0,53 µm et épaisseur du film 1 µm) (BP 20, Interchim, France),
- débit d'hélium (gaz vecteur) de 8,4 mL/min,
- débit d'azote de 20 mL/min,
- débit d'air de 450 mL/min,
- débit d'hélium pour le nettoyage de la seringue de 33 mL/min,
- température de l'injecteur de 250°C,
- température du détecteur FID de 240°C,
- programme de température de la colonne : température initiale du four à 40°C, 5°C/min jusqu'à 60°C puis 10°C/min jusqu'à 120°C.

La durée totale de l'analyse est de 10 min. Les chromatogrammes sont traités à l'aide du logiciel HP GC ChemStation (HP, Allemagne).

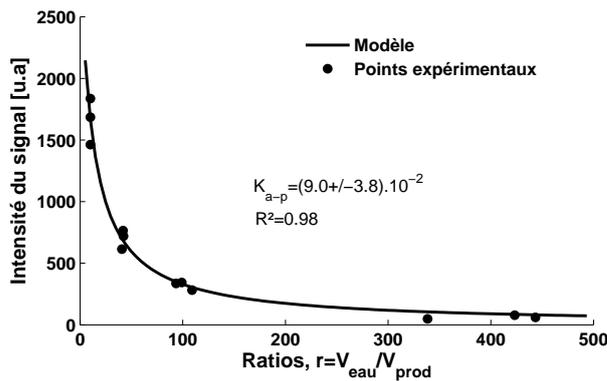


FIGURE 2.7 – Exemple de données expérimentales obtenues par la méthode PRV pour l’hexanoate d’éthyle et ajustement du modèle (Eq. 2.2).

Les valeurs de coefficient de partage sont déterminées par une régression non-linéaire, suivant la méthode décrite par [Atlan et al. \(2006\)](#). La Figure 2.7 présente un exemple de données expérimentales obtenues par cette méthode, ainsi que l’ajustement du modèle (Eq. 2.2). Le coefficient de partage K_{a-p} obtenu dans cet exemple est de $9,0 \cdot 10^{-2}$ et l’intervalle de confiance de la régression à 95% est de $\pm 3,8 \cdot 10^{-2}$.

2.2.3.2 Mesures réalisées par PTR-MS

Remarques générales

Les dynamiques de libération de composés d’arôme durant des expérimentations *in vitro* et *in vivo* ont été mesurées en ligne par Proton Transfer Reaction Mass Spectrometer (PTR-MS, Ionicon, Innsbruck, Autriche). La ligne de transfert permettant le prélèvement de gaz était connectée soit au flacon contenant l’échantillon soit à la cavité nasale du panéliste par un tube PEEK (1/16”) thermostaté afin d’éviter les phénomènes de condensation.

Les conditions d’analyse étaient les suivantes :

- ligne de transfert chauffé à 60°C ;
- température dans la chambre de réaction : 60°C ;
- tension dans la chambre de réaction : 600 V ;
- pression dans la chambre de réaction : 2 mbar ;
- mesure en mode Multiple Ion Detection (MID) pour le suivi des cinétiques avec un balayage de 50 ms par nombre de masses suivies.

Suite à l’établissement des spectres de fragmentation pour chacun des composés d’arôme étudiés, les masses des fragments des molécules suivies sont donc les suivantes : m/z 87 pour le diacétylène et m/z 145 pour l’hexanoate d’éthyle. Ces résultats sont en accord avec la littérature ([Buhr et al., 2002](#)). Pour les mesures *in vivo*, l’acétone (m/z 59) a été suivi comme marqueur de la respiration ([Normand et al., 2004](#); [Tréléa et al., 2008](#)). En parallèle, deux autres masses ont été enregistrées afin de s’assurer des performances de l’appareil : m/z 21 (H_3O^+) et m/z 37 (cluster d’eau, $H_2O - H_3O^+$) avec un temps de

balayage de 100 ms. L'intensité de m/z 21 était de $(1,34 \pm 0,51) 10^4$ cps pour les expériences *in vitro* et $(9,46 \pm 0,03) 10^3$ cps pour les expériences *in vivo*. Dans les deux cas le ratio des intensités m/z 31 et 21 était inférieur à 5%. Ces différences sont suffisamment faibles pour s'assurer de la performance de l'appareil (recommandations constructeur).

Le signal fourni par l'appareil dépend des conditions d'utilisation (pression et tension de la chambre), ainsi que des conditions environnementales (humidité, niveau de CO_2). L'obtention de mesures quantitatives précises demande un étalonnage très rigoureux (Taipale et al., 2008). Ainsi, dans la présente étude, les conditions d'utilisation ont été gardées constantes durant les différents essais afin de pouvoir comparer les résultats entre eux. Les intensités sont données en unité arbitraire.

Temps de réponse du PTR-MS

Le temps de réponse de l'ensemble PTR-MS et ligne de transfert a été mesuré afin de vérifier que celui-ci était suffisamment faible par rapport à la période du flux respiratoire (~ 3 s). En effet, si le volume du système PTR-MS et ligne de transfert est trop important et le débit de prélèvement trop faible, le gaz prélevé peut stagner dans le système et filtrer le signal. Pour mesurer le temps de réponse de l'appareil, le PTR-MS a été connecté à un flacon contenant de l'air aromatisé durant quelques secondes puis débranché et placé à l'air libre afin de réaliser un créneau de concentration.

La Figure 2.8 montre l'évolution du signal au cours du temps. Avant la déconnexion, le signal est constant. Après la déconnexion, le signal chute. Le temps de réponse du système a été évalué en traçant la pente à l'origine après la déconnexion et est compris entre 0,5 et 1 s.

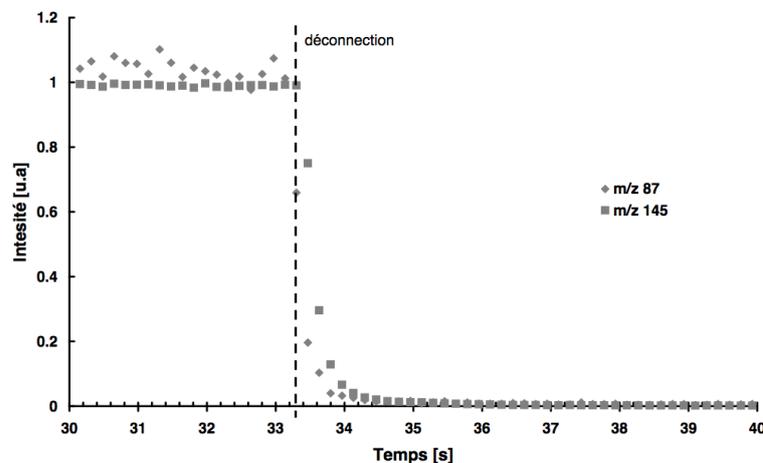


FIGURE 2.8 – Réponse du PTR-MS à un créneau de concentration pour évaluer le temps de réponse du système PTR-MS et ligne de transfert.

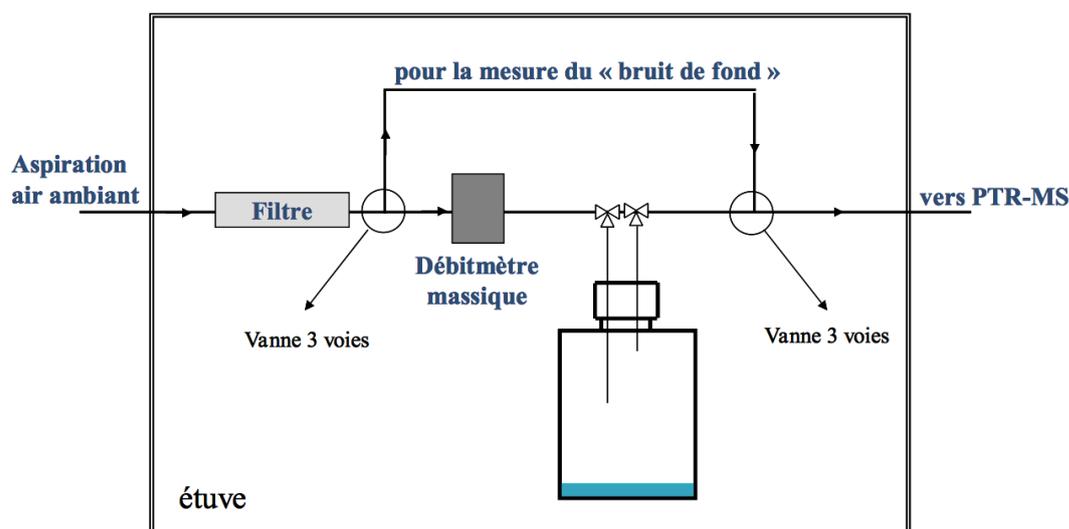


FIGURE 2.9 – Représentation schématique du montage expérimental utilisé pour les mesures par PTR-MS de la libération des composés d'arôme en conditions *in vitro*.

Installation in vitro

Le système expérimental mis en œuvre permet le suivi en temps réel par PTR-MS de cinétiques de libération des composés d'arôme du produit. En conditions *in vitro*, un débit de balayage permet de prélever la phase gazeuse au dessus du produit (espace de tête, Figure 2.9).

Un filtre à charbon actif (Supelco, USA) est placé en entrée du dispositif afin de s'assurer qu'aucune impureté ne pénètre dans le système. L'air ambiant est aspiré en continu. Deux circuits sont montés en parallèle (tuyaux en Téflon, Interchim, France). Le premier sert à réaliser une mesure de référence (signal correspondant au « bruit de fond »). Le second circuit permet le passage de l'air dans un flacon Schott contenant l'échantillon à analyser. Le flacon est équipé d'un bouchon muni de deux vannes d'arrêt (Interchim SCAT ou Interchim Omnifit, Angleterre). Un débitmètre massique (Brooks Instrument série 5860S) permet de connaître la valeur du débit de balayage appliqué dans le flacon. Le passage de l'air dans l'un ou l'autre des circuits est commandé par une vanne.

L'ensemble du système est placé dans une étuve (Mettler ICP 500) régulant la température des essais à 35°C.

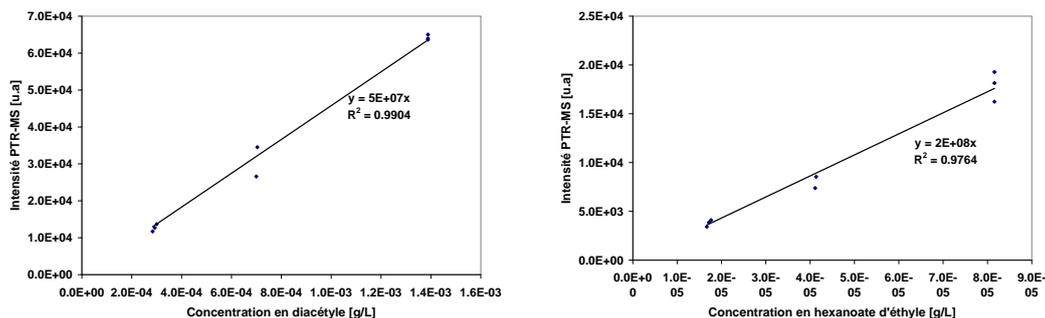


FIGURE 2.10 – Vérification de la linéarité du signal obtenu par PTR-MS pour le diacétyle (gauche) et l'hexanoate d'éthyle (droite).

Linéarité du signal obtenu par PTR-MS

La linéarité du signal obtenu par PTR-MS a été vérifiée en préparant une solution mère d'eau aromatisée avec du diacétyle et de l'éthyle hexanoate et des solutions issues de dilution de la solution mère. 5 g de solution a été placée dans un flacon Schott et portée à l'équilibre pendant au moins 12 h. L'espace de tête du flacon a été balayé par le PTR-MS et la valeur du signal obtenu en début de cinétique a été relevée.

La Figure 2.10 présente l'intensité mesurée par PTR-MS en fonction de la concentration théorique en composés d'arôme. Le signal mesuré évolue linéairement en fonction de la concentration dans la solution.

Détermination des coefficients de transfert de matière

La méthode utilisée pour déterminer les coefficients de transfert de matière est basée sur des méthodes de dilution de l'espace de tête (Marin et al., 1999; Lauerjat et al., 2009a).

5 g de produit est introduit dans un flacon Schott de 134,8 cm³. L'échantillon a été laissé au moins 12 h à 35°C afin d'atteindre l'équilibre thermodynamique. L'espace de tête a été prélevé et dilué par un flux d'air à un débit de 1,45 cm³/s. Durant 25 minutes, l'évolution de la concentration en composés d'arôme de l'espace de tête a été mesurée par PTR-MS. Trois répétitions par échantillon ont été réalisées.

La durée de l'expérience doit être suffisamment longue comparée au temps caractéristique de la dilution de l'espace de tête. ce dernier est donné par le ratio du volume du flacon sur le débit de prélèvement. En effet, si la durée de l'expérience est inférieure à ce temps caractéristique, l'évolution de la concentration en composés d'arôme dans l'espace de tête est principalement gouvernée par le phénomène de dilution de l'espace de tête et non par les phénomènes de transfert du produit vers l'air.

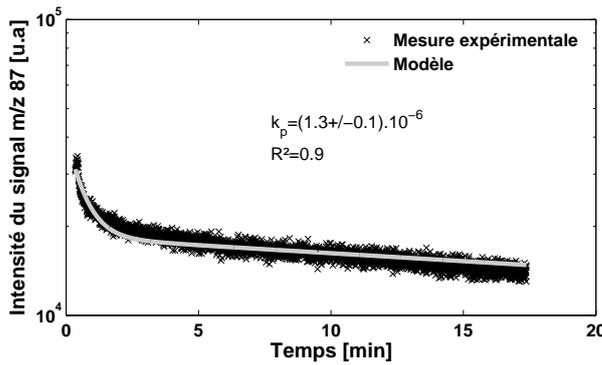


FIGURE 2.11 – Exemple de données expérimentales de la méthode de détermination du coefficient de transfert k_p , ainsi que de l’ajustement du modèle pour le diacétyle.

La détermination du coefficient de partage a été réalisée en ajustant un modèle mécanistique aux données expérimentales. À $t = 0$, l’espace de tête de volume V_a (m^3) est dilué par un flux d’air de volume Q (m^3/s). Des bilans de matières conduisent aux deux équations suivantes :

$$\frac{dC_p}{dt} = -\frac{A.k_p}{V_p} \left(C_p - \frac{C_a}{K_{a-p}} \right) \quad (2.3)$$

$$\frac{dC_a}{dt} = \frac{A.k_p}{V_a} \left(C_p - \frac{C_a}{K_{a-p}} \right) - \frac{Q}{V_a} C_a \quad (2.4)$$

avec k_p le coefficient de transfert de matière dans la matrice (m/s), A la surface de contact entre le produit et l’air (m^2), V_p le volume de produit (m^3), C_a et C_p les concentrations dans l’air et le produit respectivement et K_{a-p} le coefficient de partage entre l’air et le produit ($K_{a-p} = C_a^{eq}/C_p^{eq}$).

Les conditions initiales sont :

$$C_a(t = 0) = C_a^0 \quad (2.5)$$

$$C_p(t = 0) = C_a^0/K_{a-p} \quad (2.6)$$

Connaissant le coefficient de partage K_{a-p} et étant donné que le système d’équation est linéaire par rapport à la concentration, le coefficient de transfert k_p peut être déterminé en ajustant le modèle sur les données expérimentales sans étalonnage de l’appareil. La Figure 2.11 présente un exemple de points expérimentaux et le modèle ajusté pour le diacétyle. Dans ce cas, le coefficient de transfert mesuré est de $1,3 \cdot 10^{-6}$ m/s et l’écart type à 95% est de $\pm 0,1 \cdot 10^{-6}$ m/s .

Cependant, l'ajustement nécessite la connaissance du coefficient de partage K_{a-p} mesuré par la méthode PRV dont les incertitudes sont plus importantes. Ainsi, pour rendre compte de cette incertitude, pour chaque produit, deux simulations ont été réalisées en considérant dans chaque cas les valeurs extrêmes de coefficient de partage K_{a-p} déterminées par la méthode PRV.

Cette méthode présente une limite lorsque le composé d'arôme est très volatil et que le coefficient de transfert est très faible : le signal peut alors se noyer dans le bruit de fond du PTR-MS. Cependant, cette limite n'a pas été contraignante pour les résultats présentés dans ce manuscrit.

Mesure in vivo et traitement des données

L'air a été prélevé de la cavité nasale des panélistes avec un débit de $35 \text{ cm}^3/\text{min}$. Les 5 panélistes étaient volontaires et motivés. 4 solutions de glucose ont été étudiées. 10 cm^3 de solution a d'abord été placé à 35°C durant 2 h afin d'atteindre l'équilibre thermique. Les panélistes devaient ingérer la solution, se connecter au PTR-MS (1 à 2 s), puis l'avalier. Les panélistes devaient continuer à respirer normalement par le nez et garder leur bouche fermée durant environ 1 min. Chaque expérience a été répétée 3 fois.

La Figure 2.12 représente le traitement réalisé sur les cinétiques. Chaque cinétique présente un aspect cyclique dû à la respiration. Une courbe reliant les maxima de chaque cycle a été construite appelée « courbe des crêtes ». Pour chaque panéliste et chaque produit, des courbes moyenne et enveloppes ont été construites sur la base des 3 répétitions. La courbe moyenne est une moyenne des 3 courbes des crêtes tandis que les courbes enveloppes représentent leur écart-type.

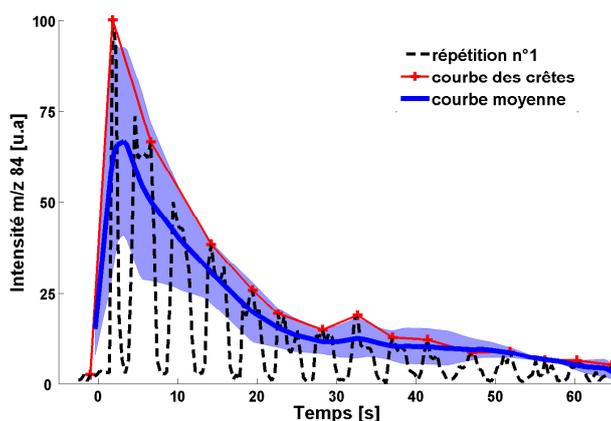


FIGURE 2.12 – Exemple de traitement des cinétiques *in vivo* de libération des composés d'arômes : répétition (—), courbe des crêtes reliant les maxima (trait fin), courbe moyenne des trois répétitions (trait épais) et courbes enveloppes (grisé) représentant l'écart type sur les trois répétitions.

2.2.4 Détermination de paramètres physiologiques

2.2.4.1 Volumes des voies aériennes supérieures

Les volumes des cavités orales, pharyngées et nasales des panélistes ont été mesurées avec un rhinopharyngomètre (Eccovision, Sleep Group Solutions, North Miami Beach, FL 33162).

Le volume tidal (flux respiratoire) des panélistes a été mesuré avec un spiromètre (SpeeDyn, Dyn'R group).

2.2.4.2 Flux salivaire stimulé

Le flux salivaire stimulé a été mesuré en récoltant la salive sécrétée par le sujet durant la mastication d'un morceau de parafilm.

L'opération dure une minute au total. Le sujet doit déglutir avant de commencer le test puis mastiquer le morceau de parafilm sans déglutir. Au bout de 30 s, le sujet dépose la salive qui s'accumule librement en bouche sans cracher le parafilm. Il peut ensuite déposer la salive qui s'accumule en bouche librement dans le flacon durant les 30 s restantes. Une fois la minute écoulée, le sujet recrache dans le tube la salive en bouche et le parafilm.

Le flux salivaire a été déterminé par mesure de la quantité de salive recueillie dans le tube divisée par la durée de la mesure (1 min).

2.2.4.3 Efficacité masticatoire

L'efficacité masticatoire est évaluée en utilisant du silicone dentaire. Chaque sujet mastique aussi naturellement que possible un cylindre de silicone (3 g, hauteur : 1.8 cm, diamètre : 1.4 cm) préalablement confectionné. Au bout de 20 cycles masticatoires, il leur est demandé de recracher les morceaux et de se rincer la bouche. Les particules obtenues sont séchées 1 h à 75°C. Elles sont ensuite passées à travers un tamis (diamètre de maille 4 mm).

L'efficacité masticatoire est définie comme étant le rapport de la masse de silicone passée à travers les mailles du tamis sur la masse initiale du cylindre.

2.2.5 Simulateur péristaltique

2.2.5.1 Principe général

Dans le cadre de cette étude, un simulateur a été développé afin de comprendre les phénomènes régissant l'enduction des muqueuses pharyngées par le péristaltisme pharyngé. Il permet de représenter le contact entre la base de la langue et la paroi postérieure du pharynx lors de la contraction des muscles constricteurs du pharynx. Une analyse du péristaltisme pharyngé permettant de justifier de sa conception et de son dimensionnement sera présentée ultérieurement (cf. § 4.3 page 143).

Le simulateur est représenté Figure 2.13.

Il est constitué de deux cylindres contrarotatifs (40 mm de rayon) suffisamment larges (2x40 mm, Hamrock et al., 2004) pour que l'écoulement soit principalement bidimensionnel (dirigé du haut vers le bas).

La vitesse de rotation des cylindres est fixée à 0,2 m/s. Ils sont équipés de racleurs et de bacs de récupération. Les racleurs sont en élastomère et permettent de nettoyer totalement les cylindres à chaque rotation. Le jeu entre les cylindres est fixé et contrôlé grâce à un capteur de déplacement (0-250 μm). Deux systèmes d'alimentation (« sloat coater ») permettent de déposer un film mince d'eau simulant la salive.

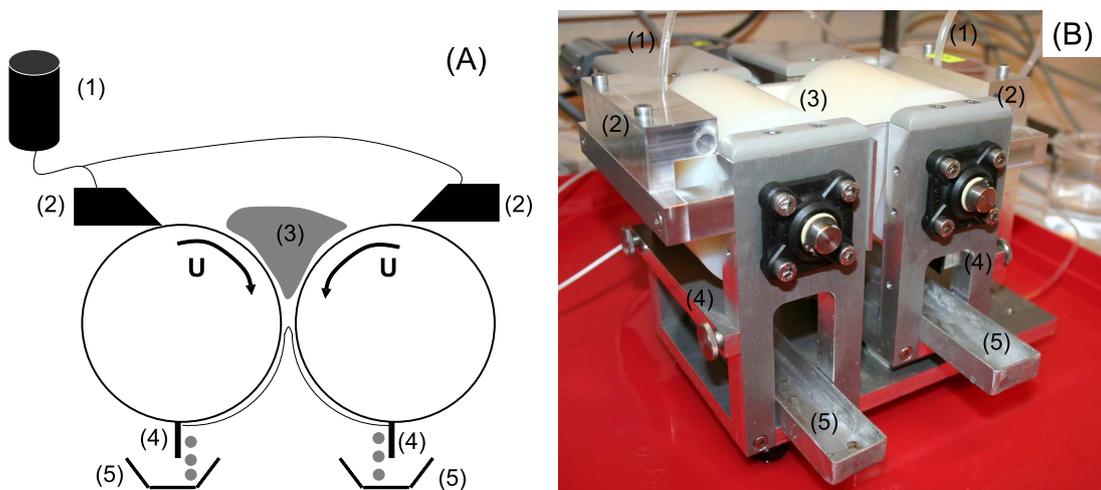


FIGURE 2.13 – Simulateur péristaltique : (1) réservoir de salive, (2) alimentation en salive, (3) bol alimentaire, (4) racleur, (5) bac de récupération.

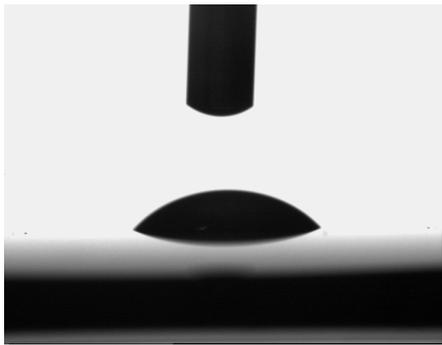


FIGURE 2.14 – Goutte déposée de salive réelle sur un substrat en Nylon6.6. L'angle de contact est de $45\pm 2^\circ$.

2.2.5.2 Matériaux

Un jeu de cylindres en Nylon6.6 a été utilisé. Le Nylon présente un module d'Young d'environ 2.10^3 MPa. Il a été choisi pour sa faible hydrophobicité et permet ainsi de générer des films de salive stables. Le Nylon6.6 présente une énergie de surface de 42.8 mN/m et un angle de contact avec l'eau de 62° (Lee, 1996). La Figure 2.14 présente une goutte de salive réelle déposée sur un substrat en Nylon6.6. L'angle de contact mesuré est de $45\pm 2^\circ$ (Tensiomètre DSA 100-MR2, Küss, Hambourg, Allemagne).

La salive a été simulée avec de l'eau et le bol alimentaire par des solutions de glucose (cf. § 2.1.2 page 67).

2.2.5.3 Méthode de mesure

L'ensemble des expériences a été réalisé dans une pièce climatisée et la température du fluide a été contrôlée avec un thermocouple. Les viscosités des solutions ont été mesurées à cette température (environ 20°C).

Pour chaque mesure, les paramètres fixés sont la vitesse de rotation, le jeu entre les cylindres et l'épaisseur d'eau déposée sur les cylindres. Le paramètre mesuré est le débit de bol passant entre les cylindres.

Avant chaque mesure, l'épaisseur d'eau déposée a été fixée en contrôlant la hauteur du niveau d'eau dans les réservoirs (Figure 2.13). Pour mesurer l'épaisseur déposée sur les cylindres, ces derniers sont écartés, la vitesse de rotation des cylindres est imposée et l'eau collectée sur une durée connue. La quantité d'eau collectée, nous permet de calculer le débit d'eau. L'épaisseur déposée sur les cylindres est donnée par le ratio du débit par la vitesse de la paroi des cylindres. L'épaisseur d'eau effectivement déposée était d'environ $40\ \mu\text{m}$.

Le débit de bol alimentaire -simulé par des solutions de glucose- a été déterminé en mesurant la quantité de fluide passant entre les cylindres pendant une durée connue (de 20 à 60 s).

2.2.5.4 Incertitudes de mesure

Les défauts d'usinage ont été mesurés ($\pm 20 \mu\text{m}$). Pour cela, l'air a été utilisé comme fluide test et les deux cylindres ont été mis en contact par l'application d'une force à l'aide d'un ressort. L'évolution de la distance séparant les deux axes des cylindres a été mesurée durant plusieurs tours. L'amplitude du signal donne l'amplitude des défauts d'usinage (Figure 2.15).

La mesure de débit a été obtenue par mesure de la masse de fluide m' (en kg) passant entre les cylindres durant un temps connu t' (en s). Il a été ensuite adimensionnalisé par le jeu H'_0 (en m) et la vitesse à la paroi du cylindre U' (en m) :

$$q = \frac{m'}{2 \cdot \rho' \cdot t' \cdot U' \cdot H'_0} \quad (2.7)$$

où q est le débit adimensionnalisé par unité de largeur ($q = q'/U' \cdot H'_0$) et ρ' est la masse volumique (kg/m^3). Considérant que les incertitudes sont principalement dues à la mesure du jeu et du temps, l'incertitude Δq affectant la mesure est donnée par :

$$\frac{\Delta q}{q} = \frac{\Delta H'_0}{H'_0} + \frac{\Delta t'}{t'} \quad (2.8)$$

où $\Delta H'_0 = 20 \mu\text{m}$ et $\Delta t' = 1 \text{ s}$.

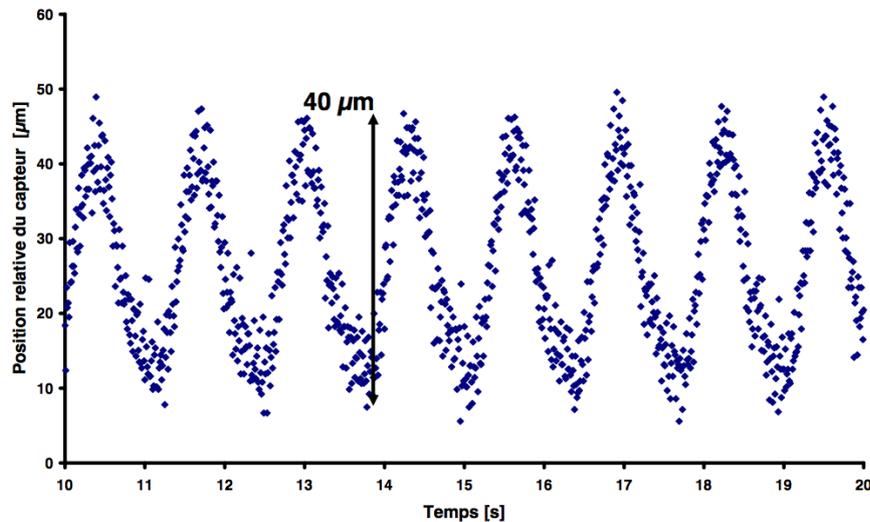


FIGURE 2.15 – Mesure des défauts d'usinage du simulateur péristaltique.

Chapitre 3

Déstructuration du produit et libération des stimuli lors de la phase buccale

Nomenclature

A	Surface de contact (m^2)	D	Coefficient de diffusion (m^2/s)
A_c	Surface de contact générée par compression (m^2)	F	Fonction reliant A_{max} au produit
A_0	Surface de contact initiale produit-salive en bouche (m^2)	G	Fonction reliant A_{max} au sujet
A_1	Surface totale de la population 1 (m^2)	i	Indice des particules
A_2	Surface totale de la population 2 (m^2)	k_p	Coefficient de transfert de matière (m/s)
A_i	Surface de la particule i (m^2)	K	Coefficient de partage eau-produit
A_{max}	Surface de contact maximale produit-salive en bouche (m^2)	M_sP	Efficacité masticatoire
C_p	Concentration en sel dans le produit (g/L)	n	Nombre de particules
C_p^{eq}	Concentration en sel à l'équilibre dans le produit (g/L)	Q_s	Flux salivaire stimulé (m^3/s)
C_{p0}	Concentration initiale en sel dans le produit (g/L)	t	Temps (s)
C_{p1}	Concentration en sel dans la population 1 (g/L)	t_s	Temps de la première déglutition (s)
C_{p2}	Concentration en sel dans la population 2 (g/L)	v	Vitesse de fonte (m/s)
C_{pi}	Concentration en sel dans la particule i (g/L)	V_p	Volume de produit (m^3)
C_Q	Concentration en sel du flux salivaire (g/L)	V_{p1}	Volume total de la population 1 (m^3)
C_w	Concentration en sel dans l'eau (g/L)	V_{p2}	Volume total de la population 2 (m^3)
C_{w0}	Concentration initiale en sel dans l'eau (g/L)	V_{pi}	Volume de la particule i (m^3)
C_w^{eq}	Concentration en sel à l'équilibre dans l'eau (g/L)	V_s	Volume de salive (m^3)
		V_{s0}	Volume initial de salive (m^3)
		V_w	Volume d'eau (m^3)
		<i>Symboles grecs</i>	
		α	Constante
		β	Constante

3.1 Introduction générale

L'objectif de ce chapitre est d'étudier la libération des stimuli de produits « solides » lors de leur déstructuration pendant la phase buccale. Nous nous sommes intéressés en particulier au sel, car la physiologie mise en jeu est moins complexe que dans le cas des composés d'arôme : tous les phénomènes ont lieu dans la cavité buccale. Nous avons utilisé comme produits « solides » modèles des gels laitiers (cf. § 2.1.1 page 63) qui ont déjà fait l'objet d'études antérieures (Lauverjat et al., 2009a,b; Saint-Eve et al., 2009; Lawrence, 2009; Panouillé et al., 2010; Drago et al., 2010) afin de profiter de connaissances approfondies sur leurs propriétés.

Lors de la synthèse bibliographique, nous avons vu qu'un paramètre majeur expliquant la libération des stimuli au cours de la mastication est la génération de surface de contact entre le produit et la salive (cf. 1.4.3 page 40). Cette génération de surface dépend de propriétés physiologiques propres à l'individu et de propriétés des matrices.

Afin de déterminer la part respective de l'individu et du produit sur la déstructuration et la génération de surface entre le produit et la salive, nous avons développé un modèle mécanistique décrivant la libération du sel de produits après une déstructuration standardisée. Ce modèle a tout d'abord été confronté à des données *in vitro* de libération du sel afin de s'assurer de la pertinence des hypothèses et des simplifications faites. Cette étape nous a aussi permis de déterminer le rôle de la matrice sur la génération de surface indépendamment de la variabilité interindividuelle.

Ensuite, ce modèle a été appliqué à des données de libération du sel *in vivo* et a permis de déterminer les paramètres clés liés au produit et à l'individu gouvernant la libération et la perception du sel.

Enfin, nous discuterons des perspectives à développer afin d'affiner les hypothèses du modèle et de s'orienter vers une modélisation prédictive de la libération et de la perception des stimuli en bouche.

3.2 Modèle mécanistique de la libération *in vitro* du sel de gels laitiers durant un test de déstructuration standardisé simulant la mastication, Publication n°1

Cette partie est consacrée au développement d'un modèle mécanistique décrivant la libération du sel de produits « solides » déstructurés. Les hypothèses du modèle ont été validées sur des cinétiques de libération du sel obtenues dans des conditions de déstructuration standardisées simulant la mastication. Il s'agit d'une première étape vers la modélisation de la libération des stimuli durant la mastication. Cette étude a également permis de rendre compte du rôle du produit, indépendamment de celui de l'individu, sur sa déstructuration.

Cette section est présentée sous la forme d'un article soumis au Journal of Food Engineering, dont le résumé en français est donné ci-dessous.

Résumé La méthode de dominance temporelle des sensations a montré des profils dynamiques différents pour quatre gels laitiers modèles en terme de perception salée et de texture. Afin de déterminer les origines physiques de ces différences, l'influence des propriétés de déstructuration de ces produits sur la libération du sel a été étudiée. Un système expérimental a été utilisé afin de mesurer la cinétique de libération du sel de ces produits dans de l'eau -simulant la salive- après une compression standardisée -simulant la mastication- indépendamment de la variabilité inter- et intra- individuelle. Un modèle mécanistique a été développé afin de quantifier les propriétés de déstructuration du produit en terme de surface de contact entre le produit et la phase aqueuse. La matière grasse a un effet majeur sur les propriétés de déstructuration et la surface de contact calculée, ce qui peut être relié à la microstructure du produit. Ces résultats mettent en avant une origine physique possible expliquant les différences de perception sensorielle de ces produits. Nous discutons aussi de l'utilisation de ce type de modèle afin de modéliser la libération du sel dans des conditions de consommation du produit.

Publication n°1, soumise à Journal of Food Engineering
Mechanistic model of *in vitro* salt release from model dairy gels based
on standardized breakdown test simulating mastication

Clément de Loubens, Maud Panouillé, Anne Saint-Eve, Isabelle Délérís,
Ioan Cristian Trélea, Isabelle Souchon
UMR 782 Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires, INRA / AgroParisTech,
CBAI 78850 Thiverval Grignon, France

Abstract The temporal dominance of sensations method showed that four model dairy products had different dynamic profiles in terms of salt and texture perception. We investigated the physical origins of these differences, by studying the breakdown of these products and its impact on salt release. An experimental device was used for monitoring the kinetics of salt release from the food products into water -simulating saliva- after a standardized compression -simulating mastication- independently of the inter and intra individual variability. A mechanistic model was developed to quantify product breakdown in terms of the area of contact between the product and the aqueous phase. Fat had a major influence on breakdown behaviour and the calculated contact area that could be accounted for by the microstructure of the product. These results provide insight into the possible origins of differences in sensory perceptions of foods. We also discussed the use of this mechanistic model for modeling salt release in the conditions of food consumption.

3.2.1 Introduction

Reducing the salt content of food has become a major concern for public health authorities worldwide. There is strong scientific evidence that dietary salt consumption is responsible for hypertension, which may result in cardiovascular disease, gastric cancer, osteoporosis, cataracts, kidney stones and diabetes (Organisation, 2007). The World Health Organisation therefore recommends limiting daily sodium chloride intake to 5 g. Salt consumption may, however, be two or three times higher than this recommended level in some developed countries.

Reducing the salt or fat content of food is a major challenge for food manufacturers, because it often leads to a loss of organoleptic qualities. Food structure and texture affect aroma and taste perception (Phan et al., 2008; Saint-Eve et al., 2009; Koliandris et al., 2010; Panouillé et al., 2010), so one promising possibility is the tailoring of the food matrix to decrease salt content without decreasing the perception of saltiness. For example, liquid model cheeses were perceived as being more salty than gelled model cheeses (Panouillé et al., 2010). For gelled model cheeses, the degree of saltiness perceived depends on fat content (Panouillé et al., 2010). In this context, mechanistic models describing stimuli release during food consumption are of great interest,

because they may make it possible to identify the most important physicochemical and physiological parameters responsible for this release (Harrison et al., 1998; Wright et al., 2003b; Wright et Hills, 2003; Trélea et al., 2008). Harrison et al. (1998) and Wright et Hills (2003) developed the first models of flavour release (i.e. the release of aroma compounds) from the chewed bolus. They demonstrated the importance of having detailed knowledge of the mastication process for the prediction of particle size distribution and of the contact areas between the product and the saliva and between the product and air. Food fragmentation can be modelled from empirical laws fitted to experimental data obtained in spit-out experiments (Kobayashi et al., 2006, 2010) or by statistical models considering mastication as a selection and breakdown process (van der Bilt et al., 1987; Baragar et al., 1996; Harrison et al., 1998; Wright et al., 2003b). From the distribution of chewing and swallowing time intervals measured by electromyography, Wright et al. (2003b) simulated individual mastication patterns for use in flavour release calculations. However, to our knowledge, no model has yet been developed that takes into account the properties of the product for the prediction of particle size distribution and salt release in the mouth.

The objective of this study was so to quantify the breakdown of model dairy products in terms of contact areas independently of the individual variability of consumers.

Four model dairy products of different composition were chosen for study because they had already been extensively characterised, not only in terms of rheology and texture, but also in term of bolus formation (Drago et al., 2010; Panouillé et al., 2010). We first undertook a sensory characterisation of these dairy products. We characterised the dynamics of saltiness and texture perception, by generating temporal dominance of sensation (TDS) profiles for the four products. We then used an experimental device similar to those used in previous studies by Koliandris et al. (2008) and Mills et al. (2011), to measure salt release from product to water after breakdown in controlled conditions. A mechanistic model was developed for calculation of the contact area between the water and the product generated by compression. Finally, the results were discussed in terms of composition, structure and perception. We also discussed the use of this mechanistic model and methodology to model salt release in conditions of food consumption.

Code	Milk retentate powder [g/kg]	Anhydrous milk fat [g/100g DM]	Rennet [g/kg]	Water [g/kg]
250/40	250	40	1.27	573
250/0	250	0	1.27	740
150/40	150	40	0.78	740
150/0	150	0	0.78	850

Table 3.1: Code and composition of the model dairy products.

3.2.2 Materials & Methods

3.2.2.1 Samples preparation

Model cheeses were prepared as previously described by [Saint-Eve et al. \(2009\)](#): PL60 ultrafiltered skim milk retentate powder (Triballat, Noyal-sur-Vilaine, France), anhydrous milk fat (Corman, Goé, Belgium) and sodium chloride (Prolabo, France) were mixed. The pH was adjusted to 6.2 by adding glucono-delta-lactone (Sigma – Aldrich, Steinheim, Germany), rennet was added and the mixture was poured into containers and allowed to coagulate for 3 h at 30°C. We used ultrafiltered skim milk retentate powder because the mineral composition of this product is similar to that of cow’s milk, making it possible to avoid syneresis. Model cheeses were stored at 4°C overnight and experiments were carried out on the day after their preparation. We studied four model cheeses differing only in their fat content (0 or 40% w/w, dry basis) and retentate powder concentration (150 or 250 g/kg). The other components remained constant: salt content (1% w/w) and pH-value (6.2). Hereafter, we referred to the products as follows: PL 60 concentration (g/kg) (150 or 250) / fat content (% dry basis, 0 or 40). Table 3.1 summarizes the various compositions and notations for the four products.

3.2.2.2 Sensory analysis

The temporal perception of the four model cheeses was studied using the temporal dominance of sensation (TDS) method. Each panelist scored, over the course of time, the intensity of the descriptor perceived as dominant. TDS has been processed by 16 trained panelists, volunteer and motivated. For TDS measurement, seven attributes (moistness, softness, firmness, crumbliness, stickiness, fattiness and saltiness¹) were chosen, following the profile performed on the same products ([Panouillé et al., 2010](#)). We used the same terms and definitions as in the previous study. All the attributes were presented simultaneously on a screen with a button. The panellists had to click on “start” when they placed a sample of the model cheese in the mouth and, during

1. Traduction des termes sensoriels. Moist : humide, Soft : mou, Firm : ferme, Crumbly : friable, Sticky : collant, Fat : gras, Salt : salé

the evaluation, they were asked to select the attribute they considered to be dominant. If the dominant attribute change during the course of the trial, the subjects were asked to click on the new dominant attribute. For each panellist, we collected the following data during the consumption of each product: the time at which an attribute was identified as dominant and the name of the attribute concerned. During each run, the subjects were free to chew the sample as they wished. Samples were coded with three-digit random numbers and served in transparent plastic cups. Sample size was standardised at 5 g. The four samples were assessed in duplicate, in random order, over two evaluation sessions. Data were acquired with Fizz software (Biosystèmes, 1990), in individual sensory booths under white light.

TDS analysis was performed with Fizz Data Treatment. The dominance proportions were used to draw TDS curves over time, providing information about the descriptors considered dominant during the consumption period. Dominance proportions for an attribute d^a were calculated by dividing the number of citations of this attribute n_c^a by the number of judges n_j and the number of replicate n_r , i.e. $d^a = n_c^a / (n_j n_r)$. The sensory perceptions between panellists are close when the dominance rate is high. For each sample of model cheese, the dominance curves of all the descriptors are displayed on the same graph. Two other curves are also displayed to facilitate interpretation. The first, labelled as “chance” indicates the dominance proportion that an attribute would be expected to obtain by chance alone (1/number of attributes). The second curve, labelled “significance”, indicates the smallest value of the proportion significantly higher than that expected by chance alone, in a binomial test. TDS curves above the significance level may be considered to be consistent across the panel (Pineau et al., 2009).

3.2.2.3 Conductivity measurements

Conductivity was measured with a conductivity probe (Heito, France). In addition to NaCl, the model cheese contained other solutes such as potassium, calcium, phosphates, citrates and lactates (Lauverjat et al., 2009a; Floury et al., 2009). All these species contribute to the conductivity signal. With similar products, Lauverjat et al. (2009a) showed that NaCl had mass transfer properties (diffusion and partition coefficients) similar to those of the other solutes. There is therefore no need to distinguish between the different solutes in this study. We use the term “salt” in this context to describe all the species contributing to the conductivity signal. The conductivity probe was thus calibrated at 37°C, with aqueous NaCl solutions prepared with deionised water, and concentrations are given in g/L NaCl equivalent.

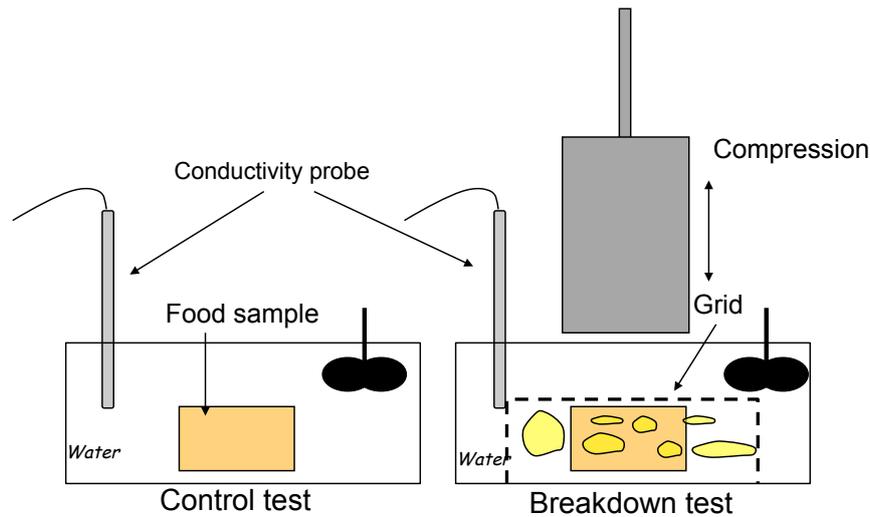


Figure 3.1: Schematic diagram of the experimental set-up for the breakdown test.

3.2.2.4 Experimental set-up for product breakdown and salt release measurement

A schematic diagram of the experimental set-up is shown in Figure 3.1. It consisted of a conductivity probe (Heito, France), a texturometer (TAXT2, Stable Microsystems) equipped with a Teflon probe 35 mm in diameter, a beaker of deionised water at 37°C (400 mL), and a magnetic stirrer. Online measurements of changes in conductivity began at time $t=0$. At $t=60$ s, a calibrated cylinder of product (12 mm height and 20 mm diameter, ~ 3 g of product) was placed in the beaker. At $t=150$ s, the product was compressed one or several times to a deformation level of 80 % of the initial height. This compression took only 1 s in an overall experiment time of 400 s. Conductivity registration was stopped at $t=400$ s. Similar experiments were carried out with no compression as controls, to assess the release of salt from intact product into water. Three replicates were carried out per product.

3.2.2.5 Partition coefficient of salt

The water / product partition coefficients K and initial salt concentrations C_p^0 of the four products were determined according to SL-PRV method developed by [Lauverjat et al. \(2009a\)](#). The values of K and C_p^0 are global and correspond to the total amount of salt present. The partition coefficients K were comprised between 0.7 and 1 and the initial salt concentrations of the products C_p^0 were between 13 g/L and 17 g/L.

3.2.2.6 Mass transfer model

Compression instantaneously generated a population of n particles denoted i , where $i = \overline{1..n}$. For each particle, we note V_{pi} its volume (m^3) and A_i its contact area (m^2) with the surrounding volume of water V_w (m^3). For processes occurring over a much shorter time scale than diffusion, the most mathematically tractable option is to consider salt release to be described by a mass transfer coefficient k_p (m/s) and to consider the solute concentration of each piece C_{pi} to be uniform. Changes in the salt concentration of the water C_w is therefore given by a mass balance between the product and the water:

$$V_w \frac{dC_w}{dt} = k_p \sum_{i=1}^n A_i (K.C_{pi}(t) - C_w(t)) \quad (3.1)$$

where t is the time (s) and K is the water / product partition coefficient given by the ratio of the salt concentration at the equilibrium between the water C_w^{eq} and the product C_p^{eq} :

$$K = \frac{C_w^{eq}}{C_p^{eq}} \quad (3.2)$$

The salt release from each particle of product is given by:

$$V_{pi} \frac{dC_{pi}}{dt} = -k_p A_i (K.C_{pi}(t) - C_w(t)) \text{ for } i = \overline{1..n} \quad (3.3)$$

This model is not tractable in practice. We therefore simplified these equations to generate two useable models.

Model 1: particles of uniform size

If the duration of the experiment is very short with respect to the time scale of the mass transfer from the product to the water (i.e. $t \ll V_{pi}/k_p A_i$ whatever i), the concentrations in each piece of product are similar and the population of pieces is equivalent to one product piece of volume $V_p = \sum_{i=1}^n V_{pi}$, of contact area $A = \sum_{i=1}^n A_i$ and of salt concentration C_p (Figure 3.2). (3.1) and (3.3) can be reduced to:

$$V_w \frac{dC_w}{dt} = k_p A (K.C_p(t) - C_w(t)) \quad (3.4)$$

$$V_p \frac{dC_p}{dt} = -k_p A (K.C_p(t) - C_w(t)) \quad (3.5)$$

The initial conditions are given by the salt concentration in water at $t_0 = 150$ s and the initial concentration in the product C_p^0 :

$$C_w(t_0) = C_{w0} \text{ at } t_0 = 150 \text{ s} \quad (3.6)$$

$$C_p(t_0) = C_{p0} \text{ at } t_0 = 150 \text{ s} \quad (3.7)$$

C_{p0} and K were determined by the solid-liquid phase ratio variation method (SL-PRV) (Lauverjat et al., 2009a). The contact area A and the mass transfer coefficient k_p were unknown *a priori*. The value of k_p was obtained for each product by fitting this model to the kinetics of salt release measured in water $C_w(t)$ in the absence of compression (“control test”). The contact area A_0 was calculated from the initial sample geometry ($A_0 = 10.7 \text{ cm}^2$). Knowing k_p , A was then determined by fitting the model to $C_w(t)$ measured during the compression tests. Regression analysis was carried out with Matlab 7 (The Mathworks, Natick, MA).

Model 2: particles of non-uniform size

If the size distribution of a population of particles is broad, then the uniform-size model does not correctly represent salt release because the time scale of the mass transfer from the smallest particles to the water is equivalent to the duration of the experiment (i.e. there is i such that $t \sim V_{pi}/k_p A_i$). A second model was developed and applied to a single product generating particles of heterogeneous size (250/40). Compression was considered to generate two populations of particles with volumes V_{p1} and V_{p2} , contact areas A_1 and A_2 and salt concentration C_{p1} and C_{p2} (Figure 3.2).

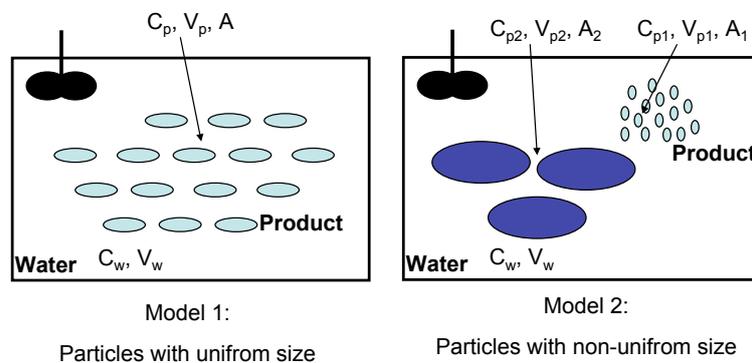


Figure 3.2: Principles and notations of the salt release models. Model 1 (left) considers the population of particles to be equivalent to one piece of product. Model 2 (right) considers the particle distribution to be approximated by two pieces of product of different sizes.

The mass balances of salt in water involve two terms representing the flux of salt from each piece of product. Thus, we have:

$$V_w \frac{dC_w}{dt} = k_p A_1 (K.C_{p1}(t) - C_w(t)) + k_p A_2 (K.C_{p2}(t) - C_w(t)) \quad (3.8)$$

The mass balances in each volume are:

$$V_{p1} \frac{dC_{p1}}{dt} = -k_p A_1 (K.C_{p1}(t) - C_w(t)) \quad (3.9)$$

$$V_{p2} \frac{dC_{p2}}{dt} = -k_p A_2 (K.C_{p2}(t) - C_w(t)) \quad (3.10)$$

The total contact area A between the product and the water is given by:

$$A = A_1 + A_2 \quad (3.11)$$

Knowing the total volume of product V_p , the relationship between V_{p1} and V_{p2} is given by:

$$V_p = V_{p1} + V_{p2} \quad (3.12)$$

The initial conditions are:

$$C_w(t_0) = C_{w0} \text{ at } t_0 = 150 \text{ s} \quad (3.13)$$

$$C_{p1}(t_0) = C_{p0} \text{ at } t_0 = 150 \text{ s} \quad (3.14)$$

$$C_{p2}(t_0) = C_{p0} \text{ at } t_0 = 150 \text{ s} \quad (3.15)$$

Fitting the model to the experimentally measured salt kinetics $C_w(t)$, we were able to determine A_1 , A_2 , V_{p1} and V_{p2} . k_p was determined with Model 1 based on the test without compression (“control test”).

3.2.2.7 Data analysis

One-way analysis of variance (ANOVA) were performed with mass transfer coefficients k_p or with total contact area A as factor (Matlab7.0). When significant product differences were observed ($p < 0.05$), the results were compared using a multiple comparison test (Tukey range test, Matlab7.0).

3.2.3 Results

3.2.3.1 Sensory analysis

The TDS curves (Figure 3.3) show, for each product, the dominant attribute perceived at each timepoint during the trial, for the panel as a whole. For products with high levels of protein, the 250/40 product was perceived as crumbly from 2 s to 6 s and soft from 2 s to 17 s. It was then perceived salty from 13 s to 28 s with a maximum around 18 s. 250/0 was perceived moist, soft, crumbly and then salty from 14 s to 25 s (later and for a shorter period than for 250/40). Products with low protein levels

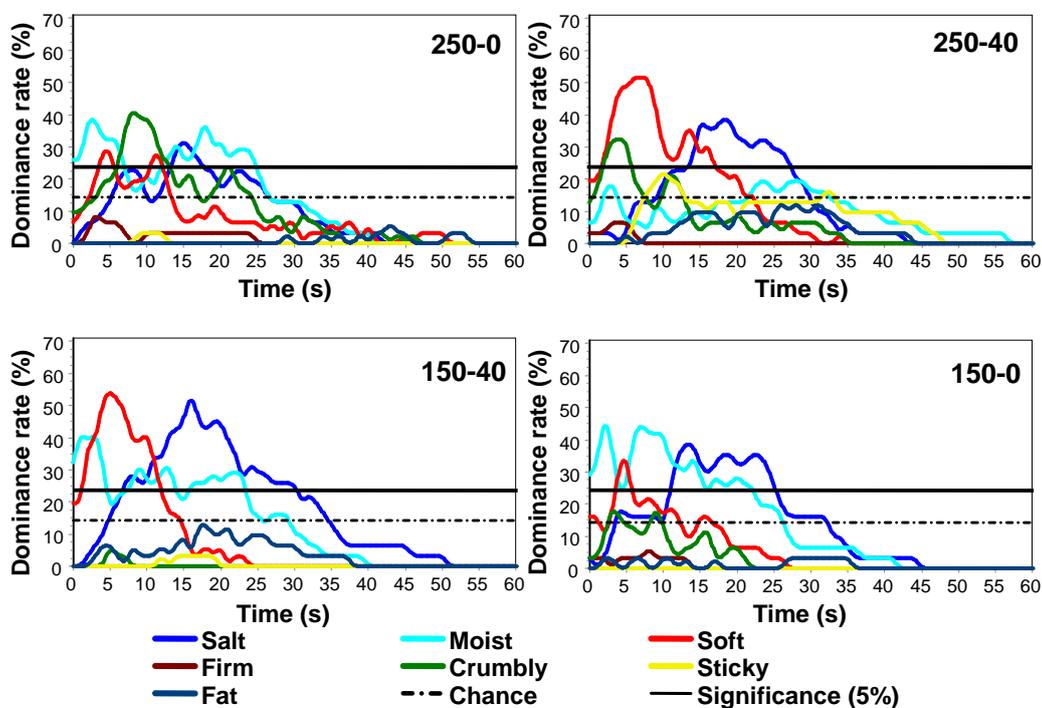


Figure 3.3: Temporal dominance of sensation (TDS) curves (dominance rate as a function of time) of the 4 products : 250/40, 250/0, 150/40, 150/0.

(150/0 and 150/40) were perceived as being soft and moist. The 150/0 product was perceived as salty from 11 s to 25 s, whereas 150/40 was perceived as being dominant salty from 6 s to 30 s. The presence of fat therefore led to the earlier perception of saltiness and a longer duration of this perception during the consumption of model dairy products. After 32 s, the TDS curves for all products were below the significance limit, indicating a lack of consensus concerning the dominant attribute.

3.2.3.2 Influence of compression parameters on the release kinetics

For the selection of appropriate parameters for use in the breakdown test, we assessed the influence of the compression parameters on the salt release kinetics for one product (250/40). The parameters considered were probe velocity (1 mm/s or 10 mm/s), level of strain (50 or 80%) and the number of compression cycles (1 or 5 cycles). Figure 3.4 shows the kinetics obtained.

Effect of probe velocity

The velocity of the probe had no great impact on the release kinetics: curves were shifted to the right only for the lowest velocity (1 mm/s). Breakdown occurred 10 s later for a probe velocity of 1 mm/s than for for a velocity of 10 mm/s (i.e. at 190 s rather than 150 s). The kinetics followed a similar pattern after this time point for both velocities. A velocity of 10 mm/s is closer to the conditions of natural mastication (Finney, 2004) and was therefore retained for subsequent experiments.

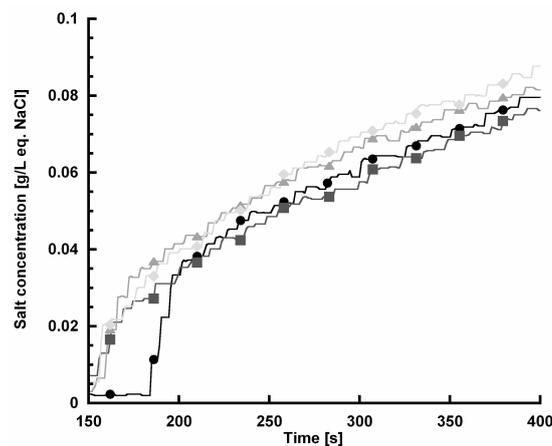


Figure 3.4: Influence of compression parameters (i.e. probe velocity, strain level, number of compression cycles) on the salt release kinetics from model dairy gels during the breakdown test (250/40): 10 mm/s, 80%, 1 cycle (◆) ; 1 mm/s, 80%, 1 cycle (●) ; 10 mm/s, 50%, 1 cycle (■) ; 10 mm/s, 80%, 5 cycles (▲) .

Effect of the level of strain

Strain level affects salt release kinetics. Salt release was more rapid at 80% strain than at 50% strain (Figure 3.4). This difference is further accounted for by the greater contact area at higher levels of strain, due to the greater product breakdown. The fracture strain of this product is about 80% (Panouillé et al., 2010). Thus, at 50% strain, the product is broken up into larger particles, which therefore have a smaller area of contact with the water. During mastication, the jaws and tongue impose high levels of strain. We therefore retained the 80% strain level for subsequent experiments.

Effect of the number of compression cycles

The last parameter tested was the number of compression cycles (1 or 5 cycles). This parameter had no effect on salt release kinetics (Figure 3.4). Indeed, the product was fully broken up after the first compression cycle.

These preliminary tests made it possible to select the compression parameters: a probe velocity of 10 mm/s, a strain level of 80% and one compression cycle were retained for subsequent experiments.

Effect of compression

Figure 3.5 presents typical patterns of salt release for two products (250/0 and 250/40) without compression (“control test”) and with compression (probe velocity: 10 mm/s, strain level: 80%, one cycle of compression). In the absence of compression, salt was released slowly and continuously. By contrast, compression with a strain level of 80% significantly accelerated salt release, from 150 s onwards, due to the breakdown of the product and the generation of a greater contact area between product and water.

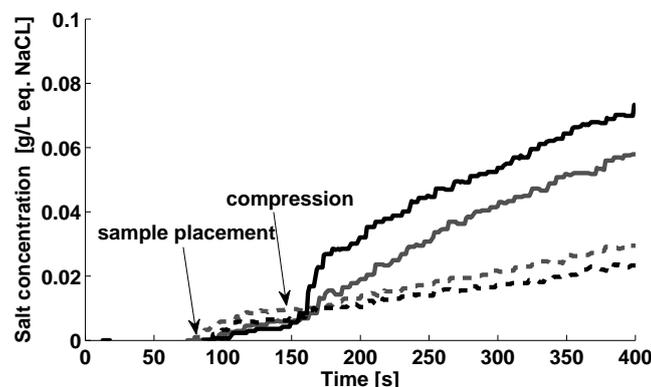


Figure 3.5: Salt release kinetics during the breakdown test for two products (250/40 in black and 250/0 in grey) after compression (solid lines) and their associated control tests (no compression, dotted lines): probe velocity: 10 mm/s, strain level: 80%, one cycle of compression.

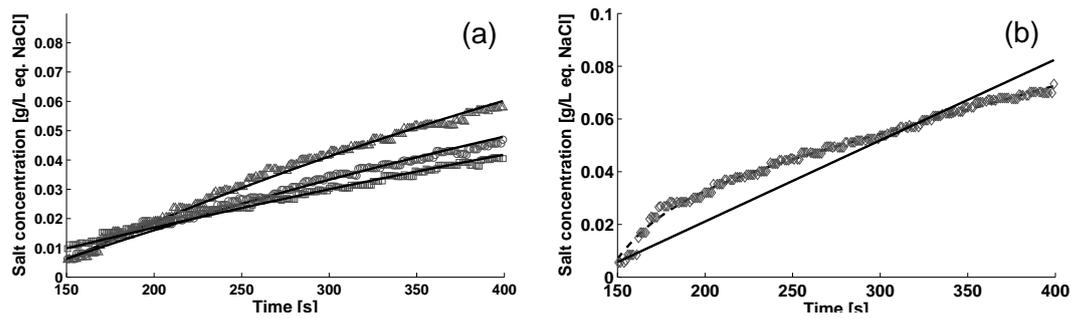


Figure 3.6: Experimental data and release model simulation. (a) Experimental data for 3 products (Δ 250/0, O 150/40, \square 150/0) and model 1 fittings (particles of uniform size, solid lines). (b) Experimental data for 1 product (\diamond 250/40), model 1 fitting (particles of uniform size, solid line) and model 2 fitting (particles of non-uniform size, dotted lines). For 250/40 model 2 was used to determine the contact area generated during the breakdown test due to the poor agreement of the model 1 with the experimental data.

3.2.3.3 Effect of the product contact area generation

Mass transfer coefficient

Model 1 was first fitted to the salt release kinetics in the absence of compression (“control test”), making it possible to calculate the mass transfer coefficients k_p . These coefficients ranged between 2 and $3 \cdot 10^{-6}$ m/s. The product had no significant effect on the mass transfer coefficient ($p > 0.05$).

Effect of compression on contact area

By fitting model 1 (particles with uniform size) to the salt release kinetics after compression, we were able to determine the contact area generated by the compression. Figure 3.6-a presents the pattern of salt release from the time at which compression occurred (150 s) until the end of the experiments for three products (250/0, 150/0, 150/40) and the fitted release models. For these products, model 1 fit the data well: the measurement time was short enough to consider that the population of particles is equivalent to one piece of product. Figure 3.6-b shows the kinetics obtained for 250/40. Model 1 fitted the data poorly. We therefore used only model 2 (non uniform size distribution) for this product. In this case, salt release slowed 50 seconds after the compression (at $t=200$ s). Salt release was initially rapid, due to the contribution of all particles. We can therefore show, from the general model, that the slope of the curve at the origin is proportional to the total amount of product/water contact area A . Salt release was subsequently lower and due exclusively to release from the largest particles.

The contact areas generated by compression are shown on Figure 3.7. They were about 100 cm^2 for 250/40 and 20 to 30 cm^2 for the others products (150/0, 150/40,

250/0). These areas are about 10 times and 2 times larger, respectively, than the initial sample area. The 250/40 product behaved markedly differently from the other products. Statistical analysis confirmed a strong product effect ($p < 0.0001$) and distinguished two different classes of products: one class consisting of 250/40 and the other consisting of the other three products.

Visual inspection of the products after compression (Figure 3.8) confirmed these results: 250/40 was fragmented into smaller pieces than the other products.

3.2.4 Discussion

3.2.4.1 Effect of product structure and composition on breakdown

The composition of the product affected the contact area generated by strong compression. Fat content had a strong effect for high dry matter, with 250/40 having a contact area 3.5 times that for 250/0.

In a previous study with a similar experimental device, Koliandris et al. (2008) obtained a good negative correlation Na^+ concentration at a given time (20 s after the breakdown) and the strain rupture of gels. From the data obtained by Panouillé et al. (2010) on the mechanical properties of these products, we observed that the contact area is correlated with the energy applied to the sample between the cracks initiation to a strain of 80% during a compression test ($p = 0.02$, $R = 0.97$).

The observations reported here can be accounted for by product microstructure. Panouillé et al. (2010) characterised the rheological behaviour and the microstructure of the products used in this study. Measurements under small-amplitude oscillations showed that all these products displayed a gel-like behaviour ($G' > G''$, almost constant at all frequencies). All products had a fracture strain lower than 80% and were therefore fractured during the compression. The microstructure of the products was characterised by confocal laser scanning microscopy. Panouillé et al. (2010) showed that for all products, after gel formation, there was a visible protein network that was denser for the 250 products than for the 150 products. For 250/40 and 150/40, the fat was concentrated within the protein network and was almost absent from the serum phase. For 250/40, a few flocculated and coalesced fat globules were observed. These results may account for the differences in contact area generated by compression. The concentration of the fat within the protein network may have weakened the protein network, facilitating the propagation of the fracture through the sample and resulting in the generation of smaller particles.

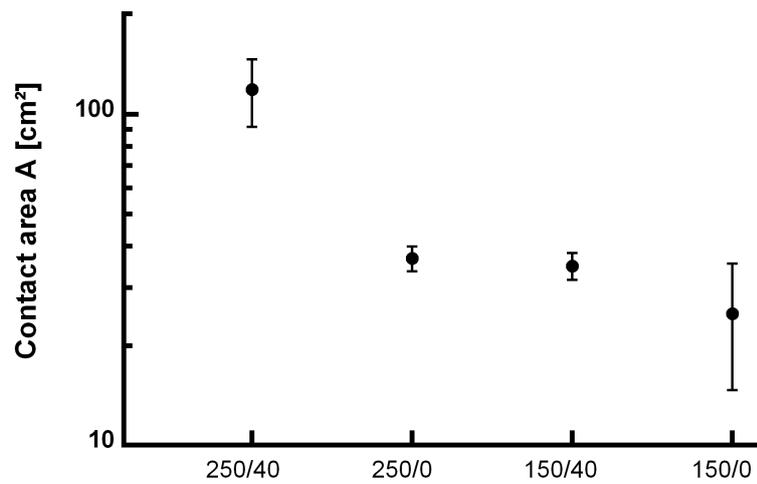


Figure 3.7: Contact area between the product and the water after compression for the various products studied.

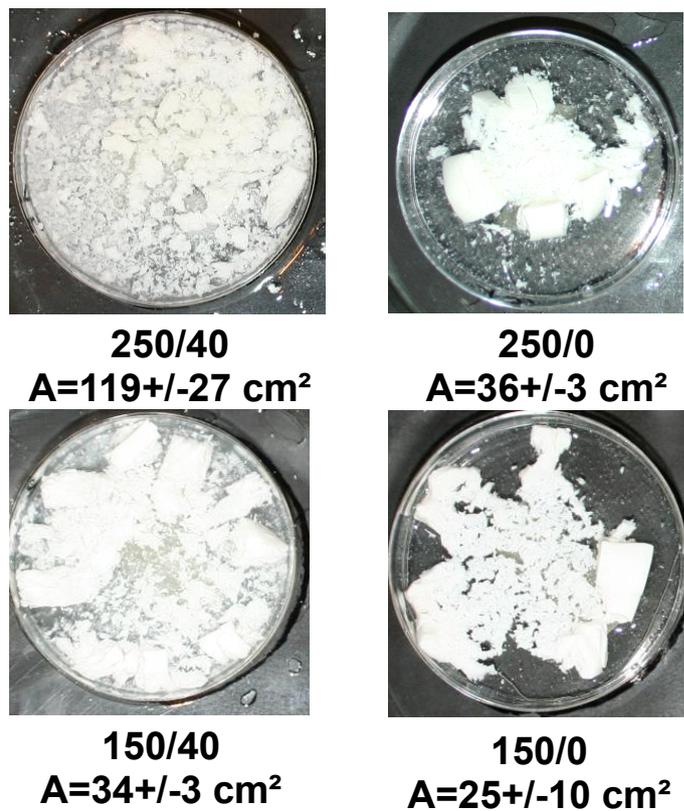


Figure 3.8: Model dairy products after the breakdown test. A is the area of contact between the product and the water calculated with the models.

3.2.4.2 Breakdown and sensory properties

For the products tested here, Panouillé et al. (2010) observed that the perception of saltiness increased with fat content. Indeed, a greater fat content leads to the generation of a larger contact area on compression, resulting in higher levels of salt release. We can assume that the breakdown pattern in the mouth is similar to that observed *in vitro* and that salt is released more rapidly from fat-containing samples than from fat-free samples.

The results obtained by TDS analysis support this hypothesis. For 250/40, crumbly was the dominant attribute perceived (Figure 3.3). This sensation was identified as dominant immediately after the introduction of the product into the mouth for 250/40, whereas it was identified as the dominant attribute 6 s later for 250/0. This suggests that 250/40 was more quickly fractionated by mastication than the other products, creating a greater contact area with saliva and resulting in the more rapid release of salt.

3.2.4.3 Modeling breakdown and salt release during food consumption

In addition to an analysis of the effects of dairy product composition and structure on the breakdown of these products, this study constitutes the first step towards the modeling of salt release during food consumption.

During mastication, the product is fractured by action of the teeth and tongue actions, resulting in the generation of particles. To model aroma compounds release during food consumption, Harrison et al. (1998) and Wright et al. (2003b) calculated the particle size distribution. However, if the duration of the mastication is very short compared to the time scale of the mass transfer from the product to the water, as demonstrated in our study, the salt release can be modeled simply with a mass transfer coefficient, without the need for knowledge concerning the size distribution of the particles. The main parameter to be determined is the area of contact between the particles and the saliva. During consumption, the food products used in this study are masticated for about 30 s. For times of less than 40 s, the model considering the population of particles to be equivalent to one product piece of volume V_p , of contact area A and of salt concentration C_p (Model 1: uniform size particles) fitted the data well, for three products (Figure 3.5).

For the last product (250/40), as shown Figure 3.9, model 1 simulated well the experimental data for times of less than approximately 50 s, when the area of contact is those estimated thanks to the model 2. For this product, after 50 s, the model 1 overestimated the salt release kinetics. Thus, the assumptions of the model 1 could be

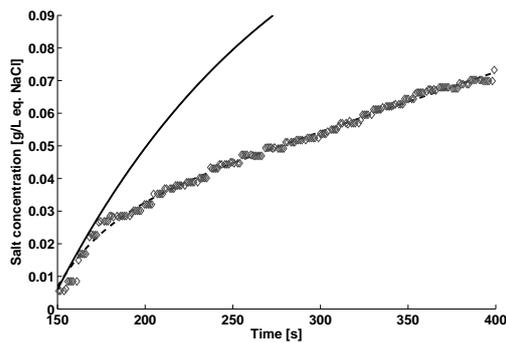


Figure 3.9: Experimental data (Δ) and release model simulations for 250/40: model 2 fitted on the experimental data to determine the contact area generated during the breakdown test (dotted line); model 1 simulated with the contact area determined thanks to the model 2 (solid line).

used to model salt release during food consumption for this kind of products because the mastication duration of these products is shorter than 50 s. Thus, this model could be used to model salt release during food consumption for this kind of products. The main differences between the conditions *in vitro* and *in vivo* are dilution by saliva (dependent on the saliva flow rate) and the changes in contact area occurring during mastication.

3.2.5 Conclusion

The experimental device and the mechanistic model developed here made it possible to measure the contact area generated by compression for several model dairy products and to account for the impact of gel structure on salt release. The model developed constitutes a first step towards the modeling of salt release during food consumption and the contact area measured under controlled conditions provides information about the fracture properties of the material.

The food consumption and the sensory perceptions involve a set of variables that cannot be reproduced at laboratory scale. However, the models and the experimental device developed in this study are approximations which consider some important variables of the mastication process. Thanks to their relative simplicity in term of use, they could be used to guide the product formulation. As product composition and microstructure affect the breakdown of the product and the sensory perceptions, tailoring the microstructure to control product breakdown in the mouth is one possible way to improve the release and perception of stimuli.

Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge the French National Research Agency (ANR) project « SensInMouth » for its financial support. We would also like to thank D. Forest for the technical contribution.

3.3 Modèle mécanistique pour comprendre la libération *in vivo* et la perception du sel durant la consommation de gels laitiers, Publication n°2

L'objectif de cette section est d'adapter et d'appliquer le modèle développé précédemment à la libération du sel dans des conditions de consommation de produits « solides ». Confronté à des données de libération *in vivo*, ce modèle a permis de déterminer la part respective du produit et du sujet sur la déstructuration et la libération des stimuli. Le lien entre libération et perception a aussi été abordé.

Cette partie est présentée sous la forme d'un article devant être publié dans le Journal of Agricultural and Food Chemistry, dont le résumé en français est donné ci-dessous.

Résumé L'objectif de cette étude est de développer un modèle afin de simuler la libération du sel pendant la consommation d'un aliment. La libération du sel lors de la consommation a été mesurée pour quatre gels laitiers modèles présentant des différences de dynamique de perception salée. Un modèle simple de libération *in vivo* du sel a été développé afin de dissocier la part respective liée à l'individu et au produit expliquant la libération. Le paramètre le plus difficile à déterminer et à prédire est l'évolution de la surface de contact entre le produit et la salive. L'ajustement du modèle aux données expérimentales a permis de montrer que l'efficacité masticatoire et la rhéologie du produit sont des paramètres expliquant la génération de surface de contact entre le produit et la salive par la mastication. Enfin, le rôle de la dynamique de perception sur les profils sensoriels temps-intensité a été discuté.

Publication n°2, accepté par Journal of Agricultural and Food Chemistry
Mechanistic model to understand *in vivo* salt release
and perception during consumption of dairy gels

Clément de Loubens, Anne Saint-Eve, Isabelle Délérís, Maud Panouillé,
Marion Doyennette, Ioan Cristian Tréléa, Isabelle Souchon
UMR 782 Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires, INRA / AgroParisTech,
CBAI 78850 Thiverval Grignon, France

Abstract The objective of this study was to develop a model to simulate salt release during eating. Salt release kinetics during eating were measured for four model dairy products with different dynamic salty perceptions. A simple *in vivo* model of salt release was developed to differentiate between the contribution of the individual and of the product to salt release. The most difficult model parameter to determine or predict is the evolution of the contact area between the product and the saliva. Fitting the model on the experimental data allowed us to show that the subject's masticatory performance and product structure determined the contact area between the product and the saliva generated by mastication. Finally, the role of release dynamics on sensory time-intensity profiles was discussed.

3.3.1 Introduction

Reducing salt content in food is a major concern for public health authorities worldwide and a major challenge since it often induces a loss of sensory qualities and technologic abilities of food products concerning their functionality and their safety. Understanding the mechanisms involved in perception could help to formulate products that satisfy both nutritional and sensory criteria.

During food consumption, salt must be released from the product and diluted in the saliva to reach the taste receptors located on the tongue and, thus, induce salty perception. Understanding and modeling taste compound release during the mastication of "solid" foods is a challenging task due to the complexity of the phenomena that occur in the mouth: dilution by saliva, mastication, temperature modification, etc.

Few studies have attempted to measure the *in vivo* salt release kinetics during the mastication. [Jack et al. \(1995\)](#), [Davidson et al. \(1998\)](#) and [Neyraud et al. \(2003\)](#) monitored conductivity during eating with electrodes placed in the interdental space between the incisors. However, the conductivity probes placed in the mouth can disturb normal mastication behaviour. A non-invasive technique consisted in sampling saliva from the tongue at different moments during the eating process in order to analyse the

components present in the saliva (Neyraud et al., 2003; Pionnier et al., 2004b; Phan et al., 2008).

Most of the descriptors (initial slope, maximal concentration, etc.) extracted from these kinetics can be statistically related to a subject's physiological parameters such as saliva flow rates or masticatory performance, as well as to product composition (Pionnier et al., 2004b; Phan et al., 2008). However, these statistical approaches are global and do not offer the possibility to understand the contribution of the product and the individual to stimuli release. Modeling was shown to be an effective tool for understanding, quantifying and predicting the influence of each parameter on release kinetics.

The first model of flavour release during the consumption of solid products was developed by Harrison et al. (1998). The transport of aroma compounds across the food-saliva interface was described by the interfacial theory of mass transfer. Saliva flow, mastication and swallowing were incorporated into the model. Mastication was modeled by selection and breakage functions to generate particle size distributions but was independent of physiological parameters (Harrison et al., 1998). Wright and Hills (2003b; 2003) calculated function parameters from the individual's mastication pattern that was acquired with electromyography and spit out experiments. Detailed knowledge of the mastication process is important to predict particule size distribution and, consequently, the contact area between the product and the saliva and the product and the air (Harrison et al., 1998; Wright et al., 2003b; Wright et Hills, 2003). Food fragmentation can be modeled from empirical laws fitted on experimental data obtained from spit-out experiments (Kobayashi et al., 2006, 2010) or by statistical models that consider mastication as a selection and breakdown process (van der Bilt et al., 1987; Baragar et al., 1996; Harrison et al., 1998; Wright et al., 2003b). Another approach was developed by de Loubens et al. (2011). In their study, salt release kinetics were measured after compression of model dairy products. The salt release kinetics from fragmented products were modeled. To model salt release during mastication (< 40 s), they show that knowledge of the size distribution of the particles is unnecessary. The main parameter that has to be known is the evolution of the contact area between the particles and the saliva. These considerations considerably simplify the physical formulation of the model and reduce the number of variables that are often difficult to experimentally determine. The main difficulty in predicting the contact area is due to the fact that it depends a priori on the subject's masticatory behaviour and on the fracture mechanics and reagglomeration of food, which depends on food structure and composition .

The objective of the present study was to develop a model of salt release during the consumption of gel food products and to determine the influence of the product and physiological parameters on the evolution of the product/saliva contact area on the

basis of experimental *in vivo* salt release kinetics.

Firstly, four model dairy products with different compositions were chosen because they had already been extensively characterised in terms of rheology and texture (Panouillé et al., 2010), as well as in terms of bolus formation (Drago et al., 2010) and breakdown properties (de Loubens et al., 2011). In this study, their sensory dynamic characteristics were determined. An experimental method was used to measure salt release kinetics during eating. The panellists were characterised on a physiological basis. A simple model of salt release was then developed based on the main assumption that generation of the contact area between the product and the saliva governs salt release. This assumption has already been validated by de Loubens et al. (2011). On the basis of the experimental data and the model, the specific contributions of the product and of the panellist to this parameter were studied and related to experimentally measurable parameters. Finally, the role of release dynamics on sensory time-intensity profiles was discussed.

3.3.2 Materials & Methods

3.3.2.1 Sample preparation

Model dairy products were prepared as described by Saint-Eve et al. (2009): ultra-filtrated skim milk retentate powder PL60 (Triballat, Noyal-sur-Vilaine, France), anhydrous milk fat (Corman, Goé, Belgium) and sodium chloride (Prolabo, France) were mixed and gelled by addition of rennet. Four model cheeses were studied in the present work, varying only in their fat content (0 or 40%, dry basis) and their retentate powder concentration (150 or 250 g/kg). The other composition parameters remained constant: salt content (1% w/w) and pH-value (6.2). Throughout the paper, products will be referred to according to the following code: PL 60 concentration (150 or 250 g/kg) / fat content (0 or 40%). Table 3.2 summarizes the different compositions and notations for the four products.

These products had already been extensively characterised in terms of mechanical properties by Panouillé et al. (2010). Figure 3.10 shows a typical stress-strain curve obtained during product compression (experiments carried out in Panouillé et al., 2010). For all the products, this curve presents a maximum that corresponds to the fracture

Table 3.2: Composition and codes of model dairy products.

	250/40	250/0	150/40	150/0
Milk retentate powder [g/kg]	250	250	150	150
Anhydrous milk fat [g/100g DM]	40	0	40	0
Water [g/kg]	573	740	740	850

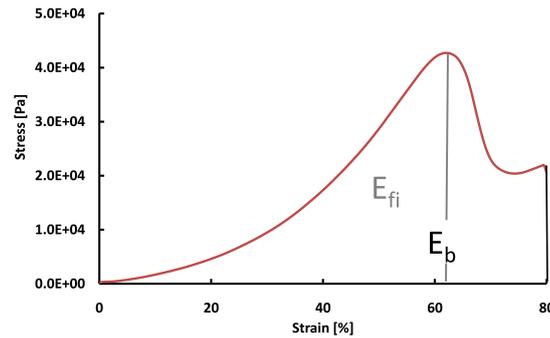


Figure 3.10: Typical stress-strain curve during product compression. The maximum of the curve represents fracture initiation. Breakdown energy E_b is defined as being the energy necessary to break up the product at 80% of strain (i.e total area under the curve). Fracture initiation energy E_{fi} is defined as being the energy necessary to initiate the fracture in the product. These data were calculated from the experiments carried out by Panouillé et al. (2010).

initiation. In this study, we defined two parameters: (i) breakdown energy E_b (in kJ/m^3) defined as the energy necessary to break up the product at 80% of strain and (ii) fracture initiation energy E_{fi} (in kJ/m^3) defined as being the energy necessary to initiate the fracture in the product.

3.3.2.2 Sensory analysis

Sixteen volunteer panellists were recruited and trained for the evaluation of salty perception and for time-intensity (TI) methodology. The four training sessions were focused on salty perception in water and in model cheeses (identification, ranking, intensity evaluation and temporal perception), and on software training (using Fizz software). During the product evaluation, the four products were tested in a session and two replicates for the session were performed. The samples were presented monadically. The presentation orders of the products were defined using an orthogonal Latin square. The samples were coded with three-digit random numbers and 5 g of sample was served at 15°C. Panelists were asked to rinse their mouth with water and to eat a piece of apple between each sample. The tests were run under white light conditions. For each evaluation, the panellists clicked on the left extremity of a horizontal unstructured scale (corresponding to no sensation) when they put the product into their mouth. Panellists were then asked to move the cursor along the scale as the sensation evolved until the end of the perception.

For each sample, average TI curves were drawn by averaging the data at each point of time across the 16 subjects and the two replicates. No specific averaging method was used.

3.3.2.3 Physiological measurements

Masticatory performance

The masticatory performance M_sP of each subject was measured. Each subject was instructed to chew standardised cylinders (weight: 3 g; height: 1.8 cm; diameter: 1.4 cm) of Optosil silicone dental (Perrigot et Cie, Dijon, France) during 20 masticatory cycles. They were then asked to spit the sample onto a filter paper. The pieces of the chewed sample were spread on paper and dried in an oven for 1 h at 75°C. The particles were then separated using a sieve with a 4-mm mesh. The masticatory performance of each subject over 20 s was defined as the amount of sample that passed through the sieve over the amount of chewed sample. This procedure was repeated three times.

Stimulated saliva flow rate

Stimulated saliva flow rates Q_s were measured for each panelist. Panelists chewed 0.5 g of parafilm (American National Can, Menasha, WI, USA) without swallowing and spit out their saliva at 30 and 60 s. The saliva flow rate is obtained by dividing the mass of saliva collected by the time of the experiment.

3.3.2.4 Experimental measurement of salt release kinetics during eating

Saliva sampling

Eight panellists were recruited for this study. Before the product was consumed, the saliva was stimulated with parafilm. Saliva sampling during the consumption of 5 g of product consisted in the application of a Whatman filter paper for 1-2 seconds on the tongue surface. A first sampling was done at time $t = 0$ before product introduction into the mouth. A second sampling took place just after the time of the first swallowing event t_s and the four others at t_s+10 s, 40, 60 and 80 s (from t_2 to t_5). Before each sampling, panelists were instructed to swallow and to clear their tongue with their teeth. Each piece of filter paper was weighed before and after sampling in order to determine the quantity of saliva sampled. Four replicates per product and per panelist were performed.

Measurement of salt concentration in saliva

Salt concentration in saliva was measured with a conductivity probe (Heito, France) that was calibrated at 20°C with aqueous NaCl solutions prepared with deionised water. In the present work, the concentrations are given in equivalent g/L of NaCl .

In addition to NaCl, model cheeses contained other solutes such as potassium, calcium, phosphates, citrates and lactates (Floury et al., 2009). Moreover, saliva contains

naturally different solutes (Neyraud et al., 2003) whose concentrations differ depending on whether the saliva is stimulated or not. This is the reason why saliva was stimulated with parafilm before product consumption and its conductivity was measured just before eating to take this value into account. In the present paper, we defined “salt” as all the species that contribute to the conductivity signal.

The piece of filter paper used for saliva sampling was placed and shaken in 15 mL of deionised water during 15 min at 20°C. The conductivity of the solution was measured. Given the dilution rate, the conductivity of the saliva sample was determined. The filter paper contribution to the conductivity signal was measured beforehand and subtracted from the global signal.

3.3.2.5 Mathematical model

Mass transfer theory

During mastication, the product is fractionated into little pieces and its contact area with saliva increases. To model flavour release from a chewed bolus, Harrison et al. (1998) and Wright and Hills (2003b; 2003) calculated the particle size distribution generated by mastication. Modeling the particle size distribution is of minor interest except to calculate the contact area. In fact considering that the mastication time (~10 s in the experiments) is relatively short compared to the characteristic time of release, the size distribution is expected to have a low impact on the kinetics. For example, considering that salt release is due to a Fickian diffusion ($D \sim 10^{-9} - 10^{-10} m^2/s$, Cussler, 1997; Panouillé et al., 2010), the product thickness where the concentration significantly decreases is given by $\sqrt{4Dt}$ (Cussler, 1997) and, consequently, is approximately 0.06-0.2 mm. Considering a melting surface phenomenon, the thickness is given by tv where v is the velocity of the surface layer melting ($v \sim 3.10^{-5} m/s$, Wright et Hills, 2003) that is approximately 0.3 mm. This thickness range is relatively small compared to the median particle size measured just before swallowing, which is approximately 2.8 mm for carrots and 1 mm for peanuts (Mishellany et al., 2006; Woda et al., 2010b). Therefore, the salt concentration in the bulk product has not yet the time to significantly decrease and remains homogeneous. Hence, the time of mastication is sufficiently short to not take the particle size distribution into account. Knowledge of the saliva/product contact area is sufficient to satisfactorily represent the mass transfer phenomena and to consider that the concentration in solutes inside the product is homogeneous. These considerations considerably simplify the mastication model formulation and reduce the number of variables required for the model that are often difficult to determine experimentally. Finally, as shown Figure 3.11, we can assume that the release of solutes can be described by a mass transfer coefficient k_p (m/s) and that salt concentration in the bulk product C_p can be considered uniform during the short residence time of the product in the mouth. For short times (<40s), this type of model has already been

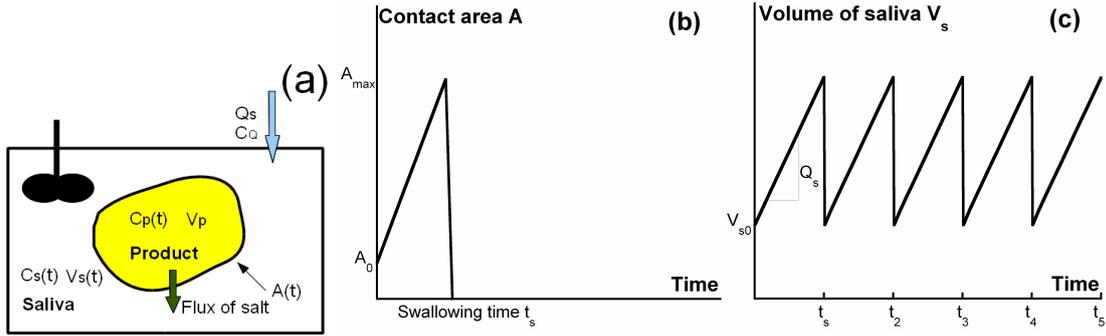


Figure 3.11: Model assumptions: (a) principles and notations of the in-mouth salt release model during eating; (b) hypothesis of the change of the contact area between the product and the saliva during eating; (c) hypothesis of evolution of saliva volume in mouth during eating.

successfully validated on salt release kinetics from the same dairy gels reduced into small particles by standardised compression (de Loubens et al., 2011).

Evolution of the contact area and of the volume of saliva

Bolus volume increases with the saliva flow rate. At each swallowing event, part of the product and of the saliva transit to the pharynx. Hence, product and saliva volumes and contact area instantly decrease. Between two swallows, saliva volume increases linearly with the saliva flow rate. The variations of contact area $A(t)$ and of saliva volume $V_s(t)$ are shown on Figure 3.11-b and c. The initial area A_0 is given by the initial geometry of the sample. We consider that before the first swallowing event, the evolution of the contact area between product and saliva is linear. Firstly, the products being fragmented during the course of the mastication, its contact area with saliva increases. Secondly, assuming a linear increase is the simplest assumption that does not overparameterize the model according to the experimental data. This assumption could be refined and improved if more detailed experimental data were available, namely during the first seconds of the mastication period. Moreover, it is assumed that the contact area at the swallowing time A_{max} depends on the product and on the panellist. Formally, this can be written as the product of two functions:

$$A_{max} = F(\text{product}) \times G(\text{panellist}) \quad (3.16)$$

where F and G are two functions that depend on the product and on the panelist respectively.

We observed experimentally that very few product remained in mouth after the first swallowing event t_s . Thus, the contact area and the product volume in the mouth are considered to be null.

Mathematical model formulation

The evolution of salt concentration in saliva C_s over time t is given by a mass balance between product and saliva and takes the dilution by the saliva flow rate Q_s into account (Figure 3.11-a). The salt concentration in the inlet saliva is referred to as C_Q :

$$V_s(t) \frac{dC_s}{dt} = k_p A(t) (K \cdot C_p(t) - C_s(t)) + Q_s (C_Q(t) - C_s(t)) \quad (3.17)$$

where $K = C_s^{eq}/C_p^{eq}$ is the saliva/product partition coefficient and k_p the mass transfer coefficient (m/s). The remaining salt concentration in the product is:

$$V_p \frac{dC_p}{dt} = -k_p A(t) (K \cdot C_p(t) - C_s(t)) \quad (3.18)$$

where V_p is the volume of product (m^3). As previously explained, the contact area is given by (Figure 3.11):

$$A(t) = \begin{cases} A_0 + (A_{max} - A_0) \frac{t}{t_s} & \text{if } t < t_s \\ 0 & \text{else} \end{cases} \quad (3.19)$$

where A_{max} is defined by (3.16).

Considering that saliva volume V_s decreases to its initial value at each swallowing (Figure 3.11), we have:

$$V_s(t) = \begin{cases} V_{s0} + Q_s t & \text{if } t < t_s \\ V_{s0} + Q_s (t - t_s) & \text{if } t_s < t < t_2 \\ \dots & \dots \end{cases} \quad (3.20)$$

where t_i ($i \in \overline{2..5}$) are the times of the different swallowing events (Figure 3.11).

The initial conditions are:

$$C_s(t = 0) = C_Q \quad (3.21)$$

$$C_p(t = 0) = C_{p0} \quad (3.22)$$

Inverse method for determining unknown model parameters This equation system was solved with Matlab 7 (The Mathworks, Natick, MA, USA). Model parameters are summed up in Table 3.3. The value of K , k_p and C_{p0} were fixed and were those obtained by de Loubens et al. (2011) for the same products. Partition coefficients K were comprised between 0.7 and 1, mass transfer coefficients k_p ranged between 2 and $3 \cdot 10^{-6}$ m/s and initial salt concentration in the products C_{p0} were between 13 g/L and 17 g/L. Saliva flow rate Q_s was measured experimentally for each panellist. For each data set, salt concentration in inlet saliva C_Q was given by the concentration at the first point of the kinetics ($t = 0$), which is the salt concentration in stimulated saliva. Three model parameters were unknown beforehand: the two functions F and G and the initial saliva volume V_{s0} which was assumed to be dependent on the panellist alone.

In a first step, fitting the model on all experimental data from the swallowing events (from $t = t_s$ to $t = t_5$) made it possible to determine the initial volume of saliva V_{s0} for each panellist. In fact, the concentration measured at the first swallow ($t = t_s$) is considered as an initial condition, the equation system is reduced to (3.17) and (3.18) where $A = 0$ and is therefore independent of F and G .

In a second step, given V_{s0} , functions $F(\text{product})$ and $G(\text{panellist})$ were determined by fitting the model on the two first experimental points (from $t = 0$ to $t = t_s$) for all data. Since F and G are defined up to a common multiplicative factor, it is necessary to fix the value of one of these functions for a panellist or a product. We initially set $F(250/40) = 1$.

3.3.3 Results & Discussion

3.3.3.1 Product influence on salty perception

The differences in perception of the studied dairy gels were previously highlighted by a profile method (Panouillé et al., 2010) and a temporal dominance of sensations method (de Loubens et al., 2011), which revealed, in particular, a strong effect of fat content and a weaker effect of dry matter content on salty perception, and a high product effect on the dynamics of dominance of salty and texture perception. Subsequent to this result, it seems important to study the dynamics of salty perception in order to identify and quantify the salt release mechanisms at the origin of perception using an experimental and modeling approach.

Figure 3.12 represents the time intensity profile averaged for each product and all panellists. A one-way ANOVA with product as factor, was performed in order to analyse which time-intensity parameters showed significant differences. The area under the curve (AUC) and the maximum intensity (Imax) were statistically influenced by

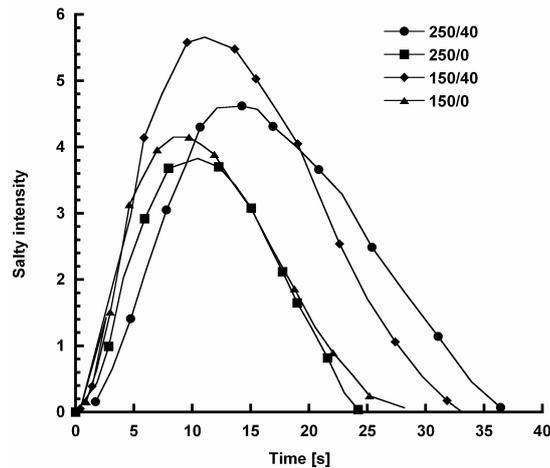


Figure 3.12: Mean of the time-intensity profiles for the four dairy gels.

the structure and composition of the products ($p < 0.0001$). The maximum perceived intensity of the salty taste is significantly increased by fat addition for products with low dry matter. Moreover, when fat was present in the product, the maximum perceived intensity occurred later, contrary to low-fat products.

3.3.3.2 Physiological parameters

The values of the physiological parameters used in the model are given Table 3.3. The experimental stimulated salivary flow rates Q_s were between 0.6 and 3.6 mL/min. The saliva volume V_{s0} obtained by fitting the model to the experimental data was between 0.3 and 2.5 mL. The salt concentration in stimulated saliva C_Q was approximately 1.3 g/L eq. NaCl. These data were in agreement with those in the literature (Neyraud et al., 2003; Pionnier et al., 2004a; Dawes, 2008; Müller et al., 2010).

Table 3.3: Model parameters: mean values and standard deviation (SD)

Model parameters	Unit	Symbol	Mean±SD	References
Saliva flow rate	[mL/min]	Q_s	2.2±0.9	1.7±0.6 Neyraud et al. (2003) 1.2±0.8 Pionnier et al. (2004a) 1.5±0.5 Dawes (2008)
Volume of saliva	[mL]	V_{s0}	1.1±0.6	0.7±0.3 Müller et al. (2010)
Salt concentration in stimulated saliva	[g/L eq. NaCl]	C_Q	1.3±0.6	2.5±1.2 Neyraud et al. (2003)
Salt partition coefficient product / saliva	[-]	K	0.85±0.15	0.75±0.15 Lauerjat et al. (2009b)
Mass transfer coefficient	[$\times 10^{-6}$ m/s]	k_p	2.2±0.3	

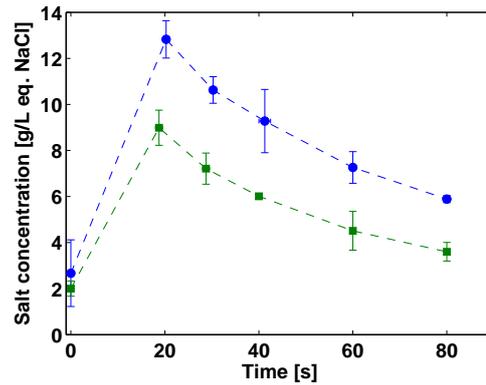


Figure 3.13: Examples of experimental release kinetics of salt in saliva for a panelist and two products: 250/40 (-●-), 250/0 (-■-).

3.3.3.3 Product and subject influences on salt release kinetics

Figure 3.13 shows typical evolutions of salt concentration in the mouth during the consumption of model dairy products for one panelist. For each piece of data, the associated error bars show the minimum and maximum of the four replicates and are relatively low. Regardless of the product or the panelist, the kinetics had similar profiles. Between the time at which the product was put in the mouth and the first swallowing event, salt concentration increased due to the salt release from product to saliva. After the first swallowing event, the concentration decreased because the saliva remaining in the mouth was diluted by the saliva flow rate from the salivary glands, moreover the product was swallowed. The maximal concentrations of salt measured at the first swallowing event ranged from 8 to 13 g/L. This value can be compared to the initial salt concentration in the products that are between 15 and 17 g/L. Thus, at the first swallowing event, the solute distribution between the product and the saliva was relatively close to the equilibrium, implying that the maximal salt concentration could be reached at the first swallowing event.

Product and subject effects on salt release kinetics were tested statistically. Tests were performed on the following descriptors extracted from the release kinetics: (i) first swallowing time t_s , (ii) concentration at the first swallow $C_s(t_s)$ normalised by the initial concentration of solutes in the product C_{p0} and the partition coefficient K (i.e., $C_s(t_s)/KC_{p0}$) and (iii) characteristic time of the decreasing part of the kinetics τ (determined by fitting an exponential law on this part of the kinetics).

The first swallowing time ranged from 8 to 22 s. This parameter was influenced by product and subject, and a product-subject interaction was observed ($p < 10^{-4}$). The swallowing time was correlated with the breakdown energy E_b that describes mechanical properties of the product under large deformation ($R^2 = 0.95$, Figure 3.14).

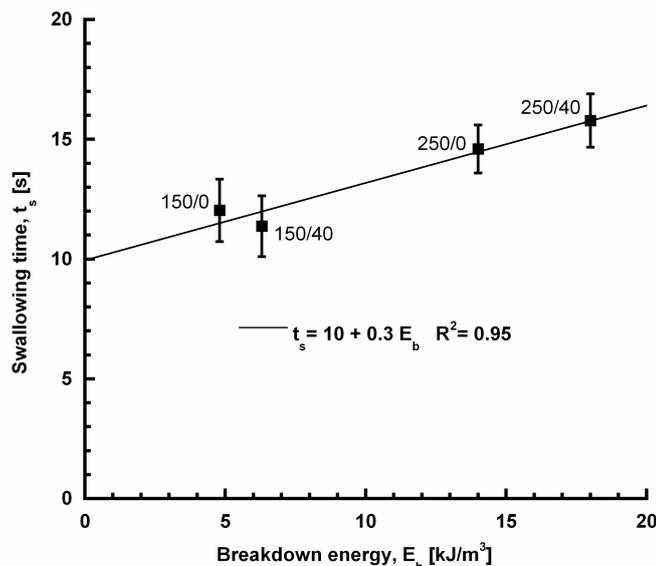


Figure 3.14: Mean swallowing time t_s as a function of the breakdown energy E_b for each product. Breakdown energy E_b is defined as the energy necessary to break up the product at 80% of strain during a compression test (data calculated from the experiments carried out in Panouillé et al., 2010). Error bars represent confidence intervals.

The normalised concentration at the first swallowing time was influenced by product and subject, and a product-subject interaction was observed ($p < 10^{-4}$). The product 250/40 was significantly different from 150/40 (Table 3.4).

The characteristic time of the decreasing part of the kinetics τ provided information about the “salt persistence.” The longer the τ is, the longer the solutes remain in the mouth and the more persistent the product is. As in the case of the other parameters, τ was influenced by the subject, the product and the product-subject interaction. Subject influence could be mainly explained by the saliva volume and the salivary flow rate. Products were statistically classified into two groups (Table 3.4). The first group was composed of 250/40 only and the second one of 250/0, 150/0 and 150/40. Two hypotheses can be formulated to explain this phenomenon: either the saliva flow rate

Table 3.4: Normalised concentration $C_s(t_s)/KC_{m0}$ at the first swallowing and mean characteristic time τ of the decreasing part of release kinetics for the different products with confidence intervals. The products are statistically classified in two groups referred to as a and b (SNK Test).

	Normalized concentration $C_s(t_s)/KC_{m0}$ [-]	Characteristic time of the decay τ [s]
250/40	0.77±0.04 (a)	56±14 (a)
250/0	0.71±0.04 (a,b)	45±11 (b)
150/40	0.63±0.03 (b)	43±8 (b)
150/0	0.70±0.05 (a,b)	45±12 (b)

depended on the product or some little pieces of the product adhered to the tongue surface and acted as a reservoir for solute release. Further study is required to improve our understanding of these phenomena.

In conclusion, product and subject influenced release kinetics and a product-subject interaction was observed. In the model, product influence was represented by the salt physico-chemical properties in the product (mass transfer coefficient k_p and partition coefficient K) and subject influence was represented by its physiological parameters (the initial saliva volume and the salivary flow rate). The product / subject interaction was introduced by considering that the maximal contact surface during the mastication A_{max} was a function of both the product and the panellist. We assumed that the initial volume of saliva V_{s0} and the salivary flow rate Q_s were product- and time- independent.

3.3.3.4 Modeling salt release during food consumption

Model sensitivity analysis

In this section, the effects of some of the parameters on model predictions are analysed. The values used for the sensitivity analysis were chosen according to the physiological values measured in this study and the physico-chemical parameters measured by [de Loubens et al. \(2011\)](#). As shown on Figure 3.15-a, the product/saliva contact area A_{max} mainly has an influence on release kinetics before the first swallowing event. The greater the contact area is, the faster the solute release is. When the area is sufficiently large, the salt equilibrium between the saliva and the product is reached before the first swallowing event.

The initial volume of saliva V_{s0} has an influence on the salt concentration at the first swallowing event and on the decay of salt concentration after this event (Figure 3.15-b). A small saliva volume induces a high salt concentration in saliva, but the decay of the concentration after the first swallowing event is faster. Since the characteristic time of the decay is given by the ratio V_{s0}/Q_s , a large saliva volume and a weak saliva flow rate increases the “salt persistence” of the product.

A high saliva flow rate Q_s reduces the salt concentration at the first swallowing event and accelerates the decay by diluting salt in saliva (Figure 3.15-c).

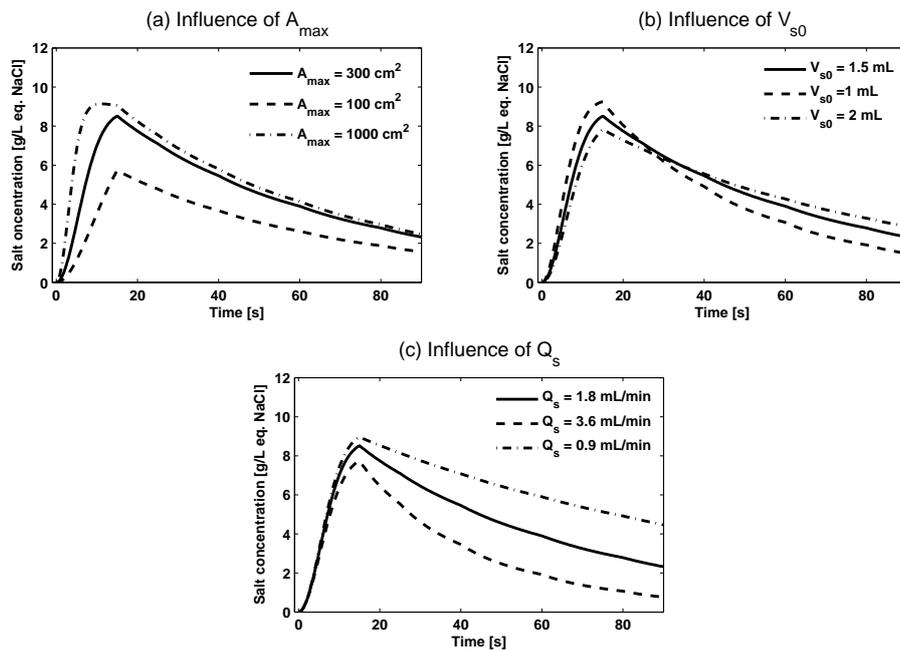


Figure 3.15: Parameter influence on model predictions: influence of the maximal contact area A_{max} (a); influence of the initial volume of saliva in the mouth V_{s0} (b); influence of the saliva flow rate Q_s (c). The swallowing events take place at 15, 25, 40, 60 and 80 s. Unless otherwise specified, parameter values are: $A_{max} = 100 \text{ cm}^2$, $V_{s0} = 1 \text{ mL}$, $Q_s = 1.8 \text{ mL/min}$, $K = 0.8$, $k_p = 2.10^{-6} \text{ m/s}$, $V_p = 5 \text{ mL}$.

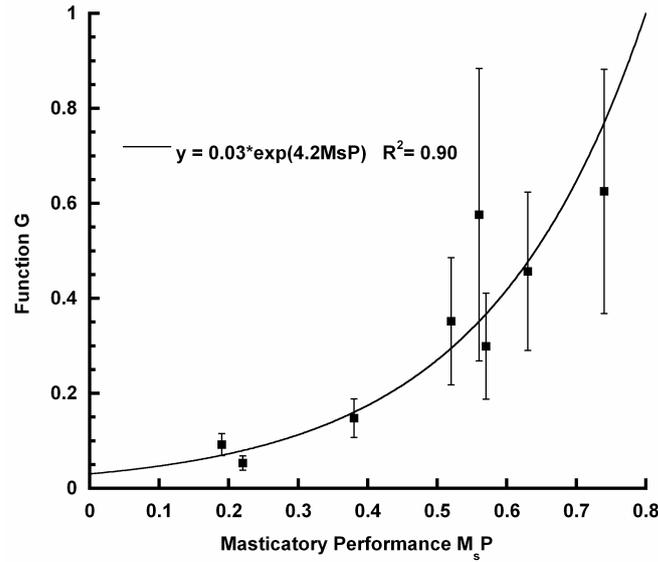


Figure 3.16: G as a function of the masticatory performance. Each point represents a panelist. Error bars represent confidence intervals.

Relationship between the maximal contact area A_{max} , the product and the subject

In §3.3.2.5, the maximal product / saliva contact area A_{max} was assumed to be the product of two functions F and G that depend only on the product and the panellist respectively: $A_{max} = F(\text{product}) \times G(\text{panellist})$. This equation allowed us to determine the respective contribution of the product and of the panellist to the dynamics of contact area generation.

After fitting the model to the salt release kinetics as explained in §3.3.2.5, a good regression between the function G and the masticatory performance $M_s P$ was found ($R^2 = 0.90$, Figure 3.16):

$$G = \alpha \exp(\beta \times M_s P) \quad (3.23)$$

where α and β are two constants.

Finally, A_{max} is reduced to a function of F ($F \leftarrow \alpha F$) and $M_s P$:

$$A_{max} = F(\text{product}) \exp(\beta \times M_s P) \quad (3.24)$$

Considering that A_{max} is given by 3.24, the values of F , β and V_{s0} previously obtained were used as an initial attempt to fit the model to the complete kinetics (from $t = 0$ to $t = t_5$, Figure 3.11) in order to refine the values of F , β and V_{s0} . The

determination coefficient R^2 was 0.91. We determined that $\beta = 3.9 \pm 0.2$ and V_{s0} was between 0.3 and 2.5 mL.

On Figure 3.17, we can observe that the values of F between each product were closed compared to the inter-individual variability (Function G). We compared the value of F with the area generated by a standardised compression under *in vitro* conditions A_c , which was determined by de Loubens et al. (2011) (Figure 3.17). This parameter (A_c) is a representation of the breakdown product properties translated in terms of contact area of the product with the surrounding aqueous phase. The product 250/40 had a value of F that was slightly higher than the others products. This difference was more evident after the *in vitro* compression. In fact, panellists adapt their mastication behaviour according to the product structure (Figure 3.14): the firmer the product is, the longer the subject chews it before swallowing and the greater the quantity of salt released is. Similar results have already been observed (Boland et al., 2006; Gierczynski et al., 2007; van Ruth et Buhr, 2004; Lauverjat et al., 2009b). Depending on their texture perception, subjects adapted their chewing time to reach the same bolus state. The analysis of the ready-to-swallow bolus by image analysis revealed similar results Mishellany et al. (2006): mean particle width and particle size distribution do not depend on the specific food (ex: carrot and radish) but, instead, on the food type (ex: dried nuts and raw vegetables).

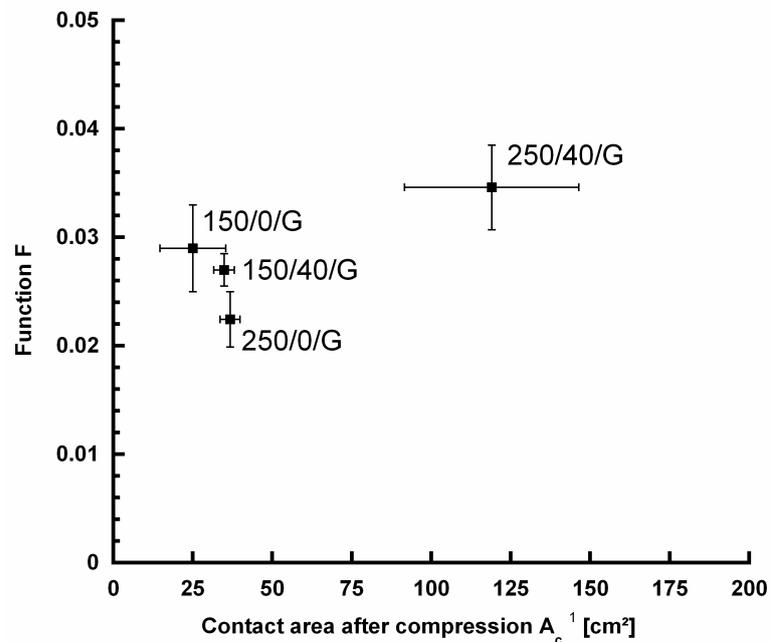


Figure 3.17: F as a function of the contact area obtained after a standardised compression A_c (¹ data from de Loubens et al., 2011). Error bars represent confidence intervals.

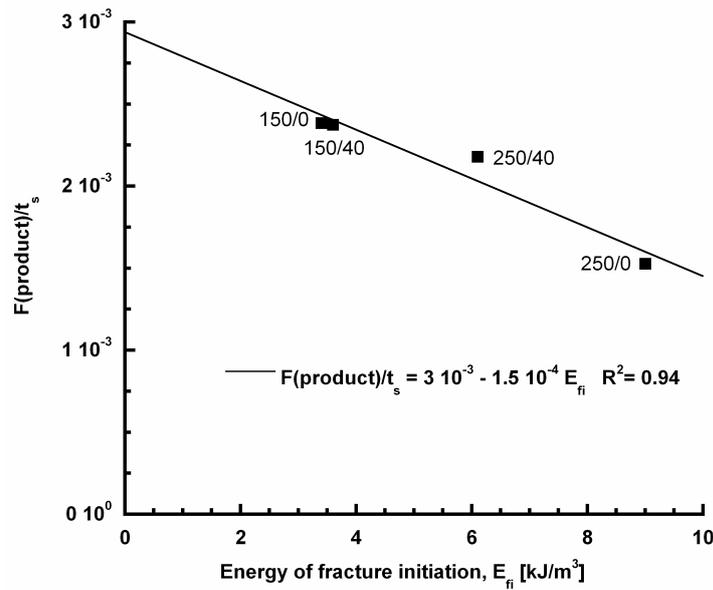


Figure 3.18: $F(\text{product})/t_s$ as a function of the fracture initiation energy E_{fi} . $F(\text{product})/t_s$ represents the dynamics of evolution of the contact area between the product and the saliva independently of the panelist effect. Fracture initiation energy E_{fi} is defined as being the energy necessary to initiate the fracture in the product during a compression test (data calculated from the experiments carried out by Panouillé et al., 2010)

However, as shown Figure 3.18, the dynamics of contact area evolution -represented by the ratio $F(\text{product})/t_s$ - is very different between the products. $F(\text{product})/t_s$ is very well correlated with the fracture initiation energy E_{fi} ($R^2 = 0.94$). $F(\text{product})/t_s$ represents the dynamics of evolution of the contact area between the product and the saliva independently of the panelist effect.

Finally, A_{max} is clearly related to the subject's masticatory performance and is slightly dependent on the breakdown properties of the product.

Final model adjustment

Figure 3.19 shows the salt release kinetics fitted on the experimental data (from A_{max} defined with 3.24) for two panelists (subjects 4 and 7) and two products varying in fat content (250/40 and 250/0). The comparison of these two panelists is interesting since they had different physiological parameters and different behaviours. In fact their masticatory performance M_sP was very different: 0.52 (subject 4) and 0.19 (subject 7). For panelist 4, the maximal contact area A_{max} generated with product 250/40 was sufficiently large (281 cm²) so as not to limit salt release (Figure 3.19-a): the concentrations of salt between the product and the saliva were very close to the equilibrium at the first swallowing event. In contrast, panelist 7's masticatory behaviour did not make it possible to generate a sufficiently large area, regardless of the product

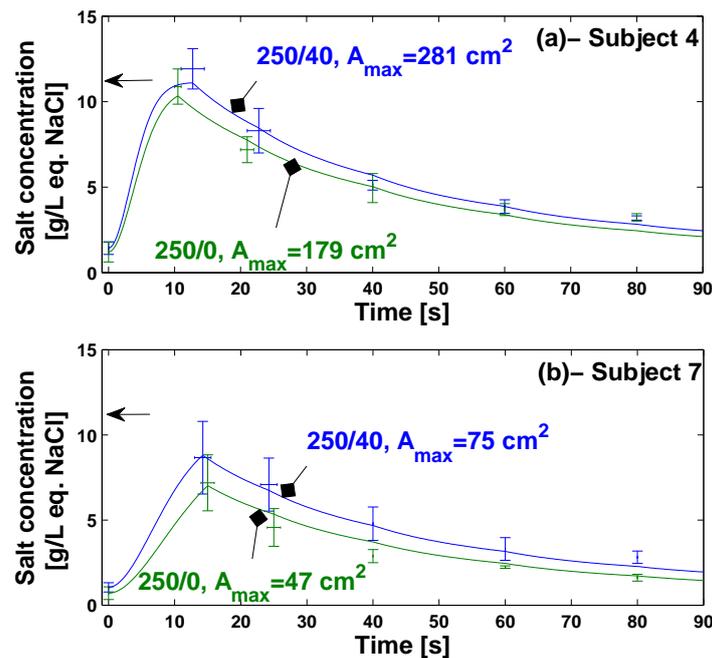


Figure 3.19: Experimental data and model of solutes release for two panelists with different masticatory performances ($MsP = 0.52$ (a), $MsP = 0.17$ (b)) and two products (250/40 and 250/0). Arrows indicate the equilibrium salt concentration in saliva at the first swallowing event.

($A_{max} < 75$ cm², Figure 3.19-b): the saliva/product equilibrium was never reached at the first swallowing event. The panellist's masticatory performance therefore limited the generation of contact area and salt release. Compared to the inter-individual variability, the differences between the products were relatively low. However, a greater maximal contact area was generated with the fat product (250/40) than with the non-fat product. These differences can be explained by a longer mastication time for fat products that are related to the product stiffness (Figure 3.14) and by the different breakdown properties between the two products (Figure 3.17).

Finally, considering that salt release can be described by a mass transfer coefficient and that salt concentration in the bulk product remains homogeneous during the small residence time of the product in the mouth, this simplifies the formulation of the mathematical problem and reduces the number of parameters to be known. These hypotheses have already been successfully validated on *in vitro* data by de Loubens et al. (2011). In fact, only the product volume and the saliva/product contact area need to be known. The evolution of the contact area was assumed to be linear. It could be refined and improved if more detailed experimental data were available, namely during the first seconds of the mastication period. New experimental methodologies must be developed to acquire such data without disturbing the natural mastication behaviour of the panellists.

Salty perception and salt release kinetics

No direct relationships were observed between the salt release kinetics and the salty intensity of the time-intensity profiles on the basis of data from the present study. For example, the correlation coefficient between the area under the curves of the time-intensity profile and the concentration reached at the first swallowing event is 0.2. [Morris et al. \(2009\)](#) suggested that the overall amount of delivered salt affects sensory perception. In the present study, the quantity of salt delivered during mastication was calculated using the mechanistic model. The relationships between this parameter and the area under the curves of time-intensity profiles and the maximal intensity are not satisfactory ($R^2 < 0.1$).

However, specific studies on sensory receptors assume that receptor response depends on the type of stimulation: the rate of taste molecules transported to the taste receptors can influence the receptor response ([Meiselman et al., 1972](#); [Halpern et al., 1986](#); [Alberts et al., 1994](#)). [Busch et al. \(2009\)](#) investigated this hypothesis for salt perception on humans. On the basis of salt pulse experiments, they concluded that the frequency, timing and concentration differences of salt stimuli can affect saltiness. For aroma compounds, [Baek et al. \(1999\)](#) showed no correlation between the amount of volatile release and the sensory analysis, but found a good correlation between the rates of volatile release and the sensory data. In order to investigate the hypothesis that perception is related to the salt release rate, we simulated the salt release rate with the model developed and the parameters determined in the present study and calculated the maximal slope of the evolution of salt concentration in saliva (i.e., $\max(dC_s/dt)$). A better correlation between the maximal salty intensity and the maximal slope of the evolution of salt concentration ($R^2 = 0.6$) was observed. This result suggests that salt perception can be partly explained by the rate of salt release. However, this relationship between release and perception needs to be investigated further. Controlled salt delivery experiments should allow us to determine the links or the “transfer function” between release and perception.

To conclude, the model developed in the present study made it possible to better understand the mechanisms of salt release and perception during food consumption with physiological parameters (salivary flow rate and masticatory efficiency) and the rheological and breakdown parameters of food. This type of model could be a good tool to formulate products that satisfy both nutritional and organoleptic criteria.

Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge the French National Research Agency (ANR) project « SensInMouth » for its financial support. We would also like to thank F. Chardin and D. Forest for their technical contributions.

3.4 Conclusion & Perspectives

Il a été montré dans ce chapitre que la libération des solutés durant la mastication d'un produit « solide » peut être modélisée avec des lois relativement simples de transfert de matière. **Il est possible de s'affranchir d'une connaissance détaillée de la déstructuration du produit. Nous avons montré que celle-ci peut être appréhendée simplement par la détermination d'une surface de contact entre le produit et la salive. Cette surface gouverne le flux de libération des stimuli.**

Lors de l'étude *in vivo*, des mesures de libération du sel durant la consommation ont été réalisées. Une attention particulière a été prise afin de ne pas perturber le sujet et de prélever la salive au niveau des récepteurs situés sur la langue. Un maximum de paramètres du modèle a été mesuré expérimentalement. Cela nous a permis d'identifier les paramètres clefs liés à l'individu et au produit gouvernant l'évolution de la surface de contact et la libération.

Nous avons montré que la surface de contact peut se décomposer comme le produit de deux fonctions : la première est reliée au sujet et la seconde au produit.

La fonction liée au sujet dépend de l'efficacité masticatoire qui est un paramètre simple et global représentant le comportement masticatoire du sujet. Les différences inter-individuelles sur ce paramètre sont fortes et expliquent les différences de libération entre les sujets. Son rôle sur la génération de surface est exponentiel. Par exemple, une personne ayant une efficacité masticatoire de 0,7 générera une surface 7,5 fois plus grande qu'une personne ayant une efficacité masticatoire de 0,2.

La part liée au produit dépend de ses propriétés de déstructuration qui peuvent être déterminées par un test *in vitro*. Pour les gels laitiers étudiés ici, une modification de la structure du produit permet de multiplier par 1,5 la surface de contact maximale. Cependant, le rôle du produit sur la surface maximale générée *in vivo* est moins marqué que sur celle obtenue *in vitro* dans des conditions de déstructuration standardisées. En effet, l'individu adapte son comportement afin d'obtenir, pour une classe de produit donnée, un bol avec des propriétés similaires quelque soit le produit. Cette modulation se répercute en partie sur le temps de mastication qui dépend des propriétés rhéologiques du produit. De telles observations avaient déjà été rapportées dans la littérature (Boland et al., 2006; Gierczynski et al., 2007; Van Ruth et Buhr, 2004; Lauverjat et al., 2009b).

L'ensemble de ces phénomènes induit des cinétiques de libération qui dépendent du produit et du panéliste.

Certaines hypothèses du modèle sont assez fortes, comme l'évolution linéaire de la surface de contact au cours de la mastication. Pour affiner cette hypothèse, **des méthodes expérimentales de suivi de la libération *in situ* devraient être développées**, tout en sachant qu'elles ne doivent pas perturber le comportement naturel du sujet et que les points de mesures doivent être situés à des endroits pertinents.

Afin de développer des modèles déterministes de la déstructuration du produit au cours de la mastication et donc de prédire la génération de surface au cours du temps, **il est nécessaire de comprendre quels sont les paramètres physiques du bol alimentaire qui déclenchent la déglutition**. Cette question cruciale a souvent été posée dans la littérature (Chen, 2008) et de nombreux paramètres ont été proposés comme la distribution de taille des particules selon un type d'aliment (Peyron et al., 1996; Mishellany et al., 2006), la force de « cohésion » du bol (Prinz et Lucas, 1995), des propriétés rhéologiques du bol (Drago et al., 2010) ou un taux d'hydratation du bol (Loret et al., 2009), mais il n'existe actuellement pas de théorie expliquant l'ensemble de ces observations qui concerne un large spectre de produits. Dans cette optique, des méthodes de caractérisation rhéologique des bols alimentaires pertinentes vis-à-vis du caractère hétérogène de l'échantillon ont été récemment développées par Patarin et al. (2010).

De plus, il est aussi nécessaire de comprendre comment le produit se déstructure au cours du temps. La modélisation des phénomènes de rupture des matériaux en lien avec leur microstructure est sans doute une approche prometteuse pour prédire la génération de surface. L'étude de la déstructuration et du déclenchement de la déglutition permettrait de prédire l'évolution de l'état du bol et la durée de la mastication.

L'objectif final de telles approches est de prédire la perception sensorielle selon des propriétés du produit et de l'individu. Nous avons montré un premier lien entre libération du sel et perception salée : **la vitesse de libération est corrélée à l'intensité salée maximale durant la consommation**. Des expériences de libération du sel maîtrisées -comme réalisées par Morris et al. (2009)- et bien choisies devraient permettre de construire la fonction de transfert reliant la libération du sel à sa perception. Cependant, la perception est un phénomène complexe faisant intervenir des interactions cognitives. Par exemple, Lawrence et al. (2009) ont montré que la perception de certains composés d'arôme est congruente avec la perception salée. La compréhension des interactions cognitives est donc aussi très importante afin de modéliser la perception.

La Figure 3.20 synthétise l'ensemble des paramètres clefs qui ont été déterminés au cours de ce chapitre et qui gouvernent la libération et la perception du sel. Les principales questions restant à résoudre concernent la compréhension de la dynamique de déstructuration du produit, la durée de mastication, ainsi que le lien entre perception et libération.

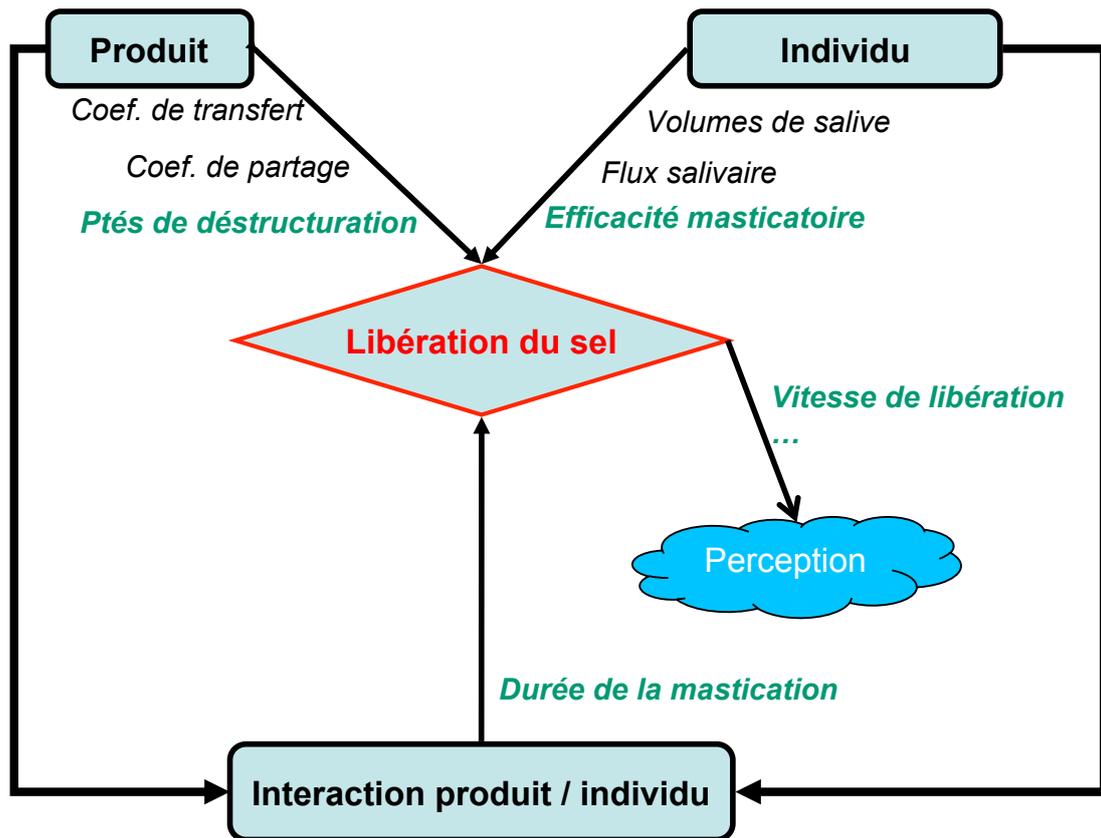


FIGURE 3.20 – Synthèse des paramètres gouvernant la libération et la perception du sel.

Enfin, les approches développées dans ce manuscrit pourraient être généralisées à d'autres stimuli tels que les composés d'arôme.

Après cette étude de la déstructuration du produit en bouche, l'étape de déglutition associée à la libération des stimuli volatils a été étudiée et fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 4

Biomécanique de la déglutition et libération des stimuli lors de la phase pharyngée

Nomenclature

A'_{pa}	Surface de contact produit-air (m ²)	U'	Vitesse de l'onde (m/s)
C'_a	Concentration d'arôme dans l'air (kg/m ³)	u'_1	Vitesse de la salive dans la direction x (m/s)
C_a^*	Concentration d'arôme à l'interface de l'air (kg/m ³)	u'_2	Vitesse du bol dans la direction x (m/s)
C'_p	Concentration d'arôme dans le produit (kg/m ³)	V'_1	Volume de salive (m ³)
C_p^*	Concentration d'arômes à l'interface du produit (kg/m ³)	V'_2	Volume de bol (m ³)
C_{max}	Concentration maximale relative d'arôme dans la cavité nasale	x'	Coordonné cartésien dans le sens du glissement
C_N	Concentration d'arôme dans la cavité nasale (u.a)	x'_m	Abscisse de la séparation du film (m)
D'	Force de traînée par unité de largeur (N/m)	z'	Coordonné cartésien dans le sens du film
D'_a	Coefficient de diffusion des composés d'arôme (m ² /s)	<i>Nombres sans dimension</i>	
E'	Élasticité des muqueuses (Pa)	Ca_m	Nombre capillaire modifié
e'_1	Épaisseur de salive (m)	E_s	Paramètre élastique
e'_2	Épaisseur de bol (m)	F	Paramètre de charge
e'	$e'_1 + e'_2$ (m)	Ne	Nombre d'élasticité
e'_m	Épaisseur de la muqueuse (m)	Re	Nombre de Reynolds
g'	Accélération de la pesanteur (m/s ²)	St	Nombre de Stokes
H'	Localisation de la surface (m)	α	Ratio de viscosité
H'_0	Demi-jeu (m)	<i>Symboles grecs</i>	
h'_2	Localisation de l'interface salive - bol alimentaire (m)	β	$h_2(x)/H(x)$
$\Delta H'$	Déflexion de la surface (m)	η	$z/H(x)$
I_{max}	Intensité maximale du signal PTR-MS dans la cavité nasale (u.a)	θ	arctan(x)
K_{a-p}	Coefficient de partage air-produit	μ'_1	Viscosité de la salive (Pa.s)
k'_p	Coefficient de transfert au sein du produit (m/s)	μ'_2	Viscosité du bol (Pa.s)
L'	Charge par unité de largeur (N/m)	ϕ'	Flux de solutés (kg/s)
m'	Masse (kg)	τ'	Temps caractéristique de décroissance (s)
p'	Pression (Pa)	σ'_2	Tension de surface du bol (N/m)
r'_m	Rayon de courbure du ménisque en sortie de contact (m)	ρ'	Masse volumique (kg/m ³)
q'_1	Débit de salive (m ³ /s)		
q'_2	Débit de bol (m ³ /s)		
r	Taux de dilution du bol par la salive (%)		
t'	Temps (s)		

Dans ce chapitre, les valeurs dimensionnées sont repérées par le symbole ?.

4.1 Introduction générale

Dans ce chapitre, nous avons étudié les phénomènes physiques qui régissent la libération des stimuli lors de la phase pharyngée. Les seuls stimuli concernés sont les composés d'arôme. Ils sont libérés de l'épaisseur résiduelle de bol alimentaire qui enduit les muqueuses du pharynx après la déglutition.

Hormis les visualisations de [Buettner et al. \(2001\)](#) qui attestent du rôle de ce film résiduel de produit sur la libération des composés d'arôme et la gorge artificielle développée par [Weel et al. \(2004\)](#), à notre connaissance, aucune étude spécifique n'a été réalisée sur la compréhension de la formation de ce film.

Pour étudier ces phénomènes, nous nous sommes focalisés sur des fluides présentant des comportements rhéologiques simples, c'est-à-dire des fluides newtoniens.

Dans une première approche, à cause d'un manque de données résultats cohérents dans la littérature, des données *in vivo* ont été acquises afin de déterminer l'influence de la viscosité sur la libération des composés d'arôme. Cette étude ne nous a pas permis de répondre exactement à la question posée, mais apporte des éléments de compréhension très importants.

Ensuite, une analyse de la biomécanique du péristaltisme pharyngé a été menée afin de poser les hypothèses fondamentales d'un modèle d'enduction des muqueuses du pharynx par le bol alimentaire. Sur cette base, un premier modèle a été développé et les prédictions ont été comparées à des données expérimentales obtenues avec un simulateur péristaltique réalisé à cette intention. Les applications numériques que nous avons pu réaliser avec ce modèle montrent qu'un phénomène important supplémentaire doit être pris en compte.

Ainsi un second modèle plus pertinent a été écrit sur la base de l'analyse précédente. Les prédictions obtenues avec ce modèle ont été comparées aux observations résultant de l'approche *in vivo*. Cette comparaison montre que le modèle permet d'expliquer l'origine physique des observations *in vivo*. Enfin, en conclusion de cette partie, nous avons analysé les différentes perspectives qui se dégagent de cette étude.

4.2 Mécanismes expliquant le rôle de la viscosité sur la libération *in vivo* des composés d'arôme

4.2.1 Introduction

Lors de la synthèse bibliographique (cf. § 1.5.2 page 48), nous avons vu que le rôle de la rhéologie sur la libération des composés d'arôme ne présentait pas de consensus entre les auteurs (Hollowood et al., 2002; Cook et al., 2003a; Weel et al., 2004; Saint-Eve et al., 2006). Nous pouvons expliquer ces désaccords, d'une part, par la nature très variée des propriétés rhéologiques des fluides étudiés (fluides à seuil d'écoulement ou rhéofluidifiants) et d'autre part, par le fait que l'influence de la rhéologie sur la libération n'a pas toujours été clairement découplée de l'influence de la physico-chimie. De plus, le type de traitement des cinétiques de libération peut cacher certains phénomènes (Mestres et al., 2005).

Au départ, l'objectif de cette section est de mesurer les cinétiques *in vivo* de libération des composés d'arôme pour des fluides newtoniens afin de déterminer l'influence de la viscosité du fluide sur la libération. Le choix du fluide s'est porté sur des solutions de sirops de glucose car elles présentent des comportements newtoniens, et de surcroît, elles sont comestibles. La modification de la concentration en sirop de glucose des solutions permet d'étudier une plage très étendue de viscosité, mais ceci induit aussi des changements de leurs propriétés physico-chimiques. Quatre solutions ont été étudiées *in vivo* notées G0, G40, G60 et G70, les nombres correspondant au taux de matière sèche dans les produits (cf. § 2.1.2 page 67).

Afin de découpler les effets dus au comportement visqueux du fluide des effets physico-chimiques (coefficients de transfert et de partage), les données ont été traitées à l'aide d'un modèle mécanistique.

Tout d'abord, nous présenterons le principe du modèle mécanistique et ensuite l'analyse qui a pu être faite des cinétiques de libération mesurées par PTR-MS.

L'acquisition et l'interprétation des résultats ont été réalisés en collaboration avec Marion Doyennette. Ils font l'objet d'un article soumis à Food Chemistry et intitulé « Mechanisms explaining the role of viscosity and post-deglutitive pharyngeal residue on *in vivo* aroma release : a combined experimental and modeling study », M. Doyennette, C. de Loubens, I. Déléris, I. Souchon et I. C. Tréléa. Les principaux résultats de cette étude sont rapportés ici.

4.2.2 Modèle de libération *in vivo* des composés d'arôme

4.2.2.1 Principes

Le modèle utilisé pour simuler la libération des composés d'arôme est basé sur celui de Tréléa et al. (2008) et du processus physiologique de la consommation décrit par Buettner et al. (2001). Nous avons considéré que les cavités orales (notée O), pharyngées (notée F) et nasales (notée N) sont des compartiments interconnectés contenant de l'air et/ou du produit (Figure 1.16 page 40). Par rapport au modèle développé par Tréléa et al. (2008), la consommation n'a été décomposée qu'en trois étapes au lieu de cinq : la résidence du produit en bouche (1), la contraction et relaxation des différentes cavités lors de la déglutition supposée instantanée (2) et la libération après déglutition (3). Le nouveau modèle a été comparé à celui de Tréléa et al. (2008) afin de s'assurer que ce processus de simplification ne modifiait pas les prédictions. Ainsi, le modèle simule l'évolution de la concentration en composés d'arôme dans la cavité nasale d'un sujet au cours de la consommation.

Quelque soit la cavité contenant du produit (bouche ou pharynx), le flux de composés d'arôme du produit vers l'air est représenté par la théorie interfaciale (cf. § 1.3.2.2 page 29). Le flux de soluté ϕ' (en kg/s) est alors donné par la différence de concentration entre le coeur du produit C'_p (en kg/m³) et l'interface avec l'air C_p^* :

$$\phi' = -k'_p A'_{pa} (C_p^* - C'_p) \quad (4.1)$$

avec k'_p le coefficient de transfert de matière au sein du produit (en m/s) et A'_{pa} la surface de contact entre le produit et l'air. À l'interface entre l'air et le produit, les concentrations sont toujours à l'équilibre thermodynamique, soit :

$$K_{a-p} = \frac{C_a^*}{C_p^*} \quad (4.2)$$

où C_a^* est la concentration dans l'air à l'interface avec le produit. De plus, étant donné que la résistance de transfert gaz / produit est négligée, on a :

$$C_a^* = C'_a \quad (4.3)$$

où C'_a est la concentration dans l'air.

À ces équations, s'ajoutent des bilans de matière qui prennent en compte les phénomènes de transport par le flux respiratoire et de dilution du produit par le flux salivaire en bouche. Le modèle est détaillé en Annexe C (p.204).

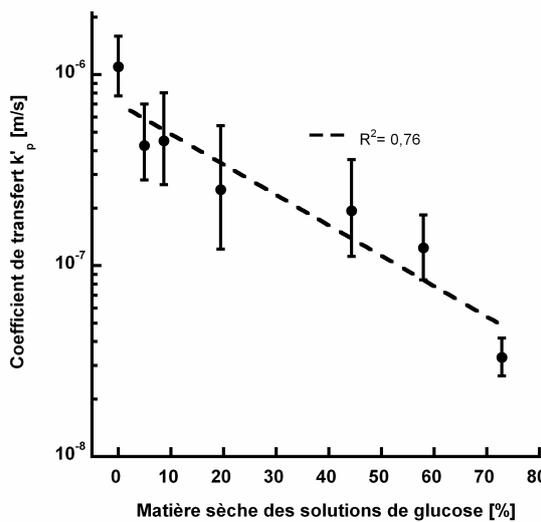


FIGURE 4.1 – Coefficient de transfert de matière k'_p du diacétyle dans les solutions de glucose en fonction de la matière sèche des solutions.

4.2.2.2 Étapes du modèle

Le modèle est décomposé en trois étapes. Lors de la première étape, le produit est en bouche et la bouche est isolée des autres cavités. La libération durant cette étape va permettre d'enrichir en composés d'arôme l'air de la bouche.

La déglutition (étape 2) est supposée instantanée. Elle permet de mélanger les effluves contenues dans la cavité buccale avec l'air des cavités nasales et pharyngées par la contraction et la relaxation de ces différentes cavités (premier pic de libération) et de générer un film mince de produit enduisant les muqueuses pharyngées.

Le produit dégluti (étape 3), le volume de produit enduisant les muqueuses du pharynx va être responsable des pics secondaires.

4.2.2.3 Paramètres du modèle

Les paramètres du modèle sont relatifs au produit, à l'individu et à leur interaction.

Paramètres liés au produit

Les paramètres liés au produit sont : (i) la concentration initiale en composés d'arôme calculée directement à partir du protocole d'aromatisation du produit (cf. § 2.1.2 page 67), (ii) le coefficient de partage entre l'air et le produit K_{a-p} mesuré par PRV (cf. § 2.2.3 page 75) et (iii) le coefficient de transfert au sein du produit k'_p mesuré par une méthode de dilution de l'espace de tête (cf. § 2.2.3 page 75). Selon la concentration en matière sèche des solutions de glucose, les coefficients de partage entre l'air et le produit pour le diacétyle varient de $1,2 \cdot 10^{-3}$ à $2,5 \cdot 10^{-3}$, tandis que les coefficients de transfert de matière varient de $1,1 \cdot 10^{-6}$ à $3,3 \cdot 10^{-8}$ m/s (Figure 4.1).

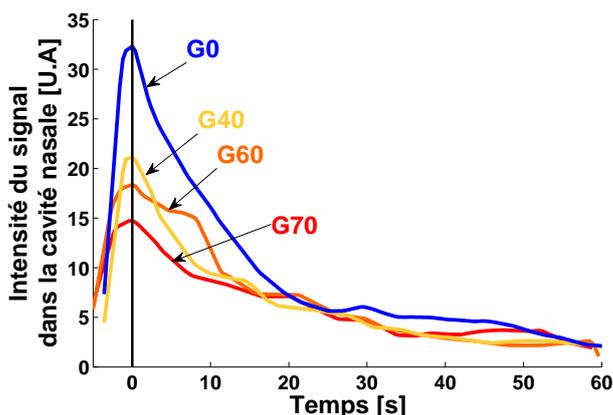


FIGURE 4.2 – Exemple de cinétique de libération *in vivo* du diacétyle (m/z 87) pour les quatre solutions de glucose (sujet 1) : courbes moyennes des 3 répétitions pour 1 juge. La déglutition se situe au temps 0.

Paramètres liés à l'individu

Ces paramètres sont les différents volumes des cavités aériennes supérieures, le flux salivaire et respiratoire (méthodes de mesures détaillées §2.2.4) et les surfaces de contact entre le produit et l'air dans le pharynx et la bouche. Ces surfaces sont calculées à partir des volumes des voies aériennes et de considérations anatomiques et géométriques. Les différentes plages de valeurs physiologiques utilisées dans le modèle sont données dans en Annexe D (p. 209).

Paramètres liés à l'interaction produit / individu

Ces paramètres sont les quantités résiduelles de produit en bouche et dans la cavité pharyngée. La quantité résiduelle de produit en bouche après déglutition a été arbitrairement établie à 1% du volume initial. Ce paramètre n'influence pas les prédictions. L'épaisseur résiduelle de produit dans le pharynx est un degré de liberté du modèle ajusté sur la décroissance des cinétiques de libération.

4.2.3 Résultats et discussion

4.2.3.1 Cinétiques de libération *in vivo*

La Figure 4.2 présente les cinétiques moyennes (cf. §2.2.3) des répétitions pour les quatre solutions étudiées et pour un panéliste dans le cas du diacétyle. La forme globale des courbes est la même quelque soit le produit ou le sujet. L'intensité maximale normalisée par la concentration initiale en composés d'arôme est statistiquement plus importante ($p < 0,05$) pour la solution la moins visqueuse (eau, noté G0) que pour les solutions de glucose (G40, G60 et G70). Le temps caractéristique de la décroissance des cinétiques n'est pas différent statistiquement selon les produits. Les mêmes observations sont valables dans le cas de l'hexanoate d'éthyle.

Afin de comprendre l'origine de ces observations, le modèle mécanistique a été utilisé pour traiter les données pour deux conditions extrêmes. Dans un premier temps, nous allons analyser l'influence des principaux paramètres du modèle sur les prédictions.

4.2.3.2 Effets des paramètres sur les prédictions du modèle

La Figure 4.3-a présente l'influence du coefficient de transfert k'_p sur les prédictions du modèle. On peut constater que le coefficient de transfert a une influence sur le niveau de concentration en composés d'arôme, mais aussi sur le temps caractéristique de décroissance de la cinétique. En effet, le flux d'arôme est directement relié au coefficient de transfert (4.1) et le temps de décroissance τ' est proportionnel au ratio de l'épaisseur de produit e' enduisant les muqueuses sur le coefficient de transfert k'_p :

$$\tau' \propto \frac{e'}{k'_p} \quad (4.4)$$

On observe sur la Figure 4.3-b que l'épaisseur résiduelle de produit a une influence sur le temps caractéristique de décroissance de la cinétique. En effet, plus l'épaisseur est faible, plus l'appauvrissement en composés d'arôme de la couche résiduelle est rapide. Ce paramètre n'a pas d'influence sur l'intensité du premier pic.

Dans un premier temps, nous n'avons travaillé que sur le diacétyle et les prédictions du modèle ont été comparées directement aux cinétiques en considérant les paramètres physico-chimiques déterminés expérimentalement pour chaque solution de glucose. Dans un second temps, l'absence de corrélation entre les prédictions et les données expérimentales nous a conduit à formuler une hypothèse supplémentaire. Cette hypothèse a été ensuite validée avec le cas de l'hexanoate d'éthyle.

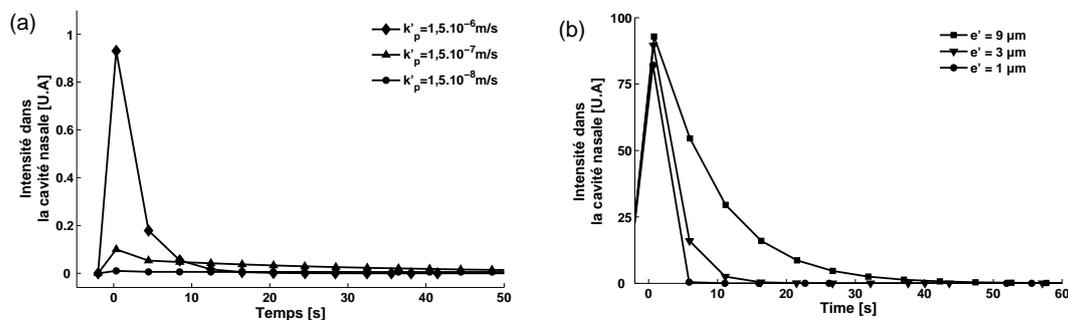


FIGURE 4.3 – (a) Influence du coefficient de transfert k'_p et (b) de l'épaisseur résiduelle de produit e' sur les prédictions.

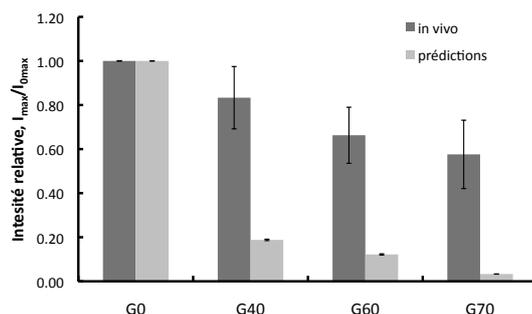


FIGURE 4.4 – Comparaison des intensités du signal m/z 87 (diacétyle) relatives à celle obtenue pour G0 (I_{max}/I_{0max}) déterminées expérimentalement et prédites par le modèle dans le cas où les propriétés physico-chimiques utilisées sont celles du produit pur. Les barres d'erreurs représentent les écart types en considérant tout les panélistes et répétitions.

4.2.3.3 Hypothèse d'un dépôt de produit pur

Les simulations du modèle sont obtenues en considérant que les caractéristiques physico-chimiques du produit se déposant sur les muqueuses pharyngées sont celles du produit pur. L'épaisseur de produit enduisant les muqueuses étant une inconnue du modèle, elle a été ajustée sur la décroissance des courbes expérimentales car elle n'influence pas l'intensité maximale.

Le descripteur utilisé pour décrire les courbes est l'intensité maximale I_{max} normalisée par l'intensité maximale obtenue dans le cas de l'eau (G0) I_{0max} , soit I_{max}/I_{0max} . La Figure 4.4 présente I_{max}/I_{0max} pour les différentes solutions dans le cas *in vivo* et prédites par les simulations du modèle. Dans le cas *in vivo*, la différence maximale d'intensité entre les solutions n'est que de 40%, alors qu'elle est de 97% dans le cas des simulations. Les incertitudes sur les propriétés physico-chimiques des solutions ne suffisent pas à expliquer ces différences.

Des expériences supplémentaires ont été réalisées sur certains panélistes afin de s'assurer que les cinétiques observés résultent bien de phénomènes d'enduction des muqueuses pharyngées par les solutions de glucose.

Tout d'abord, en demandant aux panélistes de garder le produit en bouche sans le déglutir, il a été vérifié que l'étanchéité entre le voile du palais et la langue était parfaite et ne laissait pas passer des composés d'arôme.

De plus, afin de vérifier qu'il n'y avait aucune interaction spécifique des composés d'arômes avec les muqueuses ou de stagnation des composés dans la zone olfactive (cf. § 1.4.1.1 page 32), il a été demandé aux panélistes d'aspirer par la bouche et de déglutir de l'air enrichi en composés d'arôme.

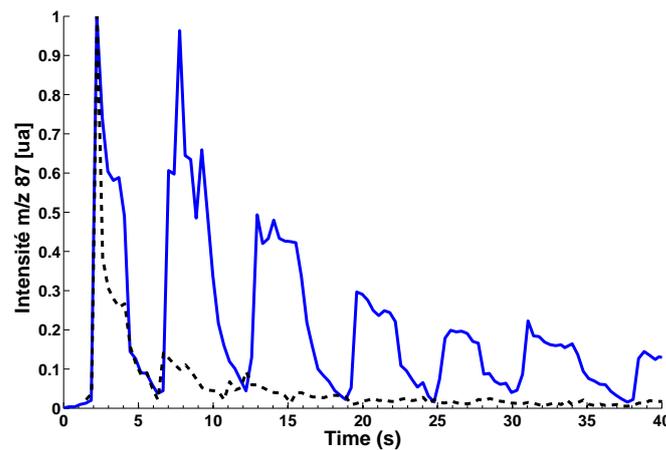


FIGURE 4.5 – Comparaison des signaux obtenus lorsque le panéliste avale une gorgée d'eau (trait plein) ou seulement de l'air enrichi en composés d'arôme (trait discontinu), exemple du diacétyl.

La Figure 4.5 présente la comparaison entre le signal obtenu lors la déglutition d'un volume d'eau et d'air aromatisés en diacétyle et hexanoate d'éthyle. Lors de la déglutition de la gorgée d'eau l'intensité des pics décroît doucement, alors que lors de la déglutition de l'air, nous n'observons qu'un pic principal. Ces observations sont valables quelque soit le composé et le panéliste.

Nous pouvons donc conclure que, pour les deux composés étudiés, les phénomènes d'interactions avec les muqueuses et/ou de stagnation des effluves dans la zone olfactive de la cavité nasale sont très faibles comparés à ceux dus à l'induction des muqueuses pharyngées par le produit.

Après avoir écarté ces différentes hypothèses (interactions avec les muqueuses et stagnation des effluves), nous pouvons supposer que les propriétés physico-chimiques du dépôt ont mal été évaluées. En effet, nous avons vu que le coefficient de transfert k'_p a un grand rôle sur les simulations (Figure 4.3-a) et varie de manière importante selon les solutions (de $1, 1 \cdot 10^{-6}$ à $3, 3 \cdot 10^{-8}$ m/s, Figure 4.1).

Les muqueuses du pharynx étant lubrifiées par un film de salive, nous pouvons supposer que le produit se déposant sur les muqueuses est dilué par la salive. Ainsi les propriétés physico-chimiques du dépôt (coefficients de transfert et de partage) doivent être évaluées en tenant compte de cette dilution.

Cela signifie que les coefficients de transfert ont été sous évalués pour les solutions concentrées en sirop de glucose et que les concentrations initiales en composés d'arôme dans la couche résiduelle ont été sur-évaluées quelque soit la solution. La prise en compte de la dilution va permettre de diminuer les écarts relatifs entre les produits.

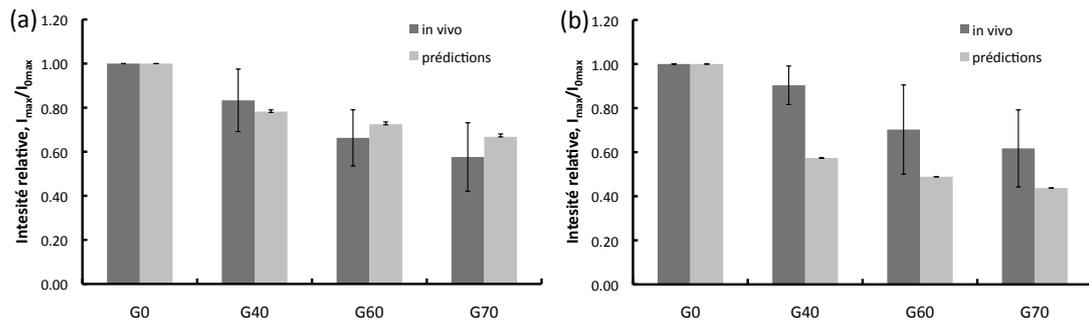


FIGURE 4.6 – Comparaison de l'intensité du signal m/z 84 (a, diacétyle) et m/z 145 (b, hexanoate d'éthyle) relative à celle obtenue pour G0 (I_{max}/I_{0max}) déterminées expérimentalement et prédites par le modèle dans le cas où les propriétés physico-chimiques utilisées sont celles du produit dilué à 85% avec la salive. Les barres d'erreurs représentent les écart types en considérant tout les panélistes et répétitions.

4.2.3.4 Hypothèse d'un dépôt de produit dilué par la salive

Nous faisons donc l'hypothèse que le produit enduisant les muqueuses est dilué par de la salive. Afin de déterminer un ordre de grandeur de taux de dilution, nous allons supposer que ce taux de dilution est commun à toutes les solutions et l'ensemble des juges. Le taux de dilution a donc été ajusté aux données expérimentales afin de satisfaire les intensités relatives I_{max}/I_{0max} obtenues expérimentalement et l'épaisseur du mélange salive-produit a été ajustée sur la décroissance de la cinétique.

Pour un taux de dilution donné, le coefficient de transfert a été évalué par la construction expérimentale d'une courbe maîtresse représentant l'influence du taux de dilution des solutions de glucose sur le coefficient de transfert de matière (Figure 4.1) et le coefficient de partage. On définit le taux de dilution r du bol avec la salive par :

$$r = \frac{V'_1}{V'_1 + V'_2} \quad (4.5)$$

avec V'_1 le volume de salive (en m^3) et V'_2 le volume de solution de glucose (en m^3) dans le dépôt.

Après ajustement du modèle sur les données expérimentales, on trouve un taux de dilution r d'environ 85% et une épaisseur résiduelle d'environ 15 μm (Figure 4.6-a). Afin de valider l'hypothèse de dilution, les simulations sont réalisées dans le cas de l'hexanoate d'éthyle avec les taux de dilution et les épaisseurs trouvées dans le cas du diacétyle. La comparaison entre les intensités relatives I_{max}/I_{0max} obtenues expérimentalement et avec les simulations sont présentées Figure 4.6-b. Nous pouvons constater que le modèle représente correctement les données expérimentales. Les différences sont

dues au fait, que le taux de dilution n'est sans doute pas commun à toutes les solutions et tous les individus.

4.2.4 Conclusion

En conclusion, par justement du modèle, cette étude a permis de montrer que le dépôt de produit sur les muqueuses pharyngées est très dilué par la salive (dilution estimée à 85%). Dans la suite de ce manuscrit, nous allons analyser la biomécanique de la déglutition afin de comprendre l'origine de ces phénomènes.

4.3 Analyse du péristaltisme pharyngé par la théorie des films minces, Publication n°3

L'objectif de cette partie est d'analyser la physiologie et la biomécanique de la déglutition afin de proposer des hypothèses de modélisation des phénomènes physiques qui régissent l'enduction des muqueuses pharyngées pertinentes par rapport à la physiologie humaine. Cette analyse a permis de développer un premier modèle d'enduction basé sur la théorie des films minces pour les fluides newtoniens ainsi qu'un système expérimental. Les résultats sont discutés par rapport aux problématiques de libération des composés d'arôme. Cette étude est une base de réflexion à toute modélisation des phénomènes physiques pouvant gouverner l'enduction des muqueuses pharyngées par le bol alimentaire afin de comprendre l'origine des observations *in vivo*.

Cette section est présentée sous la forme d'un article publié dans Journal of Theoretical Biology, dont le résumé en français est donné ci-dessous.

Résumé Après la consommation d'un produit alimentaire liquide ou semi-liquide, un film mince responsable de la cinétique de libération des composés d'arôme enduit les muqueuses pharyngées. L'objectif de cet article est d'analyser le péristaltisme pharyngé du point de vue de la mécanique des fluides et de développer un modèle biomécanique simple afin de comprendre le rôle de la salive et de la viscosité du bol alimentaire sur l'enduction des muqueuses pharyngées. Nous commençons par analyser la physiologie et la biomécanique de la déglutition afin de déterminer des hypothèses de modélisation pertinentes. Cette analyse de la littérature clarifie le type de sollicitations mécaniques appliquées au bol alimentaire. De plus, nous montrons que, dans sa région la plus occluse, le péristaltisme pharyngé est équivalent à un processus d'enduction par des cylindres contra-rotatifs. Un modèle basé sur la théorie de la lubrification pour les fluides newtoniens est développé dans sa forme adimensionnée. L'étude paramétrique montre l'importance de l'épaisseur relative de salive sur l'enduction par le bol alimentaire. Un système expérimental spécifique a été développé et confirme les prédictions du modèle. Deux régimes peuvent être distingués selon l'épaisseur relative de salive. Le premier est caractérisé par un film de salive relativement mince : la viscosité du bol alimentaire a alors un rôle important sur l'enduction des muqueuses. Ces phénomènes sont bien représentés par le modèle développé ici. Le second est obtenu lorsque le film de salive est relativement épais : un mélange hydrodynamique avec la salive, de l'inter-diffusion ou des instabilités pourraient gouverner les phénomènes d'enduction. Finalement, ces résultats sont extrapolés afin de déterminer l'influence de la viscosité du bol sur la dynamique de libération des composés d'arôme selon des paramètres physiologiques.

Publication n°3, publiée dans *Journal of Theoretical Biology*, 2010, 267(3) :300–311

A lubrication analysis of pharyngeal peristalsis : application to flavour release

Clément de Loubens*, Albert Magnin**, Eric Verin***,
Marion Doyennette*, Ioan Cristian Trélea*, Isabelle Souchon*

*UMR 782 Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires, INRA / AgroParisTech,
CBAI 78850 Thiverval Grignon, France

**Laboratoire de Rhéologie, Université Joseph Fourier-Grenoble I, Grenoble INP, CNRS (UMR 5520),
BP 53, Domaine Universitaire, 38041 Grenoble cedex 9, France

***Department of Physiology, Rouen University Hospital, 1 rue de Germont, 76031 Rouen Cedex, France

Abstract After eating a liquid or a semi-liquid food product, a thin film responsible for the dynamic profile of aroma release coats the pharyngeal mucosa. The aim of this article was to analyse the fluid mechanics of pharyngeal peristalsis and to develop a simple biomechanical model in order to understand the role of saliva and food bolus viscosity on the coating of pharyngeal mucosa. We began by analysing the physiology and the biomechanics of swallowing in order to determine relevant model assumptions. This analysis of the literature clarified the types of mechanical solicitations applied on the food bolus. Moreover, we showed that the pharyngeal peristalsis in the most occluded region is equivalent to a forward roll coating process, the originality of which is lubrication by a film of saliva. A model based on the lubrication theory for Newtonian liquids was developed in dimensionless form. The parametric study showed the strong influence of relative saliva thickness on the food bolus coating. A specific experimental device was designed that confirms the model predictions. Two sets of conditions that depend on the relative thickness of saliva were distinguished. The first is characterised by a relatively thin film of saliva: food bolus viscosity has a strong impact on mucosa coating. These phenomena are well represented by the model developed here. The second is obtained when the saliva film is relatively thick: hydrodynamic mixing with saliva, interdiffusion or instabilities may govern mucosa coating. Finally, these results were extrapolated to determine the influence of food bolus viscosity on the dynamic profile of flavour release according to physiological parameters.

4.3.1 Introduction

Increasing attention has been given to the analysis and modelling of biomechanical phenomena related to oral food processing over the last five years. More and more studies have been dedicated to integrating physiological and biomechanical constraints into the formulation of food to improve care for dysphagia patients (Chang et al., 1998; Meng et al., 2005; Mizunuma et al., 2009) as well as into the formulation of health food with control of flavour and texture perception (Nicosia et Robbins, 2001; de Wijk et al., 2006; Mathmann et al., 2007; Strassburg et al., 2007; Nicosia, 2007; Trélea et al., 2008; Mathmann et al., 2009). Improving the nutritional quality of foods without modifying their organoleptic properties is a real challenge that requires more knowledge about

the mechanisms involved in sensorial stimulus release in terms of both products and consumers.

After eating a liquid or a semi-liquid food product, a thin film responsible for the dynamic profile of aroma release coats the pharyngeal mucosa (Levine, 1989; Buettner et al., 2001). The phenomena governing pharyngeal mucosa coating are insufficiently understood. Many studies hypothesize that the rheological properties of the food bolus modify the coating and, subsequently, the dynamic profile of flavour release (Hollowood et al., 2002; Weel et al., 2004; Saint-Eve et al., 2006). However, there is no consensus on the role played by physical effects such as pharyngeal mucosa coating and that of sensory interactions between texture and aroma. For example, the complex viscosity of flavoured yogurts has a direct influence on both the perception and dynamic profile of flavour release (Saint-Eve et al., 2006), while the viscosity of flavoured hydrocolloid solutions influences perception but not the dynamic profile of flavour release (Hollowood et al., 2002; Cook et al., 2003b). Moreover, investigations of the influence of viscosity on post-deglutitive pharyngeal residue are not in agreement (Hamlet et al., 1996; Bogaardt et al., 2007; Kelly et al., 2008). The relationship between viscosity and post-deglutitive pharyngeal residue is not clear. Residue was evaluated by different techniques such as scintigraphy or fiberoptic endoscopic evaluation. The retention of products on mucosa can be analysed by fluorescence as well (Pivk et al., 2008). Results seem to be dependent on the method chosen and probably on the individual. We therefore need to develop other approaches to analyse and understand the phenomena governing pharyngeal mucosa coating.

For this purpose, Weel et al. (2004) developed an “artificial throat” in which liquids were poured down a tube and a thin film coated the tube wall. Their results confirmed the importance of coating for aroma release, but the flow was governed by gravity, whereas *in vivo*, the liquid is forced by pharyngeal peristalsis.

The aim of this study was to develop a simple biomechanical model of pharyngeal peristalsis that focuses on the food bolus coating of the mucosa. We first analysed the physiology and the biomechanics of swallowing in order to determine relevant model assumptions. On the basis of this analysis, we considered that the physiological process is equivalent to a forward roll coating process, the originality of which is lubrication by saliva. Second, a mathematical model based on a lubrication analysis for Newtonian liquids was developed. A specific experimental device was designed to confirm model predictions. The influence of food bolus viscosity and lubrication by saliva on mucosa coating and the forces generated was then shown. Finally, the results obtained were applied in order to assess the impact of food bolus viscosity on flavour release.

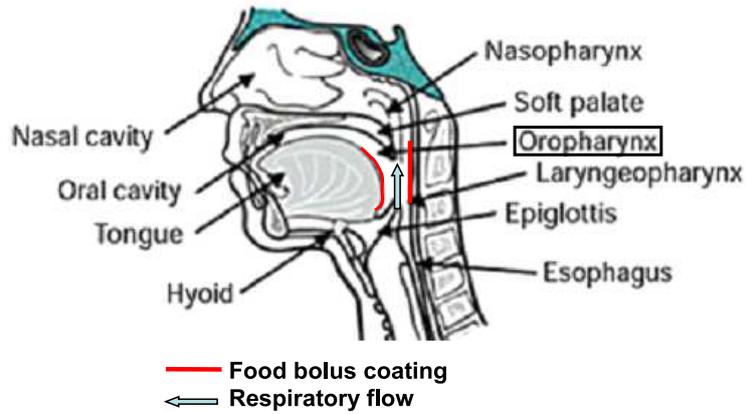


Figure 4.7: Anatomy of the oral cavity and the pharynx (adapted from German et Palmer, 2006)

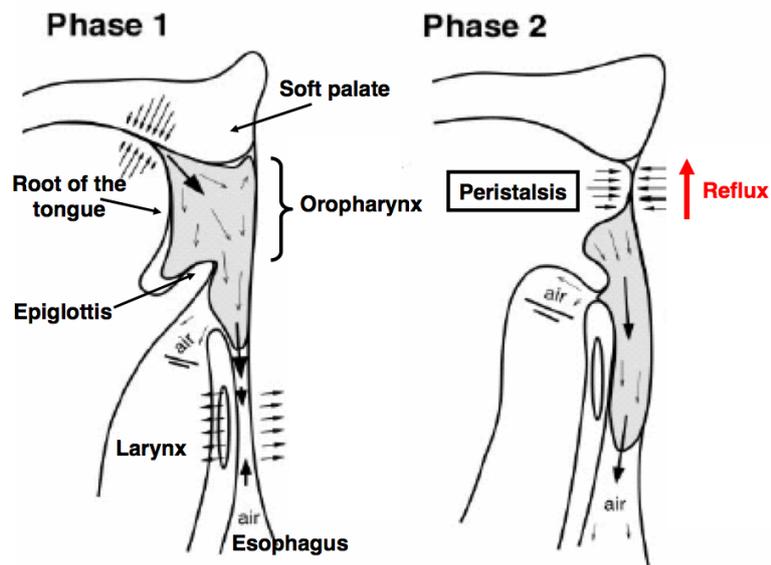


Figure 4.8: Swallowing sequences. Phase 1: initiation of swallowing. Phase 2: pharyngeal peristalsis, adapted from Pal et al. (2003).

4.3.2 The physiology of swallowing and biomechanical analysis

4.3.2.1 Anatomy

The pharynx extends from the nasal cavity to the pharyngoesophageal segment (Donner et al., 1985). It can be divided into three parts: the naso-, the oro- and the hypopharynx (Figure 4.7). The oropharynx that extends from the palate to the tongue base at the level of the epiglottis and is at the crossroads where the residual product and the breath flow come in contact. It is therefore a key element in flavour release.

4.3.2.2 Swallowing sequences

After being chewed and mixed with saliva, the food bolus is propelled by the tongue into the oropharynx (Figure 4.8: phase 1). Several successive phenomena are observed: i- the pharynx rises, ii- the bolus tail enters the pharynx, iii- the upper oesophageal sphincter opens and the tongue base and the pharyngeal constrictors generate a peristaltic wave (Figure 4.8: phase 2). Bolus propulsion is due to the opposition of the tongue base with constrictors and the progressive forward movement of the posterior pharyngeal wall (Jones, 2006). It is mediated by an involuntary reflex (Goyal et Mashimo, 2006). The wave velocity is between 0.1 and 0.5 m/s (Dantas et al., 1990; Meng et al., 2005; Chang et al., 1998; Goyal et Mashimo, 2006). During this phase, the highest frictional forces are generated in the most occluded region of the constriction (Pal et al., 2003). Visualisation by X-rays attests to the existence of a thin film of product coating the oropharyngeal mucosa (Levine, 1989) that can be explained by a reflux of the food bolus in the opposite direction of the peristaltic wave (Figure 4.8).

4.3.2.3 Physical representation of the pharyngeal peristalsis

Many authors have studied peristaltic flows in the gastrointestinal tract. Gregersen (Gregersen, 2003) made a brief review of these studies. All of these studies focused on the global flow generated by peristaltic waves but not in coating phenomena resulting from a single wave. Numerical models have already been proposed to simulate the swallowing of a liquid bolus (Chang et al., 1998; Meng et al., 2005) and a gelled bolus (Mizunuma et al., 2009) in order to calculate the evolution of pressure and flow rates. The length scale used is the oropharynx width (~ 30 mm) that does not permit us to observe local phenomena such as coating (~ 10 μm). In order to model this phenomenon, in the present study, we only considered the most occluded region of the wave. Firstly, this is the zone where there may be a reflux: a weak amount of food bolus flows in the opposite direction of the peristaltic wave that leads to coating of the

mucosa. Secondly, as analysed by Pal et al. (2003), the strongest frictional forces are generated in this zone. We considered a peristaltic wave (Figure 4.9) and its associated frame of reference. Within this framework and near the most occluded point, the two pharyngeal walls are in rotation, each one in relation to the other. Thus, two forward roll cylinders can simplify the peristaltic movement. The two rolling cylinders represent the contact between the tongue-base and the posterior pharyngeal wall in the oropharynx. This simplification is not a complete representation of the swallowing, but only a physiological realistic schematisation of the phenomena that permit to generate a thin film of product after swallowing. In the physiological case of swallowing, a thin saliva film lubricates the mucosa. From a tribological point of view, we made the hypothesis that we are always in a hydrodynamic regime, in other words, the film generated is thick enough to avoid contact between the two walls (Hamrock et al., 2004). If this was not the case, it would lead to a boundary regime (walls in contact): friction would be great and the mucosa could be damaged. In order to model the fluid dynamics of such a problem, the main challenge is to determine the kind of mechanical solicitations applied by the pharyngeal constrictors and by the base of the tongue and to determine boundary conditions that are consistent with physiology.

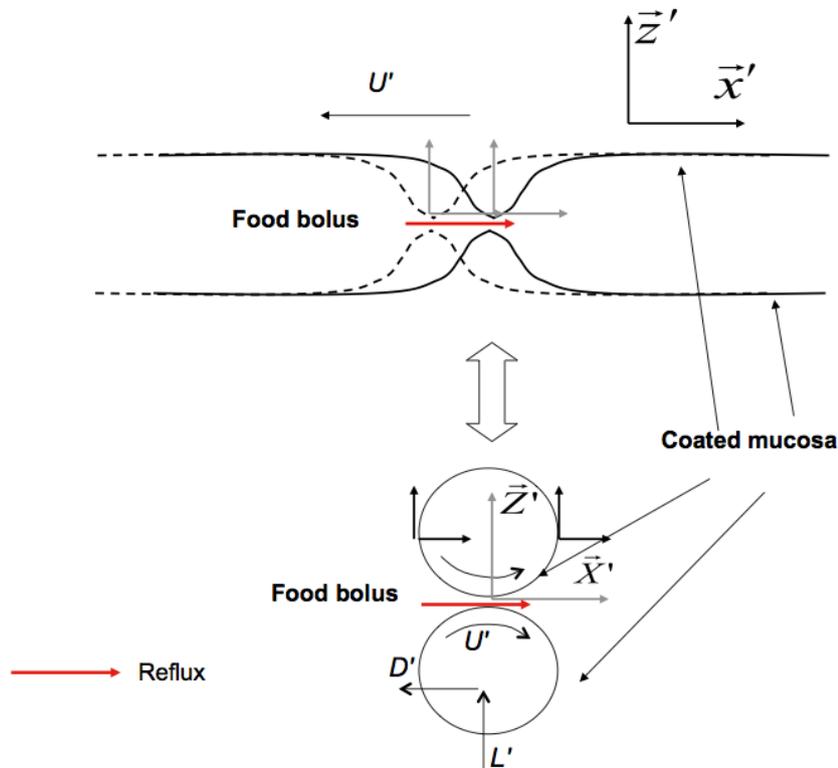


Figure 4.9: Scheme of the peristaltic wave and associated study system. Near the most occluded point, the pharyngeal walls are in rotation one compared to the other. In black, (\vec{x}', \vec{z}') represents the laboratory frame, whereas, in grey, (\vec{X}', \vec{Z}') represents the wave frame.

4.3.2.4 Mechanical solicitations

Contraction of pharyngeal constrictors is due to the active shortening of the muscles fibres by the effects of nerves (Gregersen, 2003). It results from this shortening a distribution of stress and strain in the muscles that is transmitted to the fluid through boundary conditions, but the fluid sets against this contraction by the generation of opposite forces. The type of solicitations imposed by the pharyngeal constrictors and by the base of the tongue remains an open question. The nerve stimulation is like the same state of stress or strain is always imposed to the fluid? What governs the velocity of the wave? Are these solicitations stationary or are they dependent on the position?

In the contact created by the two cylinders, a hydrodynamic pressure profile is generated which depends on the boundary pressure conditions (Hamrock et al., 2004). The integration of its profile generates a normal force that separates the two cylinders, the lift (or load) L' (Figure 4.9). In order to determine the order of magnitude of this lift, intraluminal manometric data can be used. These measurements are often used during diagnosis and can help in understanding muscle activity, but interpretation remains difficult. Practitioners collect manometric data using a 4-mm-diameter catheter with ten recording points and measure space-time pressure structure during swallowing (Williams et al., 2001). A relevant interpretation makes it possible to estimate the passive and active tension in the hollow organ walls (Nicosia et Brasseur, 2002). Considering that the catheter does not influence pharyngeal constrictor response, the pressure profile integration makes it possible to determine the generated lift L' in the contact between the catheter and the mucosa. A possible way of determining the type of solicitation imposed by muscles is to change bolus consistency.

Few studies have recorded pressure during swallowing for different bolus consistencies. Some authors saw no significant effects of consistency on the maximal pressure measured in the oropharynx between water, pudding and potatoes (Pouderoux et Kahrilas, 1995) or between barium boluses with different viscosities (Ali et al., 1994; Dantas et al., 1988, 1990) while others saw differences between water, pudding and buttered bread (Raut et al., 2001). This maximal pressure depends on the position in the oropharynx (Raut et al., 2001; Williams et al., 2001). The values mentioned were between 20 and 30 kPa (Dantas et al., 1988, 1990; Raut et al., 2001; Williams et al., 2001; Takeuchi et al., 2007). By integrating the obtained pressure profile measured by Williams et al. (2001), we can estimate a load of about 10-60 N per unit of width.

The second question is to determine whether there is a mechanism that regulates wave velocity. Tail bolus velocity, which corresponds to the pharyngeal peristalsis wave, has also been compared with consistency, but the results between studies are not coherent. Dantas et al. (1990) showed that the greater the consistency was, the shorter the wave duration was. Variations range from 0.35 to 0.45 s. Taniguchi et al.

(2008) noted that the wave is slower for syrups than for water or agar gels. However the same team (Tsukada et al., 2009) saw no effects of consistency with the same products. Ali et al. (1994) showed that the oral and pharyngeal mucosal receptors regulate the duration of the midpharyngeal contraction, which is reduced by 29% by oral-pharyngeal anesthesia. From these observations, we can suppose that the wave velocity is regulated by the pharyngeal mechanoreceptors response. In the contact between the two walls, shear stress acts on the mucosa and hence on the mechanoreceptors. In a shear flow, the order of magnitude of this stress is about $\mu'U'/H'_0$, where μ' is the food bolus viscosity (Pa.s), U' the wave velocity (m/s) and H'_0 the gap between the mucosa (m). We can thus hypothesize that the wave velocity is modulated in order to avoid mucosa damage caused by the action of shear stress on the wall mucosa referred to a drag D' (in N per unit of width, Figure 4.9).

Although all of the studies are not in agreement, we can reasonably assume that pharyngeal constrictors impose a constant load, and that the velocity is modulated in order not to exceed a constant drag. In this study, we numerically treated the first case at an imposed gap and velocity. From a modeling point of view, it is more convenient to set the gap and the velocity and to calculate the load and the drag. In order to carry out qualitative and quantitative applications, rearranging the results obtained allowed us to treat the second case at an imposed load and drag.

4.3.2.5 Boundary conditions

Boundary conditions consistent with physiology must be defined. The presence of a film-splitting region at the output contact was taken into account (Coyle et al., 1986). We considered that the contact is fully flooded by food bolus upstream and that the upper oesophageal sphincter is fully open and does not create an overpressure. Manometric recording validates this hypothesis for non-pathological cases (Williams et al., 2001). No wall slip between pharyngeal mucosa and saliva was considered. In this study, we principally investigated the influence of the viscosity ratio α of the food bolus on saliva and of the initial thickness of saliva e'_1 on flow rates and on the generated forces (L' and D'). Mucosa deformability is thus ignored in the initial approach. We will discuss of its importance later.

Table 4.1 summarises the values of the physiological parameters.

Table 4.1: Physiological variables and approximate corresponding value.

Description	Symbol	Typical value	References
Saliva thickness	e'_1	no data	
Wave velocity	U'	0.1-0.5 m/s	Dantas et al., 1990 Chang et al., 1998 Meng et al., 2005
Radius	R	40 mm	Estimated from Chang et al., 1998
Load	L'	10-60 N/m	Estimated from Williams et al., 2001
Drag	D'	no data	
Saliva viscosity	μ'_1	1-10 mPa.s	Schipper et al., 2007
Bolus viscosity	μ'_2	> 1 mPa.s	

4.3.3 Lubrication model of pharyngeal peristalsis

4.3.3.1 Physical formulation

The thin film formation is dominated by the phenomena that act in the contact zone between the base of the tongue and the posterior pharyngeal wall. Thus, the characteristic length useful in our problem to define the Reynolds number Re is the minimum half gap between the walls H'_0 ($\approx 10\mu\text{m}$) and we have:

$$Re = \frac{\rho' U' H'_0}{\mu'} \quad (4.6)$$

where ρ' is the fluid density (10^3kg/m^3), U' the wave velocity (0.2 m/s) and μ' the viscosity that ranges between 10^{-3}Pa.s (water) and the infinity. So, depending of the fluid viscosity, Re is included between 0 and 2. The lubrication approximation is appropriate if the Reynolds number Re is very small compared to the ratio of the characteristic length of the contact approximately $\sqrt{2R'H'_0}$ on the width of the contact H'_0 (Hamrock et al., 2004):

$$Re \ll \frac{\sqrt{2R'H'_0}}{H'_0} \quad (4.7)$$

The value of the ratio $\sqrt{2R'H'_0}/H'_0$ is about 90 and the inertial terms can be neglected compared to the viscous term in the Navier-Stokes equation.

The time scale of the flow is given by the ratio of the characteristic length of the contact approximately $\sqrt{2R'H'_0}$, -where R' is the roll radius (0.04 m)- on the wave velocity U' (0.2m/s). Thus this time scale is about 4 ms and is very short compared to the time scale of the pharyngeal phase (typically 0.5 s) to neglect the non-stationary term of the Navier-Stokes equations. Thus, we can use the lubrication approximation

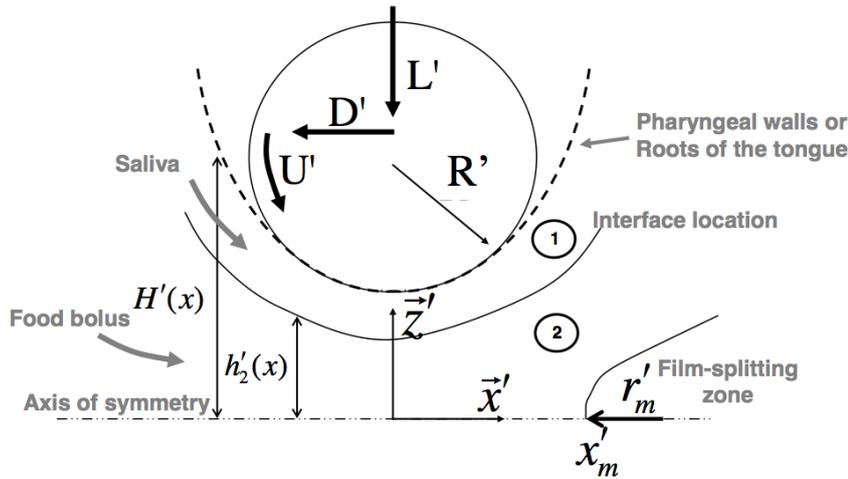


Figure 4.10: Schematic diagram of definitions and notations.

to model this flow (Hamrock et al., 2004). Moreover, we suppose that the mechanical solicitations applied by the constrictors are stationary during the pharyngeal phase. This last assumption could be refined with more experimental data.

The general features of rigid roll coating operations have been described by Coyle et al. (1986). They gave analytical solutions for different boundary conditions in the monolayer case. Hannachi et Mitsoulis (1990) studied the multilayer case applied to the calendering with boundary conditions specific to their problem. The present physical situation was modelled with the lubrication approximation for Newtonian liquids. In addition, the presence of a lubricating saliva film and of a film-splitting region at the output contact were taken into account.

The geometry is symmetric (Figure 4.10). Relative quantities associated with saliva and the food bolus are referred to as noted 1 and 2, respectively. Between the two fluid layers, diffusion and surface tension effects are ignored. The dimensional values are identified by the symbol '. The flow rate of saliva q'_1 is known and the flow rate of food bolus q'_2 is calculated. μ'_i refers to the viscosities (Pa.s) and σ'_2 to the surface tension of the food bolus with air (N/m).

$H'(x)$ refers to the half gap between the two cylinders, H'_0 its minimum, $h'_2(x)$ the location of the interface between the food bolus and the saliva, U' the cylinder velocity, L' the lift per unit of width, D' the drag per unit of width, $p'(x', y')$ the pressure field, R' the radius, $u'_1(x', z')$ the velocity field in the saliva, $u'_2(x', z')$ the velocity field in the food bolus and x'_m the split point abscise. The roll surface profiles are approximated by parabolas:

$$H'(x) = H'_0 + \frac{x'^2}{2R'} \quad (4.8)$$

The dimensionless values defined for imposed velocity and gap are given by:

$$x = \frac{x'}{\sqrt{2R'H'_0}}$$

$$z = \frac{z'}{H'_0}$$

$$u_i = \frac{u'_i}{U'}$$

$$q_i = \frac{q'_i}{U'H'_0}$$

$$p_i = \frac{p'_i H'_0}{\mu'_1 U'} \sqrt{\frac{H'_0}{2R'}}$$

$$L = \frac{L' H'_0}{\mu'_1 U' 2R'}$$

$$D = \frac{D' H'_0}{\mu'_1 U' \sqrt{2R'H'_0}}$$

The dimensionless cylinder profile is given by:

$$H(x) = 1 + x^2 \quad (4.9)$$

The momentum conservation equations are solved in the lubrication approximation in their dimensionless form:

$$\frac{\partial p}{\partial x} = \frac{\partial^2 u_1}{\partial z^2} \quad (4.10)$$

$$\frac{\partial p}{\partial x} = \alpha \frac{\partial^2 u_2}{\partial z^2} \quad (4.11)$$

$$\frac{\partial p}{\partial z} = 0 \quad (4.12)$$

where α is the viscosity ratio:

$$\alpha = \frac{\mu'_2}{\mu'_1} \quad (4.13)$$

After changing the variables $\eta = z/H(x)$ and integration, we obtain:

$$u_1 = H^2(x) \frac{dp}{dx} \frac{\eta^2}{2} + A_1 \eta + B_1 \quad (4.14)$$

$$u_2 = H^2(x) \frac{dp}{dx} \frac{\eta^2}{2} + A_2 \eta + B_2 \quad (4.15)$$

where A_1, B_1, A_2, B_2 are integration constants. They are determined by considering no wall slip, continuity of velocity and shear stress at interface between the two fluids and symmetry. Defining $\beta = h_2(x)/H(x)$, the boundary conditions are:

$$u_1(\eta = 1) = 1 \quad (4.16)$$

$$u_1(\eta = \beta) = u_2(\eta = \beta) \quad (4.17)$$

$$\left. \frac{\partial u_1}{\partial \eta} \right|_{\eta=\beta} = \alpha \left. \frac{\partial u_2}{\partial \eta} \right|_{\eta=\beta} \quad (4.18)$$

$$\left. \frac{\partial u_2}{\partial \eta} \right|_{\eta=0} = 0 \quad (4.19)$$

We thus have:

$$u_1 = \frac{H^2(x)}{2} \frac{dp}{dx} (\eta^2 - 1) + 1 \quad (4.20)$$

$$u_2 = \frac{H^2(x)}{2} \frac{dp}{dx} \left[\frac{\eta^2}{\alpha} - 1 - \beta^2 \left(\frac{1}{\alpha} - 1 \right) \right] + 1 \quad (4.21)$$

After changing the variables $\theta = \arctan(x)$ and application of mass conservation, we have two equations on flow rates:

$$q_1 + q_2 - \frac{1}{\cos^2(\theta)} = \frac{1}{3 \cos^4(\theta)} \frac{dp}{d\theta} \left[\beta^3 \left(1 - \frac{1}{\alpha} \right) - 1 \right] \quad (4.22)$$

$$q_2 - \frac{\beta}{\cos^2(\theta)} = \frac{1}{2 \cos^4(\theta)} \frac{dp}{d\theta} \left[\beta^3 \left(1 - \frac{2}{3\alpha} \right) - \beta \right] \quad (4.23)$$

Considering that upstream is fully submerged, we have:

$$p\left(\theta = -\frac{\pi}{2}\right) = 0 \quad (4.24)$$

We consider that the film splits at the first stagnation point, $\theta_m = \arctan(x_m)$ (Coyle et al., 1986):

$$p(\theta_m) = -\frac{1}{\alpha C a_m r_m} \quad (4.25)$$

where r_m is the radius of curvature of the meniscus at the film-splitting point (Figure 4.10) and $C a_m$ is a modified capillary number:

$$C a_m = \frac{\mu'_2 U'}{\sigma'_2} \sqrt{\frac{2R'}{H'_0}} \quad (4.26)$$

If the meniscus is modelled as an arc of a circle between parallel plates of radius r_m , geometry and mass balance, geometry demands that (Coyle et al., 1986):

$$q_1 + q_2 + r_m = H(\theta_m) = 1 + \tan^2(\theta_m) \quad (4.27)$$

4.3.3.2 Resolution method

The problem was solved with Matlab7.0. For a set of parameters (q_1 , α , $C a$), we iterated on q_2 until the pressure output condition was verified (4.25). The ratio of (4.22) and (4.23) gives a polynomial equation of order 4 in β independent of the pressure:

$$\begin{aligned} 0 = & \frac{1 - 1/\alpha}{\cos^2(\theta)} \beta^4 \\ & + \left[\left(q_1 + q_2 - \frac{1}{\cos^2(\theta)} \right) \left(\frac{2}{3} - \frac{1}{\alpha} \right) - q_2 \left(1 - \frac{1}{\alpha} \right) \right] \beta^3 \\ & + \left[-\frac{3}{2} \left(q_1 + q_2 - \frac{1}{\cos^2(\theta)} \right) - \frac{1}{\cos^2(\theta)} \right] \beta \\ & + q_2 \end{aligned} \quad (4.28)$$

The space was discretised into 4000 nodes. At each iteration and for each node, we determined the roots of (4.28) included between 0 and 1. The first stagnation point

θ_m was determined from (4.21) where $u_2 = 0$ for $\eta = 0$ and $\theta > 0$. So, we have to find the node satisfying the following equation:

$$0 = \frac{1}{2\cos(\theta_m)^2} \left. \frac{dp}{d\theta} \right|_{\theta=\theta_m} \left[-1 - \beta(\theta_m)^2 \left(\frac{1}{\alpha} - 1 \right) \right] + 1 \quad (4.29)$$

(4.25) and (4.27) make it possible to calculate r_m and $p(\theta_m)$. Finally, we calculated the error ε on $p(\theta_m)$:

$$\varepsilon = \left\| \frac{p(\theta_m) - 1/Ca_m r_m}{1/Ca_m r_m} \right\| \quad (4.30)$$

We iterated on q_2 until $\varepsilon < 10^{-10}$. After resolution of this equation system, the resulting lift and the drag were calculated:

$$L = \int_{-\pi/2}^{\pi/2} \frac{p(\theta)}{\cos(\theta)^2} d\theta \quad (4.31)$$

$$D = \int_{-\pi/2}^{\pi/2} \frac{1}{\cos(\theta)^2} \frac{dp}{d\theta} d\theta \quad (4.32)$$

4.3.3.3 Gravity effects in experimental data

For the experimental data, gravity effects could not be avoided but could simply be included in the model. In the experiments, gravity acted from the negative x to the positive x . Considering that fluid densities are the same, the momentum conservation equations become:

$$\frac{\partial p_m}{\partial x} = \frac{\partial^2 u_1}{\partial z^2} \quad (4.33)$$

$$\frac{\partial p_m}{\partial x} = \alpha \frac{\partial^2 u_2}{\partial z^2} \quad (4.34)$$

where $p_m = p + St(x_0 - x)$ is the modified pressure. St is the Stokes number defined by:

$$St = H_0'^2 \rho' g' / \mu_1' U' \quad (4.35)$$

where g is the acceleration due to gravity (10 m/s^2) and x_0 is the dimensionless free surface abscise from the minimum gap that can be calculated with the relationship $x_0 = x'_0/\sqrt{2R'H'_0}$, where x'_0 is the dimension value (30 mm in the experiments). The solution method is the same as explained previously, but the pressure p is replaced by the modified pressure p_m .

4.3.4 Pharyngeal peristalsis simulator

In order to experimentally analyse the coating phenomena due to the pharyngeal peristalsis, an experimental set-up was developed. It is schematically depicted in Figure 4.11. It was composed of two rotating cylinders of 40 mm in radius. They are sufficiently wide to avoid side leakage (2x40 mm in width, Hamrock et al. 2004). The radius value was estimated according to data on the evolution of the pharyngeal chamber geometry during swallowing given by Chang et al. (1998). A weak hydrophobic material for the cylinders was chosen in order to facilitate lubrication by saliva, Nylon6.6. A thin film of fluid simulating saliva was deposited on the cylinders by two slot coaters. The cylinder velocity was fixed at 0.2 m/s corresponding to physiological conditions (Table 4.1). The cylinders were equipped with scrapers and collectors and the gap was controlled with a transducer (0-250 μm). Scrapers were designed in order to carry out a total recovery of the coated bolus on the cylinders.

Newtonian glucose solutions and water were used as test fluids for the food bolus and the saliva, respectively. In a first approach, since saliva viscosity is between 1 and 10 mPa.s (Schipper et al., 2007), water was used to simulate it. To simulate the food bolus, glucose solutions were chosen for their Newtonian behaviour and their wide range of viscosity ($2.6 \cdot 10^{-2}$ and 0.4 Pa.s). The fluid temperature was controlled for each

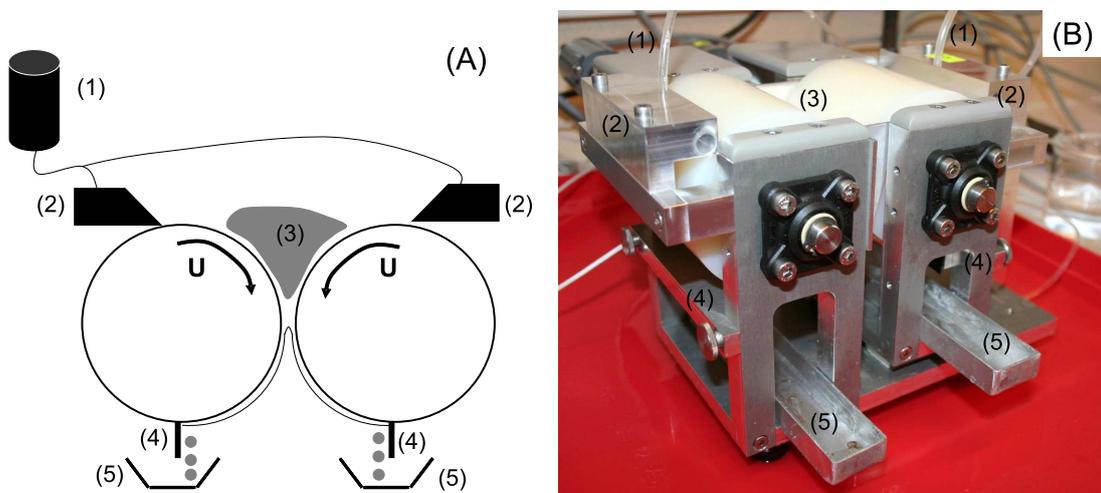


Figure 4.11: Pharyngeal peristalsis simulator: (1) saliva feed, (2) slot coater, (3) food bolus, (4) scraper, (5) collector.

experiment. Viscosity was measured with a Physica MCR 301 (Anton Paar) at the experimental temperature (between 20-25°C).

Before a measurement was made, the deposited thickness of water was fixed and measured (40 μm). Velocity was imposed and water collected over a given time. The quantity of water collected, permitted us to determine its flow rate and its thickness.

The glucose flow rate was determined with the measurement of the quantity of fluid passing through the contact during a known time (from 20 to 60 s).

Machining defects were measured ($\pm 20 \mu\text{m}$). For this, air was the test medium and the two cylinders were put in contact by application of a force (with a spring). The evolution of the distance separating the axes of the cylinders was measured over several revolutions and provided machining defects. The experimental flow rate was obtained with the measurement of the quantity of glucose syrup passing through the contact m' (in kg) during a known time t' (in s). This flow rate was then adimensionalised by the velocity and the gap:

$$q = \frac{m'}{2\rho t' U' H'_0} \quad (4.36)$$

where ρ is the density (kg/m^3). Considering that the uncertainties were principally due to the measurement of the gap and of the time, the uncertainty affecting the measurement of flow rate is:

$$\frac{\Delta q}{q} = \frac{\Delta H'_0}{H'_0} + \frac{\Delta t'}{t'} \quad (4.37)$$

where $\Delta H'_0 = 20 \mu\text{m}$ and $\Delta t' = 1 \text{ s}$.

4.3.5 Results

4.3.5.1 Parametric study

Monolayer case

Numerical solutions were validated by comparing the results in the monolayer case with the analytical solution obtained by Coyle et al. (1986). Figure 4.12 shows that our numerical solutions correspond well to their analytical solutions. The dimensionless flow rate q_1 is independent of the modified capillary number when $Ca_m > 10$ and is equal to 1.3015. For low capillary numbers, Coyle et al. (Coyle et al., 1986) showed that the flow rate is overestimated because the free-model surface is crude and a recirculation occurs before the split region, which is not taken into account by the lubrication theory.

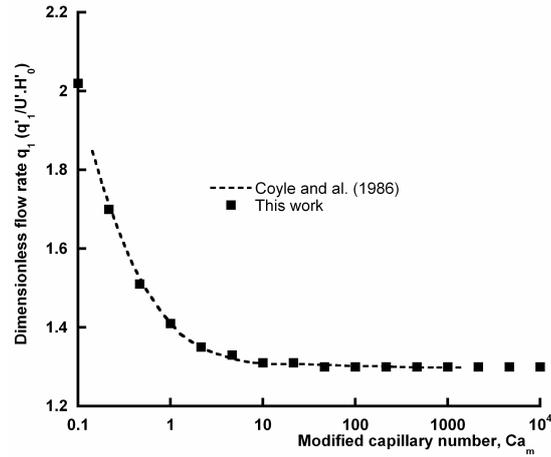


Figure 4.12: Dimensionless flow rate as a function of modified capillary number in the monolayer case. Comparison with the analytical results of Coyle et al. (1986).

Food bolus flow rates

Figure 4.13-a shows that viscosity effects have a relatively low impact on food bolus flow rate q_2 . There are two asymptotic cases: when α tends to zero or infinity, q_2 tends to two different constants depending on q_1 . The variation is about 20%.

Figure 4.13-b represents the food bolus flow rate q_2 against the saliva flow rate q_1 for different values of viscosity ratios α . We observe two asymptotic cases. When there is no saliva at the interface ($q_1 = 0$), the bolus flow rate is constant regardless of the viscosity and q_2 is equal to 1.3015. When saliva fully floods the contact ($q_1 = 1.3015$), the bolus does not coat the mucosa ($q_2 = 0$). For $\alpha > 1$, we observe that q_2 reaches a maximum for the low values of q_1 . After this maximum, q_2 decreases with q_1 .

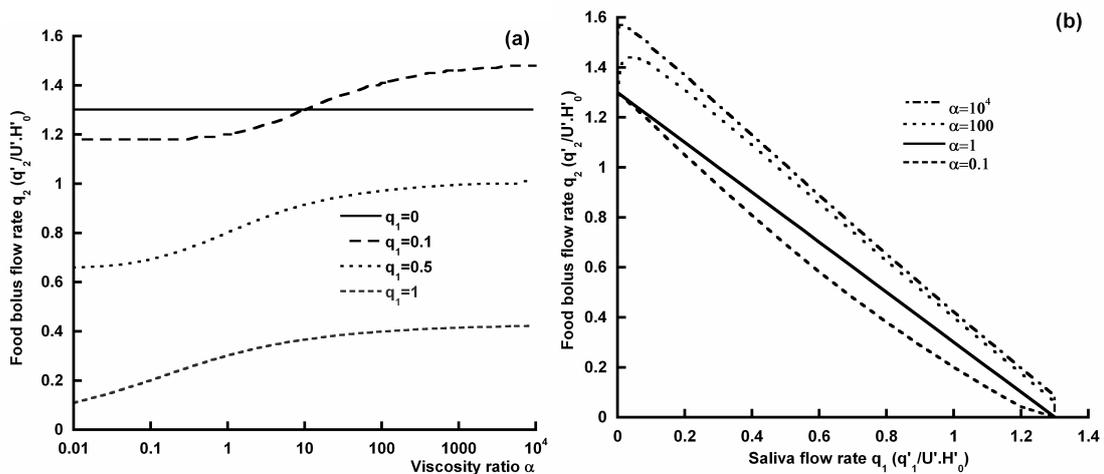


Figure 4.13: Dimensionless food bolus flow rate as a function of the viscosity ratio α for different saliva flow rates q_1 (a) and as a function of the saliva flow rate q_1 for different viscosity ratios α (b) at imposed gap and velocity ($Ca_m = 1000$).

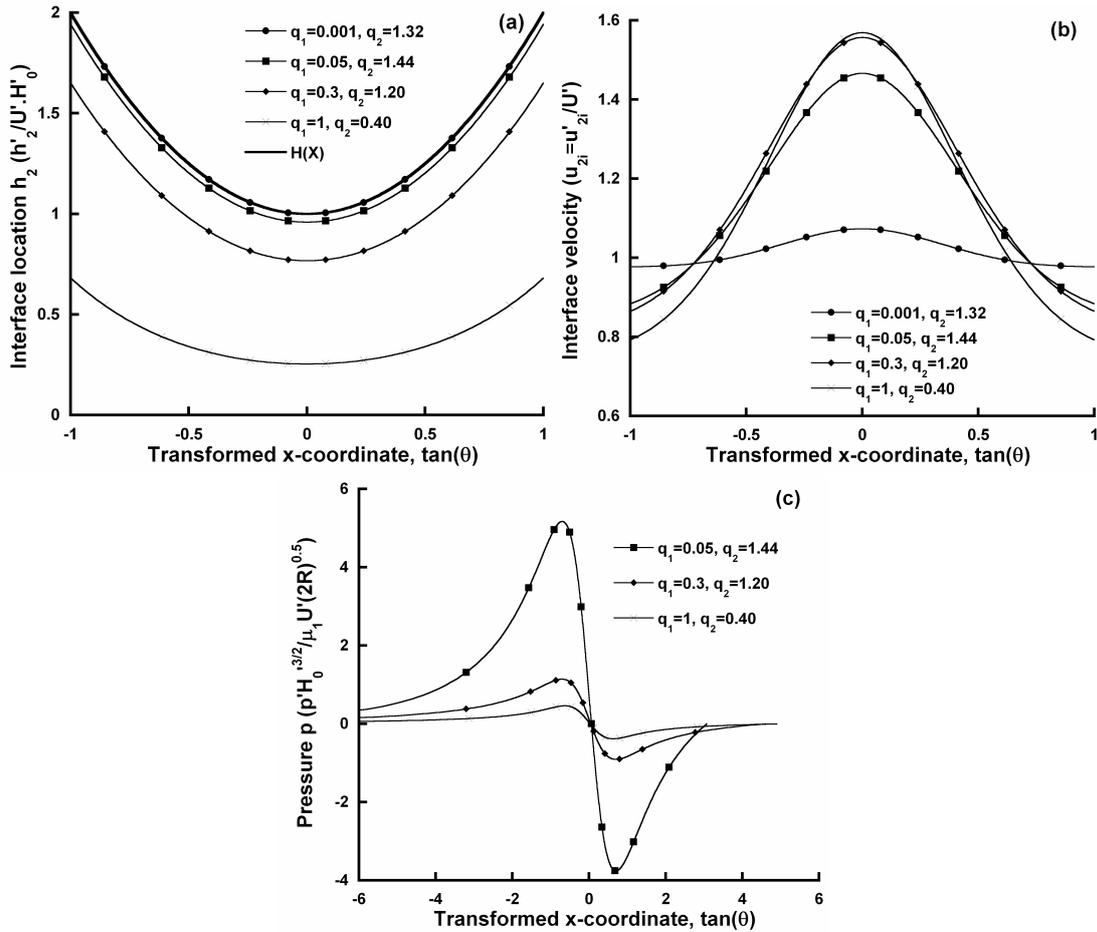


Figure 4.14: Location of the interface between the food bolus and saliva h_2 (a), velocity at the interface between the food bolus and saliva (b), and pressure profile p (c), for different dimensionless saliva flow rates q_1 and for a viscosity ratio α of 100 ($Ca_m = 1000$).

Pressure and surface profiles

This optimum is due to two antagonistic phenomena. The first is the fact that the contact obstruction by saliva is greater when q_1 increases and q_2 thus decreases. In fact, Figure 4.14-a shows the evolution of the interface location between the two fluids in the contact. When q_1 increases, the obstruction by saliva is increasingly high. The second is due to the fact that the bolus shears the saliva thickness, especially since its viscosity is considerable, as shown in Figure 4.14-b, the velocity at the interface between the two fluids is faster and q_2 increases. Figure 4.14-c shows the characteristic pressure profile that is generated in the contact. The pressure steeply increases as the fluid is dragged into the narrowing channel, after which the channel widens and the pressure drops. Figure 4.14-c also reveals how it develops when the saliva flow rate falls.

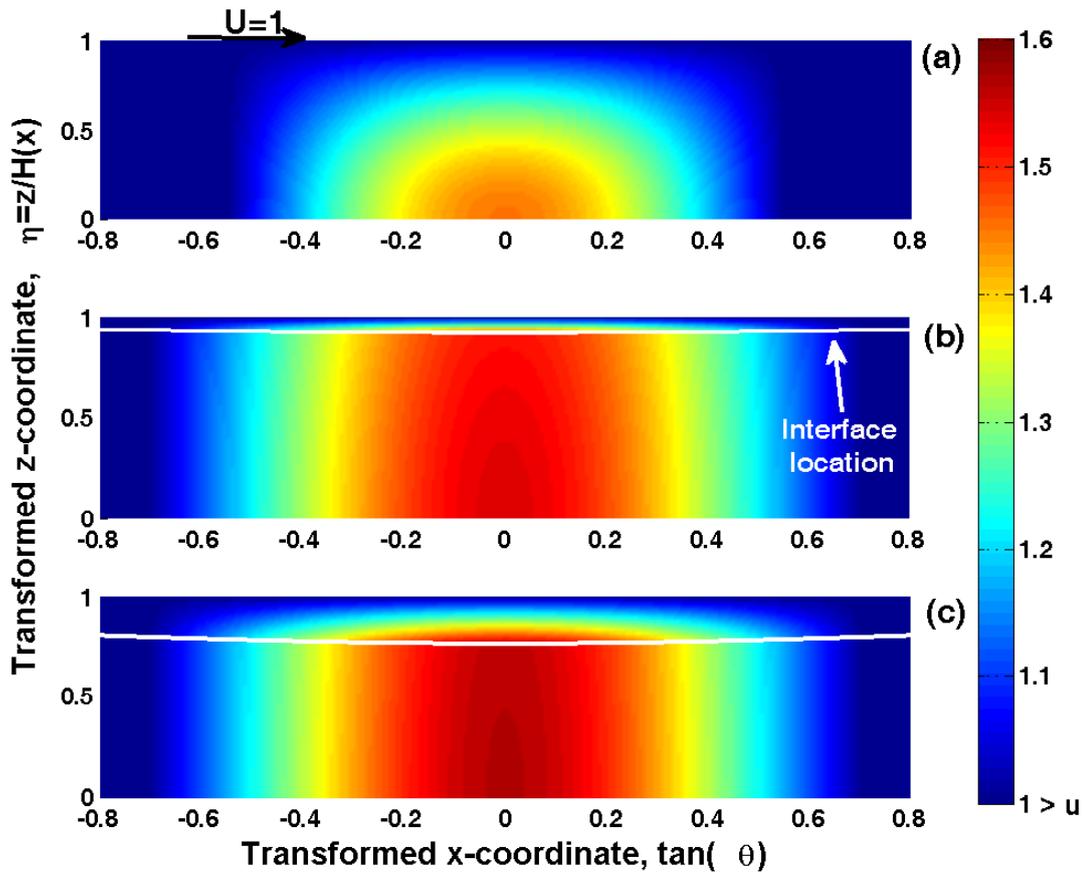


Figure 4.15: Example of flow field distribution (isovalues of velocity) in the contact and saliva / food bolus interface (with line) for $q_1 = 0$ and $q_2 = 1.30$ (a), $q_1 = 0.1$ and $q_2 = 1.41$ (b), $q_1 = 0.3$ and $q_2 = 1.20$ (c), ($\alpha = 100$ and $Ca_m = 1000$).

Flow field distribution

Figure 4.15 presents flow field distributions and the location of the food bolus / saliva interface in the contact between the root of the tongue and the pharyngeal wall for different saliva flow rate at $\alpha = 100$ and $Ca_m = 10^3$. The velocity steeply increases as the fluid is dragged into the narrowing channel, after which the channel widens and the velocity decreases. The velocity is maximal at the axe of symmetry ($z = 0$) and minimal at the wall ($z = H(x)$). When the saliva flow rate q_1 increases, the food bolus velocity increases, but the obstruction of the contact by saliva increases too.

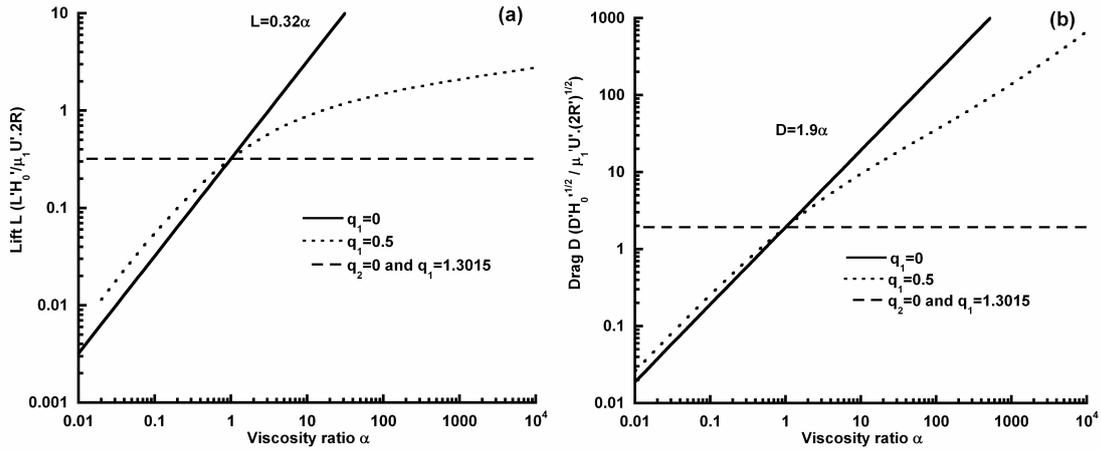


Figure 4.16: Dimensionless load L (a) and drag D (b) as a function of the viscosity ratio α for different saliva flow rates q_1 at imposed gap and velocity ($Ca_m = 1000$).

Generated forces

Lift and drag are represented in Figures 4.16-a and b compared to α for different values of q_1 . In the case of a monolayer of saliva ($q_2 = 0$ and $q_1 = 1.3015$), they are 0.32 and 0.9, respectively. These values correspond to those we can obtain from the analytical equations of Coyle et al. (1986). When there is no saliva at the interface ($q_1 = 0$), we have $L = 0.32\alpha$ and $D = 1.9\alpha$. When the contact is lubricated by saliva, the forces generated are included between these two asymptotic cases.

Finally, saliva reduces the influence of bolus viscosity on the generated forces and flow rates.

4.3.5.2 Experimental results

Experimental data are represented in Figure 4.17. Glucose syrup flow rate (bolus) is plotted against water flow rate (saliva) for two viscosity levels ($2.6 \cdot 10^{-2}$ Pa.s and 0.4 Pa.s).

The uncertainties are greater when q_1 increases, because these data are obtained for small gaps and the machining defects are considerable compared to the gap (cf. §4.3.4). We observe that the non-lubricated points for glucose syrups and water are close to the theoretical value of 1.3. Non-lubricated points for water have been established with a small gap in order to avoid effects of gravity, explaining the high level of uncertainties. Gravity effects cannot be avoided for lubricated data but can simply be included in the model (cf. §4.3.3.3). Each data set was modelled and the comparison with experimental data and numerical results are given in Figure 4.17. The maximal value of the Stokes number St representing gravity effects on viscous effects is 0.58. This observation confirms that gravity could not be ignored in the experiments and that the flow was

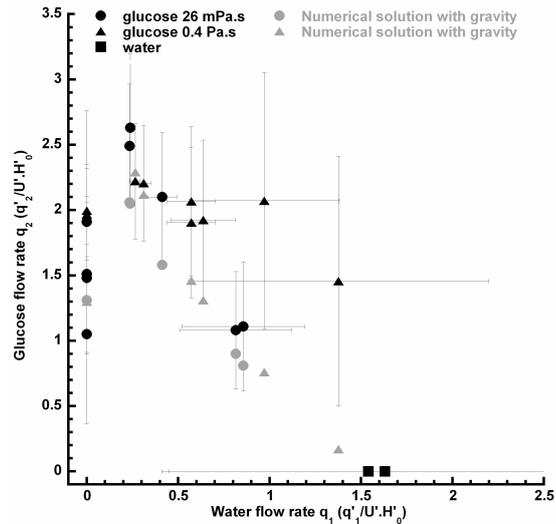


Figure 4.17: Glucose flow rate as a function of water flow rate for two viscosity levels (in black) at imposed gap and velocity. Each piece of data has been modelled by taking gravity effects into account (in grey).

not dominated by gravity. Figure 4.17 shows that experimental results are in agreement with model predictions. For high viscosity and high levels of lubrication, the measured flow rates are greater than those predicted. For this data, we observed that a large quantity of water came back up and dissolved the glucose syrups during measurement. In the case of a large gap, the mixing of glucose syrups by water was very low. We can hypothesize that when lubrication is considerable, the flow becomes unstable and recirculations are generated as observed.

Numerical results are therefore in agreement with experimental data when saliva flow rates and viscosity ratios are relatively low. The lubrication theory is thus an effective tool for modeling these phenomena. When they were high, model predictions were underestimated compared to experimental results. We can assume that in these cases instabilities and recirculation could occur because the saliva film is very confined and sheared. Saliva thickness has a strong influence on the results and its relative importance could change the nature of the flow.

In conclusion, the experimental results validate the bilayer lubrication model developed in this study.

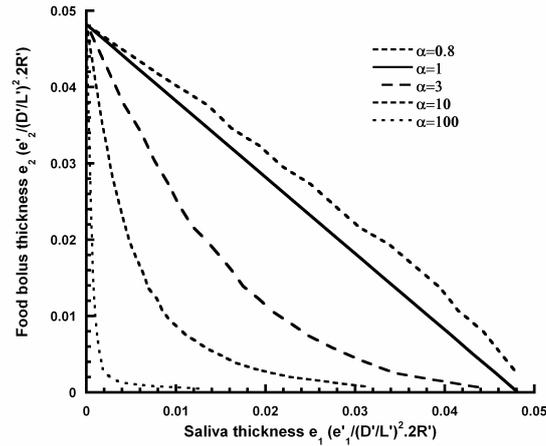


Figure 4.18: Dimensionless food bolus thickness e_2 as a function of saliva thickness e_1 for different viscosity ratio α at a given force (load and drag).

4.3.6 Application to flavour release and discussion

4.3.6.1 Qualitative applications to swallowing

We now qualitatively analyse the influence of saliva and food bolus viscosity on aroma release. In the first section of this article, we concluded that the hypothesis of constrictor muscles working at imposed load and drag is - although speculative - reasonable. The previously results obtained can be easily rearranged in order to consider that a given force is applied to the cylinders. Calculation details are given in the appendix. Figure 4.18 represents dimensionless residual food bolus thickness e_2 compared to dimensionless initial saliva thickness e_1 for different viscosity ratios α at imposed load and drag. When there is no saliva at the interface, bolus thickness is constant regardless of the viscosity ($e_2 = 0.036$) and when saliva thickness fully floods the contact ($e_1 = 0.036$), the bolus does not coat the mucosa. Between these extremes, when saliva thickness and viscosity increase, bolus thickness decreases.

4.3.6.2 Application to flavour release

As mentioned in the Introduction, the role of viscosity on flavour release has to be clarified. To be perceived, aroma compounds must be released from the food bolus to reach the olfactory receptors. Many authors agree that short term aroma persistence (<1 min) is due to food coating on the pharyngeal mucosa (Wright et al., 2003a; Normand et al., 2004; Trélea et al., 2008). The goal of this section is to analyse the influence of viscosity on aroma release from a rheological point of view, independently of other mechanisms, via the product layer thickness.

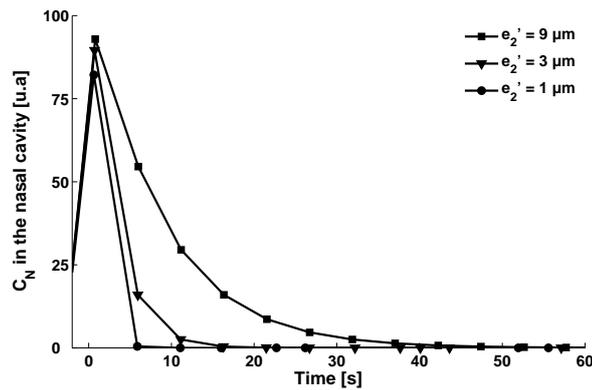


Figure 4.19: Evolution of the relative concentration in aroma compound C_N in the nasal cavity for different residual thicknesses of product e'_2 : a decrease of the thickness induces a decrease of the “persistence” (from Doyennette et al., 2011).

Considering that the contact is fully flooded by saliva and the food bolus, the area of the deposited film is constant regardless of the viscosity, and only the film thickness can vary. The main transport phenomenon of aroma compounds in the thin film is diffusion. In the air, the molecules are stripped by breathing. Based on a dimensional analysis as proposed by Weel et al. (Weel et al., 2004), the characteristic time τ' (s) of aroma compound depletion in the coating film is in first approximation given by $\tau' \sim e'^2_2/D'_a$, with e'_2 the residual food bolus thickness (in m) and D'_a the aroma diffusion coefficient in the fluid (typically 10^{-9} m²/s for aroma compounds in water). Hence, a variation of the product thickness induces a variation of the characteristic time of the depletion that we refer to as the “persistence.” Figure 4.19 illustrates the influence of the thickness on the dynamic profile of aroma release. These data are the predictions of a mechanistic model based on the one developed by Tréléa et al., 2008 (Doyennette et al., 2011).

In terms of aroma release, if the contact is not fully flooded by saliva, the decrease of the food bolus thickness with an increase of viscosity (Figure 4.18) induces a decrease of aroma persistence when viscosity increases independently of physicochemical properties, i.e. D'_a is constant. For example, the characteristic time of the “persistence” is divided by 4 between viscosity ratios of 1 and 3 and for a saliva thickness of 0.02. If saliva fully floods the contact ($t'_1 > 0.036$), the coating can be due to interdiffusion, mixing or instabilities. Finally, two sets of conditions can be distinguished depending on the value of t'_1 . The first is characterised by a relatively thin layer of saliva; food bolus viscosity has a strong influence on mucosa coating and, therefore, on flavour release. The second is obtained when the layer of saliva is relatively thick; the mucosa coating must be due to a hydrodynamic mixing with saliva, diffusion or instabilities.

4.3.6.3 Quantitative application

In this section, the results are quantitatively applied. In the first part of this article, we gave the order of magnitude of the lift applied by the constrictors and the peristaltic wave velocity, but we have no data on the applied drag (Table 4.1). Knowing the applied load and the wave velocity, we can estimate the thickness of saliva necessary to fully flood the contact (corresponding to the monolayer case). From the dimensionless expressions of the lift L' and the thickness e' , we can deduce the following relationship: $e' = e \cdot \mu_1 \cdot U' \cdot 2 \cdot R \cdot L / L'$ where U' is the wave velocity ($= 0.2$ m/s), R' the radius ($= 40$ mm, estimated from [Chang et al. \(1998\)](#)), μ'_1 the saliva viscosity ($= 5$ mPa.s) and L' the applied load ($= 10$ N/m). The values of e' and L' are those obtained when the contact is fully flooded by food bolus (1.3 and 0.32, respectively). We observe that the initial thickness of saliva should be lower than $3.3 \mu\text{m}$ for the bolus to coat the mucosa. This value seems quite small, but no value of saliva thickness coating mucosa is given in the literature to our knowledge. It should be emphasised that the calculations were performed with rigid cylinders that might result in the underestimation of this thickness. To improve model predictions, it would be interesting to take mucosa deformability into account.

Finally, this type of biomechanical model, combined with a mechanistic model for in vivo aroma release, could be a relevant tool to help formulate food in order to obtain specific dynamic profiles of aroma release or products adapted to people who suffer from swallowing disorders.

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the French National Research Agency (ANR) project « SensInMouth » for its financial support.

Appendix

For a given lift L' and drag D' , the dimensionless variables are:

$$z = \frac{z'}{(D'/L')^2 2R}$$

$$x = \frac{x'}{2R'D'/L'}$$

$$u = \frac{u'}{D'^2/\mu'_1 L'}$$

$$p = \frac{p'}{L'^2/2R'D'}$$

$$q = \frac{q'}{2R'D'^4/\mu'_1 L'^3}$$

We have two conditions for the dimensionless lift and the drag: $L = 1$ and $D = 1$. The values at given gap and velocity and the variables at a given lift and drag are identified by “a” and “b” respectively. The dimension flow rate can be expressed in two ways:

$$q'_i = U' H'_0 q_i^a \quad (4.38)$$

$$q'_i = \frac{2R'D'^4}{\mu'_1 L'^3} q_i^2 \quad (4.39)$$

By equalising the two relationships and replacing L' and D' with $L^a = \frac{L'H'_0}{\mu'_1 U' 2R'}$ and $D^a = \frac{D'H'_0}{\mu'_1 U' \sqrt{2R'H'_0}}$, we have:

$$q_i^b = q_i^a L^{a3} / D^{a4} \quad (4.40)$$

In the same way, we determine the cylinder velocity:

$$U^b = U^a . L / D^{a2} \quad (4.41)$$

where $U^a = 1$. The deposited layer t_i is given by the flow rate divided by the cylinder velocity:

$$t_i^b = q_i^a \left(\frac{L^a}{D^a} \right)^2 \quad (4.42)$$

On the basis of this relationship, we can easily plot the dimensionless deposited thickness of the food bolus e_2 against the initial thickness of saliva e_1 for different viscosity ratios α . However, it should be observed that the modified capillary number is not constant. In fact, the boundary pressure condition at the contact output becomes:

$$p^b(\theta_m) = -\frac{1}{\alpha C a_m^b \cdot r} \quad (4.43)$$

with $C a_m^b = D'/\sigma_2$.

Hence, we obtain a relationship between the modified capillary number at a given velocity and gap and therefore, a given lift and drag : $C a_m^b = D^a C a_m^a$.

Since $C a^a$ has a low impact on the results (cf. 4.3.5.1), the fact that C_m^b is not constant has a little influence on the results. These manipulations make it possible to avoid supplementary numerical resolution.

4.4 Modèle biomécanique du péristaltisme pharyngé, Publication n°4

L'analyse précédente a permis de déterminer les hypothèses de base d'une modélisation de l'enduction des muqueuses pharyngées. Le modèle développé considèrerait que l'enduction des muqueuses pharyngées pouvait être assimilée à un processus d'enduction par des cylindres rigides contra-rotatifs. Cette hypothèse a beaucoup aidé à la mise en place d'un système expérimental relativement simple techniquement. Cependant, en réalisant des applications numériques, nous nous sommes rendus compte que l'hypothèse de cylindres indéformables était forte. L'objectif de cette partie est, par conséquent, de développer un nouveau modèle prenant en compte la déformabilité des muqueuses. Les résultats ont été ensuite inclus dans le modèle de libération des composés d'arôme présenté précédemment et les prédictions obtenues ont été comparées avec les observations *in vivo* précédentes (cf. §4.2).

Cette section est présentée sous la forme d'un article soumis au Journal of Applied Physiology, dont le résumé en français est donné ci-dessous.

Résumé Après la consommation d'un produit liquide ou semi-liquide, un film mince responsable du profil dynamique de libération des composés d'arôme enduit les muqueuses du pharynx. L'objectif de cet article est de comprendre et quantifier le rôle de la salive et de la viscosité du bol alimentaire sur l'enduction des muqueuses pharyngées. À partir de l'analyse de [de Loubens et al. \(2010\)](#), un modèle élastohydrodynamique a été développé qui s'intéresse en particulier à la région la plus occluse du péristaltisme pharyngé. Le modèle prend en compte la lubrification par un film de salive et la déformabilité des muqueuses. Le débit de bol alimentaire et les charges générées sont prédites selon trois nombres sans dimension : le débit de salive adimensionné, le ratio de viscosité entre la salive et le bol et le nombre d'élasticité. Les résultats ont été appliqués afin de simuler la libération des composés d'arôme en considérant des conditions physiologiques. Deux régimes ont été distingués. Le premier est obtenu lorsque le film de salive est fin. Dans ce cas la viscosité du bol a un impact important sur l'enduction des muqueuses et la libération des composés d'arôme. Le second est obtenu lorsque l'épaisseur de salive est épais. Dans ce cas, le bol enduisant les muqueuses est très dilué par la salive durant la déglutition et l'impact de sa viscosité sur la libération des composés d'arôme est faible. Pour des paramètres physiologiques typiques et des viscosités de bol faibles (~ 50 mPa.s), la valeur limite est d'environ $10 \mu\text{m}$. Enfin, ce modèle est capable d'expliquer l'origine physique des observations *in vivo* trouvées dans la littérature.

Publication n°4, soumise au Journal of Applied Physiology
A biomechanical model of swallowing for understanding the role
of saliva and food bolus viscosity on flavour release

Clément de Loubens*, Albert Magnin**,
Marion Doyennette*, Ioan Cristian Trélea*, Isabelle Souchon*
*UMR 782 Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires, INRA / AgroParisTech,
CBAI 78850 Thiverval Grignon, France

**Laboratoire de Rhéologie, Université Joseph Fourier-Grenoble I, Grenoble INP, CNRS (UMR 5520),
BP 53, Domaine Universitaire, 38041 Grenoble cedex 9, France

Abstract After eating a liquid or a semi-liquid food product, a thin film responsible for the dynamic profile of aroma release coats the pharyngeal mucosa. The objective of the present article was to understand and quantify the role of saliva and the food bolus viscosity on the pharyngeal mucosa coating. Based on the analysis of [de Loubens et al. \(2010\)](#), an elastohydrodynamic model was developed for Newtonian liquids that focused on the most occluded region of the pharyngeal peristaltic wave. The model took lubrication by a saliva film and mucosa deformability into account. Food bolus flow rate and generated load were predicted as functions of three dimensionless variables: the dimensionless saliva flow rate, the viscosity ratio between saliva and the food bolus, and the elasticity number. Considering physiological conditions, the results were applied to predict aroma release kinetics. Two sets of conditions were distinguished. The first one was obtained when the saliva film is thin, in which case food bolus viscosity has a strong impact on mucosa coating and on flavour release. The second was obtained when the saliva film is thick and the food bolus coating the mucosa is very diluted by saliva during the swallowing process and the impact of viscosity on flavour release is weak. For typical physiological parameters and low food bolus viscosity (~ 50 mPa.s), the limit value of saliva thickness is approximately of 10 μm . Finally, this model made it possible to understand the physical origins of *in vivo* observations found in the literature.

4.4.1 Introduction

Food formulation has to take nutritional recommendations (low fat content, less salt and sugar) into account for controlling both flavour and texture perception. To do this, analysis of the physiological and biomechanical mechanisms underlying food bolus formation and rheology ([Woda et al., 2010a](#); [Yven et al., 2010](#); [Chen et Lolivret, 2010](#)) and texture perception ([Strassburg et al., 2007](#); [van Aken, 2010](#)) is a promising possibility for understanding the mechanisms involved in sensory stimulus release and for improving the nutritional quality of foods without modifying their organoleptic properties.

After eating a liquid or a semi-liquid food product, a thin film responsible for the dynamic profile of aroma release coats the pharyngeal mucosa ([Levine, 1989](#); [Buettner](#)

et al., 2001). Many studies hypothesize that the rheological properties of the food bolus modify the coating and, as a result, the dynamic profile of flavour release (Hollowood et al., 2002; Cook et al., 2003a; Weel et al., 2004; Saint-Eve et al., 2006). However, it is difficult to distinguish between physical effects such as the pharyngeal mucosa coating and sensory interactions between texture and aroma.

To understand the physical phenomena governing the pharyngeal mucosa coating, de Loubens et al. (2010) analysed the physiology and biomechanics of swallowing. They showed that the thin film of product coating the mucosa is due to a weak reflux during the pharyngeal peristalsis between the root of the tongue and the posterior pharyngeal wall (Figure 4.20). To physically represent this phenomenon and simplify the problem, they focused their attention on the most occluded region of the peristaltic wave. In this region, the pharyngeal peristalsis wave is equivalent to a forward roll coating process. The action of the pharyngeal constrictors muscles is equivalent to setting a normal force on the rolls, referred to as load L' (Figure 4.20). Based on this physiological analysis, a fluid-mechanical model that considers lubrication by a saliva film was developed. Mucosa deformability was not considered in the first model of

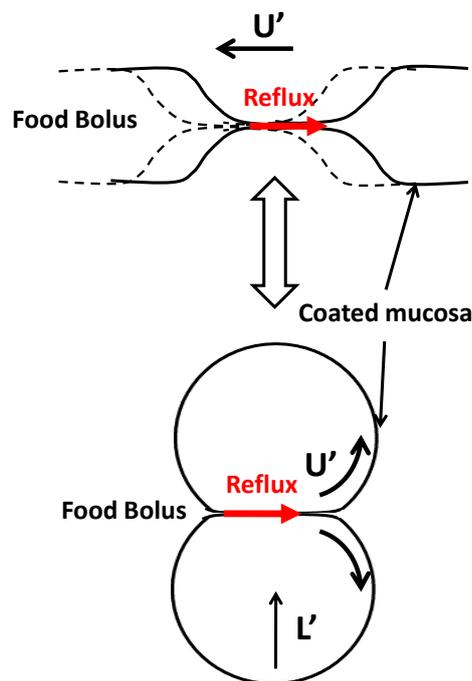


Figure 4.20: Diagram of the peristaltic wave and associated study system. Near the most occluded point, the pharyngeal walls are in rotation compared to each other. U' is the wave velocity (m/s) and L' the load applied by the pharyngeal constrictors muscles (N/m). Adapted from de Loubens et al. (2010).

de Loubens et al. (2010). Taking mucosa deformability into account may quantitatively improve the model predictions.

The purpose of this study was to develop an elastohydrodynamic model of the pharyngeal peristalsis in order to understand and quantify the role of saliva and the food bolus on the pharyngeal mucosa coating. The equation system was scaled by the elastic effects and solved numerically. A parametric study showed the influence of the different model parameters on food bolus flow rates and generated forces. Finally, the model was applied to flavour release and the predictions were compared with *in vivo* observations obtained from the literature.

4.4.2 Elastohydrodynamic model of the pharyngeal peristalsis

4.4.2.1 Model hypothesis

As de Loubens et al. (2010), we considered that the swallowing process is equivalent to a forward roll coating process (Figure 4.20). Moreover, we took the deformability of the mucosa into account. The general features of the forward roll coating process with deformable rolls for Newtonian fluids have been described by Coyle (1988b). This author analysed the flow by means of two dimensionless numbers: the elasticity parameter E_s is the ratio of viscous to elastic forces

$$E_s = \frac{\mu' U'}{(2R')^2 E'_e} \quad (4.44)$$

and the load parameter F is the ratio of the external load to the elastic forces:

$$F = \frac{L'}{(2R')^2 E'_e} \quad (4.45)$$

where E'_e is the effective elastic modulus of the substrate that covers the deformable rolls (Pa/m), μ' the viscosity of the fluid (Pa.s), R' the rolls radius (m), U' the velocity (m/s) and L' the applied load per unit of width (N/m). Two limiting cases can be distinguished. When F is low and E_s is high, the viscous forces predominate. This case tends to the rigid roll limit that was the case developed for pharyngeal peristalsis by de Loubens et al. (2010). When F is high and E_s is low, the elastic forces dominate and the pressure profile is similar to that of a dry contact. This case is the large deflection limit. The cylinders surfaces would intersect if there were no deformation. Coyle (1988b) defined the effective elastic modulus by $E'_e = E'/e'_m$, where E' is the Young modulus of the substrate (Pa) and e'_m its thickness (m). Useful physiological data

on the pharyngeal peristalsis are given in Table 4.2. From these data and the results obtained by Coyle (1988b), we can estimate that the pharyngeal peristalsis occurs on the large deflection limit ($F \approx 3.10^{-5}$ and $E_s \approx 8.10^{-9}$), although the parameters have an wide range of variation.

The present physical situation is therefore modeled with the lubrication approximation for Newtonian liquids: the inertial terms are neglected compared to the viscous terms in the Navier-Stokes equations. The use of the lubrication approximation for the most occluded region of the pharyngeal peristalsis wave and the fact that the flow can be considered as stationary was already justified by de Loubens et al. (2010). In addition, we take the presence of a lubricating saliva film and mucosa deformability into consideration.

The geometry is symmetric along the x-axis (Figure 4.21). Relative quantities associated with saliva and the food bolus are referred to as 1 and 2, respectively. Between the two fluids, we ignored diffusion and surface tension effects. The dimensional values are identified by the symbol '. The flow rate of saliva q'_1 (m^3/s) is assumed to be known and the flow rate of the food bolus q'_2 is calculated. μ'_i (Pa.s) refers to the viscosities, e'_m the thickness (m) of the deformable layer of mucosa, $H'(x)$ the half gap between the two cylinders (m), H'_0 the “negative-gap width” (m), $h'_2(x)$ the location of the interface between the food bolus and saliva (m), U' the cylinder velocity (m/s), L' the load per unit of width (N/m), and R' the radius (m).

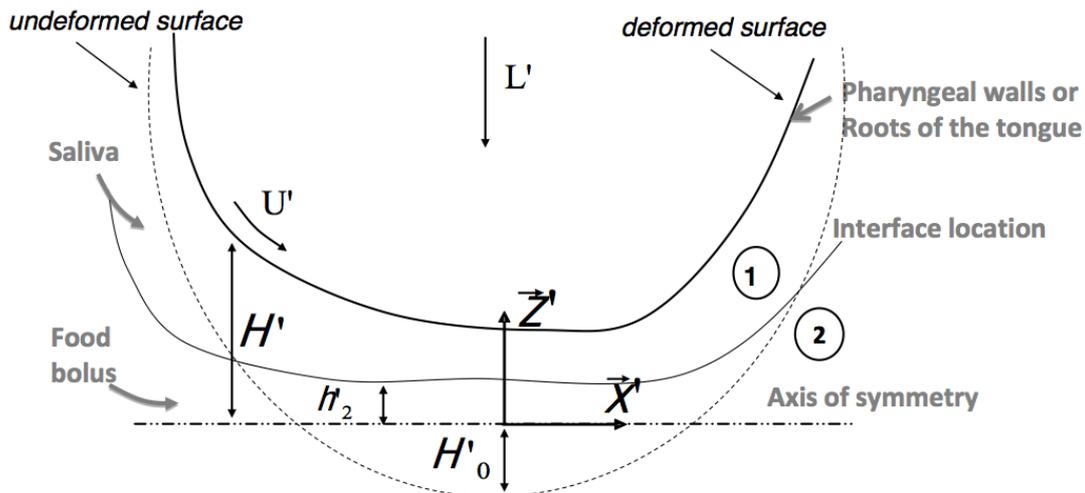


Figure 4.21: Diagram of definition and notations. U' is the wave velocity (m/s), L' the load applied by the pharyngeal constrictors muscles (N/m), $H'(x')$ the mucosa location (m), $h'_2(x')$ the interface location between the food bolus and the saliva and H'_0 the “negative-gap width.”

Table 4.2: Physiological variables and approximate corresponding values.

Description	Symbol	Typical values	References
Saliva thickness	e'_1	no data	
Saliva viscosity	μ'_1	1-10 mPa.s	Schipper et al., 2007
Food bolus viscosity	μ'_2	>1 mPa.s	
Wave velocity	U'	0.1-0.5 m/s	Dantas et al., 1990; Chang et al., 1998; Meng et al., 2005
Radius	R'	40 mm	estimated from Chang et al., 1998
Elasticity modulus of the mucosa	E'	20-200 kPa	Diridollou et al., 2000; Kim et al., 1998
Mucosa thickness	e'_m	1-4 mm	Diridollou et al., 2000
Load	L'	10-60 N/m	de Loubens et al., 2010
Load parameter	F	$\sim 3 \cdot 10^{-5}$	calculated with (4.45)
Elasticity parameter	E_s	$\sim 8 \cdot 10^{-9}$	calculated with (4.44)

4.4.2.2 Elastic model of the mucosa

Near the contact point, the undeformed roll surface profiles are locally approximated by parabolas:

$$H'(x') = -H'_0 + \frac{x'^2}{2R'} + \Delta H'(x') \quad (4.46)$$

where $\Delta H'(x')$ is the cylinder surface deflection and must be expressed in terms of model for the elastic deformation of the rolls. The deformation of the layer can be considered with different models. [Skotheim et Mahadevan \(2005\)](#) have carried out a detailed study of fluid-immersed compressible, incompressible and poro-elastic soft interfaces. The one-dimensional Constrained Column Model (CCM) is the most tractable and the least intensive at the computational level. It assumes that the local pressure p' is directly proportional to the local deflection:

$$\Delta H'(x') = \frac{p'(x')}{E'_e} \quad (4.47)$$

For large deflections and incompressible compliant layers such as mucosa, [Carvalho et Scriven \(1995\)](#) and [Gostling et al. \(2003\)](#) have proposed:

$$E'_e = 4 \frac{E'}{e'_m} \quad (4.48)$$

They find good agreement between this model and most of the sophisticated models in terms of the flow rates and the generated forces. These two last assumptions were retained to model the surface deflection (4.47 and 4.48).

4.4.2.3 Dimensionless variables

For high load, viscous forces are small compared to elastic forces, so the pressure should be scaled with the latter. Choosing H'_0 as the length scale is the most convenient choice because it allows the model to be written in two parameters only, namely the viscosity ratio:

$$\alpha = \frac{\mu'_2}{\mu'_1} \quad (4.49)$$

and the elasticity number:

$$Ne = Es \left(\frac{2R'}{H'_0} \right)^{5/2} \quad (4.50)$$

where E_s is defined with the saliva viscosity: $E_s = \mu'_1 U' / (2R')^2 E_e$.

The limit $Ne \rightarrow +\infty$ corresponds to the case where the undeformed rolls would touch. The limit $Ne \rightarrow 0$ corresponds to the dry rolling contact. The dimensionless values defined for imposed velocity and gap are given by:

$$\begin{aligned} x &= \frac{x'}{\sqrt{2R'H'_0}} \\ z &= \frac{z'}{H'_0} \\ u_i &= \frac{u'_i}{U'} \\ q_i &= \frac{q'_i}{U'H'_0} \\ p_i &= \frac{p'_i}{E'_e H'_0} \\ L &= \frac{L'}{E'_e H'_0 \sqrt{2R'H'_0}} \end{aligned}$$

4.4.2.4 Hydrodynamic model

The cylinder profile is given by:

$$H(x) = -1 + x^2 + p(x) \tag{4.51}$$

The momentum conservation equations are solved in the lubrication approximation in their dimensionless form:

$$\frac{\partial p}{\partial x} = Ne \frac{\partial^2 u_1}{\partial z^2} \tag{4.52}$$

$$\frac{\partial p}{\partial x} = \alpha Ne \frac{\partial^2 u_2}{\partial z^2} \tag{4.53}$$

$$\frac{\partial p}{\partial z} = 0 \tag{4.54}$$

Defining $\eta = z/H(x)$ and $\beta = h_2(x)/H(x)$, and considering no wall slip, continuity of velocity and shear stress at the interface between the food bolus and the saliva and symmetry, the boundary conditions are:

$$u_1(\eta = 1) = 1 \quad (4.55)$$

$$u_1(\eta = \beta) = u_2(\eta = \beta) \quad (4.56)$$

$$\left. \frac{\partial u_1}{\partial \eta} \right|_{\eta=\beta} = \alpha \left. \frac{\partial u_2}{\partial \eta} \right|_{\eta=\beta} \quad (4.57)$$

$$\left. \frac{\partial u_2}{\partial \eta} \right|_{\eta=0} = 0 \quad (4.58)$$

After integration of (4.52) and (4.53), application of the boundary conditions (4.55), (4.56), (4.57) and (4.58) and of the mass conservation, the flow rates are given by:

$$q_1 = \frac{H^3(\theta)}{2Ne} \frac{dp}{d\theta} \cos(\theta)^2 \left[-\frac{\beta^3}{3} + \beta - \frac{2}{3} \right] + H(\theta) (1 - \beta) \quad (4.59)$$

$$q_2 = \frac{H^3(\theta)}{2Ne} \frac{dp}{d\theta} \cos(\theta)^2 \left[\beta^3 \left(1 - \frac{2}{3\alpha} \right) - \beta \right] + H(\theta)\beta \quad (4.60)$$

where $\theta = \arctan(x)$.

Upstream, we consider that the contact is fully submerged. Downstream, the film splits. In the large deflection case, [Coyle \(1988b\)](#) has demonstrated that this boundary condition has a slight effect on the results, so we consider that:

$$p\left(\theta = -\frac{\pi}{2}\right) = p\left(\theta = \frac{\pi}{2}\right) = 0 \quad (4.61)$$

After resolution, we calculate the resulting load:

$$L = \int_{-\pi/2}^{\pi/2} \frac{p(\theta)}{\cos(\theta)^2} d\theta \quad (4.62)$$

4.4.2.5 Resolution method

From (4.59) and (4.60), we obtain an algebraic equation:

$$\begin{aligned} \frac{2}{3}H(\theta) \left(1 - \frac{1}{\alpha}\right) \beta^4 + \left[(q_1 - H(\theta)) \left(1 - \frac{2}{3\alpha}\right) + \frac{q_2}{3}\right] \beta^3 \\ + \left(\frac{H(\theta)}{3} - q_1 - q_2\right) \beta + \frac{2}{3}q_2 = 0 \end{aligned} \quad (4.63)$$

and a differential equation on the pressure:

$$\frac{dp}{d\theta} = \frac{3Ne(q_1 + q_2 - H(\theta))}{H(\theta)^3 \cos(\theta)^2 \left[\beta^3 \left(1 - \frac{1}{\alpha}\right) - 1\right]} \quad (4.64)$$

where

$$H(\theta) = -1 + \tan(\theta)^2 + p(\theta) \quad (4.65)$$

(4.63), (4.64) and (4.65) were solved using Matlab7 software. Even so, the integration had to be performed backwards in space (from $\pi/2$ to $-\pi/2$) to obtain numerical stability. For a set of parameters (q_1 , α , Ne), we iterated on q_2 until the boundary conditions (4.61) were verified.

4.4.3 Parametric study

4.4.3.1 Mono-layer case

Numerical solutions were validated by comparing the results in the mono-layer case with those of Coyle (1988b). Figure 4.22 shows the flow rate q_1 and the load L as a function of the elasticity number Ne . As shown by Coyle (1988b), from the results presented Figure 4.22, the flow rate and load dependence with Ne can be approximated by the relationships:

$$q_1 \approx 0.5Ne^{0.5} \text{ when } q_2 = 0 \quad (4.66)$$

$$L \approx 1.3 + 1.7Ne^{0.55} \text{ when } q_2 = 0 \quad (4.67)$$

When Ne tends to zero, the flow rate decreases and the load tends to 1.3. This value corresponds to a dry rolling contact and was verified analytically (Coyle, 1988b).

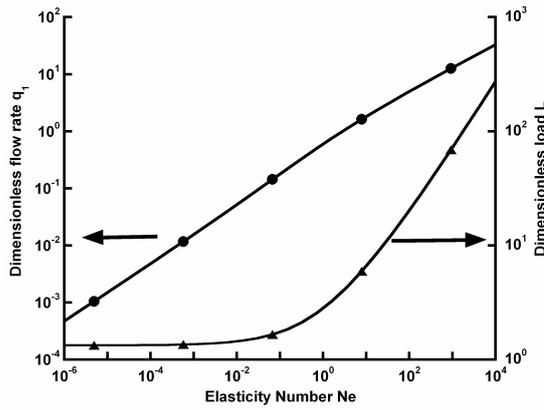


Figure 4.22: Dimensionless flow rate q_1 (●) and load L (▲) as a function of the elasticity number Ne in the mono-layer case ($q_2 = 0$).

4.4.3.2 Food bolus flow rates

Figure 4.23-a shows the influence of Ne and Figure 4.23-b the influence of the saliva flow rates q_1 at $Ne = 1$ on the food bolus flow rates q_2 for different cases.

The food bolus flow rate q_2 decreases when Ne tends to zero corresponding to the dry rolling contact.

When there is no saliva at the interface ($q_1 = 0$), q_2 dependence with Ne and α can be expressed with a relationship similar to (4.66):

$$q_2 \approx 0.5 (\alpha Ne)^{0.5} \text{ when } q_1 = 0 \tag{4.68}$$

Increasing the viscosity ratio α increases q_2 whereas saliva lubrication decreases

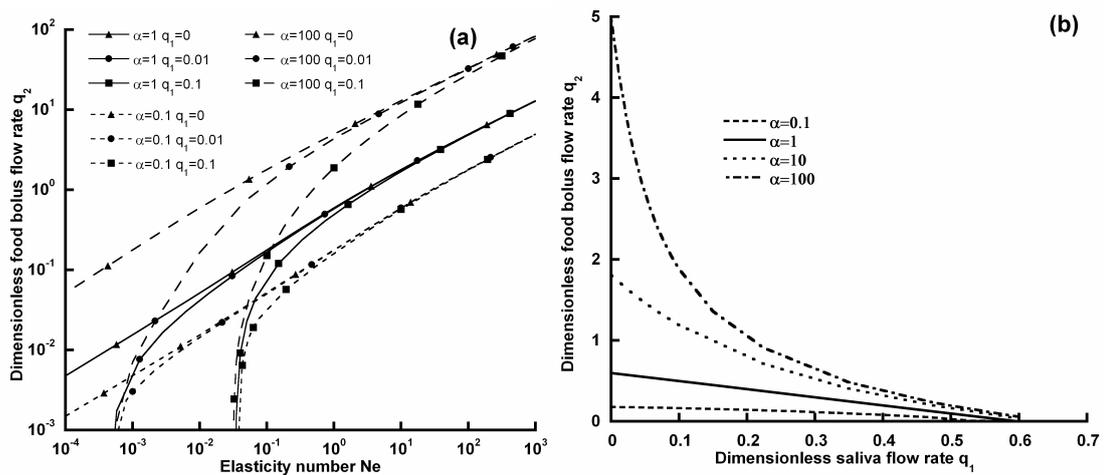


Figure 4.23: Dimensionless food bolus flow rate q_2 as a function of the elasticity number Ne for different viscosity ratios α and dimensionless saliva flow rates q_1 (a) and as a function of dimensionless saliva flow rate q_1 for different viscosity ratios α for $Ne = 1$ (b).

q_2 . The influence of the saliva flow rate q_1 decreases when Ne increases. When the relationship:

$$Ne \approx 4q_1^2 \tag{4.69}$$

is verified, the contact is over-flooded by saliva and q_2 tends to zero.

The viscosity ratio α has a strong influence on the food bolus flow rate q_1 when the saliva flow rate q_1 is low. Its impact drop sharply when q_1 increases.

4.4.3.3 Load

Figure 4.24-a shows the influence of Ne and Figure 4.24-b the influence of q_1 at $Ne = 1$ on the generated load L for different cases. When the contact is not lubricated by saliva, we obtain a relationship equivalent to (4.67):

$$L \approx 1.3 + 1.7(\alpha Ne)^{0.55} \text{ when } q_1 = 0 \tag{4.70}$$

When α increases, L increases. When α is smaller than 1, L decreases with q_1 , whereas L increases with q_1 when α is higher than 1. The dependence of L on q_1 is highly reduced when Ne is weak due to the fact that the contribution of hydrodynamic pressure to the load is negligible.

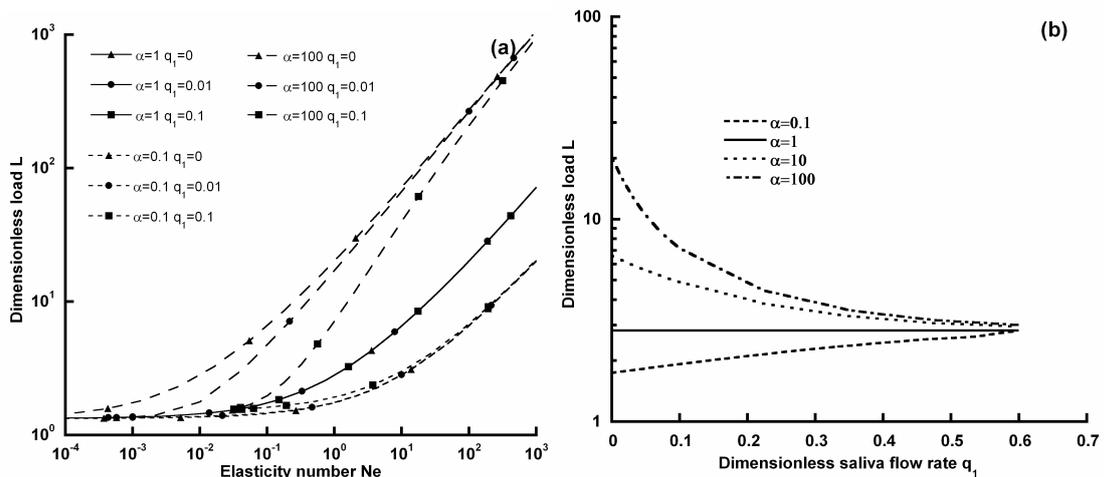


Figure 4.24: Dimensionless load L as a function of the elasticity number Ne for different viscosity ratio α and dimensionless saliva flow rates q_1 (a) and as a function of the dimensionless saliva flow rate for different viscosity ratios α at imposed gap and velocity for $Ne = 1$ (b).

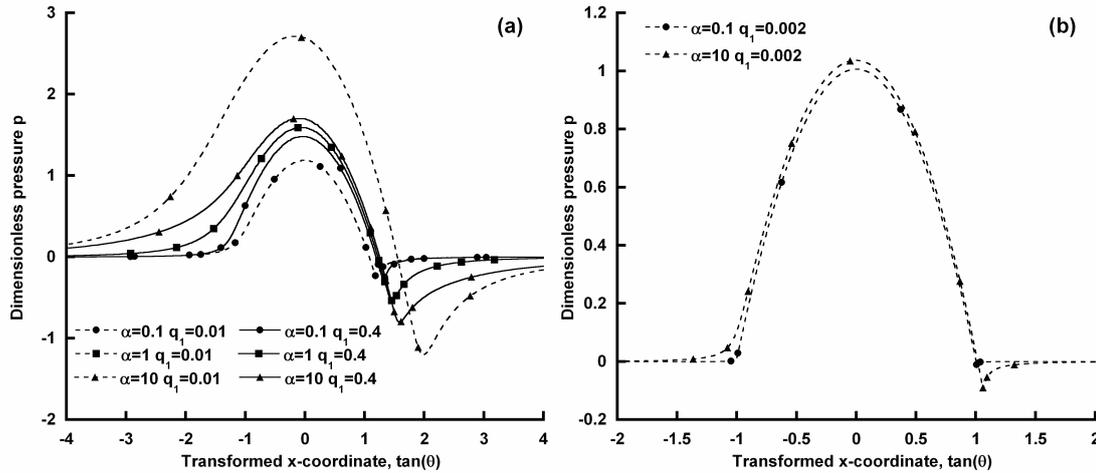


Figure 4.25: Dimensionless pressure profiles p for different viscosity ratio α and different dimensionless saliva flow rates q_1 at $Ne = 1$ (a) and $Ne = 10^{-3}$ (b).

4.4.3.4 Pressure profile

Figures 4.25-a and b show pressure profiles for $Ne = 1$ and $Ne = 10^{-3}$, respectively, for different cases. The pressure sharply increases as the fluid is dragged into the narrowing channel, after which the channel widens and the pressure drops. When α is higher than 1 the pressure profile developed with α and the saliva flow rate q_1 reduces its development and, inversely, when α is lower than 1. When Ne is weak, the pressure profile is less dependent on α and q_1 as shown in Figure 4.25-b for $Ne = 10^{-3}$. It tends to a parabola corresponding to a dry rolling contact (Coyle, 1988b) : the pressure profile is dominated by the elastic deformation of the mucosa.

4.4.4 Applications

The aim of this section is to provide quantitative results for typical physiological parameters, to apply these results to *in vivo* aroma release and to compare the predictions with *in vivo* experiments found in the literature.

4.4.4.1 Application to swallowing

Coating flows often present instabilities and the film varies in a wavy, sinusoidal-like manner across the substrate. This type of film thickness non-uniformity is usually referred to as ribbing. It is a consequence of an imbalance between surface tension forces and the pressure gradient present within the downstream nip region that generate vortex in the film-split region. In the case of a bi-layer coating, the two fluids are mixed together under the vortex action at the contact output. Chong et al. (2007) observed

that ribbing is present over a wide range of operating parameters for negative gaps. We can thus consider that ribbing and vortex occur during swallowing and that the food bolus is therefore mixed with the saliva film.

The interesting model outputs in terms of flavour release are the total thickness e' of the mixture of the food bolus with saliva ($e' = e'_1 + e'_2$) and the rate of dilution r of the food bolus in saliva defined by:

$$r = 100 * \frac{e'_1}{e'_1 + e'_2} \quad (4.71)$$

In order to apply the model to pharyngeal peristalsis, the mathematical model was used to calculate the thickness of bolus e'_2 deposited on the pharyngeal mucosa at imposed velocity U' and load L' . A value of L' to be reached was fixed and (4.63), (4.64) and (4.65) were solved as explained in §4.4.2.5. We iterated on q'_2 and H'_0 until (4.61) and (4.62) were verified. In fact, the action of the pharyngeal constrictors muscles is equivalent to setting a normal force on the rolls, referred to as load L' (de Loubens et al., 2010).

Figure 4.26 shows the total thickness (in μm) as a function of the rate of dilution (in %) for different parameters representative of different physiological conditions (Table 4.2).

Regardless of the parameters, the values of the elasticity number Ne are lower than the 1 and, as previously explained, the situation is therefore similar to the dry rolling contact. The load is due to the elastic forces and not to the hydrodynamic pressure.

When the viscosity ratio α is 1 (cases a1, b1, c1), the deposited thickness is constant regardless of the dilution rate is. When the viscosity ratio increases (comparison between the cases a1 and a10, for example), there are two sets of conditions. The first one is obtained when the food bolus is not very diluted with saliva ($r \rightarrow 0\%$) and the viscosity ratio has a considerable influence on the total thickness e' . The second one is obtained when the food bolus dilution increases ($r \rightarrow 100\%$) and the total thickness tends to a constant. In the cases a1, the rate of dilution between the two sets of conditions is about 45%, resulting in an initial saliva thickness e'_1 of approximately 5 μm . When the dilution ratio is maximal, the saliva entirely obstructs the contact and the bolus cannot coat the mucosa. The limit value of saliva thickness is approximately 10 μm in the case a.

The comparison between cases a and b illustrates the strong role of the peristalsis wave velocity U' . When U' is multiplied by 5, the total thickness is multiplied by 2.5. Moreover, the limit rate of dilution r and the limit of saliva thickness between the two

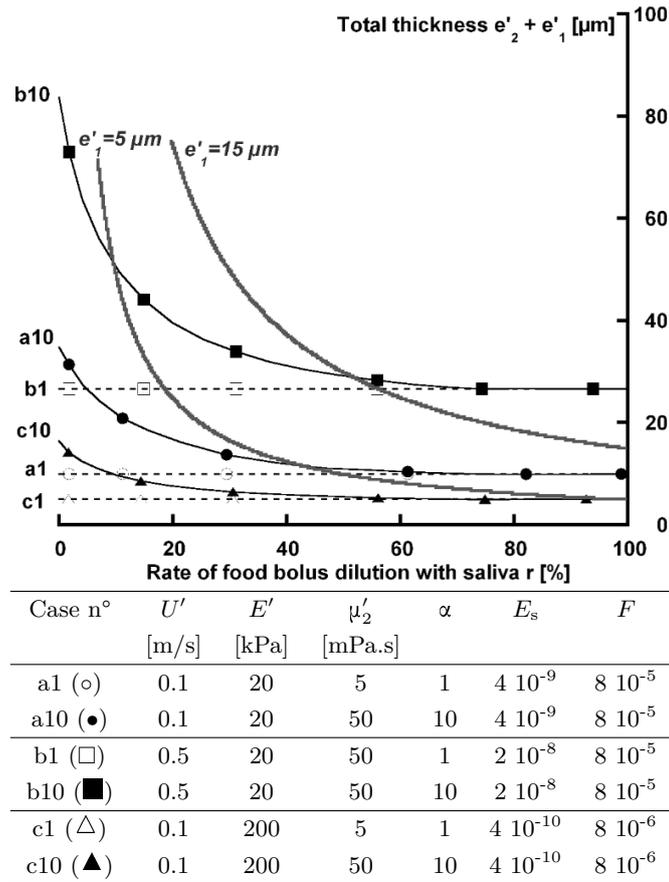


Figure 4.26: Total thickness when the food bolus is mixed with saliva $e' = e'_1 + e'_2$ as a function of the dilution rate of the food bolus with saliva $r = 100 * e'_1 / (e'_1 + e'_2)$ and iso-values of saliva thickness e'_1 (grey lines). $e'_m = 4$ mm, $R' = 4$ mm, $\mu'_1 = 5$ mPa.s, $L' = 10$ N/m

sets of conditions previously described increase when the wave velocity increases: in case a they are about 45% and 5 μ m and 55% and 15 μ m in case b. The saliva thickness value necessary to over-flood the contact increases from about 10 to 25 μ m ($r = 100\%$) as well.

The comparison of cases a10 and c10 shows that increasing the Young modulus of the mucosa E' reduces the total thickness. The values of E' reported in Table 4.2 have one decade of difference. This parameter is difficult to obtain *in vivo* and we have therefore used the Young modulus obtained from human skin *in vivo* (Diridollou et al., 2000) and of human pharyngeal tissue in *post mortem* tension (Kim et al., 1998). The mechanical behaviour of the mucosa would require more considerations. In fact, mucosa presents a viscoelastic behavior (Kim et al., 1998) and, as a result, the Young modulus obtained at the time scale of the process should be introduced into the model (Cohu et Magnin, 1997).

4.4.4.2 Application to flavour release

Predictions of aroma release kinetics

The results of the pharyngeal mucosa coating model were used in a mechanistic model that predicts aroma release (Doyennette et al., 2011). Figure 4.27 shows the kinetics of aroma release in the nasal cavity predicted by the mechanistic model for different viscosity ratio α and rates of dilution r calculated with the present model. In this section, we considered that the physico-chemical properties of the food bolus are independent of its viscosity.

Two sets of conditions can be distinguished according to the physiological parameters and the viscosity ratio. When the initial thickness of saliva and the dilution are weak ($r \rightarrow 0\%$, cases 3 and 4), viscosity has a considerable effect on the decreasing part of the aroma release kinetics, whereas when the dilution with saliva is strong ($r \rightarrow 100\%$, cases 1 and 2), viscosity has no effect on aroma release. In Figure 4.26, we show that for typical physiological parameters and a food bolus viscosity of 50 mPa.s, the order of magnitude of the limit value of saliva thickness that distinguishes the two cases is between 5 and 15 μm .

Comparison with in vivo aroma release kinetics

In this section, the model predictions are compared with the results obtained in the literature. Doyennette et al. (2011) carried out an *in vivo* investigation of the influence of viscosity on aroma release. They used glucose solutions as test fluids that varied widely in viscosity (from 0.7 to 405 mPa.s at 35°C). They concluded that the solution coating the pharyngeal mucosa was highly diluted with saliva. To show this, they compared the maximal relative concentration of kinetics C_{max} obtained *in vivo* with their model predictions for two different cases.

Figure 4.28 shows the maximal concentration of kinetics C_{max} obtained *in vivo* and predicted by the model in two different cases as a function of the viscosity of the glucose solution. They observed a maximal difference of 40% *in vivo* on C_{max} , depending on the glucose viscosity of the solution. However, when they simulated aroma release kinetics by considering that the residual thickness of the product was not diluted by saliva ($r=0\%$), they observed differences of 97% between the products whereas, when they considered a rate of dilution r of approximately 85%, their predictions were in agreement with the *in vivo* observations.

The biomechanical model developed in the present study makes it possible to understand the physical origins of these observations: the initial thickness of saliva coating the mucosa is sufficiently thick to dilute the food bolus coating the mucosa at the level of the most occluded region of the pharyngeal peristaltic wave and to break the viscosity influence on coating and flavour release. Moreover, the thickness of the residual

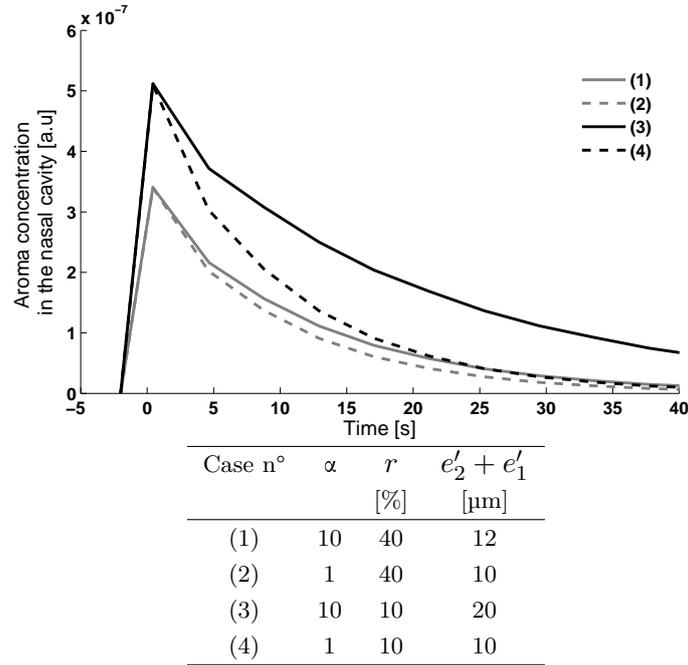


Figure 4.27: Aroma release kinetics predicted by the mechanistic model developed by Doyennette et al. (2011) for different rates of dilution of the food bolus with saliva ($r = 100 * e'_1 / (e'_2 + e'_1)$) and total thicknesses ($e'_2 + e'_1$) predicted with the present elastohydrodynamic model. The time 0 s corresponds to the swallowing events. $U' = 0.5$ m/s, $E' = 20$ kPa, $e'_m = 4$ mm, $R' = 4$ mm, $\mu'_1 = 5$ mPa.s, $L' = 10$ N/m

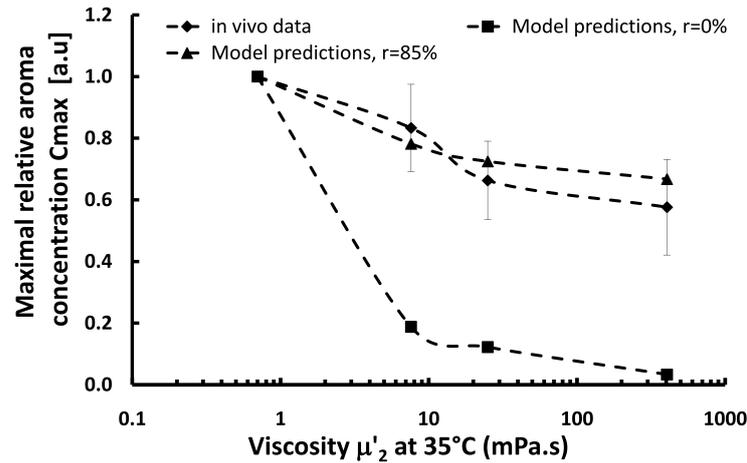


Figure 4.28: Maximal relative concentration of aroma release kinetics C_{max} as a function of the viscosity of glucose solutions μ'_2 : *in vivo* data (\blacklozenge), model predictions without dilution with saliva ($r=0\%$, \blacksquare), model predictions with a rate of dilution of product with saliva r of 85% (\blacktriangle). Error bars represent the standard deviation on the *in vivo* data. Data from Doyennette et al. (2011).

film that coats the mucosa after swallowing was estimated at approximately 15 μm in their study and this value is close to those calculated with the present model (Figure 4.26).

4.4.5 Conclusion

To conclude, the elastohydrodynamic model of swallowing provides physical explanations as to the role of saliva on the food bolus coating and flavour release. After being successfully compared with *in vivo* experiments, this type of approach is promising for designing food products with specific aroma release kinetics or for adapting food product properties to people who suffer from swallowing disorders. However, the food bolus presents complex behaviours and the development of *in vitro* systems to model swallowing may be of great interest for studying the role of the rheological properties of the food bolus on the pharyngeal mucosa coating and flavour release.

Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge the French National Research Agency (ANR) project « SensInMouth » for financial support.

4.5 Conclusion & Perspectives

Ce chapitre a permis d'éclairer les phénomènes physiques qui régissent l'enduction des muqueuses pharyngées par le bol alimentaire. Nous avons montré que ces phénomènes sont gouvernés au premier ordre par l'écoulement généré dans la zone de contact des parois du pharynx lors du mouvement péristaltique. Cet écoulement est lubrifié par un film de salive et la déformabilité des muqueuses participe à la création d'un palier hydrodynamique. La théorie de la lubrification en régime permanent est suffisamment pertinente pour modéliser cet écoulement. De plus, des instabilités en sortie de contact permettent au bol de se mélanger avec la salive.

Enfin, le modèle développé prédit la quantité de bol qui va enduire les muqueuses selon des variables physiologiques (forces appliquées, vitesse de l'onde, quantité de salive initiale) et donc de calculer les deux variables d'intérêt pour des applications concernant la libération des composés d'arôme qui sont l'épaisseur déposée totale (bol et salive) et le taux de dilution du bol avec la salive.

Selon la quantité de salive aux interfaces, deux régimes ont pu être distingués.

Le premier régime correspond aux **faibles épaisseurs de salive aux interfaces**. La viscosité du bol a alors une grande influence sur l'enduction des muqueuses et la libération des composés d'arôme.

Alors que, dans le second régime, **l'épaisseur de salive aux interfaces est importante** et telle que l'influence de la viscosité du bol sur l'enduction et la libération des composés d'arôme est fortement atténuée par la présence de phénomènes de dilution intense avec la salive.

La valeur d'épaisseur de salive limite entre les deux cas dépend des conditions physiologiques mais aussi de la viscosité du bol alimentaire. Par exemple, pour une viscosité de 50 fois celle de l'eau et des conditions physiologiques « standards », cette valeur est d'environ 10 μm .

Comme nous l'avons vu, ce modèle est capable d'expliquer l'origine physique des observations *in vivo* sur la libération des composés d'arôme.

Ces travaux montrent que contrairement à ce qui pu être fait précédemment (Harrison, 1998; Wright et al., 2003a; Tréléa et al., 2008), pour des sujets sains, **les propriétés physico-chimiques du dépôt enduisant les muqueuses pharyngées ne sont pas celles du produit pur, mais plutôt celles du mélange du produit avec la salive.**

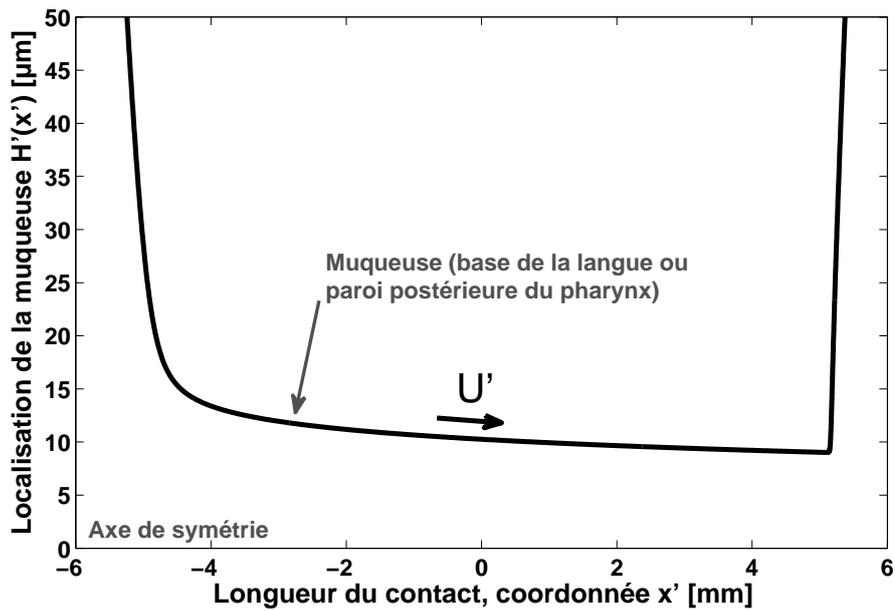


FIGURE 4.29 – Localisation de la muqueuse (base de la langue ou paroi postérieure du pharynx) calculée par le modèle élastohydrodynamique. $U' = 0.5 \text{ m/s}$, $E' = 20 \text{ kPa}$, $e'_m = 4 \text{ mm}$, $R' = 4 \text{ mm}$, $\mu'_1 = \mu'_2 = 5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $L' = 10 \text{ N/m}$, $e' = 10 \text{ }\mu\text{m}$.

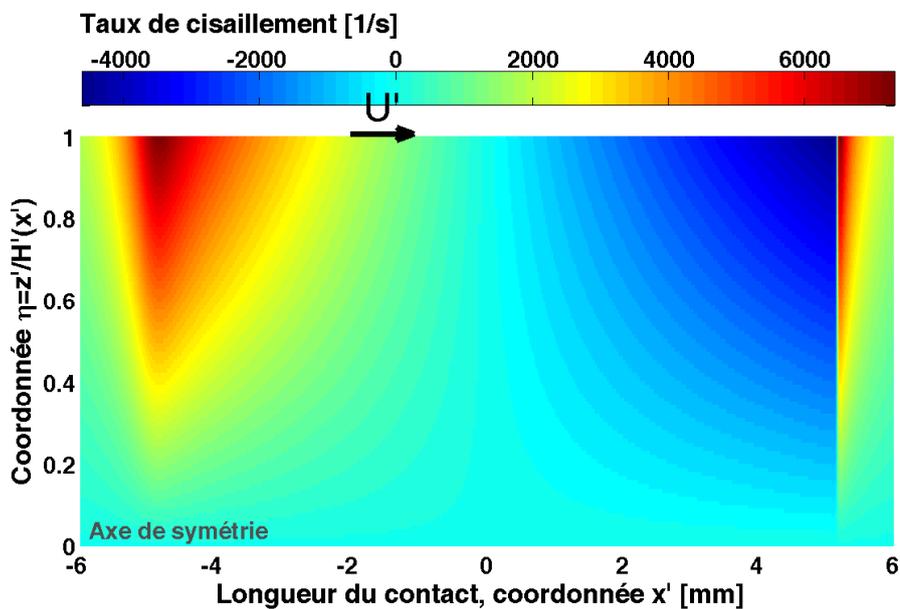


FIGURE 4.30 – Champ de taux de vitesse de cisaillement calculé par le modèle élastohydrodynamique. $U' = 0.5 \text{ m/s}$, $E' = 20 \text{ kPa}$, $e'_m = 4 \text{ mm}$, $R' = 4 \text{ mm}$, $\mu'_1 = \mu'_2 = 5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $L' = 10 \text{ N/m}$, $e' = 10 \text{ }\mu\text{m}$.

Cette étude contribue à mieux comprendre le rôle de la rhéologie du produit et du bol alimentaire sur l'enduction des muqueuses et la libération des composés d'arôme à travers les modèles et systèmes expérimentaux développés. Elle ouvre aussi de nombreuses perspectives en terme de compréhension des mécanismes.

Les prédictions du modèle élastohydrodynamique pourraient être comparées à des données *in vitro* obtenues grâce au simulateur péristaltique. Ce dernier a été équipé de cylindres déformables en élastomère et en silicone afin d'étudier l'influence de la lubrification par la salive sur l'enduction des muqueuses dans le cas des grandes déflexions. Dans le cas monocouche, les principales lois de la littérature démontrées théoriquement (Coyle, 1988a,b) et expérimentalement (Cohu et Magnin, 1997) ont été retrouvées dans le cas de fluides newtoniens (données non présentées). Mais, dans le cas bicouches, les films de salive générées par le système d'alimentation ne sont pas suffisamment fins et stables et le contact est entièrement noyé par la salive. L'amélioration technique de ce point est à poursuivre. Il permettra de savoir si d'autres phénomènes doivent être pris en compte dans la modélisation comme des phénomènes d'inter-diffusion ou d'instabilités de surface entre la salive et le bol.

Afin de comprendre les principaux mécanismes gouvernant l'enduction des muqueuses, nous n'avons considéré ici que le cas des fluides newtoniens. Cependant, concrètement, les produits alimentaires et la salive présentent des comportements plus complexes de rhéofluidification et de seuil d'écoulement. Grâce au modèle développé, nous pouvons déjà apporter quelques éléments de réponse concernant l'influence de propriétés rhéologiques sur l'enduction des muqueuses.

Les Figures 4.29 et 4.30 présentent respectivement la localisation de la muqueuse (base de la langue ou paroi postérieure du pharynx) et le champ de taux de cisaillement calculé par le modèle dans le cas d'une monocouche de salive pour des valeurs physiologiques standards (cas b1 de la Figure 4.26 page 183).

Nous pouvons observer que les deux muqueuses sont quasiment parallèles au niveau du contact (symétrie, une seule des deux muqueuses est représentée). En effet, le nombre élastique Ne est très faible devant l'unité et le champ de pression a un profil parabolique essentiellement dû aux déformations élastiques des muqueuses.

La Figure 4.30 montre que les taux de cisaillement sont maximaux en entrée et en sortie de contact et nuls au niveau de l'axe de symétrie. Il existe une faible zone (entre -1 et 0 mm) où le taux de cisaillement est quasiment nul car il y a un écoulement bloc : la vitesse du fluide est égale à la vitesse des parois. C'est potentiellement une zone d'écoulement bouchon pour un produit présentant un seuil d'écoulement.

Sur la zone centrale du contact (de -4 à 4 mm), qui gouverne principalement les débits et les forces générées, la valeur absolue du taux de cisaillement présente des

variations importantes : de 0 à 3000 1/s, alors que la viscosité de la salive varie de 10 à 2 mPa.s pour des taux de cisaillement compris entre 20 à 4000 1/s (Davies et al., 2009). Les biopolymères et les hydrocolloïdes utilisés comme épaississants dans l'industrie agro-alimentaire présentent aussi des fortes variations de la viscosité avec le taux de cisaillement. Ainsi, la rhéofluidication de la salive ou du produit a certainement des conséquences importantes sur les phénomènes d'enduction des muqueuses pharyngées. Ce point mériterait d'être approfondi dans une suite à ce travail.

De plus, comme décrit Patarin et al. (2010), les bols alimentaires issus d'aliments mastiqués et dégradés lors de la phase buccale peuvent être considérés comme des suspensions de particules de produit dans une phase composée principalement de salive dont le comportement rhéologique dépend de l'échelle d'observation et de la phase considérée. Les propriétés de la phase fluide sont celles rencontrées classiquement en rhéologie et déjà discutées. Mais nous pouvons nous interroger sur le rôle des particules dans le contact généré par les muqueuses.

Y-a-t-il des limites géométriques selon la taille des particules à leur passage dans le contact ? Y-a-t-il des phénomènes de glissement à la paroi qui les empêchent d'être retenues dans le contact ?

Le simulateur péristaltique pourrait être une solution afin d'étudier l'influence de ce type de comportements sur l'enduction des muqueuses.

Enfin, les résultats du modèle dans le cas newtonien montrent que le produit est sollicité dans une large gamme de taux de cisaillement au sein du contact formé par le péristaltisme pharyngé. Ainsi les propriétés non newtoniennes des aliments, de la salive et des bols alimentaires ont sans doute un grand rôle dans la formation du film résiduel de produit.

Notre analyse montre aussi que certaines hypothèses physiologiques doivent être affinées et certains paramètres déterminés avec plus de précision.

Par exemple, le **type de sollicitations** appliquées par les muscles constricteurs du pharynx et leur évolution pourraient être étudiées grâce à la manométrie pharyngée (Williams et al., 2001).

Les **propriétés mécaniques des muqueuses** de la base de la langue et de la paroi postérieure du pharynx devraient être déterminées plus finement. Par défaut, nous avons considéré des propriétés d'élasticité linéaire. Mais la caractérisation du comportement mécanique des muqueuses permettrait d'évaluer si le recours à des modèles hyperélastiques ou viscoélastiques est nécessaire ou non à la modélisation en comparaison avec des études théoriques et expérimentales déjà menées sur ce point dans le cas des procédés de roll coating (Carvalho et Scriven, 1994, 1995, 1997; Cohu et Magnin, 1997; Carvalho, 2003).

L'état des surfaces des muqueuses pourrait être aussi un paramètre majeur. En effet, les écoulements de contact élastohydrodynamiques mous sont sensibles à la texture des surfaces, en particulier en ce qui concerne leur capacité à supporter des charges (Shinkarenko et al., 2009; Moghani et al., 2009). Nous avons vu que la paroi postérieure du pharynx ne présentait pas de texture macroscopique notable (Figure 1.10 page 34), mais malheureusement nous n'avons pas d'éléments concernant la texture à l'échelle millimétrique et microscopique des deux parois concernées dans notre étude : la base de la langue et la paroi postérieure du pharynx. De plus, nous avons fait l'hypothèse que du point de vue de la tribologie le contact était toujours dans un régime hydrodynamique. Le modèle élastohydrodynamique prédit que les deux surfaces sont séparées par un film d'environ 20 μm (Figure 4.29). Cette épaisseur de film devrait être comparée à la rugosité des parois du pharynx et de la base de la langue pour savoir si cette hypothèse est cohérente ou si nous devons tenir compte de phénomènes de lubrification limite comme l'état de surface des muqueuses ou leur physico-chimie (Hamrock et al., 2004).

Enfin, **l'épaisseur initiale de salive** est un paramètre fondamental du modèle gouvernant les régimes d'enduction des muqueuses. Des moyens techniques devraient être développés afin de pouvoir déterminer *in situ* la plage de variation de ce paramètre. Afin d'obtenir un ordre de grandeur, nous avons prélevé de la salive avec un papier filtre de surface connue dans le creux de la joue de 10 sujets sains. Le creux de la joue a été choisi comme zone de prélèvement car supposé représentatif de l'état de surface des muqueuses du pharynx. Une épaisseur d'environ $35 \pm 15 \mu\text{m}$ a été estimée avec cette méthode. Cette ordre de grandeur confirme que l'enduction des muqueuses se réalise dans un régime où l'épaisseur de salive est épaisse et l'effet de la viscosité du bol est fortement atténué par la salive. Cette valeur est aussi à comparer avec la valeur limite d'épaisseur de salive nécessaire pour noyer le contact de 5 à 30 μm (Figure 4.26 page 183). Si une valeur supérieure d'épaisseur de salive était mesurée dans le pharynx, cela signifierait que le contact est complètement obstrué par la salive et que d'autres phénomènes tels que de l'inter-diffusion ou des mélanges en entrée de contact ou dans une zone de rétrécissement de la cavité pharyngée favorisant des recirculations pourraient avoir lieu. Cela demanderait de considérer la cavité oropharyngée à une plus grande échelle que celle du contact généré par le péristaltisme.

En conclusion, cette étude apporte des éléments de compréhension du rôle de la salive et de la rhéologie du bol sur les phénomènes d'enduction des muqueuses pharyngées et sur la libération des composés d'arôme. La Figure 4.31 (page suivante) synthétise l'ensemble des paramètres identifiés qui gouvernent la libération des composés d'arôme dans le cas de produits newtoniens. Ce premier modèle pourra servir de base à la validation ou non de certaines hypothèses au regard d'investigations *in vivo* futures. Selon les résultats, les modèles ou les approches expérimentales pourront être améliorées et généralisées à un plus grand nombre de comportements rhéologiques représentant des situations réelles.

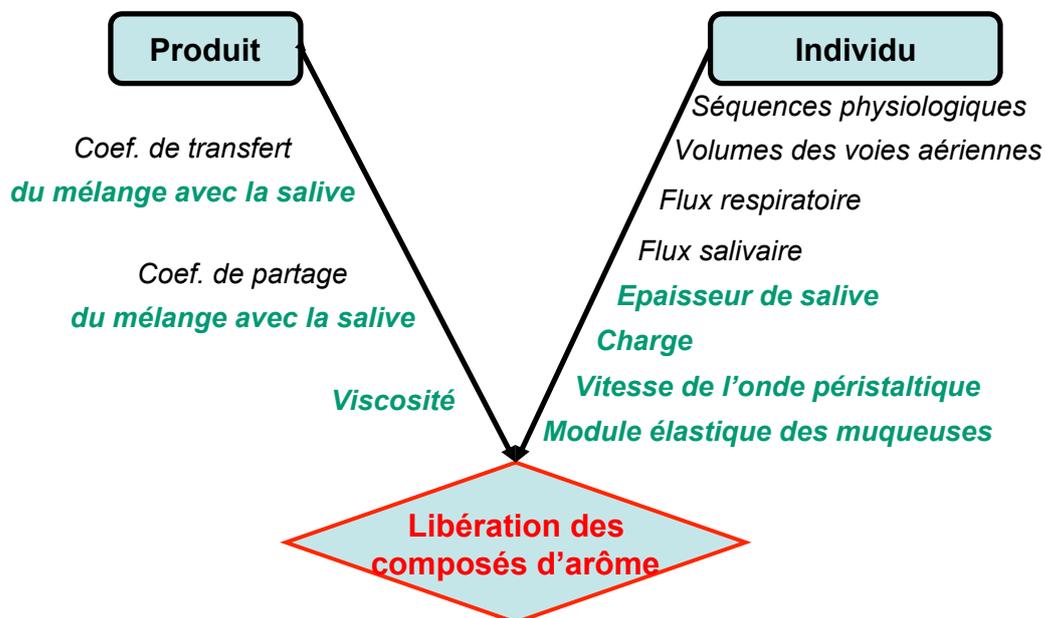


FIGURE 4.31 – Synthèse des paramètres liés au produit et au sujet gouvernant la libération des composés d'arôme.

Conclusion générale

La bouche est la première étape de digestion et de transformation de l'aliment. Elle permet de dégrader le produit afin qu'il puisse être dégluti, transporté et digéré dans les étages successifs du tube digestif. De plus, lors de cette étape, de nombreux stimuli sont libérés dans la sphère orosensorielle. La libération de ces stimuli génère une dynamique de perception sensorielle responsable pour une grande part de la qualité organoleptique du produit.

La libération des stimuli est gouvernée par trois parts distinctes qui sont les propriétés des stimuli au sein du produit, la physiologie humaine de la consommation et l'interaction entre le produit et l'individu. Les rôles respectifs du produit et de l'individu sont bien compris, alors que leur interaction l'est beaucoup moins. De plus, de la synthèse bibliographique, nous avons pu identifier que cette interaction influençait plus particulièrement la génération de surface de contact entre le produit et la salive lors de la mastication et l'enduction des muqueuses du pharynx. Nous avons développé des approches expérimentales et des modèles physiques qui ont permis d'apporter un certain nombre de connaissances sur les phénomènes mis en jeu.

Lors de la phase buccale, le produit est mastiqué, déstructuré et fragmenté en particules. Les stimuli, et en particulier le sel qui a servi d'exemple dans ce manuscrit, sont libérés du produit vers la salive pour atteindre les récepteurs. **Nous avons pu montrer que pour modéliser cette libération, vu les échelles de temps mises en jeu, des modèles de transfert de matière simples ne faisant intervenir que la surface totale de contact entre le produit et la salive étaient suffisants pour représenter les phénomènes.** Le modèle a été appliqué à des données de libération *in vitro* sous des conditions de déstructuration standardisées, ce qui a permis de montrer sa pertinence. Il a permis de quantifier la déstructuration de gels laitiers modèles indépendamment de la variabilité interindividuelle. Nous avons vu que les propriétés de déstructuration du produit pouvait expliquer les différences de libération et de perception du sel entre les produits. Ce modèle a ensuite été adapté au cas *in vivo*. Les principales différences sont la prise en compte des déglutitions, la dilution du volume de salive par le flux salivaire et l'évolution de la surface de contact entre le produit et la salive. **Cependant, la génération de surface de contact durant la**

mastication est difficile à prédire. Elle a été considérée comme le produit de deux fonctions. La première est reliée au sujet et est fonction de son efficacité masticatoire. Nous avons montré que son rôle sur la génération de surface est exponentiel. Par exemple, une personne ayant une efficacité masticatoire de 0,7 générera une surface 10 fois plus grande qu'une personne ayant une efficacité masticatoire de 0,2. **La seconde est reliée au produit et dépend de ses propriétés de déstructuration qui peuvent être déterminées par des tests *in vitro*.** Pour les gels laitiers étudiés ici, une modification de la composition du produit, et ainsi de ses propriétés de déstructuration, permet de multiplier par 1,5 la surface de contact maximale. De plus, l'influence du produit se traduit aussi par son élasticité qui module le temps de mastication et la dynamique d'évolution de la surface de contact.

Afin d'affiner certaines hypothèses du modèle, **il est nécessaire de développer des outils expérimentaux permettant le suivi en ligne de la libération des stimuli dans la salive.** Ces outils doivent respecter deux principales contraintes. La première est de ne pas perturber le comportement naturel du sujet. La seconde est de mesurer la libération à des endroits proches des récepteurs.

Afin d'aller vers des outils de modélisation prédictifs, deux principales questions ressortent de ce travail :

Quelle est le rôle de la structure de produit sur sa dynamique de déstructuration durant la mastication ?

Quels sont les facteurs déclencheurs de la déglutition ?

Nous avons aussi utilisé des outils d'analyse sensorielle afin de vérifier que les produits utilisés étaient bien perçus différemment en terme de perception salée ou de texture. La modélisation des données de libération a montré que la vitesse de libération était corrélée à l'intensité salée maximale durant la consommation. Cette observation ouvre des perspectives afin de déterminer le lien entre perception et libération. Des essais de libération de sel contrôlés devraient permettre de relier mathématiquement la libération à la perception.

La démarche développée et les résultats obtenus dans le cas de composés non-volatils pourraient être appliqués aux composés d'arôme. Dans ce cas, la physiologie mise en jeu est plus complexe, car les composés d'arôme doivent être transportés par le flux respiratoire pour atteindre les récepteurs olfactifs et la phase pharyngée joue un rôle primordial dans leur libération.

Lors de la phase pharyngée, une onde péristaltique chasse le bol alimentaire de la cavité pharyngée vers l'oesophage. Cette onde est responsable du faible dépôt de produit qui enduit les muqueuses pharyngées. À chaque cycle respiratoire, les composés d'arôme présents dans cette couche sont libérés vers l'air et atteignent les récepteurs olfactifs.

Des données de libération *in vivo* ont été obtenues en utilisant des produits newtoniens (solutions de glucose). L'utilisation d'un modèle mécanistique pour traiter les données nous a conduits à poser l'hypothèse que **le produit se déposant sur les muqueuses était dilué à 85% avec de la salive**. Parmi d'autres hypothèses, seule cette dernière pouvait expliquer les observations.

Afin de comprendre les phénomènes physiques qui régissent l'enduction des muqueuses pharyngées et pour expliquer les phénomènes observés *in vivo*, une analyse de la littérature a permis de poser les hypothèses fondamentales d'un modèle d'enduction des muqueuses par le péristaltisme pharyngé. Nous avons montré que ce phénomène est régi par l'écoulement généré dans la zone de contact des parois du pharynx. Dans cette zone, le mouvement péristaltique est équivalent à un processus d'enduction par des cylindres contra-rotatifs. De cette analyse, nous avons développé un premier modèle basé sur la théorie de la lubrification pour les fluides newtoniens et un système expérimental maîtrisable techniquement. Cette première approche a permis de montrer le grand rôle de la salive sur l'enduction des muqueuses.

La déformabilité des muqueuses a ensuite été prise en compte dans le modèle afin d'améliorer quantitativement les prédictions. Ces prédictions ont été utilisées pour simuler la libération des composés d'arôme. **Selon la quantité de salive aux interfaces, deux régimes ont pu être distingués. Le premier régime correspond aux faibles épaisseurs de salive aux interfaces, et la viscosité du bol a alors une grande influence sur l'enduction des muqueuses et la libération des composés d'arôme. Alors, que dans le second régime, l'épaisseur de salive aux interfaces est telle que l'influence de la viscosité du bol sur l'enduction et la libération des composés d'arôme est fortement atténuée car le bol est très dilué par la salive.** La valeur d'épaisseur de salive limite entre les deux cas dépend des conditions physiologiques mais aussi de la viscosité du bol alimentaire. Par exemple, pour une viscosité de 50 fois celle de l'eau et des conditions physiologiques « standards », cette valeur est d'environ 10 μm . **L'existence de ce second régime permet d'expliquer les observations *in vivo*.**

Finalement, nous pouvons considérer que les phénomènes d'enduction des muqueuses sont régis par un écoulement en film mince, stationnaire, dans un contact élastohydrodynamique mou dont la cinématique est équivalente à deux cylindres contrarotatifs lubrifiés par un film de salive.

Des données physiologiques supplémentaires sont aujourd'hui nécessaires afin de valider un certain nombre d'hypothèses discutées dans le manuscrit et qui peuvent être résumées par les questions suivantes :

D'un point de vu tribologique, quel est l'état de surface des muqueuses et leur rôle sur les phénomènes d'enduction ?

Quelles sont les propriétés mécaniques des muqueuses pharyngées ? Est-il nécessaire d'adopter à une loi de comportement autre que celle de l'élasticité linéaire ?

Comment évoluent au cours du temps les sollicitations mécaniques appliquées par les muscles constricteurs du pharynx ?

Un paramètre fondamental du modèle est **l'épaisseur de salive aux interfaces avec les muqueuses**. Sa détermination *in situ* est fondamentale car, comme nous l'avons montré, elle gouverne les régimes d'écoulements.

Des expériences *in silico* seraient aussi intéressantes à réaliser afin de savoir si d'autres phénomènes comme de l'inter-diffusion ou des instabilités à l'interface entre la salive et le bol existent et doivent être prises en compte dans le modèle.

Enfin, cet écoulement présente de larges variations de vitesse de cisaillement, et donc **la prise en compte de propriétés rhéologiques plus complexes serait pertinente au regard de celles des fluides et des bols alimentaires**.

Ce travail de thèse, même si il ouvre sur de nombreuses questions, a contribué à mieux comprendre les phénomènes physiques liés à l'interaction entre le produit et l'individu gouvernant la libération des stimuli lors de la déstructuration du produit en bouche et lors de la déglutition. Les parts relatives à l'individu et au produit sur la génération de surface lors de la mastication et l'enduction des muqueuses pharyngées ont pu être découplées.

Ce travail a aussi donné la possibilité de développer des outils expérimentaux et des modèles qui peuvent aider à la formulation et à la conception d'aliments.

Les principaux paramètres des modèles développés relatifs au produit sont simples à mesurer expérimentalement.

Pour des objectifs de formulation, les paramètres relatifs à l'individu ne peuvent pas être déterminés individu par individu, mais peuvent être considérés comme globaux pour une classe d'individus donnée. Par exemple, l'efficacité masticatoire est relative aux classes d'âges et à la qualité de la dentition. On peut donc considérer une valeur moyenne pour une classe d'individus donnée et ainsi cibler la formulation du produit à cette catégorie. Pour des personnes saines, les muqueuses du pharynx sont toujours lubrifiées par la salive et le régime d'enduction est probablement toujours dans un régime où l'influence de la viscosité est faible.

Ce type de modèles peut aussi aider à formuler des produits pour des personnes présentant des pathologies. Nous pouvons citer différents cas :

- Pendant ou suite à des cancers de la gorge, les muqueuses sont atrophiées ce qui va se traduire par des propriétés mécaniques différentes par rapport à des personnes saines.
- Certains patients souffrent aussi de syndromes secs et les muqueuses ne sont pas lubrifiées par de la salive.
- Dans le cas de la dysphagie, les patients peuvent présenter une mauvaise synchronisation entre la relaxation du sphincter oesophagien supérieur et le déclenchement de l'onde péristaltique. Ce phénomène se traduit dans le modèle par les conditions aux limites en pression car l'obstruction par le sphincter induit une surpression à ce niveau.

Dans ces cas là, les sorties intéressantes du modèle ne sont pas seulement les épaisseurs déposées, mais aussi les contraintes de cisaillement aux parois traduisant la difficulté à déglutir.

Le développement d'outils expérimentaux comme le simulateur péristaltique et le test de déstructuration est une solution complémentaire à la modélisation pour caractériser et concevoir des aliments.

Le développement de produits dont la formulation est raisonnée doit prendre en compte les étapes de transformation de l'aliment et de libération des stimuli en bouche, mais aussi l'ensemble des cascades réactionnelles, les processus de transformation du bol alimentaire et de libération des nutriments au sein des autres étages du tube digestif. L'ensemble de ces processus, de la bouche au colon, gouvernent la réponse nutritionnelle et sensorielle globale de l'aliment. Ces processus dépendent des propriétés des produits, mais aussi de la physiologie de l'individu. Comme nous l'avons montré dans le cas de la sphère oro-naso-pharyngée, la compréhension de l'ensemble de ces phénomènes est une voie prometteuse afin d'apporter des outils de formulation raisonnée des aliments ayant pour cible des propriétés organoleptiques et nutritionnelles spécifiques à des classes d'individus.

Annexe A : Méthodes de mesure des coefficients de partage

Synthèse des méthodes de détermination du coefficient de partage air/produit des composés d'arôme et liquide/produit du sel et critères d'application. Adapté de [Lauverjat \(2009\)](#).

Méthode	Principe	Produit	Avantages	Inconvénients	Références
Méthodes différentielles	Mesure d'une propriété du CA (point d'ébullition, de condensation ou encore la pression partielle) en solution diluée et comparaison.	Solution diluée d'un CA	Précise	Non adaptée à des produits complexes et multiphasiques. Non adaptée aux mélanges de CA.	Alessi et al. (1991)
Méthode de dilution exponentielle	Suivi au cours du temps de l'épuisement des CA dans la phase vapeur.	Solution de CA en mélange	Pas d'étalonnage	Non adaptée aux solutions gélifiées et aux produits solides.	Leroi et al. (1977) ; Jouanne et Crouzet (2000) ; Karl et al. (2003)
Liquid Calibration – Static Headspace	Mesure de la concentration en CA dans l'espace de tête à l'équilibre thermodynamique par un étalonnage externe liquide.	Tout type de produit	Rapide et simple	Étalonnage en phase liquide. Connaissance parfaite de la Cinitiale en CA.	Buttery et al. (1969) ; Nahon et al. (2000)
Vapour Phase Calibration	Mesure de la concentration en CA dans l'espace de tête à l'équilibre thermodynamique par un étalonnage externe gazeux.	Tout type de produit	Calibration et injection en phase gazeuse	Nécessité de connaître la loi de variation de la Psat du composé étudié. Méthode onéreuse.	Kolb et al. (1992) ; Whitehead et Sandler (1999)
Phase Ratio Variation	Variation des ratios de volume de produit / gaz où les concentrations en CA dans le produit sont identiques.	Tout type de produit	Pas d'étalonnage Pas nécessaire de connaître la Cinitiale en CA	Peu adapté dans le cas des CA peu volatils.	Eltre et al. (1993)
Equilibrium Partitioning In Closed Systems	Variation des ratios de volume gaz / produit où les quantités de CA dans le produit sont identiques.	Tout type de produit	Pas d'étalonnage Pas nécessaire de connaître la Cinitiale en CA	Nécessité d'avoir une quantité en CA constante dans chaque flacons et parfaitement connue.	Gosset (1987)
Solid-Liquid Phase Ratio Variation*	Variation des ratios de volume liquide / produit où les quantités de solutés dans le produit sont identiques.	Produits solides	Pas d'étalonnage Pas nécessaire de connaître la Cinitiale en sel		Lauverjat et al. (2009a)

CA : composés d'arôme; Cinitiale : concentration initiale

*Méthode adaptée pour le sel

Annexe B : Etudes abordant le lien entre rhéologie, libération et perception

Principales études abordant la relation entre propriétés rhéologiques, concentration en viscosifiants, libération *in vivo* et perception des stimuli dans le cas de produits « liquides » et « semi-liquides ».

Stimuli	Protocole	Conclusions	Références
Arômes	Solutions d'HPMC, I-S, N-S	La concentration en HPMC influence la perception, mais pas la libération.	Hollowood et al. (2002)
	Solutions d'hydrocolloïdes, N-S, I-S	Contrairement à la libération, la perception est reliée à la contrainte de Kokini.	Cook et al. (2003a, 2005)
	Solutions d'HPMC, N-S	La concentration en HPMC ne modifie pas la libération.	Hodgson et al. (2005)
	Solutions de carragheenanane, N-S	Pas d'influence de la concentration en carragheenanane sur la libération.	Weel et al. (2004)
	Crèmes desserts (CMC), N-S, I-S	La concentration et le type de CMC influencent la libération et la perception.	van Ruth et al. (2004)
	Yaourts, N-S, P-S	Pour une même composition, une augmentation de la viscosité complexe induit une diminution de la libération et de la perception.	Saint-Eve et al. (2006)
Sel	Solutions d'HPMC, I-S	La perception diminue avec l'augmentation de la concentration en HPMC.	Cook et al. (2002)
	Solutions d'amidon ou de HPMC, I-S	La viscosité influence la perception. L'intensité de cette influence dépend du type de viscosifiants. Capacité au produit à se mélanger avec la salive régit la perception ?	Ferry et al. (2006)
	Solutions de polysaccharides, P-S	La perception est corrélée inversement à la viscosité à faibles taux de cisaillement . Pour des biopolymères, la perception est améliorée pour les faibles poids moléculaire.	Koliandris et al. (2010)

N-S : analyse Nose-Space, T-I : méthode Temps-Intensité, I-S : intensité sensorielle, P-S : profil sensoriel, HPMC : HydroxyPropyl MethylCellulose, CMC : Carboxyl MethylCellulose

Principales études abordant la relation entre propriétés rhéologiques, de texture, libération *in vivo* et perception des stimuli dans le cas de produits « solides ».

Stimuli	Protocole	Conclusions	Références
Arômes	Gels de gélatine, N-S, T-I, Protocole libre	L'augmentation de la concentration en gélatine diminue la perception et la libération.	Baek et al. (1999)
	Gels de protéines, N-S, TI, Protocole imposé	La libération est indépendante de la rigidité du gel, alors que la perception diminue avec la rigidité.	Weel et al. (2002)
	Gels de protéines, N-S, Protocole imposé	Influence de la concentration en protéines sur la perception et sur le profil dynamique de libération.	Mestres et al. (2005)
	Crème dessert, N-S, T-I, Protocole imposé	Influence de la texture sur la perception, mais très faible influence sur la libération.	Lethuaut et al. (2004)
	Gels de gélatine, N-S, I-S, Protocole libre	La rigidité du gel affecte la perception et la libération par l'adaptation du comportement masticatoire.	Boland et al. (2006)
	Fromages modèles, N-S, P-S, protocole imposé	La quantité d'arôme libérée dans la cavité nasale et la vitesse de libération est plus importante pour le fromage le plus ferme. A l'inverse, le fromage le plus ferme est perçu moins intense que le fromage le moins ferme.	Gierczynski et al. (2007)
	Gels d'hydrocolloïdes, N-S, Protocole imposé	L'intensité maximale de libération est inversement corrélée à la déformation à la rupture du gel.	Koliandris et al. (2008)
Sel	Gels laitiers, N-S, Protocole libre	Différences de libération dues à l'adaptation du comportement masticatoire selon la fermeté du fromage	Lauverjat et al. (2009b)
	Cheddar, Mesures en bouche de la conductivité	Corrélation entre paramètres de texture et libération	Jack et al. (1995)
	Fromages modèles, Mesure NaCl par prélèvements, T-I, protocole libre	Pour une même composition, la texture du fromage modifie la libération, mais pas la perception.	Phan et al. (2008)
	Fromages modèles, P-S, protocole libre	La perception salée est plus importante pour les matrices liquides que gélifiées.	Panouillé et al. (2010)

N-S : analyse Nose-Space, T-I : méthode Temps-Intensité, I-S : intensité sensorielle, P-S : profil sensoriel

Annexe C : Modèle de libération *in vivo* des composés d'arôme

Le modèle de libération des composés d'arôme est décomposé en trois étapes :

1. la résidence du produit en bouche ;
2. la déglutition considérée comme instantanée ;
3. la libération après déglutition.

Étape 1 : Résidence du produit en bouche

La bouche est fermée durant cette étape et aucun n'échange n'a lieu avec les autres compartiments. Le volume de produit dans la cavité orale V_{OP} (m^3) augmente à cause de la dilution par le flux salivaire Q_s (m^3/s) :

$$\frac{dV_{OP}(t)}{dt} = Q_s \quad (72)$$

Le flux de composés d'arôme entre le produit et l'air ϕ_{OPA} (g/s) est donné par la différence de concentration entre le produit C_{OP} (g/m^3) et son interface C_{OP}^* :

$$\phi_{OPA}(t) = A_{OAP} \cdot k_p \cdot (C_{OP}(t) - C_{OP}^*(t)) \quad (73)$$

où k_p est le coefficient de transfert de matière du composé d'arôme dans le produit (m/s).

L'évolution de la concentration dans le produit C_{OP} est due à la libération de l'air dans la bouche, à travers l'interface produit-air A_{OAP} (m^2) et la dilution par le flux salivaire Q_s :

$$V_{OP}(t) \frac{dC_{OP}(t)}{dt} = -\phi_{OPA}(t) - Q_s \cdot C_{OP}(t) \quad (74)$$

L'évolution de la concentration dans l'air C_{OA} est due au flux de composés d'arôme venant du produit ϕ_{OPA} :

$$V_{OA} \frac{dC_{OA}(t)}{dt} = \phi_{OPA}(t) \quad (75)$$

La résistance de transfert dans l'air étant négligeable par rapport à celle dans le produit, l'équilibre à l'interface entre le produit et l'air donne :

$$K_{AP} = \frac{C_{OA}(t)}{C_{OP}^*(t)} \quad (76)$$

où K_{AP} est le coefficient de partage air / produit.

Au début de l'étape 1 (à $t = t_0$), seul le produit contient des composés d'arôme C_{OPini} . Ainsi les conditions initiales de l'étape 1 sont :

$$C_{OP}(t_0) = C_{OPini} \quad (77)$$

$$C_{OA}(t_0) = C_{FP}(t_0) = C_{FA}(t_0) = C_{NA}(t_0) = 0 \quad (78)$$

Étape 2 : Déglutition

La déglutition est considérée comme étant instantanée comparé aux autres étapes. Pour décrire cette séquence, nous utilisons les notations suivantes :

- t_{deg-} correspond au temps juste avant la déglutition (fin de l'étape 1) ;
- t_{deg} correspond à la fin de la contraction de la bouche et du pharynx ;
- t_{deg+} correspond au moment où la bouche et le pharynx se relâchent (début de l'étape 3).

Après la contraction de la cavité orale, la quantité résiduelle de produit V_{OP} est supposée égale à la quantité usuelle de salive en bouche V_{OPres} :

$$V_{OP}(t_{deg}) = V_{OPres} \quad (79)$$

Étant donné que l'étape 2 est très courte, la concentration dans la cavité orale reste constante :

$$C_{OP}(t_{deg+}) = C_{OP}(t_{deg}) = C_{OP}(t_{deg-}) \quad (80)$$

Après la déglutition, un film de produit tapisse les muqueuses du pharynx dont la concentration C_{FP} est égale à celle en bouche C_{OP} :

$$C_{FP}(t_{deg+}) = C_{OP}(t_{deg-}) \quad (81)$$

Nous supposons que durant la contraction, le volume d'air expulsé de la bouche V_{OA} est parfaitement mélangé avec celui du nez V_{NA} et du pharynx V_{FA} . Ainsi la concentration dans le nez C_{NA} est donnée par :

$$C_{NA}(t_{deg}) = \frac{V_{OA} \cdot C_{OA}(t_{deg-}) + V_{FA} \cdot C_{FA}(t_{deg-}) + V_{NA} \cdot C_{NA}(t_{deg-})}{V_{OA} + V_{FA} + V_{NA}} \quad (82)$$

où C_{OA} et C_{FA} sont respectivement les concentrations dans l'air de la bouche et du pharynx.

Étape 3 : Libération après déglutition

Les conditions initiales de l'étape 3 sont données par la fin de l'étape 2 à t_{deg-} .

Le flux de composés d'arôme ϕ_{FPA} provenant de la quantité résiduelle de produit dans le pharynx est donné par :

$$\phi_{FPA}(t) = A_{FAP} \cdot k_p \cdot (C_{FP}(t) - C_{FP}^*(t)) \quad (83)$$

où A_{FAP} est la surface de contact du produit avec l'air et C_{FP} la concentration dans le produit.

Une bilan de matière dans le produit donne :

$$V_{FP} \frac{dC_{FP}(t)}{dt} = -\phi_{FPA}(t) \quad (84)$$

où $V_{FP} = A_{FAP} \cdot e$ est le volume résiduel de produit avec e l'épaisseur de produit (m).

Ainsi, on a :

$$\frac{dC_{FP}(t)}{dt} = -\frac{k_p}{e} (C_{FP}(t) - C_{FP}^*(t)) \quad (85)$$

L'air du pharynx est dilué par le flux respiratoire Q_{NA} venant de la cavité nasale à l'inhalation ou des poumons à l'expiration :

$$V_{FA} \frac{dC_{NA}(t)}{dt} = \begin{cases} Q_{NA}(t) \cdot (0 - C_{NA}(t)) & \text{if } Q_{NA}(t) \geq 0 \text{ (inhalation)} \\ -Q_{NA}(t) \cdot (C_{FA}(t) - C_{NA}(t)) & \text{if } Q_{NA}(t) < 0 \text{ (expiration)} \end{cases} \quad (86)$$

À l'interface air / produit, on a :

$$K_{AP} = \frac{C_{FA}(t)}{C_{FA}^*(t)} \quad (87)$$

Le calcul du flux respiratoire Q_{NA} est basé sur le fait que le volume d'air inhalé et expiré à une allure sinusoïdale. Le volume tidal V_T et la fréquence respiratoire F_R sont nécessaires pour le calcul. Le temps de décalage ($t - t_{deg}$) est introduit afin de s'assurer que la déglutition est toujours suivie d'une expiration, comme observé physiologiquement. Nous supposons que le volume des poumons V_{lung} suit la loi :

$$V_{lung}(t) = Const + \frac{V_T}{2} \cos(\pi \cdot 2 \cdot F_R \cdot (t - t_{deg})) \quad (88)$$

où la constante représente le volume moyen des poumons.

Le flux respiratoire Q_{NA} est donc donné par :

$$Q_{NA}(t) = \frac{dV_{lung}}{dt} = -\pi \cdot F_R \cdot V_T \sin(\pi \cdot 2 \cdot F_R \cdot (t - t_{deg})) \quad (89)$$

Le système d'équations est implémenté et résolu sous Matlab7.

Annexe D : Paramètres du modèle de libération in vivo des composés d'arôme

Valeurs des paramètres physiologiques utilisés dans le modèle et références.

Paramètre	Unité	Valeur	Source	Référence
Volume de la cavité orale	cm ³	30-45	Rhinopharyngomètre	26-38
Volume de la cavité nasale	cm ³	5-10	Rhinopharyngomètre	8-10
Volume du pharynx	cm ³	20-45	Rhinopharyngomètre	23-35
Epaisseur résiduelle de produit dans le pharynx	µm	1-15	Degré de liberté	55
Flux salivaire	x10 ⁻² cm ³ /s	3-4.7	Protocole stimulé	1-4
Volume de salive en bouche	cm ³	1,1	Littérature	1,1
Surface de contact air / produit en bouche	cm ²	81-120	Calculé	200-230
Surface de contact air / produit dans le pharynx	cm ²	54-81	Calculé	33
Volume tidal	cm ³	470-1460	Spiromètre	390-500
Fréquence respiratoire	cycles / min	10-20	ion 59, PTR-MS	12-20

Table des figures

1.1	Voies de perception des composés d'arôme et des composés sapides tel que le sel.	20
1.2	Schéma d'un appareil d'APCI-MS. Issu de Taylor et Linfoth (2000). . .	23
1.3	Schéma d'un appareil de PTR-MS. Issu de Lindinger et al. (1998). . . .	23
1.4	Schéma de l'analyse en temps réel de la libération des composés d'arôme dans la cavité nasale d'un sujet (a) et cinétiques de libération de différents composés d'arôme lors de la consommation de gels de pectine ou de gélatine (b). Issu de Harvey et Barra (2003).	23
1.5	Cinétique de libération du sel lors de la consommation de chips. Issu de Davidson et al. (1998).	25
1.6	Illustration du principe de la diffusion Fickienne (a) et de la théorie interfaciale (b).	28
1.7	Influence de la fermeté de gels de protéines sur la perception (symboles creux) et l'intensité maximale de libération dans la cavité nasale (NSC, symboles pleins) pour l'ethylbutyrate (triangle) et le diacetyl (cercle) : la perception est influencée par la fermeté du gel, tandis que la libération ne l'est pas (Weel et al., 2002).	30
1.8	Anatomie de la tête et du cou : vue latérale (a) et vue postérieure (b). Issu de German et Palmer (2006).	33
1.9	Vue latérale (gauche) et postérieure (droite) des muscles constricteurs du pharynx. Issu de Peluchon (2001)	33
1.10	Vue antérieure de la région pharyngo-oesophagienne (gauche), issu de Peluchon (2001). Vue de la partie supérieure de la langue (droite), issu de Warren et Carmichael (1930)	34

1.11 Anatomie de la cavité nasale. (a) : vue transversale (adapté de <i>The Gray's anatomy of the human body</i> , publication originale en 1918), on retrouve le vestibule (“nasal valve region”), le méat (“inferior turbinate”) et la zone olfactive (“olfactory region”). (b) : vue 3D de la cavité nasale et coupes postérieures du vestibule (nasal valve), du méat (turbinate) et du nasopharynx, issu de Inthavong (2008)	34
1.12 Séquences de la déglutition visualisées par radiographie. Issu de Netter Images.	36
1.13 Étapes de la consommation d’un aliment liquide : (a) préparation à la déglutition, le vélopharynx assure une étanchéité parfaite; (b) péristaltisme pharyngé; (c) première expiration après la déglutition associée à la perception. Issu de Buettner et al. (2002)	39
1.14 Exemple de cinétique de libération de composés d’arôme : P1 correspond à la phase de libération de composés d’arôme lorsque le produit est mastiqué, P2 correspond à la phase de libération après la déglutition. Issu de Saint-Eve et al. (2006)	39
1.15 Visualisation par radiographie des résidus de baryte (en blanc) après déglutition au niveau de l’oropharynx et de l’hypopharynx : coupe sagittale (A) et frontale (B). Le produit de contraste enduit l’ensemble des muqueuses. palais mou (u), partie dorsale de la langue (T), vallécules (v), épiglote (flèche), sinus piriformes (p). Issu de Levine (1989) et Jones et Donner (1988)	39
1.16 (a) Représentation schématique de la cavité nasale (N), du pharynx (F) et de la cavité orale (O) comme des réacteurs interconnectés échangeant du produit (P) et de l’air (A). (b) Libération de l’acétate d’éthyle dans la cavité nasale d’un sujet durant la consommation d’un yaourt : concentration relative dans la cavité nasale mesurée (●) et simulée (– gras), flux respiratoire (– fin), et instants des déglutitions (). Issu de Tréléa et al. (2008)	40
1.17 Synthèse des principaux paramètres connus gouvernant la libération des stimuli. Ils dépendent des propriétés des stimuli dans le produit, de la physiologie de l’individu et de leur interaction. Nous supposons que cette interaction résulte des propriétés rhéologiques du produit et des sollicitations mécaniques rencontrées lors de la consommation.	43

1.18 (a) Courbe type de profil d'analyse de texture, la fermeté correspond à la force maximale atteinte lors de la première compression. (b) Corrélation entre l'évaluation de l'échelle de « fermeté » évaluée par un texturomètre et un panel sensoriel. Issu de Szczesniak et al. (1963)	44
1.19 Schématisation d'un écoulement de cisaillement entre deux plaques dont l'une est animée d'une vitesse de translation non nulle (a) et évolution de la viscosité (b) et de la contrainte de cisaillement (c) en fonction du taux de cisaillement pour différents comportements rhéologiques.	45
1.20 Essai de traction et réponse typique.	47
1.21 Corrélation entre l'intensité aromatique de banane perçue pour différentes solutions contenant des hydrocolloïdes et la contrainte orale de cisaillement de Kokini. Issus de Cook et al. (2005)	49
1.22 (a) Cinétiques de libération de l'ethylbutyrate pour des gels de gélatine de différentes fermetés. (b) Influence de la texture de gels sur le temps de mastication des juges. Issu de Boland et al. (2006)	50
1.23 Représentation schématique du contact langue / palais et maillage utilisé pour une approche numérique. Le produit est comprimé entre deux plaques rigides représentant la langue et le palais. Issus de Mossaz et al. (2010)	53
1.24 Prédiction de l'évolution de la taille moyenne (- -) et médiane (-) des particules par rapport à sa taille initiale (x/x_0) en fonction du nombre de cycles masticatoires (n) pour différents paramètres de la fonction de sélection des particules (β). Issu de Baragar et al. (1996)	53
1.25 Mâchoire inférieure du simulateur de mastication développé par Salles et al. (2007) (b) Exemple de cinétiques de libération de deux composés d'arômes obtenues à l'aide du masticateur artificiel couplé à l'APCI-MS pour un chewing-gum. Issu de Mielle et al. (2010)	55
1.26 Corrélation entre la libération de Na^+ dans des conditions standardisées de déstructuration de gels d'hydrocolloïdes et la déformation à la rupture de ces gels. Issu de Koliandris et al. (2008)	55
1.27 Évolution du maillage de la cavité pharyngée à différents pas de temps du modèle éléments finis de la déglutition développé par Chang et al. (1998) et Meng et al. (2005)	56
1.28 Schéma de la gorge artificielle développée par Weel et al. 2004	57

1.29	Démarche adoptée.	59
2.1	Imagerie confocale d'une matrice modèle (250/40) : protéines (gauche) et matière grasse (droite). La matière grasse est concentrée dans le réseau protéique. Issu de Panouillé et al. (2010).	65
2.2	Courbe contrainte-déformation lors de la compression des matrices (vitesse de compression : 1 mm/s). Données issues de Panouillé et al. (2010). 66	66
2.3	Méthodologie pour construire les courbes DTS. Issu de Pineau et al. (2009).	70
2.4	Exemple de représentation graphique obtenue par la méthode DTS. Le niveau de chance est ici de 0.1 et le niveau de significativité à 0.18. Issu de Pineau et al. (2009).	71
2.5	Schéma du système permettant de suivre la libération du sel des matrices modèles après une compression standardisée.	73
2.6	Méthode de prélèvement de la salive durant la consommation des matrices modèles afin de déterminer la cinétique de libération du sel.	74
2.7	Exemple de données expérimentales obtenues par la méthode PRV pour l'hexanoate d'éthyle et ajustement du modèle (Eq. 2.2).	76
2.8	Réponse du PTR-MS à un créneau de concentration pour évaluer le temps de réponse du système PTR-MS et ligne de transfert.	77
2.9	Représentation schématique du montage expérimental utilisé pour les mesures par PTR-MS de la libération des composés d'arôme en conditions <i>in vitro</i>	78
2.10	Vérification de la linéarité du signal obtenu par PTR-MS pour le diacétyl (gauche) et l'hexanoate d'éthyle (droite).	79
2.11	Exemple de données expérimentales de la méthode de détermination du coefficient de transfert k_p , ainsi que de l'ajustement du modèle pour le diacétyl.	80
2.12	Exemple de traitement des cinétiques <i>in vivo</i> de libération des composés d'arômes : répétition (—), courbe des crêtes reliant les maxima (trait fin), courbe moyenne des trois répétitions (trait épais) et courbes enveloppes (grisé) représentant l'écart type sur les trois répétitions.	81

2.13	Simulateur péristaltique : (1) réservoir de salive, (2) alimentation en salive, (3) bol alimentaire, (4) racleur, (5) bac de récupération.	83
2.14	Goutte déposée de salive réelle sur un substrat en Nylon6.6. L'angle de contact est de $45\pm 2^\circ$	84
2.15	Mesure des défauts d'usinage du simulateur péristaltique.	85
3.1	Schematic diagram of the experimental set-up for the breakdown test.	95
3.2	Principles and notations of the salt release models. Model 1 (left) considers the population of particles to be equivalent to one piece of product. Model 2 (right) considers the particle distribution to be approximated by two pieces of product of different sizes.	97
3.3	Temporal dominance of sensation (TDS) curves (dominance rate as a function of time) of the 4 products : 250/40, 250/0, 150/40, 150/0.	99
3.4	Influence of compression parameters (i.e. probe velocity, strain level, number of compression cycles) on the salt release kinetics from model dairy gels during the breakdown test (250/40): 10 mm/s, 80%, 1 cycle (\blacklozenge) ; 1 mm/s, 80%, 1 cycle (\bullet) ; 10 mm/s, 50%, 1 cycle (\blacksquare) ; 10 mm/s, 80%, 5 cycles (\blacktriangle)	100
3.5	Salt release kinetics during the breakdown test for two products (250/40 in black and 250/0 in grey) after compression (solid lines) and their associated control tests (no compression, dotted lines): probe velocity: 10 mm/s, strain level: 80%, one cycle of compression.	101
3.6	Experimental data and release model simulation. (a) Experimental data for 3 products (Δ 250/0, O 150/40, \square 150/0) and model 1 fittings (particles of uniform size, solid lines). (b) Experimental data for 1 product (\diamond 250/40), model 1 fitting (particles of uniform size, solid line) and model 2 fitting (particles of non-uniform size, dotted lines). For 250/40 model 2 was used to determine the contact area generated during the breakdown test due to the poor agreement of the model 1 with the experimental data.	102
3.7	Contact area between the product and the water after compression for the various products studied.	104
3.8	Model dairy products after the breakdown test. A is the area of contact between the product and the water calculated with the models.	104

3.9	Experimental data (Δ) and release model simulations for 250/40: model 2 fitted on the experimental data to determine the contact area generated during the breakdown test (dotted line); model 1 simulated with the contact area determined thanks to the model 2 (solid line).	106
3.10	Typical stress-strain curve during product compression. The maximum of the curve represents fracture initiation. Breakdown energy E_b is defined as being the energy necessary to break up the product at 80% of strain (i.e total area under the curve). Fracture initiation energy E_{fi} is defined as being the energy necessary to initiate the fracture in the product. These data were calculated from the experiments carried out by Panouillé et al. (2010).	111
3.11	Model assumptions: (a) principles and notations of the in-mouth salt release model during eating; (b) hypothesis of the change of the contact area between the product and the saliva during eating; (c) hypothesis of evolution of saliva volume in mouth during eating.	114
3.12	Mean of the time-intensity profiles for the four dairy gels.	117
3.13	Examples of experimental release kinetics of salt in saliva for a panelist and two products: 250/40 (-●-), 250/0 (-■-).	118
3.14	Mean swallowing time t_s as a function of the breakdown energy E_b for each product. Breakdown energy E_b is defined as the energy necessary to break up the product at 80% of strain during a compression test (data calculated from the experiments carried out in Panouillé et al., 2010). Error bars represent confidence intervals.	119
3.15	Parameter influence on model predictions: influence of the maximal contact area A_{max} (a); influence of the initial volume of saliva in the mouth V_{s0} (b); influence of the saliva flow rate Q_s (c). The swallowing events take place at 15, 25, 40, 60 and 80 s. Unless otherwise specified, parameter values are: $A_{max} = 100 \text{ cm}^2$, $V_{s0} = 1 \text{ mL}$, $Q_s = 1.8 \text{ mL/min}$, $K = 0.8$, $k_p = 2.10^{-6} \text{ m/s}$, $V_p = 5 \text{ mL}$	121
3.16	G as a function of the masticatory performance. Each point represents a panelist. Error bars represent confidence intervals.	122
3.17	F as a function of the contact area obtained after a standardised compression A_c (¹ data from de Loubens et al., 2011). Error bars represent confidence intervals.	123

3.18	$F(\text{product})/t_s$ as a function of the fracture initiation energy E_{fi} . $F(\text{product})/t_s$ represents the dynamics of evolution of the contact area between the product and the saliva independently of the panelist effect. Fracture initiation energy E_{fi} is defined as being the energy necessary to initiate the fracture in the product during a compression test (data calculated from the experiments carried out by Panouillé et al., 2010)	124
3.19	Experimental data and model of solutes release for two panelists with different masticatory performances ($MsP = 0.52$ (a), $MsP = 0.17$ (b)) and two products (250/40 and 250/0). Arrows indicate the equilibrium salt concentration in saliva at the first swallowing event.	125
3.20	Synthèse des paramètres gouvernant la libération et la perception du sel.	129
4.1	Coefficient de transfert de matière k_p du diacétyle dans les solutions de glucose en fonction de la matière sèche des solutions.	136
4.2	Exemple de cinétique de libération <i>in vivo</i> du diacétyle (m/z 87) pour les quatre solutions de glucose (sujet 1) : courbes moyennes des 3 répétitions pour 1 juge. La déglutition se situe au temps 0.	137
4.3	(a) Influence du coefficient de transfert k'_p et (b) de l'épaisseur résiduelle de produit e' sur les prédictions.	138
4.4	Comparaison des intensités du signal m/z 87 (diacétyle) relatives à celle obtenue pour G0 (I_{max}/I_{0max}) déterminées expérimentalement et prédites par le modèle dans le cas où les propriétés physico-chimiques utilisées sont celles du produit pure. Les barres d'erreurs représentent les écart types en considérant tout les panélistes et répétitions.	139
4.5	Comparaison des signaux obtenus lorsque le panéliste avale une gorgée d'eau (trait plein) ou seulement de l'air enrichi en composés d'arôme (trait discontinu), exemple du diacétyl.	140
4.6	Comparaison de l'intensité du signal m/z 84 (a, diacétyle) et m/z 145 (b, hexanoate d'éthyle) relative à celle obtenue pour G0 (I_{max}/I_{0max}) déterminées expérimentalement et prédites par le modèle dans le cas où les propriétés physico-chimiques utilisées sont celles du produit dilué à 85% avec la salive. Les barres d'erreurs représentent les écart types en considérant tout les panélistes et répétitions.	141
4.7	Anatomy of the oral cavity and the pharynx (adapted from German et Palmer, 2006)	146

4.8	Swallowing sequences. Phase 1: initiation of swallowing. Phase 2: pharyngeal peristalsis, adapted from Pal et al. (2003).	146
4.9	Scheme of the peristaltic wave and associated study system. Near the most occluded point, the pharyngeal walls are in rotation one compared to the other. In black, (\vec{x}', \vec{z}') represents the laboratory frame, whereas, in grey, (\vec{X}', \vec{Z}') represents the wave frame.	148
4.10	Schematic diagram of definitions and notations.	152
4.11	Pharyngeal peristalsis simulator: (1) saliva feed, (2) slot coater, (3) food bolus, (4) scraper, (5) collector.	157
4.12	Dimensionless flow rate as a function of modified capillary number in the monolayer case. Comparison with the analytical results of Coyle et al. (1986).	159
4.13	Dimensionless food bolus flow rate as a function of the viscosity ratio α for different saliva flow rates q_1 (a) and as a function of the saliva flow rate q_1 for different viscosity ratios α (b) at imposed gap and velocity ($Ca_m = 1000$).	159
4.14	Location of the interface between the food bolus and saliva h_2 (a), velocity at the interface between the food bolus and saliva (b), and pressure profile p (c), for different dimensionless saliva flow rates q_1 and for a viscosity ratio α of 100 ($Ca_m = 1000$).	160
4.15	Example of flow field distribution (isovalues of velocity) in the contact and saliva / food bolus interface (with line) for $q_1 = 0$ and $q_2 = 1.30$ (a), $q_1 = 0.1$ and $q_2 = 1.41$ (b), $q_1 = 0.3$ and $q_2 = 1.20$ (c), ($\alpha = 100$ and $Ca_m = 1000$).	161
4.16	Dimensionless load L (a) and drag D (b) as a function of the viscosity ratio α for different saliva flow rates q_1 at imposed gap and velocity ($Ca_m = 1000$).	162
4.17	Glucose flow rate as a function of water flow rate for two viscosity levels (in black) at imposed gap and velocity. Each piece of data has been modelled by taking gravity effects into account (in grey).	163
4.18	Dimensionless food bolus thickness e_2 as a function of saliva thickness e_1 for different viscosity ratio a at a given force (load and drag).	164

4.19	Evolution of the relative concentration in aroma compound C_N in the nasal cavity for different residual thicknesses of product e'_2 : a decrease of the thickness induces a decrease of the “persistence” (from Doyennette et al., 2011).	165
4.20	Diagram of the peristaltic wave and associated study system. Near the most occluded point, the pharyngeal walls are in rotation compared to each other. U' is the wave velocity (m/s) and L' the load applied by the pharyngeal constrictors muscles (N/m). Adapted from de Loubens et al. (2010).	171
4.21	Diagram of definition and notations. U' is the wave velocity (m/s), L' the load applied by the pharyngeal constrictors muscles (N/m), $H'(x')$ the mucosa location (m), $h'_2(x')$ the interface location between the food bolus and the saliva and H'_0 the “negative-gap width.”	173
4.22	Dimensionless flow rate q_1 (●) and load L (▲) as a function of the elasticity number Ne in the mono-layer case ($q_2 = 0$).	179
4.23	Dimensionless food bolus flow rate q_2 as a function of the elasticity number Ne for different viscosity ratios α and dimensionless saliva flow rates q_1 (a) and as a function of dimensionless saliva flow rate q_1 for different viscosity ratios a for $Ne = 1$ (b).	179
4.24	Dimensionless load L as a function of the elasticity number Ne for different viscosity ratio α and dimensionless saliva flow rates q_1 (a) and as a function of the dimensionless saliva flow rate for different viscosity ratios a at imposed gap and velocity for $Ne = 1$ (b).	180
4.25	Dimensionless pressure profiles p for different viscosity ratio α and different dimensionless saliva flow rates q_1 at $Ne = 1$ (a) and $Ne = 10^{-3}$ (b).	181
4.26	Total thickness when the food bolus is mixed with saliva $e' = e'_1 + e'_2$ as a function of the dilution rate of the food bolus with saliva $r = 100 * e'_1 / (e'_1 + e'_2)$ and iso-values of saliva thickness e'_1 (grey lines). $e'_m = 4$ mm, $R' = 4$ mm, $\mu'_1 = 5$ mPa.s, $L' = 10$ N/m	183
4.27	Aroma release kinetics predicted by the mechanistic model developed by Doyennette et al. (2011) for different rates of dilution of the food bolus with saliva ($r = 100 * e'_1 / (e'_2 + e'_1)$) and total thicknesses ($e'_2 + e'_1$) predicted with the present elastohydrodynamic model. The time 0 s corresponds to the swallowing events. $U' = 0.5$ m/s, $E' = 20$ kPa, $e'_m = 4$ mm, $R' = 4$ mm, $\mu'_1 = 5$ mPa.s, $L' = 10$ N/m	185

4.28	Maximal relative concentration of aroma release kinetics C_{max} as a function of the viscosity of glucose solutions μ'_2 : <i>in vivo</i> data (\blacklozenge), model predictions without dilution with saliva ($r=0\%$, \blacksquare), model predictions with a rate of dilution of product with saliva r of 85% (\blacktriangle). Error bars represent the standard deviation on the <i>in vivo</i> data. Data from Doyennette et al. (2011)	185
4.29	Localisation de la muqueuse (base de la langue ou paroi postérieure du pharynx) calculée par le modèle élastohydrodynamique. $U' = 0.5$ m/s, $E' = 20$ kPa, $e'_m = 4$ mm, $R' = 4$ mm, $\mu'_1 = \mu'_2 = 5$ mPa.s, $L' = 10$ N/m, $e' = 10$ μ m.	188
4.30	Champ de taux de vitesse de cisaillement calculé par le modèle élastohydrodynamique. $U' = 0.5$ m/s, $E' = 20$ kPa, $e'_m = 4$ mm, $R' = 4$ mm, $\mu'_1 = \mu'_2 = 5$ mPa.s, $L' = 10$ N/m, $e' = 10$ μ m.. . . .	188
4.31	Synthèse des paramètres liés au produit et au sujet gouvernant la libération des composés d'arôme.	192

Liste des tableaux

1.1	Principales grandeurs utiles à la modélisation de la libération des stimuli et de la déglutition utilisées dans ce manuscrit.	60
2.1	Caractéristiques de la poudre PL60 (Triballat, France) de rétentat de lait ultrafiltré utilisée pour la fabrication des matrices modèles.	63
2.2	Composition des 5 matrices modèles étudiées.	64
2.3	Propriétés mécaniques et intensité d'attributs sensoriels. Issu de Panouillé et al. (2010)	66
2.4	Propriétés physicochimiques des composés d'arôme utilisés.	68
3.1	Code and composition of the model dairy products.	93
3.2	Composition and codes of model dairy products.	110
3.3	Model parameters: mean values and standard deviation (SD)	117
3.4	Normalised concentration $C_s(t_s)/KC_{m0}$ at the first swallowing and mean characteristic time τ of the decreasing part of release kinetics for the different products with confidence intervals. The products are statistically classified in two groups referred to as a and b (SNK Test).	119
4.1	Physiological variables and approximate corresponding value.	151
4.2	Physiological variables and approximate corresponding values.	174

Bibliographie

- Alberts, B., Lewis, J., Raff, M., Roberts, K., et JD, W. (1994). *Cell signalling*. New-York : Garland Publishing Inc.
- Alessi, P., Fermeglia, M., et Kikic, I. (1991). Significance of dilute region. *Fluid Phase Equilibrium*, 70 :239–250.
- Ali, G., Laundl, T., Wallace, K., Shaw, D., deCarle, D., et Cook, I. (1994). Influence of mucosal receptors on deglutitive regulation of pharyngeal and upper esophageal sphincter function. *American Journal of Physiology*, 267 :644–649.
- Athès, V., Lillo, M. P. Y., Bernard, C., Perez-Correa, R., et Souchon, I. (2004). Comparison of experimental methods for measuring infinite dilution volatilities of aroma compounds in water/ethanol mixtures. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52 :2021– 2027.
- Atlan, S., Trelea, I. C., Saint-Eve, A., Souchon, I., et Latrille, E. (2006). Processing gas chromatographic data and confidence interval calculation for partition coefficients determined by the phase ratio variation method. *Journal of Chromatography*, 1110 :146–155.
- Baek, I., Linforth, R., Blake, A., et Taylor, A. (1999). Sensory perception is related to the rate of change of volatile concentration in-nose during eating of model gels. *Chemical Senses*, 24(2) :155–160.
- Baragar, F., vanderBilt, A., et vanderGlas, H. (1996). An analytic probability density for particle size in human mastication. *Journal of Theoretical Biology*, 181(2) :169–178.
- Bogaardt, H. C. A., Burger, J. J., Fokkens, W. J., et Bennink, R. J. (2007). Viscosity is not a parameter of postdeglutitive pharyngeal residue : Quantification and analysis with scintigraphy. *Dysphagia*, 22(2) :145–149.
- Boland, A., Delahunty, C., et van Ruth, S. (2006). Influence of the texture of gelatin gels and pectin gels on strawberry flavour release and perception. *Food Chemistry*, 96(3) :452–460.

- Brown, W. (1993a). Method to investigate differences in chewing behavior in humans : I. Use of electromyography in measuring chewing. *Journal of Texture Studies*, 25 :17–31.
- Brown, W. (1993b). Method to investigate differences in chewing behavior in humans : II. Use of electromyography during chewing to assess chewing behaviour. *Journal of Texture Studies*, 25 :17–31.
- Buettner, A., Beer, A., Hannig, C., et Settles, M. (2001). Observation of the swallowing process by application of videofluoroscopy and real-time magnetic resonance imaging-consequences for retronasal aroma stimulation. *Chemical Senses*, 26(9) :1211–1219.
- Buettner, A., Beer, A., Hannig, C., Settles, M., et Schieberle, P. (2002). Physiological and analytical studies on flavor perception dynamics as induced by the eating and swallowing process. *Food Quality and Preference*, 13(7-8) :497 – 504.
- Buhr, K., Van Ruth, S. M., et Delahunty, C. H. (2002). Analysis of volatile flavour compounds by proton transfer reaction-mass spectrometry : fragmentation patterns and discrimination between isobaric and isomeric compounds. *International Journal of Mass Spectrometry*, 221 :1–7.
- Busch, J. L. H. C., Tournier, C., Knoop, J. E., Kooyman, G., et Smit, G. (2009). Temporal Contrast of Salt Delivery in Mouth Increases Salt Perception. *Chemical Senses*, 34(4) :341–348.
- Buttery, R. G., Ling, L. C., et Guadagni, D. G. (1969). Volatilities of aldehydes, ketones, and esters in dilute water solution. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 17 :385–389.
- Cankurtaran, M., Celik, H., Coskun, M., Hizal, E., et Cakmak, O. (2007). Acoustic rhinometry in healthy humans : Accuracy of area estimates and ability to quantify certain anatomic structures in the nasal cavity. *Annals of Otology Rhinology and Laryngology*, 116(12) :906–916.
- Carvalho, M. (2003). Effect of thickness and viscoelastic properties of roll cover on deformable roll coating flows. *Chemical Engineering Science*, 58 :4323–4333.
- Carvalho, M. et Scriven, L. (1994). Effect of deformable roll cover on roll coating. *Tappi Journal*, 77(5) :201–208.
- Carvalho, M. et Scriven, L. (1995). Deformable roll coating : Modeling of steady flow in gaps and nips. In P.H. Gaskell, M. S. . J. S., editor, *The Mechanics of Thin Film Coating : Proc. First European Symp.*, pages 221–230. World Scientific.
- Carvalho, M. et Scriven, L. (1997). Flows in forward deformable roll coating gaps : Comparison between spring and plane-strain models of roll cover. *Journal of Computational Physics*, 138(2) :449–479.

- Cecil, J., Fancis, J., et Read, N. (1998). Relative contributions of intestinal, gastric, oro-sensory influences and information to changes in appetite induced by the same liquid meal. *Appetite*, 31 :377–390.
- Chang, M., Rosendall, B., et Finlayson, B. (1998). Mathematical modeling of normal pharyngeal bolus transport : A preliminary study. *Journal of Rehabilitation Research and Development*, 35(3) :327–334.
- Chen, J. (2008). Food oral processing - a review. *Food Hydrocolloids*, 23 :1–25.
- Chen, J. et Lolivret, L. (2010). The determining role of bolus rheology in triggering a swallowing. *Food Hydrocolloids*, DOI : 10.1016/j.foodhyd.2010.06.010.
- Chong, Y., Gaskell, P., et Kapur, N. (2007). Coating with deformable rolls : An experimental investigation of the ribbing instability. *Chemical Engineering Science*, 62(15) :4138 – 4145.
- Cohu, O. et Magnin, A. (1997). Forward roll coating of Newtonian fluids with deformable rolls : An experimental investigation. *Chemical Engineering Science*, 52(8) :1339–1347.
- Collins, L. M. C. et Dawes, C. (1987). The surface area of the adult human mouth and thickness of the salivary film covering the teeth and oral mucosa. *Journal of Dental Research*, 66(8) :1300–1302.
- Cook, D., Hollowood, T., Linforth, R., et Taylor, A. (2002). Perception of taste intensity in solutions of random-coil polysaccharides above and below c. *Food Quality and Preference*, 13(7-8) :473–480.
- Cook, D., Hollowood, T., Linforth, R., et Taylor, A. (2003a). Oral shear stress predicts flavour perception in viscous solutions. *Chemical Senses*, 28(1) :11–23.
- Cook, D., Hollowood, T., Linforth, R., et Taylor, A. (2005). Correlating instrumental measurements of texture and flavour release with human perception. *International Journal of Food Science and Technology*, 40(6) :631–641.
- Cook, D., Linforth, R., et Taylor, A. (2003b). Effects of hydrocolloid thickeners on the perception of savory flavors. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(10) :3067–3072.
- Coyle, D., Macosko, C., et Scriven, L. (1986). Film-splitting flows in forward roll coating. *Journal of Fluid Mechanics*, 171 :183–207.
- Coyle, D. J. (1988a). Experimental studies of flow between deformable rolls. In *A.I.Ch.E Spring National Meeting, New Orleans (LA)*.

- Coyle, D. J. (1988b). Forward roll coating with deformable rolls - a simple one-dimensional elastohydrodynamic model. *Chemical Engineering Science*, 43(10) :2673–2684.
- Cussler, E. (1997). *Diffusion. Mass Transfer in Fluid Systems. 2nd edition*. University Press, Cambridge.
- Dantas, R., Kern, M., Massey, B., Dodds, W., Kahrilas, P., Brasseur, J., Cook, I., et Lang, I. (1990). Effect of swallowed bolus variables on oral and pharyngeal phases of swallowing. *American Journal of Physiology*, 258(5, Part 1) :G675–G681.
- Dantas, R., Massey, B., Kern, M., Cook, I., et Dodds, W. (1988). Effect of bolus volume and viscosity on the pharyngeal phase of swallowing. *Gastroenterology*, 95(3) :861.
- Davidson, J., Linforth, R., et Taylor, A. (1998). In-mouth measurement of pH and conductivity during eating. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(12) :5210–5214.
- Davidson, J. M., Linforth, R. S. T., Hollowood, T. A., et Taylor, A. J. (2000). *Release of Non-Volatile Flavor Compounds In Vivo. In Flavor release*. American Chemical Society, Washington DC.
- Davies, G., Wantling, E., et Stokes, J. (2009). The influence of beverages on the stimulation and viscoelasticity of saliva : Relationship to mouthfeel? *Food Hydrocolloids*, 23 :2261–2269.
- Dawes, C. (2008). Salivary flow patterns and the health of hard and soft oral tissues. *Journal of the American Dental Association*, 139(Suppl. S) :18S–24S.
- de Loubens, C., Magnin, A., Verin, E., Doyennete, M., Trélea, I., et Souchon, I. (2010). A lubrication analysis of the pharyngeal peristalsis : application to flavour release. *Journal of Theoretical Biology*, 267(3) :300–311.
- de Loubens, C., Panouillé, M., Saint-Eve, E., Déléris, I., Trélea, I., et Souchon, I. (2011). Mechanistic model of in vitro salt release from model dairy gels based on standardized breakdown test simulating mastication. *accepted by Journal of Food Engineering*.
- de Wijk, R., Prinz, J., et Janssen, A. (2006). Explaining perceived oral texture of starch-based custard desserts from standard and novel instrumental tests. *Food Hydrocolloids*, 20(1) :24–34.
- Deleris, I., Lauerjat, C., Trelea, I. C., et Souchon, I. (2007). Diffusion of aroma compounds in stirred yogurts with different complex viscosities. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(21) :8681–8687.

- Desse, M., Mitchell, J., Wolf, B., et Budtova, T. (2010). Droplet deformation and break-up under shear : Hydrocolloid solution vs. suspension of starch granules. *Food Hydrocolloids*, DOI : 10.1016/j.foodhyd.2010.07.028.
- Diridollou, S., Patat, F., Gens, F., Vaillant, L., Black, D., Lagarde, J., Gall, Y., et Berson, M. (2000). In vivo model of the mechanical properties of the human skin under suction. *Skin Research and Technology*, 6(4) :214–221.
- Donner, M., Bosma, J., et Robertson, D. (1985). Anatomy and physiology of the pharynx. *Gastrointestinal Radiology*, 10(3) :196–212.
- Doyennette, M., de Loubens, C., Déléris, I., Souchon, I., et Tréléa, I. (2011). Mechanisms explaining the role of viscosity and post-deglutitive pharyngeal residue on in vivo aroma release : a combined experimental and modeling study. *accepted by Food Chemistry*.
- Drago, S., Panouillé, M., Saint-Eve, A., Neyraud, E., Feron, G., et Souchon, I. (2010). Relationships between saliva and food bolus properties from model dairy products. *Food Hydrocolloids*.
- Engelen, L., Fontijn-Tekamp, A., et van der Bilt, A. (2005). The influence of product and oral characteristics on swallowing. *Archives of Oral Biology*, 50(8) :739 – 746.
- Ettre, L., Welter, C., et Kolb, B. (1993). Determination of gas-liquid partition coefficients by automatic equilibrium headspace-gas chromatography utilizing the phase ratio variation method. *Chromatographia*, 35(1-2) :73–84.
- Ferry, A., Hort, J., Mitchell, J., Cook, D., Lagarrigue, S., et Pamies, B. (2006). Viscosity and flavour perception : Why is starch different from hydrocolloids? *Food Hydrocolloids*, 20(6) :855–862.
- Finney, M., M. J. (2004). Measurement of biting velocities at predetermined and individual crosshead speed instrumental imitative tests for predicting sensory hardness of gelatin gels. *Journal of Sensory Studies*, 20(2) :114–129.
- Floury, J., Rouaud, O., Poullennec, M. L., et Famelart, M.-H. (2009). Reducing salt level in food : Part 2. modelling salt diffusion in model cheese systems with regards to their composition. *LWT - Food Science and Technology*, 42(10) :1621 – 1628.
- German, R. et Palmer, J. (2006). Anatomy and development of oral cavity and pharynx. *GI Motility Online*.
- Gierczynski, I., Laboure, H., Semon, E., et Guichard, E. (2007). Impact of hardness of model fresh cheese on aroma release : In vivo and in vitro study. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(8) :3066–3073.

- Gosset, J. M. (1987). Measurement of Henry's law constants for C1 and C2 chlorinated hydrocarbons. *Environmental Science & Technology*, 21 :202–208.
- Gostling, M., Savage, M., Young, A., et Gaskell, P. (2003). A model for deformable roll coating with negative gaps and incompressible compliant layers. *Journal of Fluid Mechanics*, 489 :155–184.
- Goyal, R. et Mashimo, H. (2006). Physiology of oral, pharyngeal, and esophageal motility. *GI Motility Online*.
- Gregersen, H. (2003). *Biomechanics of the gastrointestinal tract*. Springer.
- Halpern, B. P., Kelling, S. T., et Meiselman, H. L. (1986). An analysis of the role of stimulus removal in taste adaptation by means of simulated drinking. *Physiology & Behavior*, 36(5) :925 – 928.
- Hamlet, S., Choi, J., Zormeier, M., Shamsa, F., Stachler, R., Muz, J., et Jones, L. (1996). Normal adult swallowing of liquid and viscous material : Scintigraphic data on bolus transit and oropharyngeal residues. *Dysphagia*, 11(1) :41–47.
- Hamrock, B., Schmid, S., et Jacobson, B. (2004). *Fundamentals of fluid film lubrication, Second edition*. McGraw-Hill Companies.
- Hannachi, A. et Mitsoulis, E. (1990). Numerical analysis of multilayer forward roll coating. *Journal of Plastic Film and Sheeting*, 6(3) :170–190.
- Harrison, M. (1998). Effect of breathing and saliva flow on flavor release from liquid foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(7) :2727–2735.
- Harrison, M., Campbell, S., et Hills, B. (1998). Computer simulation of flavor release from solid foods in the mouth. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(7) :2736–2743.
- Harvey, B. et Barra, J. (2003). Real time breath and headspace analysis of flavour volatiles. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 55(3) :261 – 269.
- Hills, B. et Harrison, M. (1995). Two-film theory of flavour release from solids. *International Journal of Food Science & Technology*, 30(4) :425–436.
- Hodgson, M., Langridge, J., Linforth, R., et Taylor, A. (2005). Aroma release and delivery following the consumption of beverages. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(5) :1700–1706.
- Hodgson, M., Linforth, R. S. T., et Taylor, A. J. (2003). Simultaneous real-time measurements of mastication, swallowing, nasal airflow, and aroma release. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(17) :5052–5057.

- Hollowood, T., Linforth, R., et Taylor, A. (2002). The effect of viscosity on the perception of flavour. *Chemical Senses*, 27(7) :583–591.
- Hutchings, J. et Lillford, P. (1988). The perception of food texture - the philosophy of the breakdown path. *Journal of Texture Studies*, 19 :103–115.
- Inthavong, K. (2008). *Simulation of fluid dynamics and particle transport in a realistic human nasal cavity*. PhD thesis, School of Aerospace, Mechanical and Manufacturing Engineering Science, Engineering and Technology Portfolio RMIT University.
- Jack, F., Piggott, J., et Paterson, A. (1995). Cheddar cheese texture related to salt release during chewing, measured by conductivity - preliminary-study. *Journal of Food Science*, 60(2) :213–217.
- Jensen, K. D., Beck, H. C., Jeppesen, L., Norrelykke, M. R., et Hansen, A. M. (2003). A new system for dynamic measurements of flavour release : A combined artificial mouth and membrane inlet mass spectrometer. *Flavour Research at the Dawn of the Twenty-First Century*, pages 228–231.
- Jones, B. (2006). Radiographic evaluation of motility of mouth and pharynx. *GI Motility Online*.
- Jones, B. et Donner, M. (1988). Examination of the patient with dysphagia. *Radiology*, 167(2) :319–326.
- Jouenne, E. et Crouzet, J. (2000). Effect of pH on retention of aroma compounds by beta- lactoglobulin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 :1273–1277.
- Julien, K., Buschang, P., Throckmorton, G., et Dechow, P. (1996). Normal masticatory performance in young adults and children. *Archives of Oral Biology*, 41(1) :69–75.
- Karl, T., Yeretzyan, C., Jordan, A., et Lindinger, W. (2003). Dynamic measurements of partition coefficients using proton-transfer-reaction mass spectrometry (ptr-ms). *International Journal of Mass Spectrometry*, 223 :383–395.
- Kelly, A. M., Macfarlane, K., Ghufoor, K., Drinnan, M. J., et Lew-Gor, S. (2008). Pharyngeal residue across the lifespan : a first look at what's normal. *Clinical Otolaryngology*, 33(4) :348–351.
- Kim, S., McCulloch, T., et Rim, K. (1998). Evaluation of the viscoelastic properties of pharyngeal tissue. *Tissue Engineering*, 4(4) :389–401.
- Kobayashi, N., Kohyama, K., Sasaki, Y., et Matsushita, M. (2006). Statistical laws for food fragmentation by human mastication. *Journal of the Physical Society of Japan*, 75(8) :083001.
- Kobayashi, N., Kohyama, K., et Shiozawa, K. (2010). Fragmentation of a Viscoelastic Food by Human Mastication. *Journal of the Physical Society of Japan*, 79(4) :044801.

- Kokini, J. et Cussler, E. (1983). Predicting the texture of liquid and melting semi-solid foods. *Journal of Food Science*, 48(4) :1221–1225.
- Kokini, J., Kadane, J., et Cussler, E. (1977). Liquid texture perceived in mouth. *Journal of Texture Studies*, 8(2) :195–218.
- Kolb, B., Welter, C., et Bichler, C. (1992). Determination of partition coefficients by automatic equilibrium headspace-gas chromatography by vapor phase calibration. *Chromatographia*, 34 :235–240.
- Koliandris, A., Lee, A., Ferry, A.-L., Hill, S., et Mitchell, J. (2008). Relationship between structure of hydrocolloid gels and solutions and flavour release. *Food Hydrocolloids*, 22(4) :623–630.
- Koliandris, A.-L., Morris, C., Hewson, L., Hort, J., Taylor, A. J., et Wolf, B. (2010). Correlation between saltiness perception and shear flow behaviour for viscous solutions. *Food Hydrocolloids*, 24(8) :792 – 799.
- Kora, E., Souchon, I., Latrille, E., Martin, N., et Marin, M. (2004). Composition rather than viscosity modifies the aroma compound retention of flavored stirred yogurt. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(10) :3048–3056.
- Lauverjat, C. (2009). *Comprehension des mecanismes impliquees dans la mobilite et la liberation du sel et des composés d arôme et leur role dans la perception*. PhD thesis, AgroParisTech.
- Lauverjat, C., de Loubens, C., Deleris, I., Trelea, I. C., et Souchon, I. (2009a). Rapid determination of partition and diffusion properties for salt and aroma compounds in complex food matrices. *Journal of Food Engineering*, 93(4) :407–415.
- Lauverjat, C., Deleris, I., Trelea, I. C., Salles, C., et Souchon, I. (2009b). Salt and aroma compound release in model cheeses in relation to their mobility. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(21) :9878–9887.
- Lawrence, G. (2009). *Utilisation des interactions texture-saveur-arôme pour réhausser la saveur salée*. PhD thesis, ENSBANA.
- Lawrence, G., Salles, C., Septier, C., Busch, J., et Thomas-Danguin, T. (2009). Odour-taste interactions : A way to enhance saltiness in low-salt content solutions. *Food Quality and Preference*, 20(3) :241 – 248.
- Lee, L. (1996). Correlation between lewis acid-base surface interaction components and linear solvation energy relationship solvatochromic alpha and beta parameters. *Langmuir*, 12(6) :135–146.

- Leroi, J. C., Masson, J. C., Renon, H., Fabries, J. F., et Sannier, H. (1977). Accurate measurement of activity coefficients at infinite dilution by inert gas stripping and gas chromatography. *Ind. Eng. Chem*, 16 :139–144.
- Lethuaut, L., Weel, K., Boelrijk, A., et Brossard, C. (2004). Flavor perception and aroma release from model dairy desserts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(11) :3478–3485.
- Levine, M. (1989). *Radiology of the esophagus*. WB Saunders, Philadelphia.
- Lindinger, W., Hansel, A., et Jordan, A. (1998). Proton-transfer-reaction mass spectrometry (ptr-ms) : on-line monitoring of volatile organic compounds at pptv levels. *Chemical Society Reviews*, 27 :347–354.
- Linforth, R. S. T., Savary, I., Pattenden, B., et Taylor, A. J. (1994). Volatile compounds found in expired air during eating of fresh tomatoes and in the headspace above tomatoes. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 65 :241–247.
- Loret, C., Hartmann, C., et Martin, N. (2009). Rheological and sensory characterization of swallowed food bolus. In *International symposium on food rheology and structure, Zurich*.
- Lucas, P. et Luke, D. (1983). Methods for analyzing the breakdown of food in human mastication. *Archives of Oral Biology*, 28 :813–819.
- Lucas, P. W., Prinz, J. F., Agrawal, K. R., et Bruce, I. C. (2002). Food physics and oral physiology. *Food Quality and Preference*, 13(4) :203 – 213.
- Marieb, E. N. & Hoehn, K. (2008). *Human Anatomy & Physiology (7th ed.)*. Benjamin-Cummings Publishing Company.
- Marin, M., Baek, I., et Taylor, J. (1999). Volatile release from aqueous solutions under dynamic headspace dilution conditions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47 :4750–4755.
- Mathmann, K., Kowalczyk, W., et Delgado, A. (2009). Development of a hybrid model predicting the mouthfeel of yogurt. *Journal of Texture Studies*, 40(1) :16–35.
- Mathmann, K., Kowalczyk, W., Petermeier, H., Baars, A., Eberhard, M., et Delgado, A. (2007). A numerical approach revealing the impact of rheological properties on mouthfeel caused by food. *International Journal of Food Science and Technology*, 42(6) :739–745.
- Meiselman, H. L., Bose, H. E., et Nykvist, W. E. (1972). Effect of flow rate on taste intensity responses in humans. *Physiology & Behavior*, 9(1) :35 – 38.

- Meng, Y., Rao, M., et Datta, A. (2005). Computer simulation of the pharyngeal bolus transport of Newtonian and non-Newtonian fluids. *Food and Bioproducts Processing*, 83(C4) :297–305.
- Mestres, M., Moran, N., Jordan, A., et Buettner, A. (2005). Aroma release and retronasal perception during and after consumption of flavored whey protein gels with different textures. 1. in vivo release analysis. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(2) :403–409.
- Mielle, P., Tarrega, A., Sémon, E., Maratray, J., Gorria, P., Liodenot, J. J., Liaboeuf, J., Andrejewski, J.-L., et Salles, C. (2010). From human to artificial mouth, from basics to results. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 146(2) :440 – 445.
- Mills, T., Spyropoulos, F., Norton, I. T., et Bakalis, S. (2011). Development of an in-vitro mouth model to quantify salt release from gels. *Food Hydrocolloids*, 25(1) :107–113.
- Mishellany, A., Woda, A., Labas, R., et Peyron, M.-A. (2006). The challenge of mastication : Preparing a bolus suitable for deglutition. *Dysphagia*, 21(2) :87–94.
- Mizunuma, H., Sonomura, M., K., S., Ogoshi, H., Nakamura, S., et Tayama, N. (2009). Numerical modeling and simulation on the swallowing of jelly. *Journal of Texture Studies*, 40-4 :406–426.
- Müller, K., Figueroa, C., Martínez, C., Medel, M., Obreque, E., Peña-Neira, A., Morales-Bozo, I., Toledo, H., et López-Solis, R. O. (2010). Measurement of saliva volume in the mouth of members of a trained sensory panel using a beetroot (*beta vulgaris*) extract. *Food Quality and Preference*, 21(5) :569 – 574.
- Moghani, T., Butler, J., et Loring, S. (2009). Determinants of friction in soft elastohydrodynamic lubrication. *Journal of Biomechanics*, 42 :1069–1074.
- Morris, C., Koliandris, A.-L., Wolf, B., Hort, J., et Taylor, A. J. (2009). Effect of pulsed or continuous delivery of salt on sensory perception over short time intervals. *Chemosensory Perception*, 2(1) :1–8.
- Mossaz, S., Jay, P., Magnin, A., Panouillé, M., Saint-Eve, A., Déléris, I., Juteau, A., et Souchon, I. (2010). Measuring and predicting the spreading of dairy products in the mouth : sensory, instrumental and modelling approaches. *Food Hydrocolloids*, 24(8) :681 – 688.
- Nahon, D. F., Harrison, M., et Roozen, J. P. (2000). Modeling flavor release from aqueous sucrose solutions, using mass transfer and partition coefficients. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 :1278–1284.

- Neyraud, E., Prinz, J., et Dransfield, E. (2003). NaCl and sugar release, salivation and taste during mastication of salted chewing gum. *Physiology and Behavior*, 79(4-5) :731 – 737.
- Nicosia, M. et Brasseur, J. (2002). A mathematical model for estimating muscle tension in vivo during esophageal bolus transport. *Journal of Theoretical Biology*, 219(2) :235–255.
- Nicosia, M. et Robbins, J. (2001). The fluid mechanics of bolus ejection from the oral cavity. *Journal of Biomechanics*, 34(12) :1537–1544.
- Nicosia, M. A. (2007). A planar finite element model of bolus containment in the oral cavity. *Computers in Biology and Medicine*, 37(10) :1472–1478.
- Normand, V., Avison, S., et Parker, A. (2004). Modeling the kinetics of flavour release during drinking. *Chemical Senses*, 29(3) :235–245.
- Olthoff, L., Vanderbilt, A., Bosman, F., et Kleizen, H. (1984). Distribution of particle sizes in food comminuted by human mastication. *Archives of Oral Biology*, 29(11) :899–903.
- Organisation, W. H. (2007). Reducing salt intake in populations. In *Report of a WHO Forum and Technical Meeting*.
- Pal, A., Williams, R., Cook, I., et Brasseur, J. (2003). Intrabolus pressure gradient identifies pathological constriction in the upper esophageal sphincter during flow. *American Journal of Physiology-Gastrointestinal and Liver Physiology*, 285(5) :G1037–G1048.
- Palsson, B., Hubbell, J. A., et Plonsey, R. (2003). *Tissue Engineering*. CRC Press.
- Panouillé, M., Saint-Eve, A., de Loubens, C., Déléris, I., et Souchon, I. (2010). Understanding of the influence of composition, structure and texture influence on salty perception in model dairy products. *Food Hydrocolloids*.
- Patarin, J., Magnin, A., Yven, C., Labouré, H., et Feron, G. (2010). Rheological characterizations of heterogeneous boluses from cheeses. *submitted to Journal of Food Engineering*.
- Peluchon, T. (2001). La jonction pharyngo-oesophagienne. Master's thesis, Université de Nantes, Faculté de médecine.
- Peyron, M., Mioche, L., Renon, P., et Abouelkaram, S. (1996). Masticatory jaw movement recordings : A new method to investigate food texture. *Food Quality and Preference*, 7(3-4) :229–237.

- Phan, V., Yven, C., Lawrence, G., Chabanet, C., Reparet, J., et Salles, C. (2008). In vivo sodium release related to salty perception during eating model cheeses of different textures. *International Dairy Journal*, 18(9) :956 – 963.
- Pineau, N., Schlich, P., Cordelle, S., Mathonnière, C., Issanchou, S., Imbert, A., Rogeaux, M., Etiévant, P., et Köster, E. (2009). Temporal dominance of sensations : Construction of the tds curves and comparison with time-intensity. *Food Quality and Preference*, 20(6) :450 – 455.
- Pionnier, E., Chabanet, C., Mioche, L., Le Quere, J., et Salles, C. (2004a). 1. In vivo aroma release during eating of a model cheese : Relationships with oral parameters. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(3) :557–564.
- Pionnier, E., Chabanet, C., Mioche, L., Taylor, A., Le Quere, J., et Salles, C. (2004b). 2. In vivo nonvolatile release during eating of a model cheese : Relationships with oral parameters. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(3) :565–571.
- Pionnier, E., Semon, E., Chabanet, C., et Salles, C. (2005). Evaluation of the solid phase microextraction (spme) technique for the analysis of human breath during eating. *Sciences des Aliments*, 25 :193–206.
- Pivk, U., Ulrih, N. P., Juillerat, M.-A., et Raspor, P. (2008). Assessing lipid coating of the human oral cavity after ingestion of fatty foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56(2) :507–511.
- Poling, B. E., Prausnitz, J. M., et O’Connell, J. P. (2000). *The properties of gases and liquids*.
- Pouderoux, P. et Kahrilas, P. (1995). Deglutitive tongue force modulation by volition, volume, and viscosity in humans. *Gastroenterology*, 108(5) :1418–1426.
- Prinz, J. F. et Lucas, P. W. (1995). Swallow thresholds in human mastication. *Archives of Oral Biology*, 40(5) :401 – 403.
- Ranc, H., Servais, C., Chauvy, P.-F., Debaud, S., et Mischler, S. (2006). Effect of surface structure on frictional behaviour of a tongue/palate tribological system. *Tribology International*, 39(12) :1518 – 1526.
- Raut, V., McKee, G., et Johnston, B. (2001). Effect of bolus consistency on swallowing - does altering consistency help? *European Archives of Oto-Rhino-Laryngology*, 258(1) :49–53.
- Saint-Eve, A., Lauverjat, C., Magnan, C., Deleris, I., et Souchon, I. (2009). Reducing salt and fat content : Impact of composition, texture and cognitive interactions on the perception of flavoured model cheeses. *Food Chemistry*, 116(1) :167–175.

- Saint-Eve, A., Martin, N., Guillemin, H., Semon, E., Guichard, E., et Souchon, I. (2006). Flavored yogurt complex viscosity influences real-time aroma release in the mouth and sensory properties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(20) :7794–7803.
- Salles, C., Tarrega, A., Mielle, P., Maratray, J., Gorria, P., Liaboeuf, J., et Liodenot, J.-J. (2007). Development of a chewing simulator for food breakdown and the analysis of in vitro flavor compound release in a mouth environment. *Journal of Food Engineering*, 82(2) :189 – 198.
- Schipper, R. G., Silletti, E., et Vinyerhoeds, M. H. (2007). Saliva as research material : Biochemical, physicochemical and practical aspects. *Archives of Oral Biology*, 52(12) :1114–1135.
- Shinkarenko, A., Kligerman, Y., et Etsion, I. (2009). The effect of surface texturing in soft elasto-hydrodynamic lubrication. *Tribology International*, 42 :284–292.
- Skotheim, J. et Mahadevan, L. (2005). Soft lubrication : The elastohydrodynamics of nonconforming and conforming contacts. *Physics of Fluids*, 17(9).
- Sorensen, L., P., M., A., F., M., M., et A., R. (2003). Effect of sensory perception of foods on appetite and food intake : a review of studies on humans. *International journal of obesity and related metabolic disorders*, 27 :1152–1166.
- Sreebny, L. (2000). Saliva in health and disease : an appraisal and update. *The International Dental Journal*, 50 :140–161.
- Strassburg, J., Burbidge, A., Delgado, A., et Hartmann, C. (2007). Geometrical resolution limits and detection mechanisms in the oral cavity. *Journal of Biomechanics*, 40(16) :3533 – 3540.
- Szczesniak, A., 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. *Journal of Food Science*, 28(4) :397–403.
- Taipale, R., Ruuskanen, T. M., Rinne, J., Kajos, M. K., Hakola, H., Pohja, T., et Kulmala, M. (2008). Technical Note : Quantitative long-term measurements of VOC concentrations by PTR-MS - measurement, calibration, and volume mixing ratio calculation methods. *Atmospheric Chemistry and Physics*, 8(22) :6681–6698.
- Takeuchi, S., Tohara, H., Kudo, H., Otsuka, K., Saito, H., Uematsu, H., et Mitsubayashi, K. (2007). An optic pharyngeal manometric sensor for deglutition analysis. *Biomedical Microdevices*, 9(6) :893–899.
- Taniguchi, H., Tsukada, T., Ootaki, S., Yamada, Y., et Inoue, M. (2008). Correspondence between food consistency and suprahyoid muscle activity, tongue pressure, and

- bolus transit times during the oropharyngeal phase of swallowing. *Journal of Applied Physiology*, 105(3) :791–799.
- Taylor, A. J. et Linforth, R. S. T. (2000). *Techniques for measuring volatile release in vivo during consumption of food. In Flavor Release - ACS Symposium Series 763.* American Chemical Society.
- Tréléa, I., Atlan, S., Déléris, I., Saint-Eve, A., Marin, M., et Souchon, I. (2008). Mechanistic mathematical model for in vivo aroma release during eating of semiliquid foods. *Chemical Senses*, 33(2) :181–192.
- Tsukada, T., Taniguchi, H., Ootaki, S., Yamada, Y., et Inoue, M. (2009). Effects of food texture and head posture on oropharyngeal swallowing. *Journal of Applied Physiology*, 106(6) :1848–1857.
- van Aken, G. A. (2010). Modelling texture perception by soft epithelial surfaces. *Soft Matter*, 6(5) :826–834.
- van der Bilt, A., Olthoff, L., van der Glas, H., van der Weelen, K., et Bosman, F. (1987). A mathematical description of the comminution of food during mastication in man. *Archives of Oral Biology*, 32(8) :579 – 586.
- van Ruth, S. et Buhr, K. (2004). Influence of mastication rate on dynamic flavour release analysed by combined model mouth/proton transfer reaction-mass spectrometry. *International Journal of Mass Spectrometry*, 239(2-3) :187–192.
- van Ruth, S., de Witte, L., et Uriarte, A. (2004). Volatile flavor analysis and sensory evaluation of custard desserts varying in type and concentration of carboxymethyl cellulose. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26) :8105–8110.
- Voon, F. et Brown, W. (1986). A simulation approach to understanding the masticatory process. *Journal of Theoretical Biology*, 119 :251–262.
- Voutsas, E. C., Andreou, C. I., Theodorou, D. G., et Tassios, D. P. (2001). Prediction of infinite dilution volatilities of aroma compounds in water. *Journal of Food Science*, 66 :447–452.
- Warren, H. et Carmichael, L. (1930). *Elements of human psychology.* New York : Harper.
- Weel, K., Boelrijk, A., Alting, A., van Mil, P., Burger, J., Gruppen, H., Voragen, A., et Smit, G. (2002). Flavor release and perception of flavored whey protein gels : Perception is determined by texture rather than by release. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(18) :5149–5155.
- Weel, K., Boelrijk, A., Burger, J., M., V., Gruppen, H., Voragen, A., et Smit, G. (2004). New device to simulate swallowing and in vivo aroma release in the throat

- from liquid and semiliquid food systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52 (21) :6564–6571.
- Whitehead, P. G. et Sandler, S. I. (1999). Headspace gas chromatography for measurement of infinite dilution activity coefficients of c-4 alcohols in water. *Fluid Phase Equilibria*, 157 :111–120.
- Williams, R., Pal, A., Brasseur, J., et Cook, I. (2001). Space-time pressure structure of pharyngo-esophageal segment during swallowing. *American Journal of Physiology-Gastrointestinal and Liver Physiology*, 281(5) :G1290–G1300.
- Woda, A., Foster, K., Mishellany, A., et Peyron, M. (2006). Adaptation of healthy mastication to factors pertaining to the individual or to the food. *Physiology & Behavior*, 89 :28–35.
- Woda, A., Mishellany-Dutour, A., Batier, L., François, O., Meunier, J.-P., Reynaud, B., Alric, M., et Peyron, M.-A. (2010a). Development and validation of a mastication simulator. *Journal of Biomechanics*, 43(9) :1667 – 1673.
- Woda, A., Nicolas, E., Mishellany-Dutour, A., Hennequin, M., Mazille, M. N., Veyrone, J. L., et Peyron, M. A. (2010b). The Masticatory Normative Indicator. *Journal of Dental Research*, 89(3) :281–285.
- Wright, K. et Hills, B. (2003). Modelling flavour release from a chewed bolus in the mouth : Part II. The release kinetics. *International Journal of Food Science and Technology*, 38(3) :361–368.
- Wright, K., Hills, B., Hollowood, T., Linforth, R., et Taylor, A. (2003a). Persistence effects in flavour release from liquids in the mouth. *International Journal of Food Science and Technology*, 38(3) :343–350.
- Wright, K., Sprunt, J., Smith, A., et Hills, B. (2003b). Modelling flavour release from a chewed bolus in the mouth : Part I. Mastication. *International Journal of Food Science and Technology*, 38(3) :351–360.
- Xue, S. A. et Hao, J. P. G. (2006). Normative standards for vocal tract dimensions by race as measured by acoustic pharyngometry. *Journal of voice*, 20(3) :391–400.
- Yven, C., Guessasma, S., Chaunier, L., Della Valle, G., et Salles, C. (2010). The role of mechanical properties of brittle airy foods on the masticatory performance. *Journal of Food Engineering*, 101(1) :85 – 91.