



**HAL**  
open science

# Texture de la purée de pomme : influence de la structure sur les propriétés rhéologiques et la perception sensorielle - effet du traitement mécanique.

Lucia Carolina Espinosa Munoz Brisset

## ► To cite this version:

Lucia Carolina Espinosa Munoz Brisset. Texture de la purée de pomme : influence de la structure sur les propriétés rhéologiques et la perception sensorielle - effet du traitement mécanique.. Alimentation et Nutrition. AgroParisTech, 2012. Français. NNT : 2012AGPT0008 . pastel-00749695

**HAL Id: pastel-00749695**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00749695>**

Submitted on 8 Nov 2012

**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 et Procédés des Aliments

*présentée et soutenue publiquement par*

**Lucia Carolina ESPINOSA BRISSET**

le 31 janvier 2012

**« Texture de la purée de pomme : influence de la structure sur les propriétés rhéologiques et la perception sensorielle - effet du traitement mécanique »**

Directeur de thèse : **Gérard CUVELIER**

Co-encadrement de la thèse : **Ronan SYMONEAUX**

### Jury

**Mme. Sylvie CHOLLET**, HDR, Ingénieur de Recherche, ISA- Lille  
**M. Jean-François MAINGONNAT**, Directeur de Recherche, UMR SQPOV, INRA-Avignon  
**Mme. Catherine RENARD**, Directrice de Recherche, UMR SQPOV, INRA-Avignon  
**M. Ronan SYMONEAUX**, Ingénieur de Recherche, Laboratoire GRAPPE, ESA-Angers  
**M. Gérard CUVELIER**, Professeur, UMR Ingénierie Procédés Aliments, AgroParisTech-Massy  
**M. Nicolas BIAU**, Responsable R&D Conserves France

Rapporteur  
Rapporteur  
Examinatrice  
Examineur  
Examineur  
Industriel invité

### AVANT PROPOS

Ce travail de recherche a été réalisé au sein de l'UMR 1145 AgroParisTech-CNAM-INRA Ingénierie Procédés Aliments et du laboratoire Grappe de l'ESA d'Angers, dans le cadre du projet de ANR « Tempantiox » et avec le partenariat de l'industriel Conserves France en convention CIFRE, sous la direction scientifique de Gérard Cuvelier, Professeur à AgroParisTech, et le co-encadrement de Ronan Symoneaux, Ingénieur de Recherche à l'ESA d'Angers.

Les résultats obtenus ont donné lieu aux publications et aux communications suivantes :

#### **Publications dans des revues internationales à comité de lecture :**

- Espinosa L, To N, Symoneaux R , Renard C, Biau N, Cuvelier G. (2011). Effect of processing on rheological, structural and sensory properties of apple puree. *Procedia - Food Science, Elsevier*.
- Espinosa L, Symoneaux R , Renard C, Biau N, Cuvelier G. (2011). The significance of structural properties for the development of innovative apple puree textures. *LWT - Food Science and Technology*. (Soumis)

#### **Communications et participation à des congrès :**

- Communication orale : Espinosa L, To N, Symoneaux R , Renard C, Biau N, Cuvelier G. (2011) Effect of processing on rheological, structural and sensory properties of apple puree. *11th International Congress on Engineering and Food (ICEF)*. Athènes, Grèce.
- Communication orale : Espinosa L, Symoneaux R , Renard C, Biau N, Cuvelier G. (2011) Rheological, structural and sensory properties of apple puree: Effect of processing. *Fruit & Veg Processing, 1st Euro-Mediterranean Symposium*. Avignon, France.
- Communication orale : Espinosa L, Symoneaux R, Renard C, Cuvelier, G. (2010). Rhéologie des compotes. *Journée des Utilisateurs Anton Paar*. Les Ulis, France.
- Poster : Espinosa L, Symoneaux R, Renard C, Biau N, Cuvelier G. (2010). Texture of apple puree: Relationship between structure, rheology and sensory perception. *Biopolymers, Food matrices: Construction, destructuring, sensory and nutritional properties*. Le Croisic, France.

#### **Publications en préparation dans des revues internationales à comité de lecture :**

- Effect of grinding on the rheological and structural properties of apple cell-wall dispersions. *J. Food Engineering*.
- Structural properties of apple puree: Determining the volume fraction of particles and concentration regimes. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*.



## ~ REMERCIEMENTS ~

---

Je tiens à remercier chaleureusement Gérard Cuvelier, pour sa confiance, ses nombreux conseils, son enseignement, sa patience... qui m'ont guidée toujours avec bonne humeur au cours de la thèse.

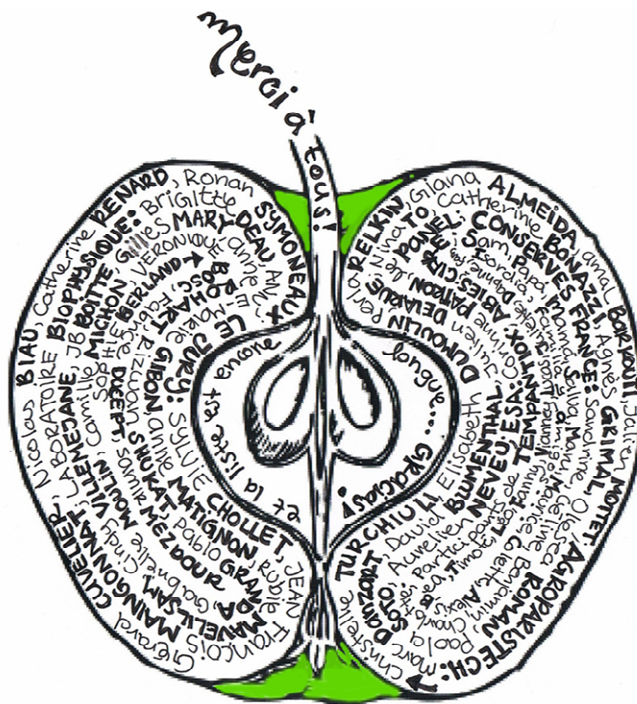
Je voudrais remercier aussi Ronan Symoneaux, pour avoir co-encadré mon travail et m'avoir guidé avec enthousiasme sur les chemins de l'analyse sensorielle à Angers.

Je remercie tout particulièrement Catherine Renard pour ses conseils et l'intérêt porté à mon travail tout au long de la thèse ainsi que pour l'accueil au sein de son équipe à Avignon.

Un grand merci à Nicolas Biau pour m'avoir offert l'opportunité de réaliser mon doctorat dans le cadre d'un contrat CIFRE, pour son intérêt constant à l'avancée de mon travail et les nombreux échanges ainsi que son accueil à Tarascon qui m'ont maintenue au contact de la réalité industrielle.

Je remercie les membres du jury, en particulier Mme Sylvie Chollet et Mr Jean-François Maingonnat pour avoir accepté d'évaluer mon travail.

Il est difficile de remercier en quelques lignes toutes les personnes que j'ai rencontrées et avec qui j'ai pu partager des moments agréables pendant ces trois années... Je remercie vivement tous ceux qui, de près ou de loin, ont participé à la réalisation de ce travail : L'équipe SP2 de l'UMR GENIAL et la communauté AgroParisTech de Massy, Conserves France, le Laboratoire Grappe- ESA, le Laboratoire SQPOV- INRA, les partenaires du projet « Tempantiox », l'ANRT-CIFRE, l'Ecole Doctorale ABIES, ma famille et mes amis...



Gracias !!

## SOMMAIRE

<b>SOMMAIRE</b> .....	1
LISTE DE TABLEAUX.....	4
LISTE DE FIGURES .....	5
<b>INTRODUCTION GENERALE</b> .....	11
<b>I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	15
1. Définition et structure de la purée de fruits.....	16
2. Structure de la purée de pomme.....	16
2.1. Paroi cellulaire végétale .....	17
2.1.1. Lamelle moyenne .....	19
2.1.2. Paroi cellulaire primaire .....	19
2.1.3. Cellulose.....	19
2.1.4. Hémicellulose.....	19
2.1.5. Pectine .....	20
2.1.6. Paroi cellulaire secondaire.....	21
2.2. Pulpe.....	22
2.3. Sérum .....	22
3. Procédé de fabrication des purées de pomme .....	24
3.1. Impact du procédé de fabrication sur la structure des purées.....	27
3.1.1. Impact du traitement mécanique .....	27
3.1.2. Impact du traitement thermique .....	30
3.1.2.1. Solubilisation des pectines .....	30
3.1.2.2. Viscosité du sérum .....	32
3.1.2.3. Changement de la structure au niveau des particules et des parois.....	33
3.2. Impact du procédé sur les fibres en tant que composés d'intérêt nutritionnel .....	38
4. Propriétés en lien avec la structure.....	41
4.1. La texture sensorielle des purées.....	42
4.2. Propriétés rhéologiques des purées .....	44
4.2.1. Propriétés d'écoulement .....	45
4.2.2. Propriétés viscoélastiques .....	50
4.2.3. Effet de la teneur en particules .....	51
4.2.4. Effet de la taille de particule.....	57
5. Conclusion.....	62
<b>II. OBJECTIFS ET STRATEGIE</b> .....	69
1. OBJECTIFS .....	69
2. STRATEGIE DE LA THESE.....	70
<b>III. MATERIELS ET METHODES</b> .....	75
1. Procédé de fabrication de la purée .....	75
2. Préparation des produits .....	76
2.1. Produits à structure et texture variée .....	76
2.2. Dilutions de purée TB pour déterminer la fraction volumique .....	77
3. Mise au point de protocoles .....	79
3.1. Caractérisation physicochimique .....	79

3.1.1.	Degré brix.....	79
3.1.2.	pH.....	79
3.1.3.	Acidité.....	79
3.1.4.	Matière sèche.....	80
3.2.	Caractérisation structurale.....	80
3.2.1.	Granulométrie.....	80
3.2.2.	Microscopie confocale et microscopie optique.....	82
3.2.3.	Teneur en pulpe.....	84
3.2.4.	Teneur en insolubles (paroi cellulaire).....	84
3.2.5.	Viscosité du sérum.....	87
3.3.	Caractérisation rhéologique des purées.....	88
3.3.1.	Choix de la géométrie.....	88
3.3.2.	Mise en place des protocoles rhéologiques : Choix de la taille d'entrefer, de la géométrie.....	89
3.3.3.	Propriétés d'écoulement.....	91
3.3.3.1.	Viscosité apparente.....	91
3.3.3.2.	Courbe d'écoulement.....	92
3.3.3.3.	Modélisation par Herschel-Bulkley.....	92
3.3.4.	Propriétés viscoélastiques (aux petites déformations).....	93
3.3.4.1.	Sortie du domaine linéaire (SDL).....	94
3.3.4.2.	Spectre.....	95
3.3.5.	Consistomètre de Bostwick.....	95
4.	Caractérisation sensorielle.....	96
4.1.	Tri libre.....	96
4.2.	Profil conventionnel.....	97
4.2.1.	Démarche.....	99
4.2.2.	Le panel.....	99
4.2.3.	Entraînement du panel.....	99
4.2.3.1.	Génération des descripteurs.....	100
4.2.3.2.	Réduction des descripteurs.....	100
4.2.3.3.	Définitions des modes opératoires.....	100
4.2.3.4.	Séances d'entraînement.....	101
4.2.4.	Evaluation finale des produits.....	101
5.	Outils statistiques.....	103
5.1.	ANOVA.....	103
5.2.	Analyse en Composantes Principales.....	103
5.3.	Analyse Procustéenne Généralisée.....	104
5.4.	Régression Linéaire Multiple.....	104
<b>IV.</b>	<b>RESULTATS ET DISCUSSION.....</b>	<b>109</b>
1.	Etude des caractéristiques physico-chimiques et de la structure de la purée de pomme de référence.....	109
2.	Incidence du traitement mécanique sur les propriétés structurales de purées.....	113
3.	Génération d'une stratégie de création d'un espace produit de textures contrastées.....	121
3.1.	Stratégie et produits.....	121
3.2.	Résultats de la caractérisation instrumentale.....	122
3.3.	Résultats du « tri libre ».....	123
3.4.	Stratégie pour créer un espace de produits de textures contrastées.....	125
3.5.	Construction des plans expérimentaux.....	126
4.	La rhéologie en lien avec la structure des purées de pomme.....	131

---

4.1.	Propriétés d'écoulement .....	132
4.2.	Seuil d'écoulement .....	134
4.3.	Propriétés viscoélastiques .....	136
4.4.	Une méthode classique globale : le consistomètre de Bostwick .....	138
4.5.	Etude multidimensionnelle.....	139
4.6.	Modélisation relations structure- rhéologie et estimation de $\phi$ .....	141
4.6.1.	Prise en compte de l'effet de la taille des particules – courbes maîtresses	142
4.6.2.	Détermination de la voluminosité et de la fraction volumique à partir de mesures de viscosité en milieu dilué .....	147
5.	Impact de la structure sur la perception sensorielle de purées. ....	161
5.1.	Performance du panel .....	161
5.2.	Effet de la teneur et la taille de particules sur la perception sensorielle .....	164
5.3.	Effet de mélange de différentes tailles de particules sur la perception sensorielle du « granuleux » .....	170
5.4.	Rôle de la phase continue sur la perception sensorielle .....	171
5.5.	Modélisation relations structure - sensoriel .....	175
6.	Relations sensorielles- instrumentales.....	177
<b>V. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....</b>		<b>183</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>		<b>191</b>



## LISTE DE TABLEAUX

<b>Tableau 1.</b> Principaux constituants du sérum d'une purée de pomme.....	23
<b>Tableau 2.</b> Caractéristiques d'hydratation de la paroi cellulaire de la pomme .....	36
<b>Tableau 3.</b> Modèles mathématiques appliqués pour décrire les propriétés d'écoulement des purées végétales.....	48
<b>Tableau 4.</b> Exemples des valeurs du seuil d'écoulement pour la purée et compote de pomme obtenues avec des méthodes différentes.....	49
<b>Tableau 5.</b> Granulométrie et valeurs obtenues pour l'estimation de la fraction volumique critique de 4 dispersions de brocoli et carotte .....	52
<b>Tableau 6.</b> Exemples des géométries et tailles d'entrefers utilisés pour caractériser différentes purées végétales.....	60
<b>Tableau 7.</b> Résultats de l'analyse des différences (Fisher LSD) entre les différentes modalités avec un intervalle de confiance à 95% pour la viscosité app $43s^{-1}$ .....	77
<b>Tableau 8.</b> Dilutions reconstituées à partir de la purée (TB) et de son sérum pour estimer la fraction volumique .....	78
<b>Tableau 9.</b> Dimensions des géométries utilisées pour la mise en place des protocoles rhéologiques .....	89
<b>Tableau 10.</b> Détails des 16 purées de pomme utilisées lors de l'étude préliminaire. ....	97
<b>Tableau 11.</b> Organisation des séances pour réaliser le profil descriptif sensoriel des purées. ....	99
<b>Tableau 12.</b> Liste Définitive des descripteurs. ....	102
<b>Tableau 13.</b> Paramètres physicochimiques de la purée (N). ....	111
<b>Tableau 14.</b> Récapitulatif des propriétés physico-chimiques des purées N, MB et TB.....	118
<b>Tableau 15.</b> Détails des 16 purées de pomme utilisées lors de l'étude préliminaire. ....	122
<b>Tableau 16.</b> Récapitulatif des données instrumentales des produits de l'étude préliminaire, classées en ordre décroissant selon la viscosité du sérum.....	122
<b>Tableau 17.</b> Plan expérimental 1 : (a) Exprimé en teneur en paroi cellulaire (b) Exprimé en % en pulpe théorique (c) Noms de produits. Purée Native en gris.....	126
<b>Tableau 18.</b> Plan expérimental 2 : Effet de la viscosité du sérum et mélange de particules de purées de différentes tailles avec ratios différents. ....	129
<b>Tableau 19.</b> Modèles de la courbe maîtresse pour chaque paramètre rhéologique, avec leur facteur de voluminosité pour chaque purée (N, MB, TB).....	143
<b>Tableau 20.</b> Modèles de la courbe maîtresse pour la $\eta_{app}$ à différentes vitesses de cisaillement.....	145
<b>Tableau 21.</b> Estimation de la voluminosité (V) des particules, de b et de ( $\phi$ ) de la purée TB pour trois valeurs du paramètre a traduisant la rigidité relative des particules .....	151
<b>Tableau 22.</b> Estimation de la concentration en paroi cellulaire pour obtenir $\phi=1$ .....	152
<b>Tableau 23.</b> Estimation de $\Phi$ pour chaque concentration en paroi de la purée TB.....	152
<b>Tableau 24.</b> Résultats de l'ANOVA à trois facteurs pour (a) plan expérimental 1 et (b) plan expérimental 2. ....	163
<b>Tableau 25.</b> Résultats ANOVA à deux facteurs avec interactions : concentration et taille de particule sur les descripteurs .....	165
<b>Tableau 26.</b> Résultats de l'ANOVA sur les descripteurs de « granulosité » pour les produits « mélanges » du deuxième plan expérimental. ....	170
<b>Tableau 27.</b> Résultats de l'ANOVA ( $p<0,05$ ) sur les descripteurs pour évaluer l'effet de la pectine sur les produits avec et sans pectine du deuxième plan expérimental. ....	172
<b>Tableau 28.</b> Valeurs des modèles structure-sensoriel, pour cinq descripteurs.....	175

## LISTE DE FIGURES

<b>Figure 1.</b> Représentation du parenchyme de la pomme. ....	16
<b>Figure 2.</b> Distribution des constituants de la paroi cellulaire d'après Hulme (1970). ....	18
<b>Figure 3.</b> Modèle de la structure de la paroi cellulaire .....	18
<b>Figure 4.</b> Structure des homogalacturonanes et des groupes méthylés .....	21
<b>Figure 5.</b> Structure des substances pectiques avec les zones « lisses » et « hérissées ». ....	21
<b>Figure 6.</b> Variation de la viscosité du sérum en fonction de la variété de pomme Granny Smith (GS) et Golden Delicious (GD). ....	24
<b>Figure 7.</b> Etapes de fabrication de la purée de pomme (en pointillés les étapes qui peuvent être interverties). ....	27
<b>Figure 8.</b> Effet de l'homogénéisation sur la viscosité de différentes dispersions végétales, la première lettre indique le type de végétal utilisé : C, carotte ; B, brocoli ; T, tomate. HPH indique les échantillons après homogénéisation. D'après Lopez- Sanchez et al (2011). ....	29
<b>Figure 9.</b> Cellules du parenchyme d'oignon .....	30
<b>Figure 10.</b> Représentation schématique des mécanismes de dégradation de la pectine et d'itinéraires possibles pour adapter les paramètres de qualité. PME : pectinmethylesterase, PG : polygalacturonase. ....	32
<b>Figure 11.</b> Influence du temps de cuisson sur la taille des particules .....	33
<b>Figure 12.</b> Effet du traitement sur la structure des dispersions ; de haut en bas : carotte, brocoli et tomate. ....	34
<b>Figure 13.</b> Structure de dispersion de brocoli suite à différents traitements thermiques. ....	35
<b>Figure 14.</b> Cinétique de rétention d'eau des fibres de « cosses de pois » à différentes tailles de particule ( $\square$ )950 $\mu\text{m}$ , ( $\Delta$ )490 $\mu\text{m}$ , (+)300 $\mu\text{m}$ (Auffret et al., 1994). ....	37
<b>Figure 15.</b> Teneur en fibres solubles et insolubles avant (pomme fraîche) et après (compote) le procédé de fabrication (Réalisé à partir des données de Colin-Henrion et al 2009). ....	39
<b>Figure 16.</b> Représentation schématique de la hiérarchie de structure contribuant aux propriétés mécaniques des fruits (Waldron et al., 2003). ....	41
<b>Figure 17.</b> Courbe d'écoulement complète d'un fluide non newtonien, avec l'interprétation structurelle lors du cisaillement (Quemada, 2006). ....	46
<b>Figure 18.</b> Calcul du seuil d'écoulement avec le « Vane method ». a) à vitesse de cisaillement faible constante, b) par augmentation faible de la contrainte D'après Steffe (1992). ....	47
<b>Figure 19.</b> (a) Exemple de modélisation avec Herschel-Bulkley (seuil dynamique) et .....	47
<b>Figure 20.</b> Exemple de l'obtention du seuil d'écoulement à partir de test dynamique .....	49
<b>Figure 21.</b> Spectre des suspensions de paroi cellulaire de pomme. ( $\square$ ) Frais, (o) Paroi cellulaire hydratée dans une solution d'acide malique. ....	50
<b>Figure 22.</b> Module complexe en fonction de la concentration et de la fraction volumique. (A) Carotte, (B) Brocoli, (Carré) Amas de cellules, (Cercle) Cellules individualisées, à gauche : Détermination de $c^*$ et $c^{**}$ , à droite : Modélisation de $G^*$ en fonction de la fraction volumique (Day et al., 2010). ....	53
<b>Figure 23.</b> Viscosité apparente ( $9,6 \text{ s}^{-1}$ ) en fonction de la teneur en solides insolubles (WIS) pour des purées de pommes avec des tailles de particules variables : $d < 0.355 \text{ mm}$ ( $\diamond$ ) ; $0.355 < d < 0.63 \text{ mm}$ ( $\square$ ) ; $0.63 < d < 1.0 \text{ mm}$ (o) (Schijvens et al., 1998). ....	54
<b>Figure 24.</b> Variation de (a) l'indice de consistance et (b) l'indice de comportement de purées de pomme en fonction de la teneur en pulpe et la taille des particules : 0,71 ( $\diamond$ ) et 1,21( $\bullet$ ) mm (Cantu-Lozano et al., 2000). ....	55
<b>Figure 25.</b> Variation du seuil d'écoulement de la purée de pomme (Vane method et Casson) en fonction de la teneur en pulpe et de la taille des particules .....	55

<b>Figure 26.</b> Modules élastique (symboles remplis) et dissipatif (symboles ouverts) en fonction de la fréquence pour des dispersions de carotte. Les concentrations sont de 1% (■), 1,5%(●), 2%(▲) et 2,5% (◆) .....	57
<b>Figure 27.</b> Effet de la taille des particules sur l'indice de consistance et de comportement de : a) purée de chili vert et b) pulpe de jacobacaba. ....	58
<b>Figure 28.</b> Histoire thermique de la fabrication de la purée de pomme. ....	75
<b>Figure 29.</b> Comparaison des courbes d'écoulement d'une purée GD à 5% de pulpe, avec les géométries double entrefer (DE) et couette CC18 (Couette). ....	78
<b>Figure 30.</b> Principe de la mesure granulométrique par diffraction de la lumière laser. ....	81
<b>Figure 31.</b> (a) Structure chimique du rouge congo ; (b) Spectre d'émission de longueur d'onde du rouge congo dans la purée de pomme. ....	83
<b>Figure 32.</b> Cinétique de séparation de 3 purées de pomme avec de tailles de particule différentes, pour une centrifugation à 5000g. ....	84
<b>Figure 33.</b> Détermination des (a) Solides insolubles ou parois cellulaires et (b) Pectines solubles dans le sérum. ....	86
<b>Figure 34.</b> (a) Géométrie double entrefer; (b) Viscosité du sérum filtré et non filtré à 43s-1 dans le plateau newtonien .....	87
<b>Figure 35.</b> Schéma des cylindres coaxiaux .....	88
<b>Figure 36.</b> Géométrie ailette à six pales .....	89
<b>Figure 37.</b> Organisation des particules lors du cisaillement en entrefers courts et larges.....	90
<b>Figure 39.</b> Exemple de représentation de la viscosité apparente en fonction de la durée du cisaillement à 43-s. <sup>1</sup> .....	91
<b>Figure 40.</b> Exemple de courbe d'écoulement « Aller- Retour » .....	92
<b>Figure 41.</b> Exemple de modélisation de la purée avec l'équation d' Herschel-Bulkley .....	93
<b>Figure 42.</b> Exemple du balayage en déformation, obtention du seuil à la sortie du domaine linéaire et au croisement de $G'$ et $G''$ .....	94
<b>Figure 43.</b> Exemple du spectre en fréquence de 0,1 à 40 rad/sec.....	95
<b>Figure 44.</b> Fonctionnement du consistomètre de Bostwick .....	95
<b>Figure 45.</b> Séparation de la purée Native par centrifugation : Teneur en pulpe 31%. ....	109
<b>Figure 46.</b> Distribution en taille des particule de la purée (N) observées au granulomètre laser en parallèle d'observation de la structure en microscopie confocale : cellules individualisées et amas de cellules. ....	110
<b>Figure 47.</b> Viscosité du sérum de la purée native.....	111
<b>Figure 48.</b> Courbe d'écoulement « Aller-Retour » de la purée (N), avec l'ajustement au modèle d'Herschel-Bulkley.....	112
<b>Figure 49.</b> Propriétés viscoélastiques de la purée native : (a) Sortie du domaine linéaire et Seuil au croisement de $G'$ et $G''$ (b) Spectre à une contrainte de 2Pa .....	113
<b>Figure 50.</b> Représentation schématique de l'effet du broyage sur les particules des purées. ....	114
<b>Figure 51.</b> Effet du broyage sur la structure de la purée : à gauche les images de microscopie optique (particules colorées au rouge congo) et à droite la distribution en taille respective des purées (N), (MB) et (TB). ....	115
<b>Figure 52.</b> Effet du broyage sur la structure de la purée : à gauche images en microscopie optique sur la purée (N) et (TB) et à droite les images en microscopie environnemental des solides insolubles respectifs à différents grossissements. ....	117
<b>Figure 53.</b> Courbe d'écoulement pour les 3 purées et la modélisation d'Herschel-Bulkley. ....	119
<b>Figure 54.</b> Effet du broyage sur le seuil d'écoulement (SDL) de (N), (MB) et (TB).....	119
<b>Figure 55.</b> Spectre en fréquence de (N), (MB) et (TB) .....	120
<b>Figure 56.</b> Effet du broyage sur les propriétés rhéologiques des purées. ....	121
<b>Figure 57.</b> Résultats du tri libre: positionnement des produits commerciaux et du laboratoire et classification de produits en groupes par CAH .....	124

<b>Figure 58.</b> Deux premiers axes de l'AFC sur les termes issus du tri libre. ....	125
<b>Figure 59.</b> (a) Teneur en paroi cellulaire VS (b) Teneur en pulpe .....	128
<b>Figure 60.</b> Granulogrammes des 3 produits issus de mélanges de (N) et (TB). ....	129
<b>Figure 61.</b> Viscosité du sérum des purées des deux plans expérimentaux. ....	130
<b>Figure 62.</b> Viscosité du sérum des purées avec et sans pectine. ....	130
<b>Figure 63.</b> Pourcentage en pulpe des purées avec et sans pectine. ....	131
<b>Figure 64.</b> Courbe d'écoulement de la série des purées (a) natives, (b) MB (c) TB et (d) avec et sans pectine. ....	132
<b>Figure 65.</b> Effet de la taille de particule et la teneur en paroi cellulaire sur (a) la viscosité apparente (43s-1) et (b) l'indice de comportement. Les flèches sur le graphe (a) représentent l'effet de l'ajout de pectines. ....	133
<b>Figure 66.</b> Purées (N), (MB) et (TB) concentrées et diluées:(a) Seuil d'écoulement avec les 3 méthodes en fonction de la teneur en parois, les flèches montrent l'effet de la pectine (b) Seuil à la sortie du domaine linéaire. ....	135
<b>Figure 67.</b> Spectre viscoélastique des purées (N), (MB) et (TB) avec et sans pectine, avec leurs dilutions et concentrations en pulpe respectives. ....	136
<b>Figure 68.</b> $G'$ et $G''$ en fonction de la teneur en paroi cellulaire. ....	137
<b>Figure 69.</b> $\tan\delta$ des produits avec et sans pectine. ....	138
<b>Figure 70.</b> Consistance de Bostwick – distance parcourue en 30 secondes. ....	139
<b>Figure 71.</b> Deux premières dimensions de l'ACP sur les données rhéologiques du : (a) premier plan d'expériences, (b) deuxième plan d'expériences. ....	140
<b>Figure 72.</b> (a) Paramètres rhéologiques en fonction du % en paroi cellulaire (b).....	144
<b>Figure 73.</b> (a) $\eta_{app}$ à différentes vitesses de cisaillement en fonction du % en paroi cellulaire. (b) Courbes maîtresses pour la $\eta_{app}$ à différentes vitesses de cisaillement avec le même indice de voluminosité. ....	146
<b>Figure 74.</b> Viscosité spécifique réduite en fonction de la concentration en paroi cellulaire, estimation de $aV$ à partir des 10 niveaux de concentration les plus faibles. ....	149
<b>Figure 75.</b> Viscosité intrinsèque en fonction de la fraction volumique pour différentes émulsions. Mise en évidence de l'effet du rapport de viscosité entre éléments dispersés et phase continue ( $\eta_{dr}$ ) (Nawab & Mason, 1994). ....	150
<b>Figure 76.</b> Image au microscope confocal de la purée TB. ....	151
<b>Figure 77.</b> Mesure de la limite de décantation avec différentes dilutions de TB .....	153
<b>Figure 78.</b> Détermination de la limite de décantation (LD) de la purée TB, avec les images au microscope optique pour les dilutions respectives. Représentation schématique du changement de régime. ....	155
<b>Figure 79.</b> Viscosité du sérum et des suspensions. ....	156
<b>Figure 80.</b> Viscosité spécifique en fonction de la concentration en paroi cellulaire pour les dilutions et les purées TB concentrées. La ligne en pointillés marque la disparition du plateau newtonien. ....	157
<b>Figure 81.</b> Variations de $G'$ et $G''$ (à 10 rad/s) et sortie du domaine linéaire en fonction de la concentration en paroi au-delà du domaine dilué. ....	158
<b>Figure 82.</b> Evolution du module complexe ( $G^*$ ) et de $\tan \delta$ en fonction de la concentration en paroi et de la fraction volumique. Les symboles ouverts représentent les produits (TB) du premier plan expérimental. Les traits représentent le changement de régime, SD : Sortie du domaine Dilué, S : Structuration du milieu, LD : Limite de Décantation. ....	159
<b>Figure 83.</b> $\tan\delta$ en parallèle avec la détermination de la limite de décantation de la purée TB, avec les images au microscope optique pour les dilutions respectives et représentation schématique du changement de régime. Les traits représentent le changement de régime, SD : Sortie du domaine Dilué, S : Structuration du milieu, LD : Limite de Décantation. ....	160

<b>Figure 84.</b> Exemple de l'interaction répétition*sujet des descripteurs avec effet significatif ( $p < 0,05$ ) : V_brillance, Tc_collant.....	162
<b>Figure 85.</b> ACP sur les juges pour montrer le consensus entre les panélistes.....	164
<b>Figure 86.</b> Exemple de descripteurs dont les interactions concentration*taille particule sont significatives ( $p < 0,05$ ).....	166
<b>Figure 87.</b> Descripteurs Tb_granuleux dont les interactions concentration*taille particule sont significatives ( $p < 0,05$ ).....	167
<b>Figure 88.</b> Valeurs propres et % de variabilité cumulée portés par les dimensions de l'ACP sur les données sensorielles du premier plan expérimental.....	167
<b>Figure 89.</b> Deux premières dimensions de l'ACP sur les données sensorielles des produits du premier plan expérimental.....	168
<b>Figure 90.</b> Importance du plan expérimentale : reflété sur les résultats sensorielles. ....	169
<b>Figure 91.</b> Moyennes des notes du descripteur Tb_granuleux pour les mélanges et TB. ....	170
<b>Figure 92.</b> Comparaison des notes de « Tb_granuleux » du deuxième plan expérimental...	171
<b>Figure 93.</b> Exemples des descripteurs avec interaction produit*pectine significative ( $p < 0,05$ ). A gauche les moyennes et intervalles à 95% et à droite les graphiques des interactions. ....	173
<b>Figure 94.</b> Valeurs propres et % de variabilité cumulée portés par les dimensions de l'ACP sur les données sensorielles du deuxième plan expérimental (effet pectine).....	173
<b>Figure 95.</b> Deux premières dimensions de l'ACP sur les données sensorielles des produits avec et sans pectine du deuxième plan expérimental (les flèches indiquent l'effet de la pectine). ....	174
<b>Figure 96.</b> Surfaces de réponse concernant 2 descripteurs visuels (brillance et granuleux) , 2 descripteurs en bouche (fluidité et granuleux) et 2 descripteurs à la cuillère (fermeté et collant) en fonction de la taille de particule et la concentration en paroi.....	176
<b>Figure 97.</b> Plan 1-2 de l'APG réalisée sur les données sensorielles et instrumentales des purées du premier plan expérimental. ....	178
<b>Figure 98.</b> Axe 1 et 3 de l'APG, pour montrer la corrélation de la viscosité du sérum aux descripteurs de « granulosité » du premier plan expérimental.....	178
<b>Figure 99.</b> Plan 1-2 de l'AGP réalisée sur les données sensorielles et instrumentales des purées du deuxième plan expérimental. ....	179

# **INTRODUCTION GENERALE**



## INTRODUCTION GENERALE

La **consommation de fruits et de légumes** est considérée comme un **enjeu de santé publique** et fait l'objet de recommandations auprès d'instances mondiales telles que l'Organisation Mondiale de la Santé. En France, la recommandation actuelle du Programme National Nutrition Santé (**PNNS**) est de consommer au moins **cinq portions de fruits et de légumes par jour**. D'importants efforts ont été investis dans des campagnes de communication publique de masse afin d'en **augmenter la consommation** des Français. Cependant, bien que le repère « manger 5 fruits et légumes par jour » soit connu par près d'un tiers des Français, seuls **11,8 %** de la population française a consommé au moins cinq fruits et légumes par jour en 2008 (Escalon et al., 2009).

La **pomme**, avec sa richesse en micronutriments **antioxydants** et en **fibres** est vue comme un fruit avec des effets **bénéfiques** pour la **santé**. Elle est l'un des fruits les plus consommés en France, et c'est le **premier fruit acheté** il occupe 22,6% de part de marché en volume, loin devant les oranges (12,3%) et les bananes (12,2%). Dans le monde, 64 millions de tonnes de pommes se récoltent annuellement dans le monde dont **1,5** millions en France. Les pommes **Golden Delicious, Gala** et **Granny Smith** sont les variétés les plus répandues en France, leur production respective en 2010 s'est élevée à 575, 263 et 192 milliers de tonnes. Environ 35% des pommes produites en France sont destinées au marché français, 35% à l'exportation et les **30%** restant à **la transformation** source ANPP (2011).

L'évolution de l'**offre alimentaire** est un déterminant majeur de la **consommation**. Les secteurs de l'agroalimentaire et de la grande distribution s'**adaptent** à l'évolution du **mode de vie** et du monde du travail, ou le temps consacré à la préparation et à la consommation des aliments est diminué (Escalon et al., 2009). Ainsi le **développement de produits** tout prêts, de conditionnements d'aliments pour une consommation plus **rapide** et **pratique**, la mise à disposition de **gammes de produits transformés** toujours plus **vastes**, offrent des possibilités de **choix** de produits alimentaires plus nombreux de manière à **stimuler** la **consommation des fruits et légumes**. Parmi ces produits « prêts à l'emploi », les compotes et purées de fruits, proposées en conditionnements diversifiés, trouvent une place particulière grâce à leur praticité et leur faible coût.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du Programme National de Recherche en Alimentation et Nutrition Humaine (**PNRA**) « **TEMPANTIOX** » (2008-2011). Le programme vise, par une approche **d'ingénierie reverse**, à étudier et mettre en œuvre des



**procédés innovants** (e.g. chauffage ohmique) pour proposer des **produits** à base de **fruits** aux **qualités sensorielles** et **nutritionnelles** optimisées ; ceci en élargissant la gamme des possibles par leur **texture** ou leur teneur en **micronutriments** pour constituer un produit **attractif** et riche en composés d'intérêt nutritionnel (antioxydants et fibres). L'**impact du procédé** sur les caractéristiques organoleptiques, physiques et chimiques des produits est étudié afin de pouvoir **modéliser** les relations entre **paramètres des procédés**, nature et **propriétés du produit** obtenu. Il s'agit ainsi de mieux piloter la construction des propriétés souhaitées en adaptant les paramètres « clés » de fabrication préalablement identifiés. L'acceptabilité de ces produits est également étudiée en confrontant leurs caractéristiques et le ressenti du consommateur vis-à-vis des informations données sur l'innovation technologique et les revendications nutritionnelles.

Plus précisément, dans ce cadre, **notre travail** s'intéresse à **mieux comprendre** les **propriétés** structurales, rhéologiques et sensorielles **des purées des fruits**, en s'appuyant sur le modèle de la pomme, de façon à mieux en « piloter » la texture. D'un **point de vue physique**, les purées de pomme sont des **suspensions** relativement **concentrées** de particules molles constituées de parois cellulaires du parenchyme du fruit et dont les propriétés dépendent de **multiples facteurs** qui peuvent être intrinsèques aux fruits, tels que la variété et l'état de maturité, ou extrinsèques tel que le **procédé de transformation**. La compréhension de l'origine structurale de ces propriétés reste toutefois mal connue et la texture est donc difficile à maîtriser. Ainsi la **caractérisation structurale, rhéologique et sensorielle** devrait permettre de dégager les éléments de **compréhension** des relations entre caractéristiques de **structure, propriétés rhéologiques** et **texture sensorielle** de la purée de pomme. Au plan des procédés, nous nous intéresserons principalement ici à l'effet des traitements mécaniques.

La **texture** étant l'un des principaux paramètres de **qualité** des dispersions végétales, ce travail, qui vise également à **identifier** les itinéraires de procédé adaptés pour **générer** des **textures innovantes** et bien maîtrisées, devrait être généralisable dans son approche aux autres fruits et légumes.

**CHAPITRE I.**  
**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**



### I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

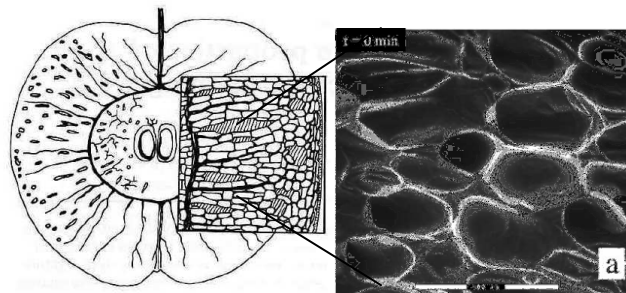
L'objectif de cette **synthèse bibliographique** est de présenter les bases et les résultats des travaux antérieurs qui contribueront à une **meilleure compréhension** des relations qui existent entre les propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles des purées végétales, en particulier celle de la pomme. Elle est composée de cinq parties :

- La première partie s'intéresse à la **définition** du produit de l'étude : la **purée de pomme**, une dispersion concentrée de particules molles.
- La deuxième vise à renseigner sur la **composition structurelle** des purées : le sérum, solution aqueuse riche en sucres et pectines, et la pulpe, constituée d'amas de cellules transformées, qui sont en équilibre avec le sérum. La base structurale des amas cellulaires est la paroi végétale, sa structure et ses composants principaux seront également décrits.
- La troisième partie détaille le **procédé de fabrication** de la purée, étape par étape, ainsi que l'impact des traitements thermique et mécanique sur les différents composants des purées.
- La quatrième partie se focalise sur les principales **propriétés en lien avec la structure**, à savoir la texture, évaluées par les propriétés rhéologiques et sensorielles et les corrélations entre elles. Les caractéristiques de diverses dispersions végétales sont abordées pour identifier l'influence de la phase continue, de la concentration et de la taille de particules sur les propriétés rhéologiques et sensorielles de celles-ci.
- Enfin, la dernière partie propose un **bilan** des connaissances sur les purées des fruits dégageant les relations entre propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles, ainsi qu'un état des **questions de recherche** qui restent à approfondir.

## 1. Définition et structure de la purée de fruits

Les purées de fruits sont issues de la partie charnue des fruits, c'est-à-dire le tissu du parenchyme (Figure 1). Une purée est ainsi un produit obtenu par cuisson de la partie comestible d'une ou de plusieurs espèces de fruits écrasés ou réduits en purée par un traitement mécanique. Une compote s'en distingue par un ajout de sucre dont la teneur globale après cuisson (sucre des fruits + sucre ajouté) est comprise entre 24 et 40 g pour 100 g de produit (FIAC, 2008).

D'un point de vue physique, les purées des fruits sont considérées comme des **dispersions concentrées de particules végétales déformables et insolubles** (pulpe). La phase continue est un sérum aqueux riche en sucre et pectines solubles et la phase dispersée est constituée de cellules ou d'amas de cellules ou de parois cellulaires du parenchyme. Le parenchyme de la pomme contient des cellules d'une taille comprise entre 50 et 200  $\mu\text{m}$  de diamètre et de forme irrégulière. Elles sont aplaties et sphériques dans la partie externe et plus allongées vers l'intérieur du fruit (Khan & Vincent, 1993).



**Figure 1.** Représentation du parenchyme de la pomme (Khan & Vincent, 1993; Nieto et al., 2004).

## 2. Structure de la purée de pomme

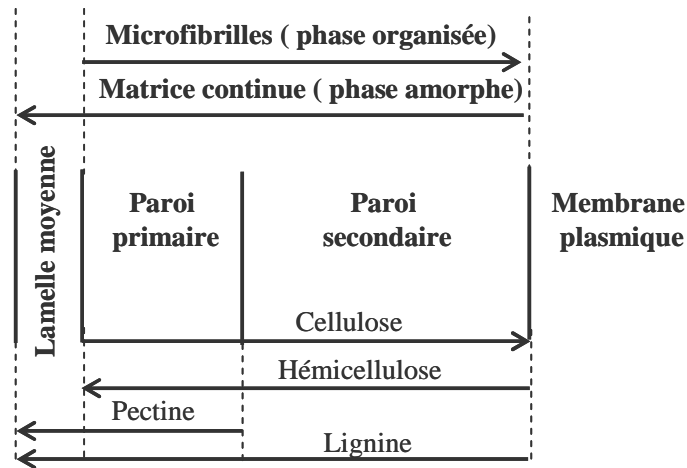
Le comportement des aliments, qu'ils soient produits non transformés, semi-transformés ou entièrement transformés, est largement déterminé par leur structure (Raeuber & Nikolaus, 1980). Ceci est particulièrement vrai pour les purées de fruits ou de légumes. La structure des aliments correspond à **l'organisation des éléments** dans l'aliment ainsi qu'à leur interaction. L'organisation structurale comprend trois niveaux : le niveau moléculaire (nm- $\mu\text{m}$ ), microscopique ( $\mu\text{m}$ -mm) et macroscopique ( $> \text{mm}$ ) (Aguilera, 2005). Ce travail est orienté principalement vers les niveaux microscopique et macroscopique.

Comme mentionné précédemment (§I.1), une purée peut être décrite comme une suspension concentrée où les particules « solides », insolubles (pulpe) sont dispersées dans un système aqueux (sérum). Ces particules sont des fragments de parois de cellules végétales, des cellules ou des amas de cellules, plus ou moins hydratées ou remplies par le sérum. De plus, les parois cellulaires étant le plus souvent éclatées ou poreuses, leur contenu est en équilibre avec la phase continue dispersante. Même si la teneur en paroi cellulaire des purées de pomme est aux alentours de 1%, cette quantité est suffisante pour amener à considérer les purées comme des dispersions concentrées étant donné la capacité des cellules ou amas cellulaires remplis de sérum à créer un état encombré et structuré dans ce sérum; ceci se traduit au plan des propriétés de texture par un niveau de consistance élevé et l'existence d'un seuil d'écoulement. La paroi cellulaire apparaît ainsi être un élément déterminant dans la hiérarchie structurale de la purée.

La notion de **structure d'une purée** recouvre donc **la nature et la proportion de particules** présentes, leur **taille et leur organisation** et la **viscosité du sérum**. Ces éléments dépendront schématiquement de facteurs internes tels que la variété de la pomme et son stade de maturation et de facteurs externes tel que les traitements thermique et mécanique appliqués lors de sa fabrication.

### *2.1. Paroi cellulaire végétale*

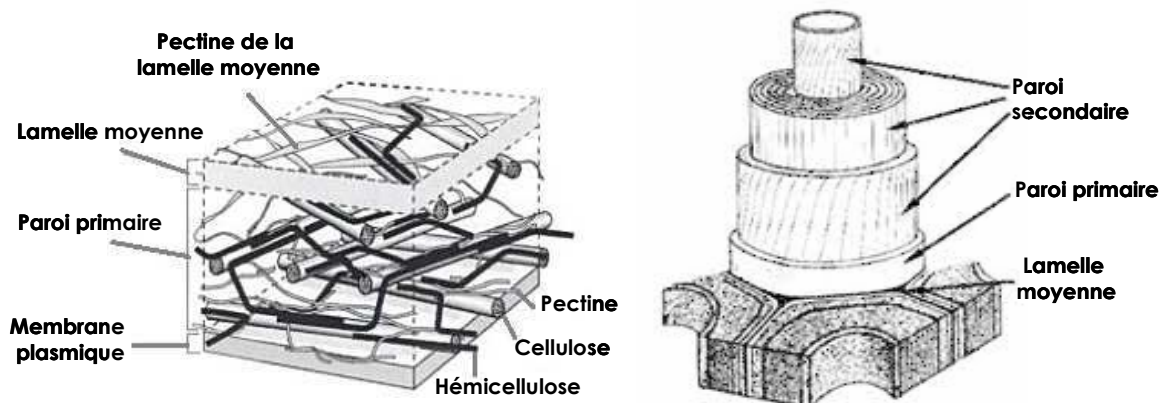
Le composant principal de la cellule végétale est l'eau, elle représente généralement 70 à 90% de la masse ou du volume. La plupart des autres composants sont des polysaccharides tels que la cellulose, l'hémicellulose et la pectine (Gidley et al., 2002) qui constituent la paroi cellulaire végétale (Figure 2). La **paroi cellulaire** est **l'élément** déterminant de la **structure**, elle lui donne sa morphologie et sa rigidité. Grâce à leur capacité à se lier à de grandes quantités d'eau, les parois des cellules végétales peuvent être utilisées en elles mêmes comme des agents épaississants pour fournir des textures souhaitées dans certains aliments (Harris & Smith, 2006). Les composants de la paroi cellulaire issus des fruits et légumes font partie également d'un des principaux apports en **fibres alimentaires**, celles-ci sont résistantes à la digestion et l'absorption dans l'intestin grêle humain, dont la fermentation complète ou partielle aura lieu dans le gros intestin (McCann et al., 2011). Ainsi, les matériels de la paroi cellulaire ont des **rôles** à la fois **physiques et physiologiques** dans les sources alimentaires (McDougall et al., 1996).



*Figure 2. Distribution des constituants de la paroi cellulaire d'après (Hulme, 1970).*

La structure de la paroi cellulaire peut être divisée en trois niveaux: la paroi primaire, la paroi secondaire, qui se forme dans certaines cellules à l'intérieur de la paroi primaire, et la lamelle moyenne, qui est la zone située entre les parois primaires des cellules adjacentes (Figure 3).

Les parois cellulaires de pommes sont essentiellement constituées de pectines et de cellulose : elles contiennent environ 70 à 80% de polysaccharides dont 25 à 28% d'acide galacturonique, élément de base des pectines, et 26 à 33% de cellulose en termes de matière sèche. La cellulose, l'hémicellulose et les pectines sont les principaux polysaccharides pariétaux composant les fibres alimentaires de la pomme (Colin-Henrion, 2008).



*Figure 3. Modèle de la structure de la paroi cellulaire (Gidley et al., 2002)*

### *2.1.1. Lamelle moyenne*

La lamelle moyenne est une membrane qui **connecte les cellules individuelles** pour former les tissus. Elle est composée principalement de **substances pectiques**. Ainsi, la pectine, agit comme un « ciment » pour la plupart des tissus (Kunzek et al., 1999) elle conditionne donc la cohésion intercellulaire. Par exemple, le ramollissement d'un fruit qui mûrit est dû en partie à une dégradation enzymatique des substances pectiques de la lamelle moyenne.

### *2.1.2. Paroi cellulaire primaire*

La paroi cellulaire primaire est une paroi fine, souple, de faible résistance mécanique, c'est la **base du squelette** végétal. C'est un réseau de microfibrilles de cellulose qui sont enchâssées dans une matrice amorphe constituée principalement d'hémicellulose et de composés pectiques. Les parois primaires contiennent aussi environ 10% de la matière sèche de protéines de structure, les glycoprotéines (Hopkins, 2003).

### *2.1.3. Cellulose*

La cellulose est le principal composant des parois cellulaires végétales, elle détermine en grande partie leur architecture. La cellulose est un long glucane linéaire **insoluble** dans l'eau, constituée de liaisons  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4) glucosidiques (Hopkins, 2003). Elle est organisée en microfibrilles noyées dans une matrice amorphe formée des hémicelluloses et des pectines auxquelles s'ajoutent des glycoprotéines. Ces constituants forment la matrice fortement hydrophile, présentant des propriétés exceptionnelles de gonflement. La plasticité des parois primaires s'explique par la présence de cette matrice (Barnoud, 1980).

### *2.1.4. Hémicellulose*

Les hémicelluloses sont souvent décrites comme des polymères de la paroi cellulaire qui sont **insolubles** dans l'eau mais solubles en solutions alcalines. Elles ont en commun avec la cellulose la liaison glycosidique  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4), en revanche les chaînes sont plus courtes que dans la cellulose et elles comportent de courtes ramifications attachées à la chaîne principale telles que le D-galactose ou l'acide D-glucuronique. Les hémicelluloses sont étroitement unies aux



microfibrilles de cellulose par des liaisons hydrogène. Les xyloglucanes (composés d'un squelette de D-glucose en  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4)), et ces glucoses peuvent être substitués en  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 6) par des résidus de D-xylose (Caffall & Mohnen, 2009) sont les principales hémicelluloses du parenchyme de la pomme (Aspinall & Fanous, 1984), plus précisément le fucogalactoxyloglucane (Renard et al., 1991; Renard et al., 1990).

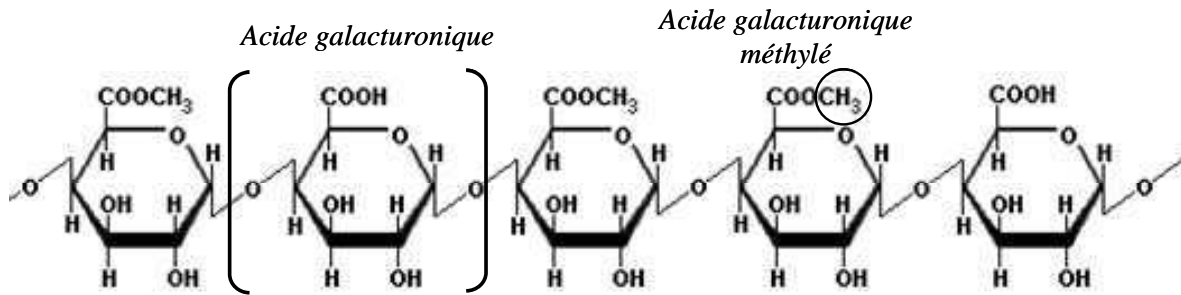
### 2.1.5. Pectine

Les pectines sont des polysaccharides qui ont un **rôle clé dans la structure** et les propriétés de la paroi cellulaire, elles joueront également un rôle déterminant par leur solubilisation potentielle dans le sérum lors de la transformation des fruits. Elles sont principalement situées dans la paroi primaire des cellules où elles représentent 30% de la matière sèche (Van Buggenhout et al., 2009). Elles sont aussi très **abondantes dans la lamelle moyenne**, où elles assurent la cohésion des cellules. La quantité de substances pectiques dans le végétal varie fortement en fonction de son origine, de la variété et aussi du stade de croissance (Lopes da Silva et al., 1994).

Les pectines se composent d'une chaîne principale appelée aussi « les homogalacturonanes » constituée d'acides  $\alpha$ -D-galacturoniques (1 $\rightarrow$ 4). Des résidus de  $\alpha$ -L-rhamnose (1 $\rightarrow$ 2) sont intercalés dans la chaîne principale, ils font partie des « rhamnogalacturonanes » (Voragen et al., 2009). Les groupes carboxyle de l'acide galacturonique peuvent être estérifiés par un groupement méthyle ou acétyle (Figure 4). Suivant l'importance de ces substitutions, un degré de méthylation (DM) et un degré d'acétylation représentant le rapport acides galacturoniques estérifiés/ acides galacturoniques totaux est défini (Saulnier & Thibault, 1987). Le substituant méthanol joue un rôle majeur dans les propriétés des pectines. **Deux catégories** peuvent ainsi être distinguées :

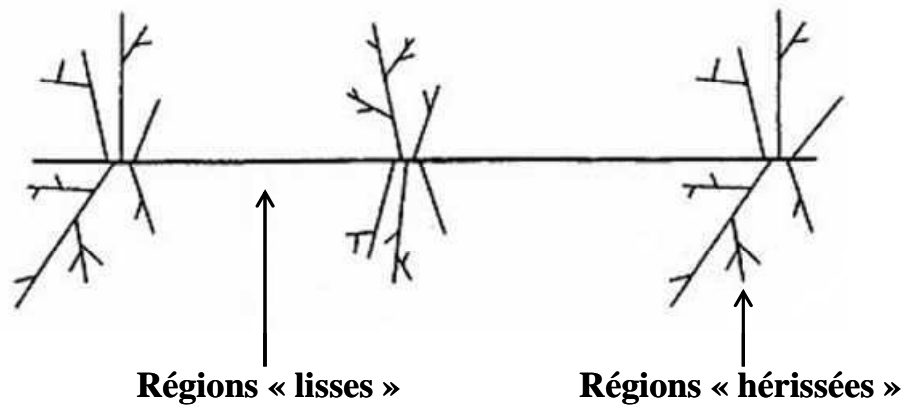
- Les pectines « hautement méthylées (**HM**) » ayant un DM > 50%, majoritairement présentes dans la nature.
- Les pectines « faiblement méthylées (**LM**) » ayant un DM < 50% obtenues à partir des pectines HM par différentes réactions chimiques.

Le degré d'estérification pour les pommes après récolte est de 60-75% (Voragen et al., 1980) et celui des purées de pommes varie entre 71- 80%, selon la variété de pomme (Le Bourvellec et al., 2011).



**Figure 4.** Structure des homogalacturonanes et des groupes méthylés

Une représentation schématique de la structure des pectines résume celle-ci en une région dite « lisse » homogalacturonique et des régions dites « hérissées » constituées par des régions rhamnogalacturoniques (Figure 5) (Voragen et al., 1995).



**Figure 5.** Structure des substances pectiques avec les zones « lisses » et « hérissées » D'après (Voragen et al., 1995).

### 2.1.6. Paroi cellulaire secondaire

De nombreuses cellules végétales possèdent une paroi secondaire en plus de la paroi primaire. Lorsque la cellule cesse de s'accroître et qu'elle entame sa maturation, une paroi secondaire est déposée à l'intérieur de la paroi primaire. Les parois secondaires sont plus épaisses et plus rigides que les parois primaires. Elles contiennent jusqu'à 45% de cellulose, un peu moins d'hémicellulose et relativement peu de substances pectiques (Hopkins, 2003). Toutes les cellules n'ont pas de parois cellulaires secondaires, les cellules parenchymateuses de la pomme notamment n'en possèdent pas (Renard, 1989).

## 2.2. Pulpe

La pulpe est constituée **d'assemblages de paroi cellulaire déformables** qui ont des formes et des distributions de tailles variables, de l'ordre de quelques centaines de  $\mu\text{m}$  à quelques mm (Rao, 1999). La **distribution en taille** des particules est **bimodale**, avec un premier pic variant entre 1000 et 1200  $\mu\text{m}$  et un second pic autour de 200  $\mu\text{m}$ . Les particules **les plus grosses** correspondraient à des **amas de cellules** alors que les particules **les plus fines** correspondraient à des **cellules individualisées** (Sato & Cunha, 2009; Tarea, 2005).

La teneur en pulpe peut être estimée par centrifugation et ainsi exprimée comme le ratio entre la pulpe après séparation centrifuge et la purée initiale (Qiu & Rao, 1988). Il s'agit d'une méthode « empirique », la quantité en pulpe dépend de la force centrifuge et du temps employé dans la séparation des phases (Rao, 1999) et donc de l'état de tassement des particules dans le culot de centrifugation, qui lui-même dépend des caractéristiques des particules : taille, forme, rigidité.

## 2.3. Sérum

Le sérum, qui forme la **phase continue** dans la suspension, est une solution aqueuse constituée essentiellement de **matières solubles**, de **sucres** mais aussi de **substances pectiques solubilisées** lors du traitement thermique, ainsi que d'autres composés tels que des acides organiques et des sels. Le Tableau 1 montre la composition du sérum. Les glucides simples (fructose, saccharose et glucose) sont majoritairement présents, entre 9 et 15%.

La **composition chimique** du sérum va dépendre de la **nature, de la maturité et de la variété des fruits** ainsi que des **conditions de fabrication**. Sa viscosité dépendra de cette composition et principalement de la teneur en sucres et en pectines (Diaz et al., 2009; Rao, 1992). Au plan pratique, la teneur en sucre est souvent estimée à partir d'une mesure de l'indice de réfraction en la rapportant à une concentration en saccharose équivalent (degré Brix), de fait cette valeur est fonction de la teneur totale en solutés. Rao (1999) indique ainsi environ 16° Brix dans le cas d'un exemple de sérum de purée de pomme. La teneur en fibres solubles du sérum est inférieure à 0,5% (rapportée à la masse de purée) contenant principalement des polymères pectiques : acide galacturonique, rhamnose, arabinose et galactose (Le Bourvellec et al., 2011). Les pectines dans le sérum peuvent être utilisées comme des indicateurs des changements survenus dans la paroi cellulaire, par exemple dans le cas du concentré de tomate (Diaz et al., 2009; Tanglerpaibul & Rao, 1987) pour lequel

pendant le traitement thermique, la pectine est solubilisée à partir de la pulpe vers le sérum (Diaz et al., 2009; Lin et al., 2005).

**Tableau 1.** Principaux constituants du sérum d'une purée de pomme, (Aprifel, 2011; Le Bourvellec et al., 2011).

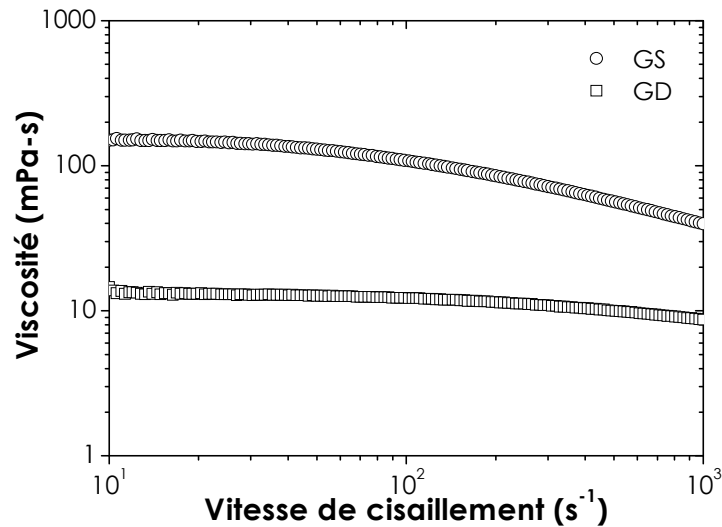
<b>Composition</b>	<b>%</b>
<b>Glucides</b>	<b>9-15</b>
Fructose	50
Saccharose	22
Glucose	18
Pentosanes	5-6
Hexosanes	4-5
Sorbitol	4-5
<b>Protéines &amp; Lipides</b>	<b>0,3</b>
<b>Eau</b>	<b>84</b>
<b>Minéraux</b>	<b>0,32</b>
<b>Fibres solubles</b> (polymères pectiques)	<b>&lt; 0,5</b>

Les **propriétés rhéologiques** des purées ne dépendent pas seulement des caractéristiques de la pulpe (quantité, taille, forme et rigidité des particules) mais aussi de celles du **sérum** (Rao, 1986). Le comportement rhéologique du sérum de purée de pommes peut présenter un comportement **newtonien ou faiblement rhéofluidifiant**, (Rao, 1986) en fonction de sa concentration en pectines et sucres. Tarea (2005) a caractérisé une série de purées et compotes de pomme du commerce dont les viscosités du sérum étaient comprises entre 11,9 et 240 mPa.s.

Le rapport de la viscosité de la suspension sur la viscosité de la phase continue est défini comme la **viscosité relative** (Cantu-Lozano et al., 2000) ( $\eta_{rel}$ ) :

$$\eta_{rel} = \frac{\eta_{suspension}}{\eta_{phase\ continue}}$$

To (2011) a récemment comparé **deux purées** issues de **deux variétés** de pommes différentes : **Golden Delicious** (GD) et **Granny Smith** (GS), elle a constaté des **différences** significatives de **viscosité de sérum** entre les deux variétés ayant subi le même traitement thermo-mécanique. La viscosité du sérum de la purée (GS) était **10 fois plus élevée** que celle de la (GD), ce résultat illustre bien les grandes différences possibles d'une variété à l'autre (Figure 6).



**Figure 6.** Variation de la viscosité du sérum en fonction de la variété de pomme Granny Smith (GS) et Golden Delicious (GD). (To, 2011)

Même si la viscosité du sérum contribue à la viscosité apparente de la purée, elle n'aura pas un effet de premier ordre sur celle-ci, son rôle reste **mineur** par rapport à celui de la teneur en pulpe (Rao et al., 1986; Tarea, 2005).

En résumé, le sérum de purées de pomme est une solution dont la **composition chimique** et les **propriétés** rhéologiques vont dépendre des plusieurs facteurs, principalement la **variété** du fruit, **l'état de maturité** et des paramètres de **transformation**.

Les propriétés rhéologiques du sérum et leur rôle sur les propriétés des purées de fruit restent toutefois assez peu étudiées.

### 3. Procédé de fabrication des purées de pomme

La transformation de pommes fraîches en purée comprend un certain nombre d'étapes (Figure 7) qui impliquent des traitements thermiques et mécaniques qui eux-mêmes engendrent la **déstructuration plus ou moins poussée des tissus** de la pomme. Ces étapes sont décrites ci-après :

#### *Nettoyage et tri de pommes :*

D'abord les pommes entières sont lavées. Cette étape a pour objectif d'éliminer les éléments non désirables présents au niveau de la surface des fruits (particules de terre, résidus

organiques, etc). Cela consiste à les faire passer dans un tunnel avec de l'eau pour enlever les impuretés.

Les fruits lavés sont ensuite triés. Cette étape permet d'écarter les pommes n'ayant pas les qualités requises pour la fabrication de la purée, en général ce sont des pommes abîmées présentant des défauts visuels majeurs.

### ***Pré -broyage :***

Cette étape est faite dans un broyeur à « marteaux » qui permet de découper les pommes en petits morceaux. Lors de la perte d'intégrité cellulaire (par exemple à la découpe) et en présence d'oxygène, l'oxydation enzymatique des polyphénols des fruits a lieu sous l'effet de la polyphénoloxydase (PPO) (Colin-Henrion, 2008). Pour éviter ou diminuer les phénomènes d'oxydation et donc préserver la couleur des fruits en limitant les réactions de brunissement enzymatique, de l'acide ascorbique (Martinez & Whitaker, 1995) et de la vapeur sont injectés.

### ***Raffinage :***

Pendant le raffinage le produit est forcé au travers d'orifices, ce qui va écraser et déstructurer les morceaux de pomme. Des pales internes de l'outil appelé épulpeur, entraînées à haute vitesse, projettent le fruit contre une grille dont le diamètre des orifices est fixé (généralement de 0,5 à 2-3 mm). Cette étape **conditionne** fortement **la taille des particules** de la purée finale. Plus l'ouverture des grilles est grande plus la purée est granuleuse et plus l'ouverture est restreinte plus les purées sont lisses. Un extracteur permet de séparer les peaux et les pépins de la pulpe.

### ***Chauffage :***

Ce premier traitement thermique, appelé également « break » (de l'anglais), amollit les tissus végétaux et vise à **inactiver les enzymes endogènes pectinolytiques** (Colin-Henrion, 2008). Ce traitement peut être effectué à des températures élevées, méthode connue sous le nom de « **Hot Break** », ou à des températures plus basses, le « **Cold Break** ».

Le Hot Break se réfère à une température entre 85 et 90 °C, ce qui provoque l'inactivation des enzymes pectine-méthylestérase (**PME**) et polygalacturonase (**PG**). Non détruites, les enzymes contribuent à la fragmentation des chaînes de pectine. Sous l'action des PME, la pectine se dégrade plus facilement : l'enzyme PG agit seulement sur les segments de la chaîne de pectine qui ont été déméthylés par la PME (Hsu, 2008). En inactivant les enzymes, un

produit plus visqueux est obtenu (Goodman et al., 2002). Généralement le Hot Break est fait avant l'étape du raffinage.

Le Cold Break est opéré à une température inférieure à 70 °C, à cette température les enzymes ne sont pas complètement inactivées, certaines pectines sont fragmentés ce qui induit une diminution de la viscosité et de la consistance du produit. En revanche le produit final aura une couleur plus naturelle et un arôme plus frais (Gould, 1992) le produit ayant été moins sujet aux réactions de Maillard ainsi qu'aux transformation des composés aromatiques sous l'effet de la chaleur.

En ce qui concerne la **PPO**, l'inactivation thermique est effective à partir de 50°C (Martinez & Whitaker, 1995).

### ***Chambrage :***

Cette opération permet de maintenir la température de la purée avant le dégazage.

### ***Dégazage :***

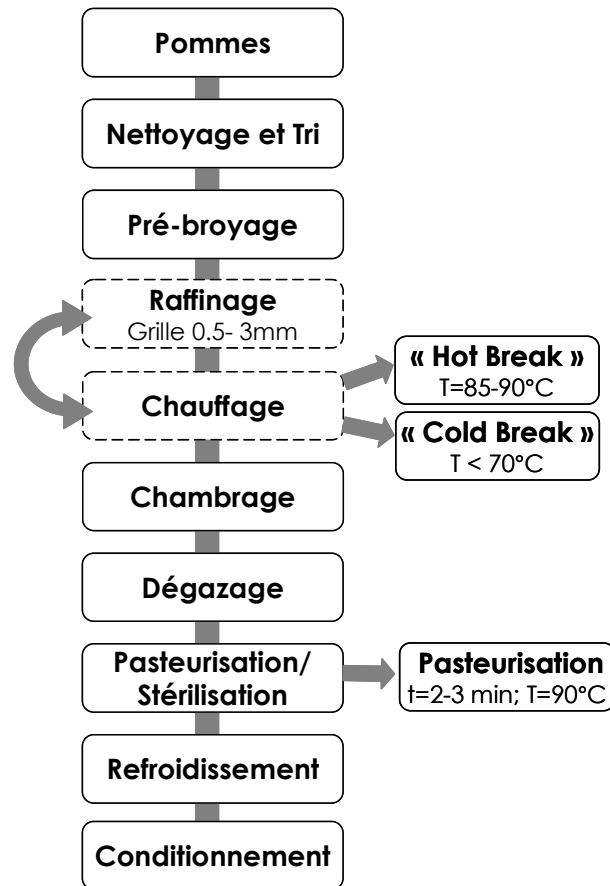
Il s'agit d'une désaération sous vide qui permet d'enlever l'air qui se trouve éventuellement dans le produit.

### ***Pasteurisation/ Stérilisation :***

L'objectif de ce deuxième traitement thermique est de **détruire significativement les microorganismes** pour augmenter le niveau de sécurité sanitaire du produit final et assurer une conservation de longue durée à température ambiante. Il est caractérisé par le couple temps – température. Dans le cas des fruits dont le pH est naturellement inférieur à 4,5, la conservation est assurée du point de vue microbiologique lorsque la température atteint 85°C (Brat & Cuq, 2007). Les barèmes de pasteurisation usuels d'une purée de pomme sont de l'ordre de 90°C pendant 2-3 min (Colin-Henrion, 2008). Le produit est ensuite refroidi à une température de 40°C.

### ***Conditionnement :***

Dans certains cas le produit est stérilisé dans son emballage (pot ou boîte de conserve) et dans d'autres cas le conditionnement se fait après la stérilisation dans des conditions stériles dans l'emballage souhaité (poches aseptiques, gourdes, petits pots, etc).



*Figure 7. Etapes de fabrication de la purée de pomme (en pointillés les étapes qui peuvent être interverties).*

### *3.1. Impact du procédé de fabrication sur la structure des purées*

La transformation des fruits et légumes apporte plusieurs **changements** majeurs dans leurs **propriétés mécaniques** et dans leur **structure**. Ainsi, les fruit subissent des modifications au niveau de leur macrostructure, microstructure et de leur composition. Cette transformation est souvent liée à des changements dans les parois cellulaires. Ces changements sont déterminés par des **facteurs internes** tels que la composition, le pH ou la force ionique, et plus particulièrement par des **facteurs externes** liés au traitement mécanique et thermique (Kunzek et al., 1999).

#### *3.1.1. Impact du traitement mécanique*

Comme nous l'avons indiqué plus haut, le **raffinage** est une étape clé du procédé de fabrication. Ce traitement mécanique va déterminer, dans une large mesure, la **taille et la**



**distribution en taille des particules** en suspension ainsi que la teneur en pulpe. Ces paramètres auront une influence déterminante sur les propriétés rhéologiques et donc la texture des produits. La taille des mailles ou pores dans lesquels va passer la suspension varie, induisant une variation de la taille des particules qui passent au travers. Du fait de la déformabilité des particules, leur taille est généralement plus grande que celle du diamètre de la grille. L'augmentation de la taille des grilles va logiquement entraîner une augmentation de la taille des particules et de la teneur en pulpe (Cepeda & Gomez, 2002; Den Ouden & Van Vliet, 1997; Rao, 1992; Schijvens et al., 1998). Selon les conditions du raffinage, les amas de cellules seront plus ou moins cassés. Ainsi, un raffinage plus puissant va entraîner la séparation des amas en cellules individualisées (Tarea, 2005). Le raffinage induit également une diminution de la matière sèche puisque la peau et les pépins sont enlevés à cette étape (Colin-Henrion et al., 2009).

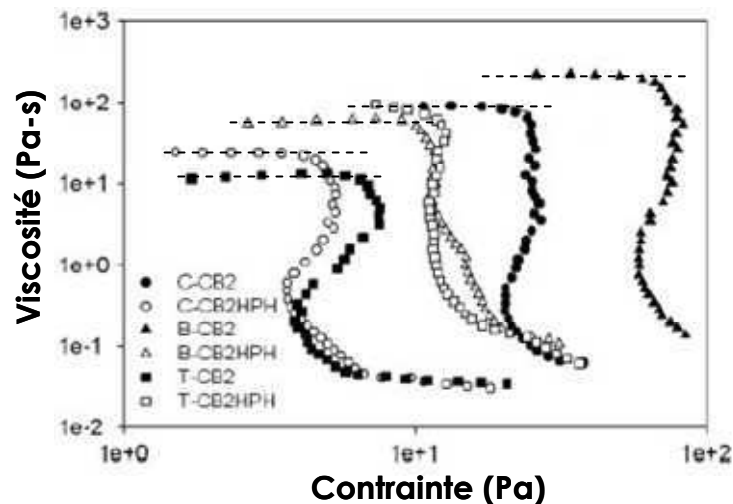
Dans certains cas le traitement mécanique appliqué est plus sévère, il s'agit d'une **homogénéisation**. Cette opération de fractionnement des particules (réalisée avec un homogénéisateur statique à hautes pressions) est utilisée dans la plupart des produits à base de tomate (Bayod et al., 2008; Den Ouden & Van Vliet, 2002), mais aussi d'autres légumes comme la carotte ou le brocoli (Lopez-Sanchez et al., 2011). L'homogénéisation entraîne une diminution de la taille des particules ce qui a des répercussions sur les propriétés rhéologiques des suspensions. Bayod et al (2008) ont observé qu'avant homogénéisation, des concentrés de tomates étaient constituées de particules de grande taille (cellule entière), déformables et de forme assez sphérique, alors qu'après homogénéisation elles étaient constituées d'un nombre important de petites particules. Celles-ci ont donc été fractionnées ce qui résulte en un nombre important de petites particules comme des fibres, fragments de parois de cellules, des polymères, etc., qui ont tendance à s'agréger pour former des sortes de particules fibreuses, ce qui fait varier leur distribution en taille. L'homogénéisation crée un réseau interne différent avec des propriétés rhéologiques différentes.

La modification de la viscosité des produits après homogénéisation reste, en quelque sorte, contradictoire selon les végétaux considérés. **Une augmentation de la viscosité** après homogénéisation a été observée pour la **pulpe de tomate** et de la **purée de fraise** (Den Ouden & Van Vliet, 2002; Lopez-Sanchez et al., 2011) tandis que pour la **purée de pomme** et d'autres dispersions comme la **purée de chili, carotte et brocoli** (Ahmed et al., 2000; Lopez-Sanchez et al., 2011) la viscosité **diminue**.

Une des hypothèses pour expliquer ces différences est que la fragmentation des particules de la tomate et de la fraise serait plus intense que celle de la pomme, et dans ce cas

des particules plus petites et sphériques offrirait donc une plus grande surface interfaciale de contact ce qui se traduirait par des interactions interparticulaires plus fortes et par conséquent des valeurs de viscosité plus élevées (Den Ouden & Van Vliet, 2002; Yoo & Rao, 1994).

Sanchez et al (2011) soutiennent la même explication, lors de l'observation du différent comportement de 3 dispersions (carotte, brocoli et tomate) après homogénéisation (Figure 8).



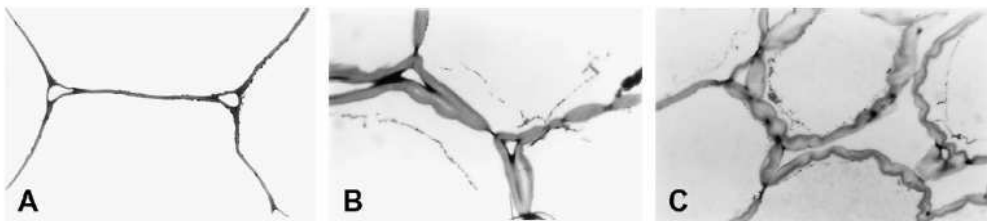
**Figure 8.** Effet de l'homogénéisation sur la viscosité de différentes dispersions végétales, la première lettre indique le type de végétal utilisé : C, carotte ; B, brocoli ; T, tomate. HPH indique les échantillons après homogénéisation. D'après Lopez- Sanchez et al (2011).

Pour la carotte et le brocoli, l'homogénéisation a conduit à une diminution de la viscosité et celle-ci était liée à la réduction de la taille des particules. Contrairement à cela, pour la tomate, l'homogénéisation a mené à une augmentation de la viscosité malgré la diminution de la taille des particules. Selon les auteurs, la structure des parois cellulaires de tomate était plus affectée que celle du brocoli et de la carotte. Ainsi une augmentation de la viscosité a été liée à un changement radical dans la distribution granulométrique, la morphologie du matériel cellulaire de la tomate et l'organisation des éléments dispersés entre eux, conduisant à une **microstructure différente** de nature plus fibreuse.

Dans le cas de la **purée de pomme**, l'effet du traitement mécanique est marqué par la séparation des amas de cellules en amas plus petits et/ou en cellules individualisées, ce qui engendre une diminution de la viscosité apparente de la dispersion. Ceci, dépend également de l'intensité et du traitement thermique appliqué.

### 3.1.2. Impact du traitement thermique

Les traitements thermiques des fruits et légumes **entraînent un changement profond de la texture** du produit avec **la perte de turgescence des cellules, le ramollissement des tissus** et le **gonflement** de la paroi végétale (Figure 9). On observe d'abord la **perte de turgescence** et le ramollissement des tissus est maximal lors de la **séparation cellulaire** (Sila et al., 2008; Waldron et al., 1997). La fermeté et l'adhésion intercellulaire dépendent des **substances pectiques** de la lamelle moyenne. Avec la cuisson plusieurs réactions (chimiques et enzymatiques) se produisent, la pectine est le composant de la paroi cellulaire le plus affecté par le traitement thermique (Van Buren, 1979).



**Figure 9.** Cellules du parenchyme d'oignon  
a) Tissu frais b) Tissu cuit 20 min c) Tissu cuit 50 min (Sila et al., 2008).

#### 3.1.2.1. Solubilisation des pectines

La solubilisation de la pectine avec la chaleur a été largement observée dans les différents tissus végétaux, tels que la carotte, la tomate ou la pomme (Diaz et al., 2009; Massiot et al., 1997; Sila et al., 2005).

Les pectines des parois peuvent être **dégradées par quatre mécanismes** différents (Figure 10), selon le pH, la température et la concentration en solutés :

a) La **PME** (pectine methyl estérase) est une enzyme endogène à la plupart des fruits et légumes. Elle agit en enlevant le groupement méthyle sur le résidu d'acide galacturonique dans le squelette de la pectine, entraînant la libération de méthanol, diminuant ainsi le degré de méthylation (DM) et la formation d'acide galacturonique. La désestérification des pectines limite les possibilités de dégradation par  $\beta$ -élimination et augmente la réactivité avec les ions calcium, ceci pouvant diminuer la perte de fermeté (Sila et al., 2009; Smout et al., 2005; Waldron et al., 1997). L'activité de la PME est considérablement réduite à 80°C (Adams,

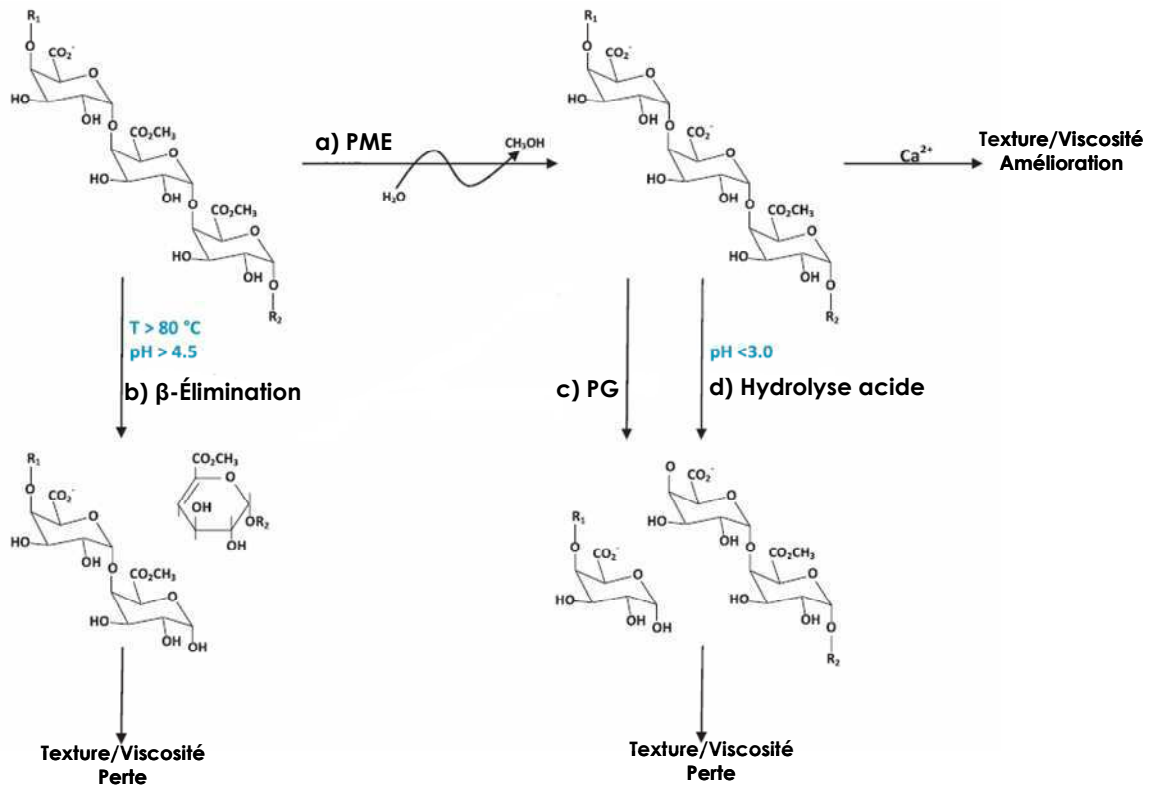
1991). Un pH au dessus de 7,5 et une température de 63°C, sont les conditions optimales d'activité de la PME présente dans la pomme Golden Delicious (Denès et al., 2000).

b) La dépolymérisation de la pectine par  **$\beta$ -élimination** est une conversion non enzymatique. Elle provoque la rupture des liaisons glycosidiques adjacentes à un groupe estérifié entre les résidus d'acides galacturoniques et l'apparition d'une double liaison entre les carbones C<sub>(4)</sub> et C<sub>(5)</sub> (Morris et al., 2002). Cette dépolymérisation est fortement influencée par le pH, elle est considérablement favorisée dans des conditions alcalines, par l'augmentation de la température et un DM élevé (Krall & McFeeters, 1998; Sila et al., 2009; Waldron et al., 1997).

c) Les **PG** (poly galacturonases) sont des enzymes pectolytiques qui catalysent l'hydrolyse des liaisons glycosidiques  $\alpha(1\rightarrow4)$  des pectines. Ces enzymes sont spécifiques des substances pectiques non ou partiellement estérifiées par du méthanol. Lorsque le DM augmente, la vitesse d'hydrolyse de l'enzyme diminue (Combo et al., 2011; Voragen et al., 2009).

d) Le ramollissement des fruits acides ayant suivi un traitement thermique a été également attribué à l'**hydrolyse acide** des liaisons glycosidiques des polysaccharides de la paroi cellulaire (Waldron et al., 2003). L'hydrolyse acide est le deuxième mécanisme de dégradation de la pectine, après la  $\beta$ -élimination, pendant le traitement thermique (Sila et al., 2009). Elle prédomine en conditions acides (pH<3) et elle est plus rapide avec des pectines présentant un DM faible (Krall & McFeeters, 1998).

Dans le cas de la purée de pomme (avec un pH de 3,5 à 4), l'hypothèse d'une hydrolyse acide des pectines est privilégiée. Lors de la cuisson une augmentation générale des fibres solubles est en effet observée. La température appliquée contribue à une solubilisation par dépolymérisation de certains polysaccharides des parois végétales, notamment des fractions pectiques (Colin-Henrion et al., 2009).



**Figure 10.** Représentation schématique des mécanismes de dégradation de la pectine et d'itinéraires possibles pour adapter les paramètres de qualité. PME : pectinméthylesterase, PG : polygalacturonase. D'après Sila et al (2009).

### 3.1.2.2. Viscosité du sérum

Le **traitement thermique** va ainsi influencer la viscosité du sérum par la **dégradation des pectines des parois et leur solubilisation**. Là encore, les conséquences en terme de viscosité vont largement varier d'un végétal à l'autre.

Dans le cas du **concentré de tomate**, une augmentation de la solubilisation des pectines coïncide avec la **diminution de la viscosité du sérum** (Den Ouden & Van Vliet, 1997; Diaz et al., 2009; Goodman et al., 2002). Ainsi Diaz et al (2009) ont suivi les modifications du sérum lors de plusieurs étapes de fabrication du concentré de tomate. Ils ont observé que suite au traitement thermique la viscosité du sérum diminuait de 35% par rapport au jus initial de tomate. Hsu (2008) a comparé les jus de tomate obtenus par Hot Break (92°C, 2min) et Cold Break (60°C, 2 min) et il a observé que la viscosité du jus **diminue** avec le traitement type **Cold Break**, mais qu'elle **augmentait** avec le **Hot Break**. La différence entre les viscosités obtenues avec les deux traitements a été attribuée à **l'activité enzymatique et la solubilisation des pectines que celle-ci entraîne**. En effet, après le Cold Break les activités

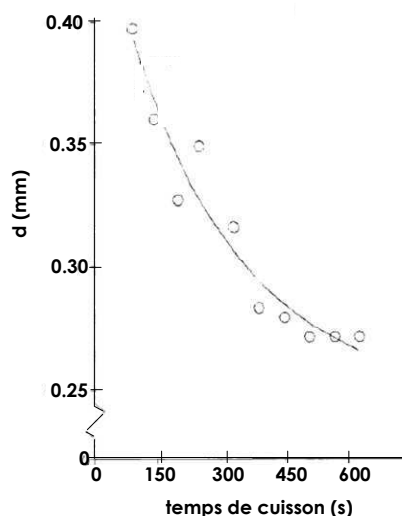
de la PME et de la PG ont diminué respectivement de 30% et 12%, tandis qu'avec le Hot Break elles ont diminué respectivement de 100% et 95%.

Dans le cas de la **purée de pomme** au contraire, Shijvens et al (1998), ont constaté une **augmentation** de la **viscosité du sérum** avec des **temps de cuisson prolongés**, provoquée par la solubilisation des molécules de pectine. Colin-Henrion et al (2009) et Le Bourvelec et al (2011) ont constaté également la solubilisation des pectines lors de la cuisson. Comme mentionné précédemment, les auteurs font l'hypothèse que la température appliquée (85°C) et le pH de la pomme (3.5- 4.0) contribuent à la solubilisation avec une dépolymérisation des polysaccharides pariétaux (préalablement liés à la fraction insoluble) par une **hydrolyse acide des pectines**, les enzymes pectinolytiques ayant été détruites lors du traitement thermique.

En résumé, dans le cas de la purée de pomme transformée industriellement, il s'agit essentiellement d'une solubilisation des pectines par hydrolyse acide et celle-ci engendre une augmentation de la viscosité du sérum.

### 3.1.2.3. *Changement de la structure au niveau des particules et des parois*

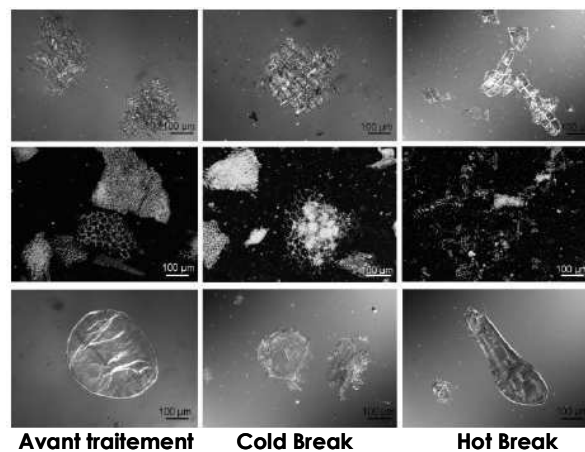
Des **changements structuraux** se produisent également au niveau microscopique voire macroscopique des particules elles mêmes pendant le traitement thermique. Shijvens et al (1998), ont observé que, pour la **purée de pomme**, la **taille** des particules **diminue** significativement pour des temps de cuisson prolongés. Ceci est attribué sans équivoque à la perte de cohésion entre les cellules adjacentes du fait de l'hydrolyse acide des pectines de la lamelle moyenne (Figure 11).



**Figure 11.** Influence du temps de cuisson sur la taille des particules (Schijvens et al., 1998).

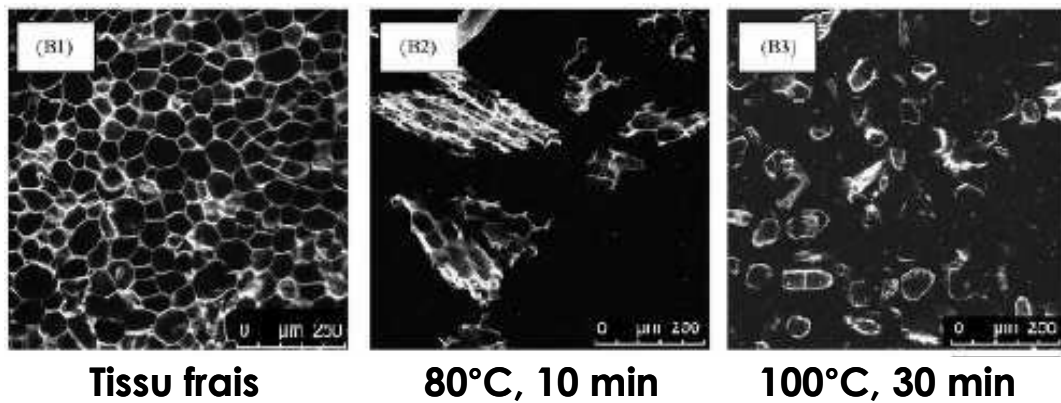
Lopez-Sanchez et al (2011) ont étudié l'effet du type du procédé (Hot Break ou Cold Break) pour la fabrication de dispersions de carotte, de brocoli et de tomate sur leurs microstructures. Les dispersions de carotte et de brocoli ont montré un comportement similaire, mais ici encore différent de celui observé pour la tomate.

Pour les carottes et le brocoli, la microscopie optique (Figure 12) a révélé une **différence nette entre** les échantillons **Cold Break** (70°C, 10 min) et **Hot Break** (90° C, 40 min.). Le **Cold Break** a résulté en **gros amas** de cellules avec des endommagements visibles à la surface. En revanche les amas de cellules issus du **Hot Break**, étaient plus petits et parfois des **cellules individualisées** ont été observées. De plus, contrairement au Cold Break, ces derniers échantillons présentaient des surfaces plus lisses et peu endommagées indiquant que la séparation des cellules à travers la lamelle moyenne a été favorisée. Ceci pourrait être expliqué par la diminution de l'adhésion cellulaire à travers la lamelle moyenne due à la dépolymérisation thermique de la pectine par  $\beta$ -élimination.



*Figure 12. Effet du traitement sur la structure des dispersions ; de haut en bas : carotte, brocoli et tomate (Lopez-Sanchez et al., 2011).*

Ces résultats sont en accord avec ceux de Day et al (2010), qui ont préparé des dispersions de carotte et de brocoli avec deux traitements thermiques différents : un blanchiment (80°C, 10 min) et une cuisson plus sévère (100°C, 30 min). Après le traitement thermique, les échantillons ont été broyés dans les mêmes conditions (broyeur de cuisine, 8 min). Le **cisaillement** appliqué lors du broyage aux échantillons blanchis a résulté en de **gros amas de cellules** qui étaient constitués de plusieurs cellules individualisées. Le broyage des échantillons **chauffés plus longtemps** et à une température plus élevée a résulté en de **plus petites particules**, essentiellement des cellules individualisées (Figure 13).



**Figure 13.** Structure de dispersion de brocoli suite à différents traitements thermiques (Day et al., 2010).

Ainsi le ramollissement pendant la cuisson, causé par la perte de turgescence et les changements dans les polymères de la paroi cellulaire, va influencer sur la rupture, la forme des particules et donc les propriétés mécaniques du produit final.

Les particules de pulpe sont constituées de parois cellulaires, leurs propriétés dépendent de leurs caractéristiques géométriques et de surface, de leur densité, de leur porosité, ainsi que des propriétés physicochimiques plus locales telles que leur interaction avec l'eau, leur capacité d'échange cationique et leur adsorption de substances organiques (Chesson, 1995; Thibault et al., 1994). L'hydratation des particules est déterminante sur leurs propriétés et le comportement rhéologique des suspensions de parois cellulaires est fortement lié à leur capacité de rétention d'eau (Dongowski & Bock, 1993).

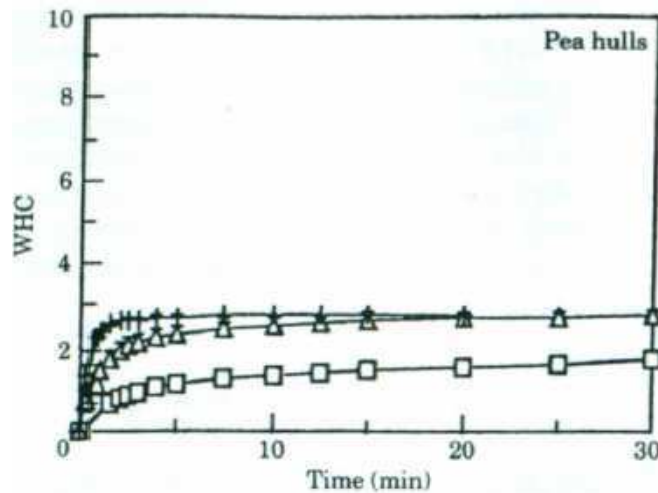
La capacité de rétention d'eau est souvent étudiée par des méthodes différentes : isothermes de sorption et de désorption (Dongowski & Bock, 1993) ; détermination du gonflement par mesure de la quantité de solvant absorbé après une nuit à 25,7° C, exprimée en ml/g d'échantillon sec (Renard & Thibault, 1991); centrifugation ou méthodes de filtration qui enlèvent par gravité l'eau non fixée, etc (Thibault et al., 1994). Ainsi les résultats qui caractérisent la capacité de rétention d'eau des fibres sont très dépendants de la méthode appliquée, en plus de la composition chimique et des caractéristiques physiques du matériau étudié lui-même. Le Tableau 2, montre les valeurs d'hydratation de la paroi cellulaire de la pomme obtenues par différents auteurs.



*Tableau 2. Caractéristiques d'hydratation de la paroi cellulaire de la pomme (Guillon & Champ, 2000).*

Taille de particule ( $\mu\text{m}$ )	Gonflement (ml/g)	Capacité de rétention d'eau (g eau/ g MS)	Absorption d'eau (mL eau/ g fibre sèche)	Référence
540	9,6	6,9	3,8	Cloutour,1995
250	8,6	5,5	4,6	Cloutour,1995
133	7,4	5,4		Robertson et al (in press)
500	6	7,1	2,4	Ralet et al,1993
80	5,6	7,1	2,7	Ralet et al,1993
950	9,9	4,3	1,9	Auffret et al, 1994
300	7,8	6,2	2,8	Auffret et al, 1994
560	6,2	4,2	2,7	Cloutour,1995
100	6,5	3,9	3,3	Cloutour,1995
67	6,6	3,8	3,7	Robertson et al (in press)

Certaines étapes du procédé de fabrication tel que le broyage et le traitement thermique influencent particulièrement les propriétés d'hydratation (Kunzek & Dongowski, 1991; Kunzek et al., 1999; Muller & Kunzek, 1998). Plusieurs études ont montré une forte dépendance des propriétés de rétention d'eau à la distribution en taille des particules (Auffret et al., 1994; Muller & Kunzek, 1998; Ralet et al., 1993; Ralet et al., 1993). Une matrice de fibres insolubles peut présenter un gonflement plus élevé sans doute pour une part du fait d'une augmentation de la porosité du matériau sous l'effet du traitement subi et la rétention d'eau est plus ou moins élevée selon la distribution de taille des pores (Guillon & Champ, 2000). L'effet du broyage sur les propriétés d'hydratation de matériau fibreux peut être mis en évidence par mesure de la cinétique d'absorption d'eau à partir d'un état sec. L'augmentation de la surface accessible des parois expliquerait une hydratation des fibres qui s'effectue plus rapidement (Guillon & Champ, 2000). Auffret et al (1994) ont étudié l'effet du broyage sur la capacité de rétention d'eau de écales de pois et ont observé une **augmentation** de la **capacité de rétention d'eau après broyage**, c'est-à-dire lorsque la taille des particules diminue (Figure 14). Ainsi, le broyage a théoriquement entraîné une augmentation de la surface et du volume total des pores, responsables de l'augmentation de la capacité de rétention d'eau. Le **broyage** entraîne non seulement une **réduction** de la **taille** des particules, mais également des **modifications structurelles** importantes de la fibre engendrant une capacité de rétention d'eau modifiée.



**Figure 14.** Cinétique de rétention d'eau des fibres de « écales de pois » à différentes tailles de particule (□)950µm, (Δ)490µm, (+)300µm (Auffret et al., 1994).

Le traitement thermique que peut subir un végétal engendre une solubilisation partielle des pectines, une séparation plus facile des cellules mais aussi de bonnes conditions d'hydratation des parois, ceci a été observé pour la paroi cellulaire de pomme (Muller & Kunzek, 1998).

Les propriétés d'**hydratation** de la paroi cellulaire influencent le **comportement rhéologique** de leurs suspensions (Kunzek et al., 1999). Une suspension composée des parois cellulaires ayant une forte capacité de rétention d'eau présente généralement un **seuil d'écoulement**, une **viscosité apparente** et un **module élastique** élevés (Dongowski & Bock, 1993).

En résumé, les **traitements thermique** et **mécanique** jouent un **rôle déterminant** sur la structure et les propriétés des particules de pulpe. L'effet majeur concerne la **taille des particules**, mais les **propriétés des parois**, tels que leur **porosité**, leur **surface disponible** au contact, leur **capacité de rétention d'eau** ou encore leur état de **gonflement** qui en résulte et leurs **propriétés mécaniques** conséquentes sont certainement à considérer pour **comprendre** les **propriétés macroscopiques** des purées de végétaux. Toutes ces caractéristiques et propriétés des parois sont toutefois expérimentalement difficiles d'accès et restent peu étudiées.

Les **fibres** qui constituent les parois cellulaires insolubles mais aussi les polymères solubles du sérum (pectines) présentent un **intérêt nutritionnel**. Un certain nombre de travaux de recherche portent sur l'étude des effets du procédé sur ces composés et l'impact

nutritionnel potentiel. Nous avons jugé bon de faire état de certains d'entre eux dans le paragraphe qui suit (§I. 3.2).

### ***3.2. Impact du procédé sur les fibres en tant que composés d'intérêt nutritionnel***

La **pomme** est un fruit connu pour ses **effets bénéfiques sur la santé**, attribués à sa teneur riche en fibres et composés phénoliques. Elle **contient des fibres** insolubles (cellulose, xyloglucanes) et solubles (polysaccharides pectiques) en quantité notable, de l'ordre de **1,5 à 2,7 g/100g pour la chair ou pulpe** (Gheyas et al., 1997; Marlett & Vollendorf, 1994; Renard, 2005; Renard & Thibault, 1991) **et de près de 3 g/100g pour le fruit entier** (Jensen et al., 2009; Massiot et al., 1994; Massiot & Renard, 1997).

Les fibres peuvent modifier la cinétique de digestion des glucides et lipides présents dans d'autres aliments, ou le degré d'absorption du cholestérol et des acides biliaires (Demigne et al., 2003). Leur composition chimique et leurs propriétés physico-chimiques ont été largement étudiées, ainsi que leur **capacité à réguler le temps de transit**, augmenter le volume de selles et leurs effets métaboliques bénéfiques. Les propriétés d'hydratation sont l'une des caractéristiques physico-chimiques des fibres d'une importance primordiale pour expliquer les effets biologiques, à savoir l'induction de la fermentation dans le côlon et l'augmentation de poids des selles (McDougall et al., 1996).

Les polyphénols (qui ne seront pas étudiés dans ce travail) sont d'autres composants d'intérêt nutritionnel de la pomme. Aprikian et al., (2003) ont constaté que la pectine de pomme et des composés polyphénoliques sont plus efficaces ensemble pour diminuer le cholestérol et les triglycérides du plasma et du foie.

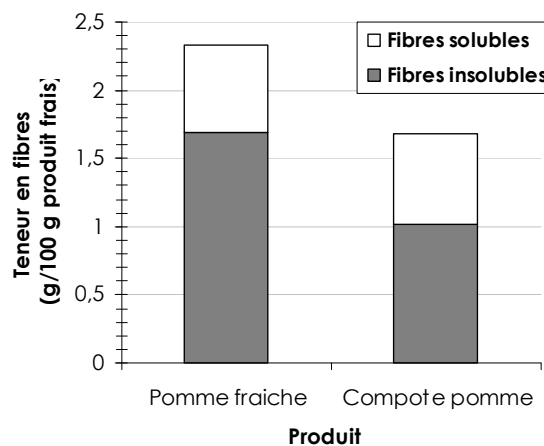
La transformation de la pomme en purée par les étapes de traitements thermique et mécanique, est susceptible de modifier l'état des composés d'intérêt nutritionnel de la pomme. Le fait que les pommes sont de plus en plus consommées après transformation, engendre un intérêt à **comprendre l'impact du procédé sur les caractéristiques nutritionnelles de la purée** de pomme. Récemment les travaux de Colin-Henrion et al (2009) et Le Bourvelec et al (2011) se sont intéressés aux changements des composés phénoliques et des polysaccharides au cours du procédé de fabrication de la purée de pomme.

Comme mentionné précédemment, **deux mécanismes** principaux peuvent **affecter** la teneur et la **composition en fibres** alimentaires pendant la préparation de la purée :

- Le **traitement thermique**, conduisant à une dépolymérisation pectique par hydrolyse acide et  $\beta$ -élimination (Fraeye et al., 2007; Sajjaanantakul et al., 1989).

- La **séparation mécanique** de plusieurs fractions résistantes, à savoir la peau et les pépins du fruit qui contiennent plus d'insolubles que le parenchyme (Massiot et al., 1997; Massiot et al., 1994).

Le **procédé de transformation modifié** à la fois la **teneur en fibres** et le ratio entre les fibres solubles et insolubles. Colin-Henrion et al., (2009) ont observé la **diminution** des solides **insolubles** et l'**augmentation** des polysaccharides **solubles**, ce qui résulte de la **solubilisation pectique** (Figure 15). Cette diminution d'insolubles était plus marquée lors du raffinage. En effet, la peau (épiderme) et les zones centrales (carpelles) contiennent une proportion plus élevée de paroi cellulaire et probablement plus de fibres insolubles que la chair (parenchyme) (Massiot et al., 1997; Massiot et al., 1994). Ainsi la **diminution d'insolubles** lors du **raffinage** pourrait être due à la **perte élevée de polysaccharides** induits par le rejet de la **peau** et des **carpelles**. Le Bourvellec et al (2011) ont observé également la solubilisation des pectines lors de la transformation en purée de 12 variétés de pommes pelées. Les **solides insolubles à l'alcool de la chair avant** transformation étaient entre **1.7 et 2.5%** et dans la **purée** entre **1.5 et 3.2 %** soit des valeurs supérieures ou inférieures selon la variété de pomme.



**Figure 15.** Teneur en fibres solubles et insolubles avant (pomme fraîche) et après (compote) le procédé de fabrication (Réalisé à partir des données de Colin-Henrion et al., 2009).

Au-delà de l'impact du traitement lui-même, le stade de **maturité** du fruit d'origine peut affecter le contenu final en fibres et en polysaccharides de la paroi cellulaire du produit final. (Colin-Henrion et al., 2009).

Toutefois, d'un point de vue nutritionnel, la **composition en fibres varie peu** entre les différentes variétés de pomme et le passage à la purée de pomme induit peu de modifications, avec cependant une solubilisation variable des pectines dans le sérum. Les compositions

phénoliques des purées sont encore très proches de celles de la chair de pomme fraîche, représentant 70% de celles trouvés dans la chair. Ainsi, **l'effet bénéfique** de la pomme sur la santé peut être **retrouvé** dans la **purée de pomme** (Colin-Henrion et al., 2009; Le Bourvellec et al., 2011).

Parler des fibres en tant que constituant alimentaire d'intérêt santé, implique aussi parler de leur **capacité de lier l'eau**, notamment pendant la digestion (Vetter & Kunzek, 2002). Comme il a été décrit précédemment (C.f §I.3.1.2.3) le broyage entraîne une augmentation de la capacité de rétention d'eau. Vetter et Kunzek (2002) ont simulé différentes étapes du procédé sur le matériel de la paroi cellulaire de pomme. Ils ont observé que **le ramollissement** de la paroi cellulaire causé par le blanchiment (10 min, 80°C) des matériaux en cours de traitement **résulte probablement** en une **meilleure rétention d'eau** entre les chaînes de polymères. Pour expliquer, ils ont supposé que seule une matrice de pectines ramollie est capable de capter de grandes quantités d'eau, contrairement aux structures rigides (échantillons qui n'ont pas eu le blanchissement) où il n'y a pas eu de ramollissement de la paroi cellulaire et pas de séparation des cellules au niveau de la lamelle moyenne. Ainsi, un échantillon ayant suivi une « macération enzymatique pectinolytique » a présenté les meilleures propriétés ; en effet l'enzyme attaque principalement la pectine de la lamelle moyenne, les cellules seraient individualisées et une meilleure capacité de gonflement pourrait être ainsi obtenue en raison d'une **surface moins rigide**. Il serait intéressant d'avoir une validation in vivo.

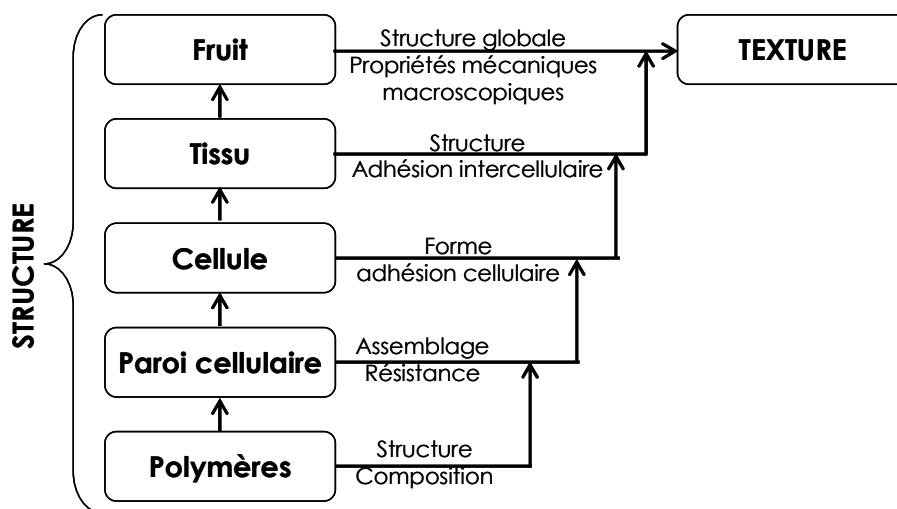
Les **tissus de végétaux crus** offrent différents avantages tels que la rétention des **vitamines et micronutriments** perdus quelques fois lors de la cuisson. L'intégrité des tissus de la plupart des légumes (comme la salade) et des fruits frais n'est pas fortement modifié par la mastication. En conséquence la **viscosité** du bol sera **plus faible** et il y aura **moins de matériau cellulaire accessible**. Au contraire la **perte de l'intégrité des tissus**, liée à la cuisson (séparation des cellules avec la dissolution de la lamelle moyenne et modification des pectines à travers la  $\beta$ -élimination) rend la **mastication plus efficace**, la **surface des tissus** et des parois cellulaires est augmentée. En général, cela rend le bol **plus visqueux** ce qui peut avoir des conséquences sur la digestion du bol alimentaire dans son ensemble (McDougall et al., 1996).

#### 4. Propriétés en lien avec la structure

Dans le cas des aliments, un des déterminants majeurs de la qualité de la texture est l'organisation structurale au niveau moléculaire, microscopique et macroscopique (Bourne, 2002).

La **paroi cellulaire**, principale composante structurale, est fortement liée à la **qualité** des produits issus des végétaux soit au niveau des **propriétés organoleptiques** (texture) soit au **niveau nutritionnel**, les parois cellulaires sont considérés comme des fibres alimentaires (Waldron et al., 2003). De ce fait, il est très important de la paroi cellulaire considérer dans le cadre d'une **hiérarchie structurale**. Cette hiérarchie relie la composition moléculaire de la paroi cellulaire aux propriétés mécaniques du fruit (Figure 16), elle va de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique :

- les **polymères** qui constituent la base du squelette moléculaire,
- la **paroi cellulaire** constituée des polymères végétaux,
- la **cellule** dont la morphologie est dépendante de la pression de turgescence et de l'épaisseur des parois,
- le **tissu**, composé des cellules, et dont les propriétés mécaniques sont dépendantes de la turgescence, de la rigidité des parois et de l'adhésion des cellules entre elles
- le **fruit**, composé de divers tissus.



*Figure 16. Représentation schématique de la hiérarchie de structure contribuant aux propriétés mécaniques des fruits (Waldron et al., 2003).*

Ainsi les **propriétés macroscopiques** des aliments, tels que les propriétés rhéologiques et les attributs sensoriels de texture, sont directement **déterminées par la structure** des aliments aux différentes échelles.

### *4.1. La texture sensorielle des purées*

Les aliments subissent **plusieurs étapes** dans leur chemin entre l'assiette et l'estomac, par exemple : la mise en contact avec la cuillère, le remuant de la cuillère, l'ingestion, la mastication et la déglutition. Dans la cavité buccale, l'aliment est soumis à plusieurs procédés mécaniques et chimiques. Lors de la mise en bouche, le produit est mâché et manipulé mécaniquement par la langue, par ailleurs il est dilué par la salive, chauffé ou refroidi par la température de la bouche, transformé dans le bol alimentaire et finalement est avalé. Les nombreux récepteurs de la cavité buccale et le nez vont réagir à l'aliment ingéré et suivre les changements pendant tout le processus. Cela conduit à des **perceptions** telles que le goût, l'odeur, et la **texture des aliments**.

La **texture** est l'ensemble des manifestations sensorielles et fonctionnelles des propriétés structurales, mécaniques et de surface des aliments détectés par les sens de la vue, de l'ouïe, du toucher et de la kinesthésie (Szczeniak, 2002). Selon Bourne (2002), les propriétés texturales d'un aliment regroupent les **caractéristiques physiques** qui résultent de ces **éléments structurels** et sont liées à la déformation, la désintégration, et l'écoulement de l'aliment sous l'action d'une force.

La texture est d'abord perçue **en dehors de la bouche** ; avant la mise en bouche de l'aliment il y a des indices visuels tels que la couleur, la brillance, la granulosité, l'hétérogénéité, qui donnent des informations sur la texture du produit. Des informations complémentaires peuvent être obtenues par la **manipulation des aliments**, par exemple l'agitation avec la cuillère ou la découpe du produit.

La perception de la texture est ensuite liée à la désintégration de la structure de l'aliment pendant la mastication. La compréhension de la texture des aliments implique l'identification du rôle des éléments structuraux sur l'impression globale perçue lorsque les aliments sont dans la bouche (Aguilera, 2005).

La sensibilité de la bouche au toucher et à la taille des particules, la dentition, la déglutition, les mouvements de la langue par rapport au palais et la salive sont autant de facteurs qui peuvent affecter la perception de la texture. La sensibilité de la langue et du palais

est bien supérieure à celle de la plupart des autres parties du corps : des tailles de particules aussi petites que 25 µm peuvent être détectées par le palais (Engelen & Van Der Bilt, 2008).

Ainsi, **la texture** sensorielle dans la complexité de sa perception dépend directement de la structure et des propriétés du produit aux différentes échelles (du macroscopique au microscopique) et de la dynamique éventuelle de cette structure au cours de l'évaluation.

La texture est un **attribut de qualité** essentiel qui influe sur l'acceptabilité des **fruits** frais et **transformés**, elle joue aussi un rôle majeur dans le développement de produits nouveaux.

Selon Schijvens et al (1998) l'attribut majeur de la qualité d'une compote de pomme est sa **consistance** et la « **granulosité** », soit en bouche soit dans l'assiette. La caractérisation sensorielle des purées est donc souvent une caractérisation de la texture, décrite par l'aspect, à la cuillère et en bouche (Colin-Henrion, 2008).

Tarea et al., (2007) ont étudié la perception sensorielle de la texture de 49 purées commerciales de pomme et de poire. D'après les résultats de cette étude les **six notions sensorielles** principales qui ont été utilisées pour décrire la texture des produits ont été la « granulosité », la « viscosité », « l'humidité », le « pierreux », la « fluidité » et l'aspect « lisse ». L'attribut « visqueux » est opposé au « fluide », et le « granuleux » est opposé à « lisse ». Ces notions se regroupent sur deux axes majeurs de consistance et de granulosité dans l'analyse multidimensionnelle des données sensorielles de texture.

Ces représentations sont en accord avec celles trouvées par Colin-Henrion (2008) qui a travaillé non seulement sur la perception de la texture de compotes de pomme mais aussi sur les odeurs, arômes et saveurs. Deux dimensions ont été trouvées pour décrire les propriétés texturales :

- La première dimension pour marquer la **viscosité** (descripteurs « épaisseur » et « collant », en bouche et à la cuillère).
- La seconde dimension reflète la « **granulosité** » (en bouche et à la cuillère que l'auteur oppose à « l'onctuosité » en bouche).

Par ailleurs, il a été constaté dans cette étude que les termes se rapportant à l'évaluation de la texture à la cuillère et en bouche n'étaient pas différenciés : les informations de ces deux types de perception convergent.



Loescher (2003) qui a travaillé simultanément sur la perception de la texture de fromages blancs et de compotes de pomme et de poire, a utilisé pour évaluer la texture des termes liés à :

- La **géométrie** : « taille des particules », « nombre de particules », « lisse », « quantité de grains » ;
- La **consistance** : « ferme », « se fluidifie », « dense », « adhérente », « fluide », « s'écoule » ;
- L'**humidité** du produit : « quantité d'eau ».

Outre l'axe principal lié à la consistance et commun aux deux espaces produits étudiés, l'auteur a constaté que les descripteurs spécifiques aux compotes sont « nombre de particules », « taille de particules » et « quantité de grains résiduels », ce dernier étant plus pertinent pour les compotes de poire. Ces descripteurs rejoignent l'un des deux axes trouvés par les auteurs mentionnés précédemment : « la **granulosité** ».

Selon Imai (1999) les particules qui se trouvent dans certains aliments du type dispersion liquide, semi-solide ou solide peuvent affecter la texture du produit et donc son acceptabilité. Le degré de « granulosité » perçu en bouche et donc la perception de la texture est influencée par les différentes **propriétés physiques des particules** (taille, forme et concentration des particules dans le produit), ainsi que le milieu dans lequel elles sont dispersées (Engelen & Van Der Bilt, 2008; Imai et al., 1999; Imai et al., 1997; Tyle, 1993). Kilcast & Clegg (2002), ont constaté que la taille des particules et la concentration influencent la perception d'onctuosité dans des systèmes modèles.

#### ***4.2. Propriétés rhéologiques des purées***

La **rhéologie** étudie les propriétés d'**écoulement** et de **déformation** de la matière.

La **composition** et la **structure** d'un produit alimentaire déterminent ses **propriétés rhéologiques**. Les paramètres rhéologiques peuvent être utilisés comme caractéristiques intrinsèques de la qualité d'un produit, ils peuvent également fournir des **informations** concernant l'organisation structurale des aliments et être mis en relation avec les caractéristiques structurales, un lien peut aussi, parfois, être établi avec la perception et les attributs sensoriels.

Les propriétés rhéologiques des dispersions végétales, dépendent de la **concentration** des particules, de leur **distribution en taille**, de leur **forme** et de leur **déformabilité**, ainsi que

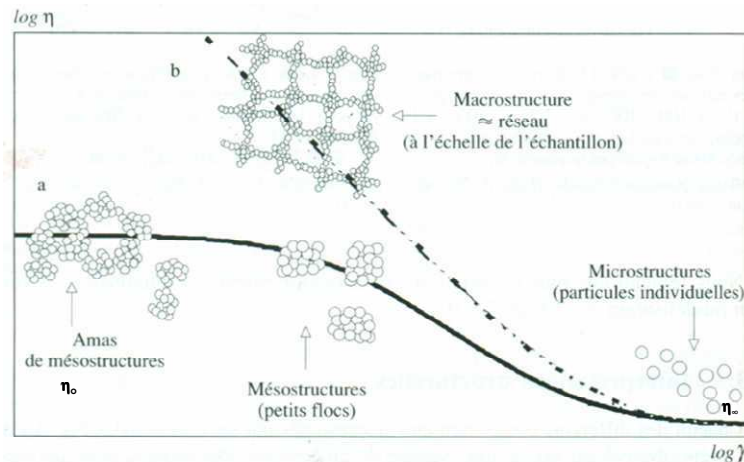
des **interactions** entre particules et, pour les propriétés d'écoulement, des **forces hydrodynamiques** résultant du mouvement relatif de particules dans le **fluide qui les entoure**. Le comportement rhéologique d'une dispersion végétale dépend donc aussi des caractéristiques de la phase continue (le sérum).

#### 4.2.1. Propriétés d'écoulement

Les mesures rhéologiques peuvent être réalisées aux **grandes déformations** pour caractériser les propriétés d'écoulement des matériaux.

Sous l'effet d'une contrainte suffisante (voir plus loin la notion du seuil d'écoulement), les purées de fruit s'écoulent. Comme la plupart des fluides alimentaires suffisamment concentrés elles présentent un comportement non newtonien **rhéofluidifiant** : la viscosité apparente définie comme le rapport de la contrainte de cisaillement ( $\sigma$ ) et de la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) correspondante,  $\eta_{app} = \sigma / \dot{\gamma}$ , décroît progressivement avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Ce caractère rhéofluidifiant typique des suspensions concentrées est une conséquence des réorganisations structurelles au sein du système en écoulement : les éléments dispersés s'organisent mutuellement de façon à faciliter l'écoulement (Duran & Costell, 1982). Les agrégats éventuels de particules se déstructurent, des couches de produits s'organisent progressivement et s'orientent parallèlement à l'écoulement. Cet effet est le plus souvent réversible quasi instantanément, c'est à dire que le milieu ne présente pas de thixotropie marquée. C'est ce qui est observé sur les purées de pomme (Qiu & Rao, 1989; Schijvens et al., 1998; Tarea, 2005).

Une allure typique de la courbe d'écoulement d'une suspension à comportement rhéofluidifiant représentant la variation de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement est montrée dans la figure 17. Lorsque le système est cisailé, la structure du réseau est d'abord cassée, puis les agrégats sont réduits en plus petits fragments. Ainsi quand le taux de cisaillement augmente, le nombre de particules agrégées diminue, ce qui conduit au comportement rheofluidifiant de la suspension (Yoo & Rao, 1994). De même, à taux de cisaillement élevé, il est supposé que les agrégats d'origine ont été complètement décomposés et que avec le haut niveau de cisaillement, les agrégats sont désagrégés et alignés. Dans ces conditions l'écoulement devient newtonien (Duran & Costell, 1982).



**Figure 17.** Courbe d'écoulement complète d'un fluide non newtonien, avec l'interprétation structurelle lors du cisaillement (Quemada, 2006).

Le caractère rheofluidifiant des purées peut être évalué classiquement grâce à l'**indice de comportement (n)** de l'équation en puissance (Tableau 3).

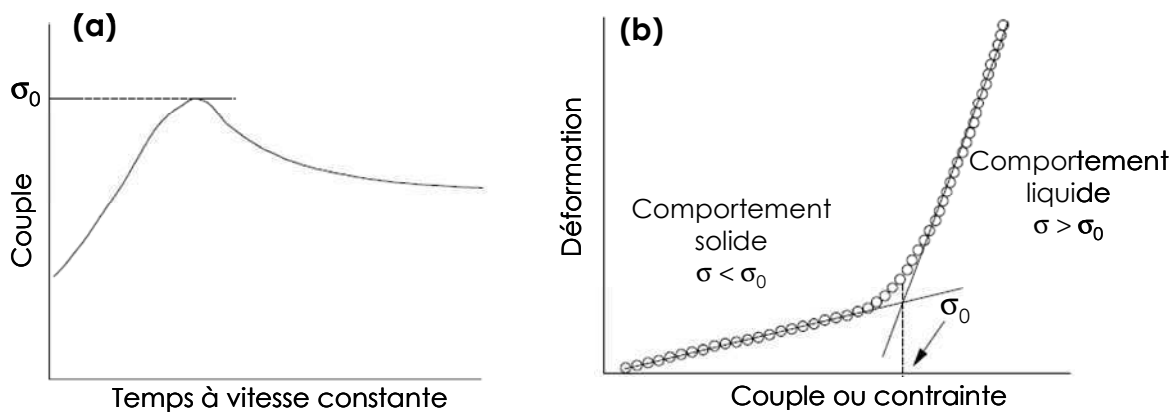
Les valeurs de (n) trouvées pour les **purées et compotes de pommes** peuvent varier de : 0,29 à 0,39 (Rao, 1986), de 0,15 à 0,24 (Qiu & Rao, 1988), de 0,21 à 0,34 (Tarea, 2005) ou encore de 0,27 à 0,60 (Colin-Henrion et al., 2009), indiquant un comportement rheofluidifiant d'autant plus marqué que n est petit devant 1.

Par ailleurs, les purées de fruits présentent un **seuil d'écoulement** défini comme la contrainte minimale qui doit être appliquée pour engendrer une déformation irréversible, c'est-à-dire, pour que le produit commence à s'écouler. Le seuil d'écoulement est associé à la **cohésion** existant entre les particules tassées les unes contre les autres au sein de la suspension concentrée. Il est défini comme la contrainte ( $\sigma_0$ ) nécessaire pour engendrer une rupture de cette cohésion et engendrer l'écoulement décrit précédemment (Dzuy & Boger, 1983). Au-delà du seuil, la viscosité apparente se calcule selon l'équation :

$$\eta_{app} = \frac{\sigma - \sigma_0}{\dot{\gamma}} \quad (\text{qui tend vers } \eta_{app} = \sigma / \dot{\gamma} \text{ quand } \sigma \gg \sigma_0)$$

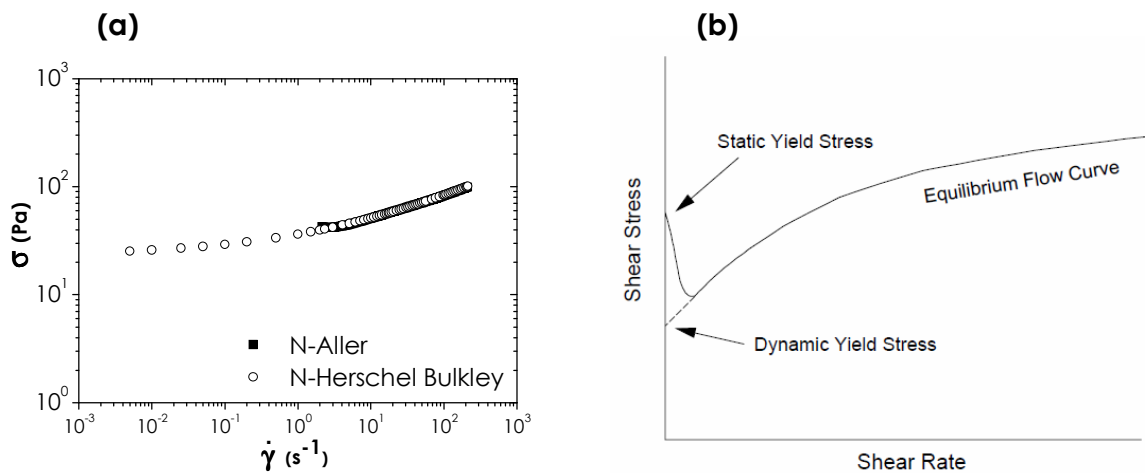
Le seuil d'écoulement peut être déterminé selon différentes approches expérimentales. Le seuil mesuré dans un **échantillon non perturbé**, ou **seuil statique** est déterminé comme la contrainte maximale atteinte lors de la mise en rotation, à vitesse faible et constante du mobile du rhéomètre (Figure 18a), ou par augmentation progressive de la contrainte jusqu'à l'observation d'une augmentation brutale de la déformation marquant le début de

l'écoulement (Figure 18b) (Rao & Steffe, 1997; Steffe, 1992). Le mobile utilisé est souvent une ailette (système « vane », Rao & Steffe, 1997) qui permet de perturber le moins possible le produit au moment de la mise en place du mobile et de se placer en entrefer suffisamment large du fait de la taille des particules de purées (cf discussion de ce point au § I.4.2.4 et dans la partie matériels et méthodes § III.3.3.2 )



**Figure 18.** Calcul du seuil d'écoulement avec le « Vane method ». a) à vitesse de cisaillement faible constante, b) par augmentation faible de la contrainte  $D$  d'après Steffe (1992).

Le seuil d'écoulement obtenu à partir d'un **échantillon** déjà **perturbé**, est le **seuil dynamique**, il est déterminé par l'extrapolation à vitesse nulle de la courbe d'écoulement (contrainte vs vitesse de cisaillement). Les valeurs obtenues sont généralement plus faibles que les valeurs du seuil statique (Figure 19).



**Figure 19.** (a) Exemple de modélisation avec Herschel-Bulkley (seuil dynamique) et (b) Représentation des seuils d'écoulement (Rao & Steffe, 1997).

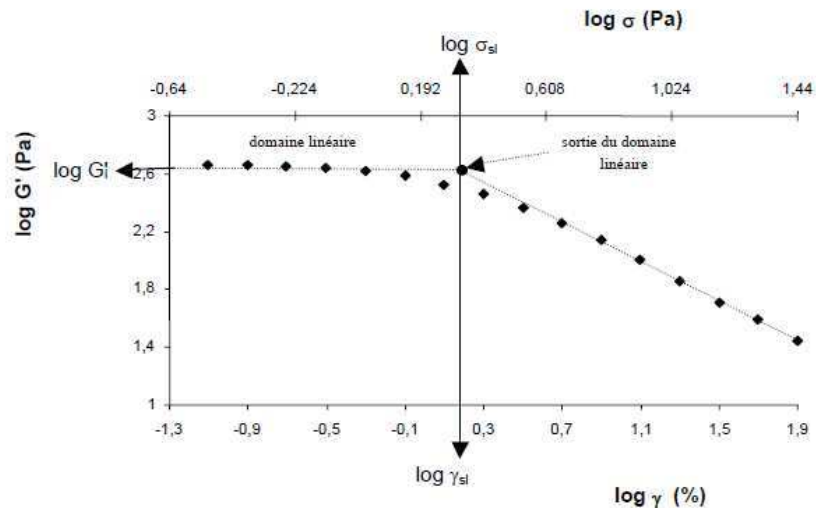
Il existe des modèles mathématiques d'écoulement tels que l'équation d'Herschel Bulkley, Casson, Sisko et Bingham permettant de décrire la courbe d'écoulement en intégrant le seuil d'écoulement (Tableau 3) (Barnes, 1999; Rao & Steffe, 1997). Le modèle d' Herschel Bulkley est le modèle le plus couramment utilisé pour caractériser et quantifier les propriétés d'écoulement des produits de fruits : purées, jus et concentrés (Duran & Costell, 1982; Krokida et al., 2001).

**Tableau 3.** Modèles mathématiques appliqués pour décrire les propriétés d'écoulement des purées végétales.

Modèle	Équation	Exemple des produits étudiés	Référence
Ostwald Waele (puissance)	$\sigma = K \dot{\gamma}^n$	Compote de pomme Purée de poire Purées de fruits commerciaux	Rao et al (1986) Harper et Lebermann (1962) Alvarez et al (2008)
Herschel-Bulkley	$\sigma = \sigma_0 + K \dot{\gamma}^n$	Compote de pomme Purée d'abricot Pulpe de jaboticaba	Colin-Henrion et al(2009); Duran et Costell (1982); Sato et al (2009)
Casson	$\sqrt{\sigma} = \sqrt{\sigma_0 c} + \eta_a \sqrt{\dot{\gamma}}$	Compote de pomme Purée de piment Purée de tomate	Cantu-Lozano et al (2000) Cepeda et Gomez (2002) Yoo et Rao (1994)
Sisko	$\eta_a = \eta_\infty + K_s \dot{\gamma}^{n-1}$	Purée de myrtille	Nindo et al (2007)
Mizrahi-Berk	$\sqrt{\sigma} = \sqrt{\sigma_{oMB}} + K_{MB} \dot{\gamma}^{nMB}$	Pulpe d'ananas et mangue	Pelegrine et al (2002)
Bingham	$\sigma = \sigma_0 + \eta_B \dot{\gamma}$	Pate de tomate	Cité dans Steffe (1992)

$\sigma_0$ : Seuil d'écoulement; K: Indice de consistance (Pa-s<sup>n</sup>); n: Indice de comportement;  $\eta_B$ : Viscosité plastique de Bingham;  $\eta_a$ : Viscosité apparente;  $\eta_\infty$ : Viscosité infinie

Une autre manière de déterminer le seuil d'écoulement est possible à partir des mesures **en régime harmonique**, mises en œuvre pour déterminer les propriétés viscoélastiques des produits (cf ci-dessous §I.4.2.2). Il s'agit dans ce cas de réaliser des mesures à contrainte croissante jusqu'à dépasser les limites du comportement viscoélastique linéaire (Figure 20). Avec cette méthode, les valeurs du seuil sont inférieures à celles du seuil dynamique (cf Tableau 4), en fait la méthode permet de mesurer les premiers moments de fragilité du système en raison de très faibles déformations engendrées (Tarea, 2005).



**Figure 20.** Exemple de l'obtention du seuil d'écoulement à partir de test dynamique (Tarea, 2005)

La valeur du seuil d'écoulement des purées de fruits peut ainsi être obtenue par différentes méthodes et les résultats seront étroitement liés à la **méthode appliquée**. Des exemples de valeurs obtenues pour des purées et compotes de pomme sont montrés dans le Tableau 4.

**Tableau 4.** Exemples des valeurs du seuil d'écoulement pour la purée et compote de pomme obtenues avec des méthodes différentes.

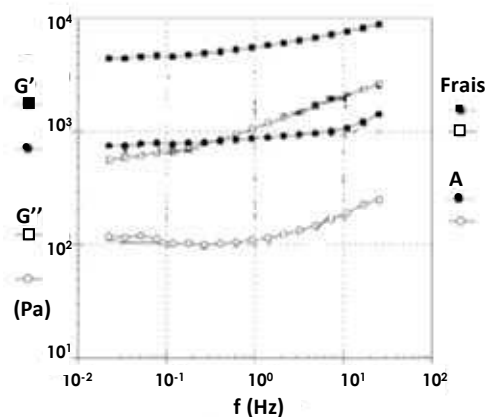
$\sigma_0$ (Pa)	Méthode	Référence
42,6 - 225,4	Herschel-Bulkley	Colin-Henrion et al (2009)
27,2 - 137,3	Vane method	Tarea (2005)
1,2 - 2,55	Sortie Domaine Linéaire	Tarea (2005)
9 - 60	Casson	Cantu-Lozano et al (2000)
38 - 46	Vane method	Missaire et al (1990)
46 - 82	Vane method	Qiu et Rao (1988)
58,6	Vane method	Charm (1962)

En résumé, les purées de fruits et spécifiquement de pomme présentent généralement un comportement de fluide à seuil (viscoplastique), avec un écoulement rhéofluidifiant non thixotrope au-delà du seuil. Ce comportement est dû à la structure même de la suspension concentrée de particules qu'est la purée.

#### 4.2.2. Propriétés viscoélastiques

Le seuil d'écoulement constitue une première caractéristique des propriétés « au repos » d'une purée de fruits, conférée par l'organisation structurale du produit, il marque la limite entre les propriétés statiques du produit et son écoulement. Des mesures rhéologiques aux **petites déformations** peuvent également être réalisées pour caractériser les propriétés statiques et étudier la **microstructure** du produit. La caractérisation la plus appropriée est la mesure des propriétés **viscoélastiques** en régime dynamique. Les oscillations de faible amplitude, réalisées dans le domaine des propriétés linéaires, sont non destructives. Elles permettent de caractériser le produit par le module complexe et ses composantes ( $G^*$ ,  $G'$  et  $G''$ ) traduisant la rigidité de la suspension à une fréquence donnée et par le comportement du produit à différentes **échelles de temps d'observation** (spectre en fréquence), renseignant ainsi sur la structure « **au repos** » de la suspension en lien avec sa composition.

Les **purées de fruits** sont des fluides **viscoélastiques**, elles possèdent donc à la fois les propriétés visqueuses d'un liquide et les propriétés élastiques d'un solide. Kunzek et al. (2002), Muller & Kunzek (1998), Vetter & Kunzek (2003) ont largement étudié le comportement rhéologique des dispersions de paroi cellulaire de pomme et ont signalé qu'en général les dispersions concentrées des matériaux de paroi cellulaire montrent des propriétés élastiques dominantes avec  $G' > G''$  sur l'ensemble du domaine de fréquence (Figure 21) (Vetter & Kunzek, 2003). Kunzek et al. (1997) ont montré que les propriétés rhéologiques des dispersions de parois cellulaires réhydratées de pomme dépendent des interactions entre les particules et donc de leur concentration et rigidité. Elles sont estimées par les propriétés élastiques du milieu.



**Figure 21.** Spectre des suspensions de paroi cellulaire de pomme. (□) Frais, (○) Paroi cellulaire hydratée dans une solution d'acide malique. D'après Vetter & Kunzek,(2003).

### 4.2.3. Effet de la teneur en particules

La **concentration** en particules est un paramètre majeur dans une suspension, elle va tout d'abord déterminer le **type de suspension** (diluée, semi-diluée ou concentrée) ainsi que sa structure et son comportement rhéologique. Les **purées** de pomme sont ainsi considérées comme des suspensions **concentrées de particules molles**. La concentration en particules peut être exprimée de différentes manières :

- Estimation de la quantité totale d'**éléments insolubles**, qui expriment la quantité en matière sèche de parois. Plusieurs techniques permettent d'y accéder (Renard, 2005), parmi les plus utilisées, la détermination du « Water Insoluble Solids » (**WIS**), quantification directe par pesée après lavage de la teneur en solides. Cette mesure a par exemple été utilisée pour la compote de pomme par Shijvens et al, 1998, ou pour le concentré de tomate (Valencia et al., 2002). Une autre technique est la détermination des « Alcohol Insoluble Solids » (AIS ou MIA, Matériel Insoluble à l'Alcool) (Colin-Henrion et al., 2009; Le Bourvellec et al., 2011; Renard, 2005).
- Estimation de la **teneur** ou **pourcentage en pulpe**, qui est déterminé par centrifugation dans des conditions données. La pulpe correspond aux parois cellulaires, aux cellules ou aux amas de cellules de parenchyme, tassés après séparation centrifuge et au sérum inclus (Cepeda & Gomez, 2002; Rao, 1987; Tarea, 2005). Les valeurs obtenues sont liées au protocole de centrifugation.
- La **fraction volumique** occupée par les cellules (Servais et al., 2002) :

$$\Phi = \frac{V_{particules}}{V_{Totale}} = \frac{V_{particules}}{V_{particules} + V_{liquide}},$$

Cette valeur qui serait la plus réaliste pour quantifier l'occupation de l'espace par les particules reste difficile d'accès car elle suppose une estimation du volume apparent occupé par les particules (parois hydratées et cellules ou fragments de cellules remplis de sérum ( $V_{particule}$ )).

La quantité de solides insolubles ne serait pas affectée par des traitements mécaniques tels que le broyage, en revanche la teneur en pulpe et la fraction volumique changeraient clairement.

La fraction volumique est également difficile à estimer à cause de la **déformabilité des particules molles** que sont les cellules ou amas cellulaires remplis de sérum.



Récemment Day et al (2010) ont tenté une **estimation de la fraction volumique** des dispersions de **carotte** et de **brocoli** à partir du module élastique complexe,  $G^* = (G'^2 + G''^2)^{1/2}$ , et la **concentration en solides** (c) dans un domaine entre 0,5%- 8% (poids pour poids) de teneur en parois.

A des faibles concentrations l'augmentation de  $G^*$  avec la concentration est marquée, tandis qu'à des concentrations plus élevées le changement est plus faible. Cette transition de comportement a été déterminée comme une **concentration critique** ( $c^*$ ) qui dépend de la taille et du type de particules (Figure 22a). Un plateau a été également observé pour  $G^*$ , cette valeur a été considérée comme une concentration en solides ( $c^{**}$ ) **équivalente** à une **fraction volumique de 1** (Figure 22b). Ainsi une **fraction volumique relative** a été calculée :  $c/c^{**}$ . Le Tableau 5 montre les valeurs obtenues pour les 4 dispersions.

**Tableau 5.** Granulométrie et valeurs obtenues pour l'estimation de la fraction volumique critique de 4 dispersions de brocoli et carotte

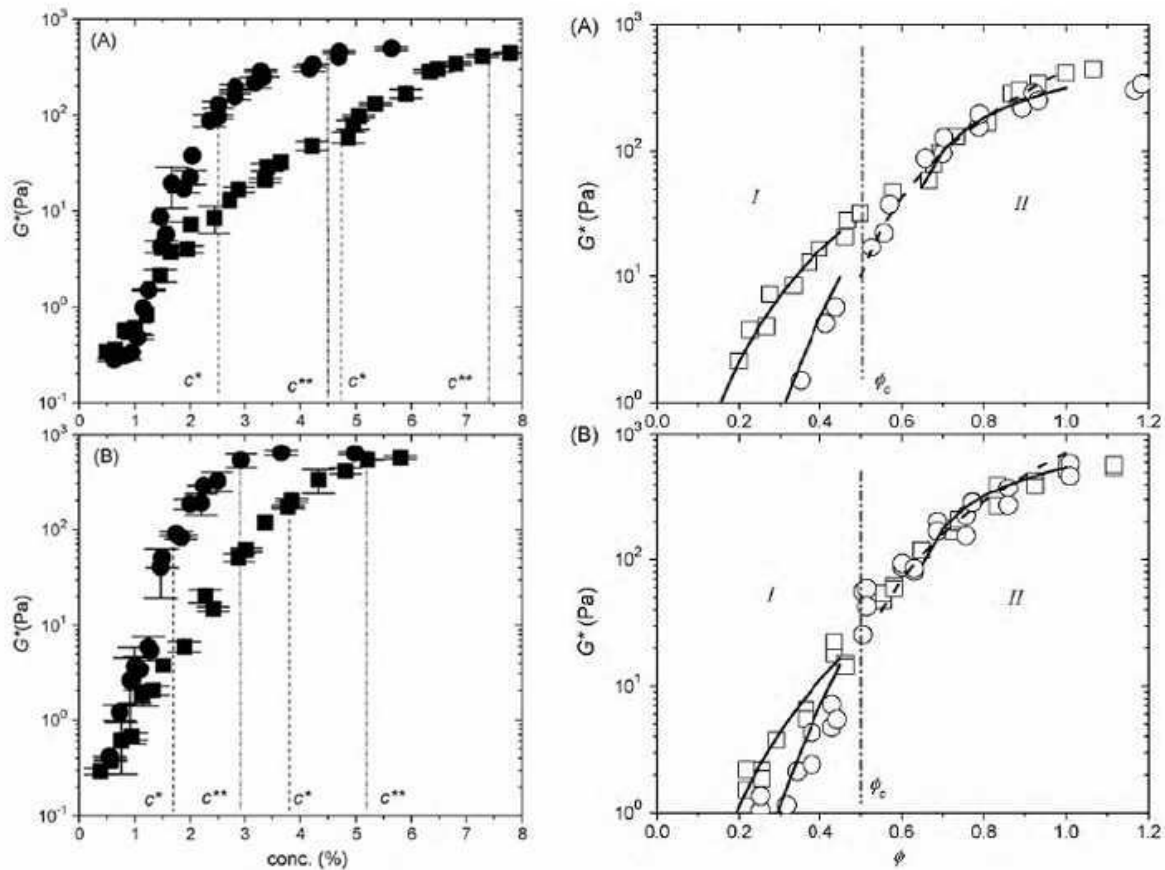
	Brocoli		Carotte	
	Amas des cellules	Cellules individualisées	Amas des cellules	Cellules individualisées
Rang de taille de particule (µm)	5-1000	2-200	5-600	4-400
Pic principal (µm)	200	80	200	80
$c^*$ (%)	1,5	4	2,5	4,75
$c^{**}$ (%)	2,9	5,2	4,5	7,3
$\phi_c$ (équation émulsions)	0,33 ± 0,02		0,39 ± 0,03	
$\phi_c$ (équation empirique)	0,49 ± 0,02		0,56 ± 0,02	

Pour **modéliser** le comportement **rhéologique**,  $G^*$  a été d'abord tracé en fonction de la fraction volumique relative, il est supposé que  $G^*$  atteint une valeur maximale lorsque  $\phi=1$ . Pour les valeurs obtenues **en dessous** d'une **fraction volumique critique** ( $\phi_c$ ) il est considéré que les particules de paroi cellulaire forment un réseau et que la représentation de  $G^*$  en fonction de la concentration peut être modélisée par une équation en loi en puissance :  $G^* \propto \phi^\alpha$

Pour les valeurs **supérieures** à ( $\phi_c$ ), deux équations ont été utilisées :

- Une équation empirique:  $G' = \left[ 1 - \left( \frac{\phi_c}{\phi} \right)^{1/3} \right]$

- Une équation utilisée pour des émulsions concentrées:  $G^* = \Gamma \phi^2 (\phi - \phi_c)$ .  $\Gamma$  a été pris comme une constante qui dépend de l'élasticité de la particule.



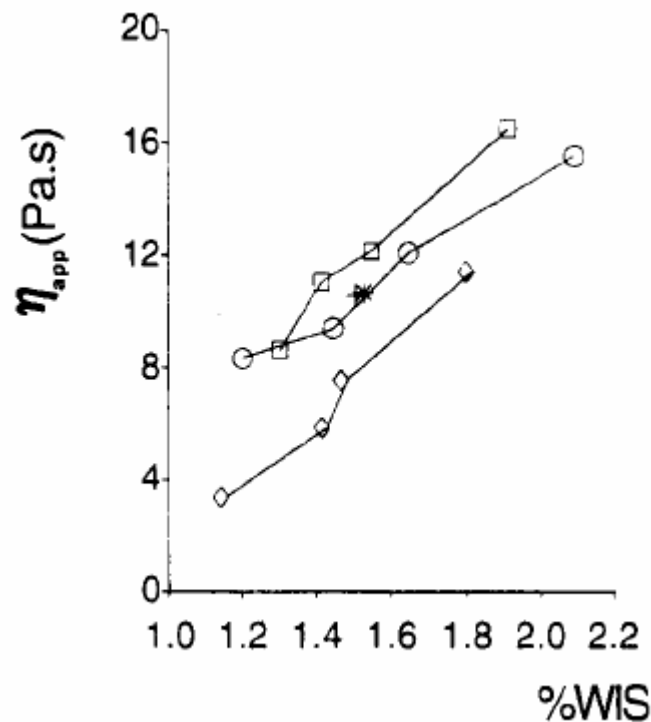
**Figure 22.** Module complexe en fonction de la concentration et de la fraction volumique. (A) Carotte, (B) Brocoli, (Carré) Amas de cellules, (Cercle) Cellules individualisées, à gauche : Détermination de  $c^*$  et  $c^{**}$ , à droite : Modélisation de  $G^*$  en fonction de la fraction volumique (Day et al., 2010).

Ainsi la **première région** constituée des basses concentrations, en dessous de  $\phi_c$ , est un régime où les particules restent en contact pour former un réseau bien qu'elles ne remplissent pas tout l'espace. La **deuxième région**, au dessus de  $\phi_c$ , correspond à des concentrations où les particules sont serrées. Dans ce cas les particules déformables remplissent tout l'espace et la réponse viscoélastique est gouvernée par l'élasticité des particules.

Les résultats ont montré que le comportement de  $G^*$  en fonction de la fraction volumique apparente peut être modélisé mais avec certaines limites. Ces dernières seraient dues à la **complexité des particules végétales**, notamment : leur déformation, changements de taille et de forme lorsqu'elles atteignent des concentrations plus élevées.

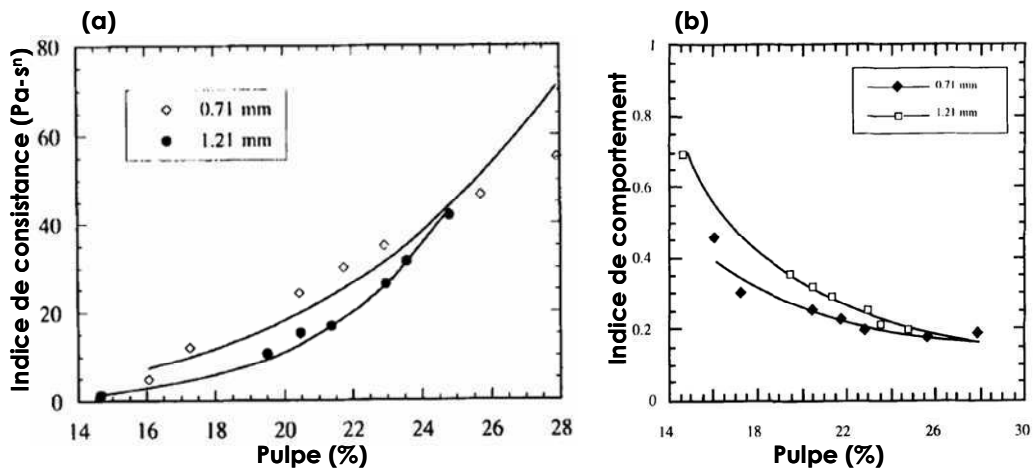
La teneur en particules reste un paramètre clé dans les propriétés rhéologiques des purées et des jus concentrés de fruits (Rao, 1999). Plusieurs auteurs (Cantu-Lozano et al.,

2000; Grigelmo-Miguel et al., 1999; Schijvens et al., 1998) ont observé l'**augmentation** de la **viscosité** apparente avec l'augmentation de la **teneur en pulpe** pour différentes dispersions de fruits (Figure 23). Une augmentation de la concentration en particules engendre un encombrement du milieu (augmentation du nombre de particules par unité de volume) et les interactions entre les particules deviennent plus fortes. La forte interaction entre particules résulte en une augmentation sensible de la viscosité (Yoo & Rao, 1994).



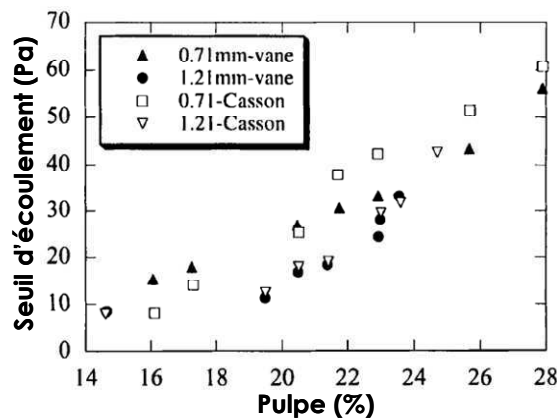
**Figure 23.** Viscosité apparente ( $9,6 \text{ s}^{-1}$ ) en fonction de la teneur en solides insolubles (WIS) pour des purées de pommes avec des tailles de particules variables :  $d < 0.355 \text{ mm}$  ( $\triangle$ ) ;  $0.355 < d < 0.63 \text{ mm}$  ( $\square$ ) ;  $0.63 < d < 1.0 \text{ mm}$  ( $\circ$ ) (Schijvens et al., 1998)

La teneur en pulpe va aussi affecter d'autres paramètres rhéologiques tels que l'**indice de consistance (K)**, l'**indice de comportement (n)** et le **seuil d'écoulement**. Logiquement l'indice de consistance augmente (Figure 24a) avec la teneur en pulpe tandis que l'indice de comportement diminue fortement (Figure 24b). Cela reflète le renforcement du comportement rhéofluidifiant des suspensions. Ces paramètres ont été calculés avec la loi en puissance pour la purée de pomme (Cantu-Lozano et al., 2000). Les mêmes observations ont été faites pour la purée de tomate où la teneur en pulpe des dispersions a été ajustée entre 11,8 et 31,2% (poids pour poids) (Yoo & Rao, 1994).



**Figure 24.** Variation de (a) l'indice de consistance et (b) l'indice de comportement de purées de pomme en fonction de la teneur en pulpe et la taille des particules : 0,71 (◇) et 1,21 (●) mm (Cantu-Lozano et al., 2000).

Les mesures du seuil d'écoulement mettent en évidence que la valeur de celui-ci augmente avec la teneur en pulpe. Pour les purées de pommes, Qiu et Rao (1988) trouvent que le seuil d'écoulement varie en fonction du carré de la teneur en pulpe. Cantu-Lozano et al (2000) ont observé également une augmentation. Ils ont calculé le seuil d'écoulement à partir de la « vane method » ainsi qu'avec l'extrapolation du modèle de Casson, ces deux méthodes ont donné des valeurs similaires (Figure 25).



**Figure 25.** Variation du seuil d'écoulement de la purée de pomme (Vane method et Casson) en fonction de la teneur en pulpe et de la taille des particules (Cantu-Lozano et al., 2000).

Quelques **modèles** empiriques reliant la **viscosité apparente** des dispersions végétales à la **viscosité du sérum** et la **teneur en pulpe** ont été proposés pour déterminer les contributions relatives de chaque phase et pour mieux comprendre le comportement général rhéologique des dispersions végétales (Rao, 1987) :

$$\eta_{app} = \eta_{a,serum} + A (\text{pulpe})^B$$

Avec  $\eta_{app}$ : Viscosité apparente de la suspension;  $\eta_{a,sérum}$ : Viscosité apparente du sérum; A et B constantes: A traduit la contribution d'une unité de quantité de teneur en pulpe et B reflète l'intensité relative de l'effet de la teneur en pulpe dans différentes suspensions.

Deux autres équations empiriques décrivent la variation de la viscosité avec la concentration en particules :

$$\eta_{app} = \eta_1 C^\alpha$$

(Bhattacharya et al., 1992; Khalil et al., 1989; Vitali & Rao, 1982)

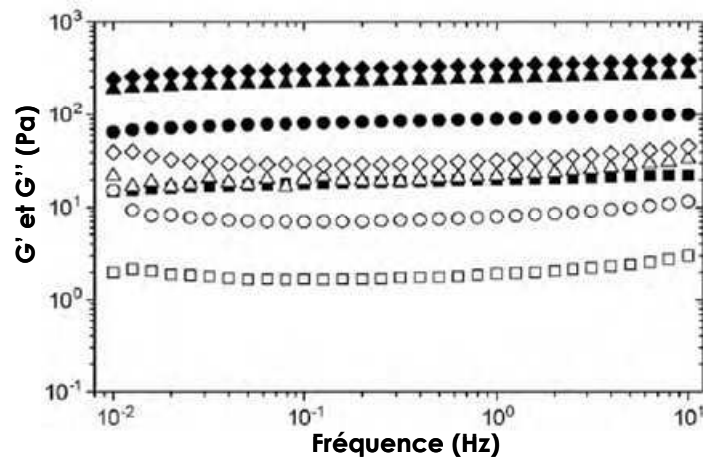
$$\eta_{app} = \eta_2 e^{\beta C}$$

(Giner et al., 1996; Ibarz et al., 1994; Ibarz et al., 1987; Rao et al., 1984)

avec C: concentration de particules (% massique de pulpe);  $\eta_1$ ,  $\eta_2$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  : constantes.

En ce qui concerne les **propriétés viscoélastiques** en relation avec la teneur en particules des dispersions végétales, il y a également une augmentation des modules conservatif et dissipatif avec l'augmentation des solides insolubles. Day et al (2010) ont préparé des dispersions de carotte avec des teneurs en solides variant de 1 à 2,5% et ont observé l'augmentation des deux composantes du module complexe ( $G'$  et  $G''$ ) avec la teneur en paroi cellulaire, ce qui correspondrait à une augmentation du niveau de densité du réseau formé par les particules des purées.  $G'$  est environ 10 fois supérieur à  $G''$  à toutes les fréquences, (Figure 26).

Den Ouden et al (2002) ont observé également une augmentation des propriétés viscoélastiques pour des tailles de particules similaires avec des teneurs en pulpe différentes pour le concentré de tomate.



**Figure 26.** Modules élastique (symboles remplis) et dissipatif (symboles ouverts) en fonction de la fréquence pour des dispersions de carotte. Les concentrations sont de 1% (■), 1,5%(●), 2%(▲) et 2,5% (◆) (Day et al., 2010)

Ainsi, le comportement rhéologique de purées est fortement influencé par la quantité de particules en suspension qui leur confère le seuil d'écoulement et le caractère rhéofluidifiant.

Néanmoins il faut aussi prendre en compte la taille et la forme des particules.

#### 4.2.4. Effet de la taille de particule

La taille de particule est un autre paramètre qui influence les propriétés rhéologiques de suspensions végétales. Cependant les études qui lient la taille des particules aux propriétés rhéologiques sont **souvent contradictoires**, selon la **matière première** caractérisée (espèce végétale), l'état de **maturité** du végétal ou simplement des **facteurs expérimentaux**.

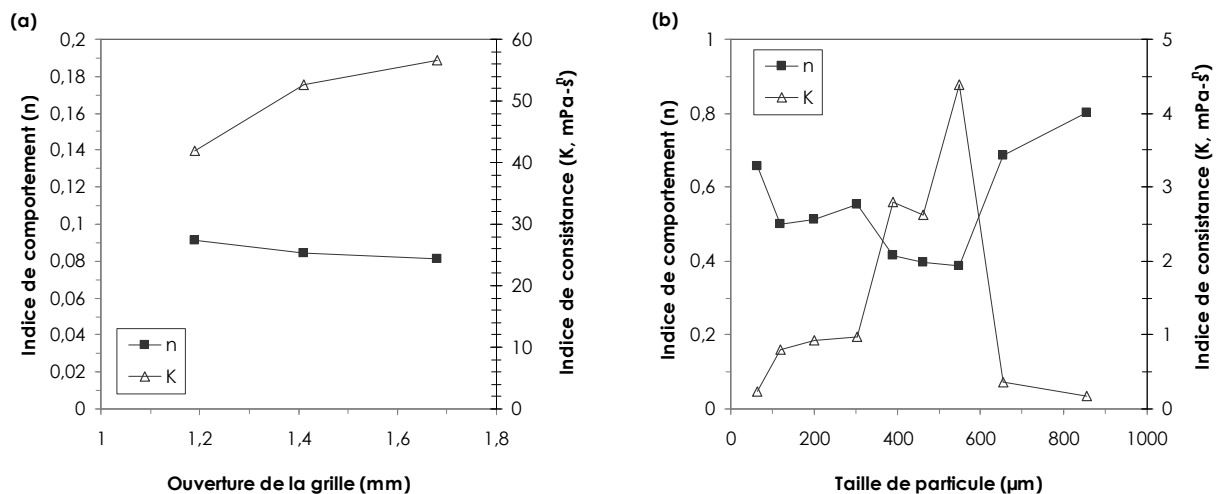
En ce qui concerne la **purée de pomme**, Shijvens et al (1998) ont observé une **diminution de la viscosité apparente** (Figure 23) et du **seuil d'écoulement** avec la **diminution en taille de particule**. Missaire et al (1990) ont observé le même comportement : des valeurs de seuil plus élevés pour les particules les plus larges. Au **contraire**, Qiu et Rao (1988) ont observé des valeurs de **seuils plus petits** pour des **tailles** de particules **plus grandes** ainsi que Cantu-Lozano et al (2000) qui ont reporté des valeurs du seuil d'écoulement (Figure 25), de viscosité apparente et d'indice de consistance supérieures pour des particules plus petites.

Une explication (donné par Shijvens et al 1998) à ces différences pourrait être **le design de l'expérience** liée à la préparation différente des produits. Dans certains cas la reconstitution des purées est réalisée avec des particules de taille similaire obtenues séparés

par **tamissage**. Tandis que dans d'autres cas les échantillons sont obtenus en **broyant** directement les purées. Il faut prendre en compte aussi que la variété et l'état de maturation des fruits n'étaient pas les mêmes non plus.

Ahmed & Raghavan (2000) et Sato & Cunha et al (2009) ont étudié l'effet de la taille des particules sur les propriétés rhéologiques des purées de chili vert et jaboticaba respectivement.

Dans le cas de la **purée de chili vert**, l'**indice de consistance** et la **viscosité apparente** ont **diminué** tandis que l'**indice de comportement** a **augmenté** avec la **diminution** de **taille** des particules (Figure 27a). Pour la **purée de jaboticaba** les auteurs ont trouvé de même une **augmentation** de l'indice de **consistance** avec l'**augmentation** de la **taille** de particules, mais une diminution prononcée de ces paramètres pour des tailles supérieures à 550  $\mu\text{m}$ . Le caractère rhéofluidifiant a augmenté (diminution de  $n$ ) avec l'augmentation de taille des particules, et diminué pour les particules supérieures à 550  $\mu\text{m}$  (Figure 27b). Les auteurs mentionnent que les particules de **grande taille** subissent les effets de la **gravité** et sont donc susceptibles de sédimenter, ce qui se traduit par une inhomogénéité du produit dans l'entrefer lors du cisaillement.



**Figure 27.** Effet de la taille des particules sur l'indice de consistance et de comportement de : a) purée de chili vert et b) pulpe de jaboticaba (Courbes réalisées d'après les données d' Ahmed & Raghavan (2000) et Sato & Cunha et al (2009)).

Comme mentionné dans la partie (§I.3.1.1) selon la nature des dispersions végétales, la variation des **comportements rhéologiques** avec la diminution de la taille de particule diffère : **augmentation** de la viscosité apparente pour la purée de tomate (Den Ouden & Van Vliet,

2002; Lopez-Sanchez et al., 2011; Yoo & Rao, 1994), ou de fraise (Den Ouden & Van Vliet, 2002); ou **au contraire** diminution pour la purée de chili, carotte et brocoli (Ahmed et al., 2000; Lopez-Sanchez et al., 2011; Pickardt et al., 2004), ou de pomme (Schijvens et al., 1998).

Ces différences seraient liées à des **caractéristiques structurales**. Par exemple dans le cas de la tomate la structure serait plus facilement affectée par un traitement mécanique, ce qui donne des particules de tailles nettement plus petites et qui augmenterait fortement les zones d'interface et les interactions entre les particules et donc à des viscosités plus élevées (Lopez-Sanchez et al., 2011; Valencia et al., 2002).

De même, pour ce qui est des propriétés statiques, Sanchez et al., (2002) ont montré qu'une diminution de la taille des particules pour le concentré de tomate peut conduire à des modules viscoélastiques plus faibles. Ils ont souligné la difficulté d'interpréter les changements du comportement rhéologique avec la **taille** des particules sans tenir compte de la **concentration totale** de solides insolubles.

La quantification de l'effet de la taille des particules sur les propriétés rhéologiques des purées végétales reste délicate. La difficulté d'analyse est fortement liée aux conditions de la mesure du fait de la taille des particules. **La taille de l'entrefer** utilisé peut perturber les mesures lorsque la taille des particules devient trop importante. La plupart des auteurs utilisent des géométries différentes avec des tailles d'entrefer qui varient entre 0,76 et 5 mm et jusqu'à 17,4 mm dans le cas d'une géométrie hélicoïdale, certains auteurs ne la précisent pas (Tableau 6). Les tailles des particules des purées de pomme par exemple peuvent aller jusqu'au millimètre, un entrefer large d'au moins 5 mm serait donc adéquat. Il reste que pour étudier l'effet de la taille des particules, le rapport taille des particules / taille de l'entrefer varie ce qui peut compliquer la comparaison au moins sur le plan quantitatif.



**Tableau 6.** Exemples des géométries et tailles d'entrefers utilisés pour caractériser différentes purées végétales.(-) : Entrefer pas spécifié.

Produit	Géométrie	Entrefer (mm)	Reference
Pate de tomate	Ailette	2	Bayod et al (2008)
Purée de brocoli, carotte, tomate	Ailette	2	Lopez Sanchez et al (2011)
Purée de tomate	Ailette	-	Yoo et Rao (1994)
Purée de chili vert	Brookfield	-	Ahmed et al (2000)
<b>Compote pomme</b>	Cylindres coaxiaux	-	Rao et al (1986)
<b>Compote pomme</b>	Cylindres coaxiaux	5	Shijvens et al (1998)
Concentrée de tomate	Cylindres coaxiaux	-	Tanglertpaibul et Rao (1987)
Fruit purées	Cylindres coaxiaux	1,45	Alvarez et al (2008)
Pimento purée	Cylindres coaxiaux	-	Cepeda et Gomez (2002)
Purée d'abricot	Cylindres coaxiaux	-	Duran et Costell (1982)
Purée de framboise, fraise, pêche, pruneau	Cylindres coaxiaux	1,45	Maceiras et al (2007)
Purée de poire	Cylindres coaxiaux	0,76 - 2,03	Harper et Lebermann (1962)
Purée de tomate	Cylindres coaxiaux	5	Den Ouden et al (2000)
<b>Compote pomme</b>	Géométrie hélicoïdale	17,4	Cantu Lozano et al (2000)
Pomme de terre	Plan- Plan	2	Canet et al (2005)
Pulpe Jaboticaba	Plan- Plan	2	Sato et al (2009)

La concentration en particules et leur taille ont des effets de premier ordre sur les propriétés rhéologiques des purées de fruits et légumes. Ces effets, en particulier celui de la taille restent toutefois délicats à interpréter et très variables d'un végétal à l'autre. Les effets de la distribution en taille, de la forme, de la rigidité des particules restent peu étudiés, tout comme le rôle de la phase continue (sérum). L'estimation de l'occupation dans l'espace par les particules (fraction volumique effective) et des interactions entre particules sont des paramètres clés pour la compréhension des propriétés, mais ils restent très difficiles à quantifier étant donnée la nature même des particules et leur hétérogénéité.

#### **4.3. Relation entre les propriétés structurales, rhéologiques et sensorielles des purées**

La macro et microstructure des tissus végétaux des fruits sont affectées par le traitement thermo-mécanique, accompagné de modifications qui influencent le comportement mécanique et la texture perçue. Ainsi, la **compréhension** et l'établissement d'une **relation** entre la **texture sensorielle** et les paramètres **instrumentaux** requièrent également de déterminer les **éléments structurels** essentiels et identifier les paramètres **rhéologiques** auxquels ils sont liés.

L'obtention d'informations fiables et objectives qui **corrèlent** des propriétés **physiques** avec les propriétés **sensorielles** des aliments est un objectif souvent recherché dans la perspective de **prédire les attributs de la texture perçue** du produit (Bourne, 2002).

Cet objectif est toutefois très difficile à atteindre pour des produits de structure et de propriétés complexes et pour des perceptions sensorielles qui mettent en jeu des paramètres physiques difficiles à identifier et à mesurer dans des conditions pertinentes par rapport aux conditions de perception.

Dans ce contexte, certains attributs de texture ont toutefois fait l'objet d'une attention particulière. C'est le cas souvent cité de la « consistance » ou « l'épaisseur » (thickness, anglais) perçue pour des produits alimentaires tels que les boissons, soupes, sauces, purées entre autres.

La principale difficulté dans la **corrélation** de la **texture** perçue avec une **viscosité objective** mesurée instrumentalement est que la plupart des produits alimentaires sont des fluides **rhéofluidifiants** (c'est à dire leur viscosité apparente diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement). La question des conditions de cisaillement à considérer pour mesurer la viscosité apparente se pose. La **gamme de vitesse de cisaillement** proposée par différents auteurs à partir de comparaisons effectuées entre comportement rhéologique et perception sensorielle de produits newtoniens et rhéofluidifiants se trouve entre **10 et 100 s<sup>-1</sup>** (Cutler, 1983; Shama & Sherman, 1973; Wood, 1968). La mesure de viscosité à une vitesse de cisaillement de l'ordre de 50 s<sup>-1</sup> est aujourd'hui admise comme permettant d'obtenir une bonne corrélation avec « l'épaisseur » perçue à la cuillère ou en bouche. De nombreux travaux ont porté sur les corrélations sensoriel/instrumental, ils sont souvent très liés à une espace produit donné et il n'apparaît pas utile de les reprendre ici.

Deux études approfondies déjà citées, Loescher (2003) et Tarea (2005) ont porté sur les purées de fruits (pommes et poires). L'étude de **purées de fruits** du commerce réalisée par Tarea (2005) a permis d'établir des relations entre les mesures instrumentales, des paramètres de structure et la perception sensorielle des purées. Les principales conclusions mettent en avant le rôle de la concentration en pulpe et de la taille des particules sur les propriétés. Pour ce qui est des relations rhéologie / structure : le **seuil** (en sortie de domaine linéaire) et **G'** ont été fortement corrélées et influencés principalement par la **teneur en pulpe**. Le rapport **G''/G' (tan δ)** et l'indice (**n**) sont deux paramètres fortement influencés par l'effet quadratique de la **viscosité du sérum**. La **viscosité apparente** (à 64 s<sup>-1</sup>) est principalement influencée par la **teneur en pulpe** mais aussi par la **viscosité du sérum**. Pour ce qui est des propriétés

sensorielles, la « **granulosité** » serait principalement influencée par la **proportion de particules de grande taille/particules de petite taille** et elle augmenterait lorsque la **viscosité du sérum** est faible, tandis que la « **consistance** », bien corrélée à la viscosité apparente à  $64 \text{ s}^{-1}$ , serait influencée principalement par la **viscosité du sérum** et par la **proportion en pulpe**.

### 5. Conclusion

Cette synthèse bibliographique, réalisée autour des **purées végétales** et en particulier de la purée de pomme (définie comme une dispersion concentrée de particules molles) a permis de détailler les principaux facteurs influençant leurs propriétés rhéologiques, structurales et sensorielles.

Les propriétés **rhéologiques** et **sensorielles** des purées sont déterminées par leur **structure**. Les paramètres influant sont la taille, la forme, la rigidité et la concentration des particules ainsi que la viscosité de la phase continue, c'est-à-dire le sérum.

Ces propriétés, dépendent de plusieurs **facteurs internes** : variété et état de maturité du fruit ou **externes** : notamment le **traitement thermique et mécanique** appliqués lors de la transformation en purée.

La **paroi cellulaire** est le composant structural majeur des particules de suspensions végétales. Par son état au sein des fragments de parenchyme, celle-ci a deux rôles importants : elle détermine les propriétés rhéologiques et la **texture** du produit et elle joue un rôle au plan physiologique en tant que **fibre alimentaire**, d'où l'importance de bien comprendre **l'impact du procédé de fabrication** sur les propriétés structurales des dispersions végétales. Les **pectines** sont les éléments de la paroi cellulaire les plus susceptibles à modification. Sous l'effet du traitement thermique, elles vont être en partie solubilisées et ainsi la **lamelle moyenne** qui connecte les parois cellulaires va être dégradée. Cela va ramollir les tissus, en même temps que la viscosité du sérum va se trouver modifiée. Différents auteurs ont étudié l'impact de la transformation sur les propriétés structurales des dispersions végétales et leurs propriétés. Les observations **sont différentes selon le fruit ou légume**. Avec le **raffinage** par exemple, la viscosité apparente va diminuer pour la purée de pomme suite à une séparation des amas cellulaires, les dispersions restant ainsi relativement grossières, alors qu'elle va augmenter pour la purée de fraise ou le concentré de tomate, avec une morphologie différente et des tailles de particules plus petites offrant des surfaces de contacts plus importantes selon les hypothèses avancées. De même, pour ce qui concerne

l'effet du **traitement thermique** et la solubilisation des pectines, dans certains cas la **viscosité du sérum** augmente tandis que dans d'autres elle diminue, dans ce cas, les conditions de temps/ température auraient une influence sur l'activité enzymatique . Ainsi le procédé Hot Break inactive les pectine methyl esterases ce qui se traduit par des viscosités plus élevées, et au contraire le procédé Cold Break, permet des conditions plus favorables à l'action des enzymes, avec pour conséquence des viscosités plus faibles du produit final. Dans le cas de la fabrication de la purée de pomme, le plus souvent les enzymes sont inactivées et l'augmentation de la viscosité du sérum est plutôt due à la solubilisation des pectines par hydrolyse acide.

Même s'il s'agit toujours de suspensions de particules végétales dans un sérum plus ou moins épaissi, les résultats sont **difficiles à comparer** d'une espèce de fruits ou légumes à l'autre. Même pour des purées de végétaux de même nature, la comparaison quantitative des propriétés reste délicate dans la mesure où existent des différences, intrinsèques de **variété**, de **maturité** et donc de composition, d'organisation et de **rigidité** des tissus, mais aussi du fait des paramètres de **procédé** utilisés, souvent **différents**.

La **pomme** est un fruit **riche en fibres** (près de **3g/100g**) et la transformation en purée modifie peu sa composition. Le ratio fibres solubles/insolubles peut évoluer, mais des travaux ont montré que la diminution en fibres totales reste faible, selon la variété de la pomme **les purées** vont avoir une teneur en fibres entre **1,7 et 2,5 g/100g**. La perte plus importante se produit lors du raffinage, avec la perte d'une partie de la peau et des carpelles. Avec le traitement **thermo-mécanique**, les changements structuraux dans les parois vont contribuer à une **meilleure capacité d'absorption d'eau**. Les purées de fruits restent des produits intéressants au plan nutritionnel, ils constituent une façon pratique de consommer des fruits.

**La texture** est un déterminant majeur de la qualité sensorielle des purées de fruits, elle peut être évaluée en bouche, mais aussi à la cuillère ou par l'aspect visuel. Parmi les principaux descripteurs utilisés pour évaluer la texture des purées, ressortent le « granuleux » et la « fermeté » ou la « consistance ». Ces attributs apparaissent en lien avec la structure du produit, la granulométrie et la teneur en pulpe respectivement qui, avec la viscosité du sérum vont également influencer sur les **propriétés rhéologiques**. Ces dernières peuvent être caractérisées aux grandes déformations (propriétés d'écoulement) ou aux petites déformations (propriétés viscoélastiques) qui reflètent l'état de structure « au repos ». Les purées des fruits sont des fluides à seuil mais sont peu thixotropes, au-delà du seuil, elles présentent un caractère rhéofluidifiant. La caractérisation rhéologique présente une difficulté liée à la taille des particules qui peut être millimétrique, ce qui nécessite l'utilisation d'un entrefer du

système de mesure suffisamment large. La comparaison des résultats d'une étude à l'autre est parfois difficile de ce fait. La **structure** des purées joue un rôle déterminant sur leurs **propriétés rhéologiques**. La viscosité de la **phase continue** a une contribution sur la viscosité apparente globale mais son effet est décrit comme mineur par rapport à la concentration en particules. La **teneur en particules** a un effet de premier ordre sur les propriétés rhéologiques. La viscosité apparente, le seuil d'écoulement, les propriétés viscoélastiques et le caractère rhéofluidifiant augmentent avec elle. Toutefois la **quantification de la teneur en particules**, n'est pas simple. Elle peut être évaluée de différentes manières selon les auteurs. Généralement elle est calculée comme la **teneur en pulpe** déterminée par **centrifugation** l'inconvénient est qu'il s'agit d'une méthode **empirique** qui va dépendre des conditions de la centrifugation et de la déformabilité des particules qui peuvent se tasser de différentes manières. Une méthode plus objective et précise est celle de la quantification du « **matériel insoluble à l'alcool** » qui permet de calculer la quantité de paroi cellulaire de l'échantillon. Une approche pertinente consisterait à essayer d'estimer la **fraction volumique** c'est-à-dire le volume occupé par les particules. Pour les purées de pomme nous n'avons trouvé aucune estimation de cette grandeur dans la littérature. Elle est difficile à déterminer du fait de la nature des éléments dispersés : cellules ou amas de cellules, fragments cellulaires remplis de sérum, de taille, forme et de déformabilité variable. Quelques auteurs commencent à l'estimer dans des travaux récents (Day et al., 2010) pour des dispersions de carotte et brocoli, indirectement à partir de mesures rhéologiques.

De nombreuses questions restent ouvertes concernant la structure et les propriétés des purées de fruits, parmi celles-ci :

- Comment **caractériser au mieux la dispersion** dans ces différentes composantes : parois cellulaires, amas, particules, état d'organisation ? sérum ? Peut-on disposer de paramètres morphologiques caractérisant les particules ?
- Comment accéder à la **fraction volumique** des purées : Peut-on estimer le volume effectivement **occupé par les particules** de pulpe dans une purée de fruit ? Peut-on estimer une voluminosité apparente des parois cellulaires dans le sérum ? Comment ces grandeurs, varient-elles en fonction de l'état des parois ? de la taille des amas cellulaires ? Peut-on en estimer la rigidité ?

- Comment varient les **propriétés rhéologiques de la dispersion** en fonction de la **concentration en particules** ? Peut-on identifier différents régimes de concentration ?
- Quel est le rôle de la **viscosité du sérum** et son interaction avec les particules ? Quel est son impact sur les propriétés de la purée ?
- Quel est l'**impact** des différents paramètres de **structure** sur les propriétés rhéologiques et sensorielles des purées ?
- Quels sont les meilleurs **indicateurs** pour bien caractériser une purée en relation avec ses propriétés de texture. : rhéologiques (propriétés d'écoulement et viscoélastiques), structuraux (taille et concentration de particules, viscosité du sérum...) et sensorielles (carte sensorielle) ? Peut-on construire des **modèles** qui mettent en relation ses trois caractéristiques tels que :

$$\textit{Paramètre rhéologique} = f(\textit{paramètres structuraux})$$

$$\textit{Paramètre sensorielle} = f(\textit{paramètres structuraux})$$



# **CHAPITRE II**

## **OBJECTIFS ET STRATEGIE**





## II. OBJECTIFS ET STRATEGIE

### 1. OBJECTIFS

Le but général de ce travail a été de mieux comprendre les relations qui existent entre les propriétés rhéologiques, structurales et sensorielles des purées de pomme dans la perspective d'identifier des leviers d'action pour le pilotage « à façon » de la texture des produits. Nous avons ainsi comme objectifs :

- D'identifier les principaux paramètres de structure influant sur la **perception sensorielle** de la texture des purées.
- D'avoir une meilleure **compréhension** et une modélisation de la relation entre ces **paramètres de structure** et la **texture** rhéologique et sensorielle des purées de pomme, suivant une approche qui pourra être généralisable à d'autres produits transformés de type purées de fruits.
- D'apporter en particulier des éléments de compréhension et de quantification du rôle des particules de pulpe sur la structuration du milieu.
- D'étudier l'incidence des **traitements mécaniques** sur les différents éléments structuraux au niveau macro et microscopique et d'identifier des étapes de transformation permettant d'adapter le schéma du procédé de transformation.
- De **développer** des **textures originales** de purées de pomme en proposant la **stratégie** qui permet de les **fabriquer** à façon. L'appliquer à la fabrication de produits innovants de type dessert fruitier, incluant la purée de pomme comme phase porteuse de morceaux de fruits, jouant sur des contrastes maîtrisés de texture. (*Application du travail dans le cadre du programme ANR Tempantiox*)

### 2. STRATEGIE DE LA THESE

Pour atteindre les objectifs du travail, la stratégie de recherche a consisté à réaliser tout le projet avec le **même lot** d'une purée de pomme réalisée par le partenaire industriel, cette purée est issue **d'une seule variété de** pomme : **Golden Delicious**. Ceci a été choisi pour éviter des biais possibles dans les résultats liés aux facteurs internes tels que l'état de maturité et la variété du fruit ou à des facteurs externes tels que des différences du procédé de fabrication.

La première partie du travail a consisté à **déterminer les leviers majeurs** permettant de créer des textures variées et innovantes de purées de pommes. Une technique de **séparation - reconstitution** couplée à un traitement de **broyage** a permis d'obtenir **une large gamme** de textures et de structures (distribution en taille et proportion des particules). Pour **valider** cette stratégie, quelques produits ont été fabriqués à échelle laboratoire et comparés à des purées d'origine commerciale. Une caractérisation instrumentale et sensorielle (tri libre) a été réalisée pour vérifier l'étendue possible des variations de texture et identifier le positionnement des produits les uns par rapport aux autres. Cette étape préliminaire a permis de **valider la stratégie** d'obtention des produits et de la **compléter** avec un autre paramètre concernant la variation de la viscosité de la phase continue.

Ainsi, **deux plans expérimentaux** ont été construits pour préparer des purées de pomme permettant d'étudier les relations entre la structure, la rhéologie et la texture :

Un **premier** plan à deux facteurs a été tout d'abord construit pour étudier l'effet de la **taille des particules** et de la **teneur en particules**. Un total de onze produits est issu de ce plan expérimental.

Un **deuxième** plan, plus exploratoire, basé sur le plan précédent, a été construit pour étudier l'effet de la **viscosité du sérum** et l'incidence des **particules de petites et grandes tailles** notamment sur la **perception du granuleux**. Quatre produits du premier plan ont été repris et ils ont été préparés avec et sans ajout de pectine (destinée à épaissir la phase continue) ; trois autres produits ont été préparés en mélangeant deux purées de niveaux de broyage différents en différentes proportions. Un total de onze produits est issu de ce deuxième plan expérimental.

Les propriétés rhéologiques et structurales des produits de ces deux plans ont été caractérisées à l'aide de méthodes adaptées. La description de la texture sensorielle a été réalisée par une méthode sensorielle descriptive classique, la méthode QDA.

Une analyse des relations entre paramètres de structure et propriétés sensorielles d'une part et avec les propriétés rhéologiques d'autre part a été conduite à partir des produits des deux plans. Elle a permis de valider et quantifier l'effet des principaux paramètres de structure sur les propriétés des purées.

Parallèlement une étude visant à approfondir la compréhension du rôle des particules de pulpe sur la structuration du milieu et en particulier à quantifier la capacité d'occupation de l'espace par les parois cellulaires a été menée sur les purées broyées.

Une **application** du travail, menée dans une autre partie du programme ANR a consisté à proposer le choix de textures des purées destinées à servir de base au développement d'un dessert fruitier incluant des morceaux de fruits. Pour fabriquer les produits, il a été nécessaire de mettre au point un passage de l'échelle **laboratoire** à **échelle pilote**. Ce travail n'est pas présenté ici.

Le **chapitre §III** présente les **matériels et méthodes** utilisés pour caractériser les **purées de pommes** : *i) propriétés physicochimiques* et caractéristiques **structurales** : °Brix, pH, acidité et matière sèche, tailles et morphologie des particules (granulométrie et microscopie), quantification de la concentration en particules par différentes méthodes et viscosité du sérum ; *ii) caractérisation rhéologique* : choix de la géométrie et mise en place des protocoles pour mesurer les propriétés d'écoulement et viscoélastiques ; *iii) caractérisation sensorielle*: **tri libre** pour l'étude préliminaire et **profil conventionnel** pour la caractérisation finale des produits. Enfin une brève présentation est faite des **outils statistiques** utilisés pour analyser les résultats.

Le **chapitre §IV** est consacré aux résultats et à la discussion. Il présente d'abord les caractéristiques **physico-chimiques** en lien avec la **structure** de la **purée native** puis les résultats de **l'incidence du traitement mécanique** sur les propriétés structurales. Ensuite est présentée la **stratégie de création** d'un espace produit de **textures et structures variées** générée par une étape de séparation - reconstitution couplée à un traitement de broyage et complétée par la variation de la viscosité de la phase continue. Cette étape a permis de **construire les plans expérimentaux** nécessaire à l'étude de l'effet des propriétés structurales sur les propriétés rhéologiques et sensorielles. La **quatrième partie** de ce **chapitre §IV** présente l'étude de la relation entre **propriétés rhéologiques** et **structurales des purées** et sa **modélisation**. La **cinquième partie** montre l'impact de la **structure** sur la **perception**

**sensorielle** des purées : le rôle de la taille et la quantité des particules ainsi que de la phase continue. Enfin, une dernière partie est dédiée aux **relations sensorielles - instrumentales**.

Le **chapitre §V** présente une **conclusion générale** du travail et en dégage des **perspectives**.

# **CHAPITRE III.**

## **MATERIELS ET METHODES**



## III. MATERIELS ET METHODES

## 1. Procédé de fabrication de la purée

La **purée** utilisée dans cette étude a été fournie par un **industriel**. Elle a été fabriquée à partir d'un **même lot** de pomme d'une seule **variété** : *Golden Delicious*.

Le procédé de fabrication se rapproche de la méthode « **Hot Break** » (Figure 28). Les pommes ont été sélectionnées, lavées et pré broyées avec un broyeur à marteaux. Au même temps de l'acide ascorbique (500 ppm) et de la vapeur ont été ajoutées pour limiter l'oxydation. Puis les morceaux de pomme ont été **raffinés** avec une grille d'ouverture de **1,2 mm**. Ensuite le « **break** » a été fait dans un échangeur tubulaire à une température de **98 °C** pendant **4 min**. La purée a été ensuite refroidie jusqu'à 60°C et conservée dans un réservoir avant d'être stérilisée. La **stérilisation** (**115°C, 36 secondes**) a été faite dans un échangeur à plaques aseptique, pour être refroidi jusqu'à 30°C. Finalement les purées ont été conditionnées dans des boîtes de conserve (1/2) de 425 g. Cet échantillon sera appelé **purée native (N)**. Avant manipulation, les produits ont été conservés à une température de 4°C.

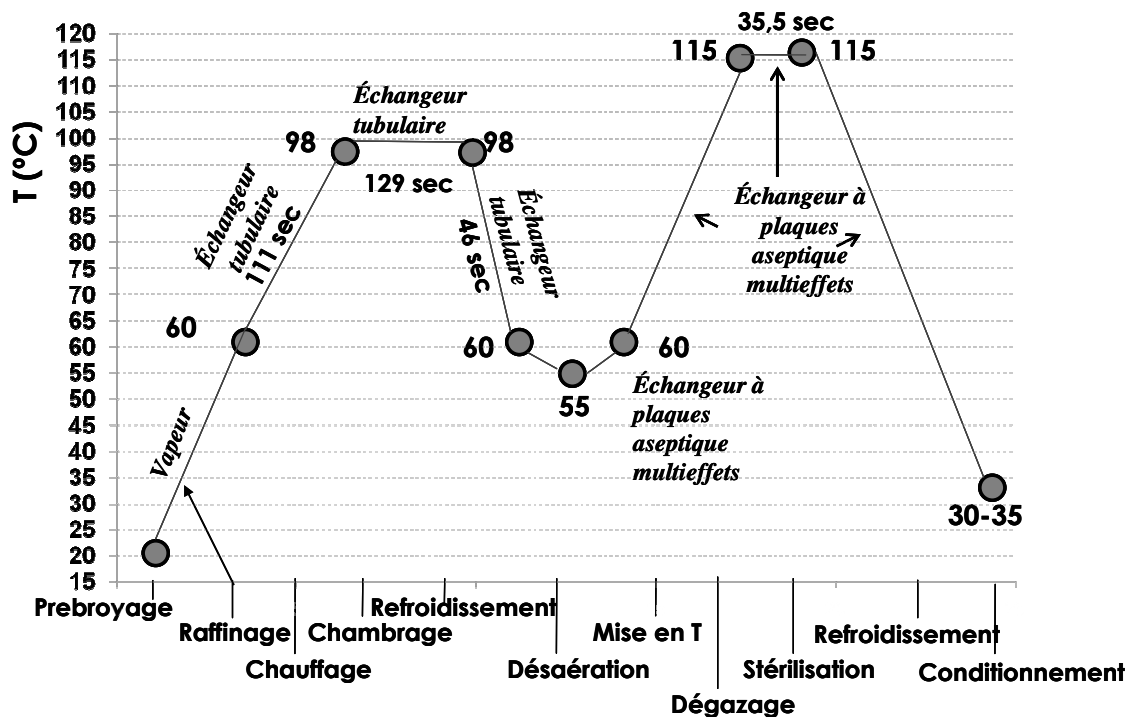


Figure 28. Histoire thermique de la fabrication de la purée de pomme.



## 2. Préparation des produits

### 2.1. Produits à structure et texture variée

Les 3 paramètres structuraux qui ont été modifiés pour obtenir textures différentes sont : la taille de particule, la teneur en particules (paroi cellulaire) et la viscosité de la phase continue.

**Broyage :** Afin d'obtenir des purées avec des distribution en taille différentes, la purée native (**N**) a été broyée par batch de 400 g à l'aide d'un broyeur à couteaux Grindomix GM 200 (Retsch GmbH, Germany) à 5000 tpm pendant 15 secondes, cet échantillon est nommé **MB** (moyennement broyé), et à 10 000 tpm pendant 3 minutes, échantillon nommé **TB** (très broyé).

Des **mélanges** des purées **N** et **TB** ont été faites également en différents ratios (poids/poids) : 90 N/ 10 TB ; 50 N/ 50 TB et 30 N / 70 TB.

**Séparation - Reconstitution :** La pulpe et le sérum ont été séparées pour les 3 échantillons (N, MB et TB) par centrifugation : 5000 g pendant 2 heures à 20 °C (Centrifugeuse 3.18 K, Sigma GmbH, Germany). Différents échantillons ont ensuite été préparés par ajout de pulpe ou de sérum en différentes proportions pour chaque type de granulométrie selon un plan d'expériences destiné à préparer une large gamme de textures différentes (cf résultats § IV 3.5).

**Augmentation de la viscosité du sérum :** La viscosité de la phase continue a été modifiée avec l'ajout d'1% de pectine amidée (Herbstreith & Fox KG). La pectine a été dispersée directement dans les purées concernées, une agitation a été maintenue à température ambiante avec un agitateur à pales (Bioblock, Scientific) pendant 15 minutes à 200 tpm. Il a été vérifié que ces conditions permettaient une mise en solution correcte et répétable de la pectine. Il a été vérifié également que la viscosité du produit une fois préparé n'évoluait pas au cours du temps.

Une fois les produits préparés, ils ont été conditionnés par 500g et congelés à - 18°C, pour assurer leur conservation en vue de l'étude sensorielle et instrumentale.

Un contrôle de la viscosité apparente (à  $43\text{ s}^{-1}$ ) et une épreuve sensorielle discriminative de type 2 sur 5 ont été réalisés pour détecter des différences rhéologiques ou sensorielles éventuelles entre :

- la purée Native
- la purée séparée par centrifugation puis reconstituée (pulpe et sérum remélangés)
- la purée reconstituée « Congelée - Décongelée »

Les résultats des 3 mesures de la viscosité apparente ont été traités par Analyse de la Variance au seuil de 5% et par le test de Fisher (LSD). Les résultats montrent qu'il n'y a pas des différences significatives ( $p > 0,896$ ) entre la viscosité apparente de la purée Native, congelé et reconstitué (Tableau 7)

**Tableau 7.** Résultats de l'analyse des différences (Fisher LSD) entre les différentes modalités avec un intervalle de confiance à 95% pour la viscosité app  $43\text{s}^{-1}$

Purée	$\eta$ app ( $43\text{s}^{-1}$ ) mPa-s	Contraste	Pr > Diff	Significatif
Native	$1110 \pm 35$	Native vs Congelée	0,665	Non
Reconstituée	$1107 \pm 51$	Native vs Reconstituée	0,913	Non
Congelée	$1097 \pm 6$	Reconstitué vs Congelée	0,745	Non

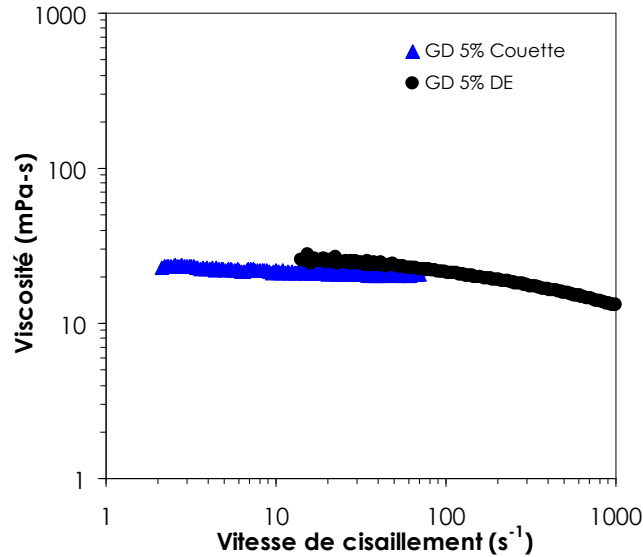
Au niveau sensoriel, les résultats du test 2 parmi 5 ont montré qu'il n'y a pas non plus une différence perceptible entre la purée Native et Congelée ( $p > 0,717$ ) et entre la purée Native et Reconstituée ( $p > 0,999$ ).

### 2.2. Dilutions de purée TB pour déterminer la fraction volumique

Des dilutions de purée très broyée (TB), de distribution granulométrique monomodale, ont été réalisées de façon à étudier l'effet de la concentration en pulpe et pour **estimer la fraction volumique** occupée par les particules de pulpe par mesures viscosimétriques.

Vingt **dilutions** (30 g de chacune) ont été réalisées en poids/poids à partir de la **purée (TB)** et de son **sérum** (Tableau 8). La teneur en pulpe rapportée à la teneur pour la purée native (27%) varie de 2,3 % jusqu'à 23%. La concentration en paroi cellulaire a pu être calculée à partir de la teneur en paroi de la purée native. Elle est exprimée en poids/poids ou en g de parois / 100 mL de suspension en considérant la masse volumique de la pulpe peu différente de celle du sérum et égale à  $1051\text{ kg.m}^{-3}$  (valeur déterminée au pycnomètre sur le sérum à  $20^\circ\text{C}$ , cette valeur correspond à une solution de saccharose de degré brix 13).

Les suspensions diluées ont été caractérisées à l'aide de la géométrie à double entrefer (C.f § III 3.2.5). Il a été vérifié que des résultats comparables étaient obtenus avec cette géométrie (DE) et la géométrie à entrefer large (Couette CC18). (Figure 29).



**Figure 29.** Comparaison des courbes d'écoulement d'une purée GD à 5% de pulpe, avec les géométries double entrefer (DE) et couette CC18 (Couette).

**Tableau 8.** Dilutions reconstituées à partir de la purée (TB) et de son sérum pour estimer la fraction volumique

Échantillon	Purée TB (g)	Sérum (g)	% Pulpe	% Paroi cel	g paroi/ 100mL
<b>Sérum</b>	<b>0</b>	<b>30</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
1	2,6	27,5	2,295	0,09	0,10
2	2,8	27,2	2,5	0,10	0,11
3	3,3	26,7	3	0,12	0,13
4	3,9	26,1	3,5	0,14	0,15
5	4,4	25,6	4	0,16	0,17
6	5,0	25,0	4,5	0,18	0,19
7	5,6	24,4	5	0,20	0,21
8	5,9	24,1	5,3	0,22	0,23
10	6,4	23,6	5,8	0,24	0,25
11	7,1	22,9	6,4	0,26	0,27
11,1	7,2	22,8	6,5	0,26	0,28
12	7,5	22,5	6,75	0,28	0,29
13	10,5	19,5	9,45	0,39	0,40
13,1	11,7	18,3	10,5	0,43	0,45
14	13,5	16,5	12,15	0,50	0,52
15	15,0	15,0	13,5	0,55	0,58
16	18,0	12,0	16,2	0,66	0,69
17	21,0	9,0	18,9	0,77	0,81
18	25,5	4,5	22,95	0,94	0,98
<b>TB complète</b>	<b>30</b>	<b>0</b>	<b>27</b>	<b>1,1</b>	<b>1,16</b>

### 3. Mise au point de protocoles

Des mesures instrumentales ont été mises en œuvre pour caractériser la physicochimie, la structure et la rhéologie des purées de pomme. Elles concernent la purée dans sa globalité ou bien sont spécifiques de chacune des phases qui la constituent : les particules et le sérum.

#### 3.1. Caractérisation physicochimique

##### 3.1.1. Degré brix

**Principe :** La concentration en composés solubles (sucres, sels, acides organiques, pectines solubilisées...) est mesurée par réfractométrie. L'angle de réfraction de la lumière est lié à la concentration en éléments solubles du liquide qu'elle traverse. L'indice de réfraction est directement converti en équivalent saccharose dans le milieu. La valeur lue s'exprime en degré brix (g de saccharose par 100 g de solution). Les sucres étant largement majoritaires parmi les composés solubles (cf composition du sérum §I.2.3), le degré brix reflète avec un léger excès la teneur en sucres solubles totaux.

**Protocole :** Environ 1 g de purée est placé sur la vitre du réfractomètre puis la lecture est effectuée à température ambiante. La mesure est faite trois fois.

##### 3.1.2. pH

**Protocole :** Le pH des purées est mesuré 3 fois à température ambiante après dilution dans de l'eau distillée, sous agitation magnétique avec la sonde pH du titrateur automatique (Metrohm, France SAS)

##### 3.1.3. Acidité

**Principe :** L'acidité titrable est déterminée en mesurant la quantité d'ions OH<sup>-</sup> nécessaires pour neutraliser l'ensemble des cations d'acides organiques présents dans la solution. Pour les purées de pomme, elle est exprimée en g d'acide malique pour 100 g de produit. Elle est calculée en tenant compte de la masse molaire de l'acide malique (M = 0,067 g/mole) et de la normalité de la solution NaOH :

$$\text{Acidité (g}_{\text{acide malique}} / \text{L}) = \frac{1000 \times V_1 \times C}{V_0} \times 0,067$$

$$V_1 = \text{mL NaOH} \quad C = \text{Concentration solution NaOH}$$

$V_0 =$  grammes d'échantillon

**Protocole :** 10 g de purée sont diluées avec 10 mL d'eau distillée. La titration est effectuée sous agitation magnétique avec de la soude 0,1N jusqu'à pH 8,1 dans un titrateur automatique (Metrohm France, SAS).

#### 3.1.4. *Matière sèche*

Cinq grammes de produit ont été déposés dans des coupelles en acier inoxydable, puis les échantillons ont été placés à l'étuve à 105°C pendant 8 heures (jusqu'à poids constant).

$$\% \text{ Matière sèche} = \frac{W_{\text{après étuve}}}{W_{\text{initiale}}} \times 100$$

### 3.2. *Caractérisation structurale*

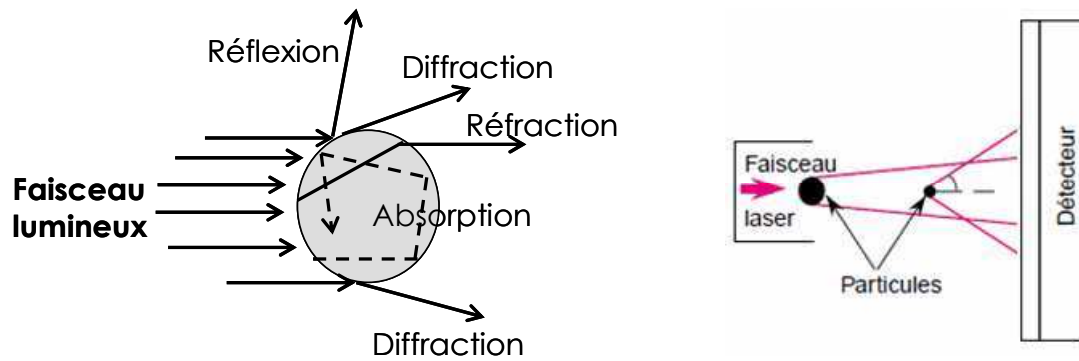
#### 3.2.1. *Granulométrie*

Les techniques d'analyse granulométrique sont multiples. Elles sont basées sur des principes variés : séparation mécanique ou tamisage, imagerie, diffraction ou absorption de rayonnement.

Les mesures granulométriques des purées ont été réalisées par diffraction et diffusion de la lumière avec un granulomètre laser.

**Principe :** La granulométrie laser est une technique basée sur la **diffraction de la lumière**. La distribution granulométrique est déduite de l'interaction entre un ensemble de particules et un rayonnement incident. Lorsqu'un rayon lumineux rencontre une particule, la lumière peut être absorbée, diffusée ou transmise. La technique de granulométrie laser, s'appuie principalement sur deux théories : la **théorie de Mie**, décrivant les phénomènes de diffusion et la **théorie de Fraunhofer** dans le cas particulier de la diffraction de la lumière.

Lorsqu'une particule sphérique est éclairée par un faisceau parallèle de lumière cohérente et monochromatique, la diffraction apparaît sous forme de franges concentriques alternativement claires et sombres: selon la théorie de Fraunhofer, l'intensité du rayonnement diffracté, mesurée en un point donné sur un détecteur, est une fonction du rayon de la particule. L'angle de diffraction est d'autant plus grand que les particules sont plus petites (Figure 30).



*Figure 30. Principe de la mesure granulométrique par diffraction de la lumière laser.*

En raison de la forme irrégulière des particules, le résultat de la mesure est exprimé par le diamètre qu'aurait la sphère théorique de la particule. Une telle sphère est appelée **sphère équivalente**. Les particules ne sont pas analysées individuellement mais dans leur ensemble. Des algorithmes de traitement d'image convertissent le signal en informations granulométriques, distribution en taille et nombre ou volume de particules correspondant à chaque taille. La grandeur mesurée est un «diamètre équivalent de diffraction» (Melcion, 2000). La distribution granulométrique peut donner lieu aux calculs d'un certain nombre de paramètres et valeurs moyennes comme le **diamètre moyen en surface**, qui représente la moyenne des diamètres (D) pondérée au numérateur et au dénominateur par la **surface totale** de particules contenue dans chaque classe (i) :  $d [3,2] = \frac{\sum D_i^3 n_i}{\sum D_i^2 n_i}$  ; le **diamètre moyen en**

**volume** qui représente la moyenne des diamètres pondérée au numérateur et au dénominateur par le **volume total** de particules contenue dans chaque classe i :  $d [4,3] = \frac{\sum D_i^4 n_i}{\sum D_i^3 n_i}$  ; le **d(0,5)**

qui représente la **valeur médiane (en volume)**, le **d(0,9)** qui représente le diamètre au-dessus duquel il y a seulement 10% (en volume) des particules plus grosses.

**Protocole :** Les mesures ont été réalisées au granulomètre laser (MasterSizer Malvern Instruments, Ltd, UK) dans de l'eau distillée comme dispersant (indice de réfraction : 1,33). La sensibilité de l'appareil permet de mesurer des particules de diamètre compris entre 0,01 et 2000  $\mu\text{m}$ .

Un gramme de purée (indice de réfraction estimé par défaut à 1,52) a été préalablement dilué dans 15 mL d'eau distillée. La vitesse de la pompe d'agitation était paramétré à 1750 tpm. Il a été vérifié que le signal n'évoluait pas au cours du temps de circulation dans le

granulomètre. Le modèle de calcul du résultat utilisé a été l'analyse multimodale. Chaque échantillon a été caractérisé 3 fois. Le résultat est exprimé sous la forme de la distribution granulométrique moyenne en volume. La valeur de  $d(0,9)$  a été utilisée pour caractériser les différents niveaux de broyage étudiés.

#### **3.2.2. Microscopie confocale et microscopie optique**

La microscopie confocale est une technique qui améliore la résolution de la microscopie optique et permet également d'acquérir une visualisation tridimensionnelle des échantillons.

**Principe :** La microscopie confocale à balayage laser est une technique basée sur le principe de la microscopie optique classique. Dans cette dernière, la source lumineuse éclaire l'ensemble du champ microscopique, tandis que la microscopie confocale permet grâce à un diaphragme de concentrer la **lumière en un point précis dans un plan focal** (Brooker, 1991; Heertje et al., 1987). Ceci a pour avantage d'améliorer la résolution de l'observation (Brooker, 1995). Le **laser**, source de lumière du microscope confocal, est sélectionné en fonction des longueurs d'ondes d'excitation du **fluorochrome** utilisé (substance chimique de marquage capable d'émettre de la lumière de fluorescence après excitation). La lumière émise par les fluorochromes excités est ensuite retransmise via un objectif, en passant par un filtre d'émission vers un capteur (photomultiplicateur) qui transforme le signal lumineux en signal électrique. L'image est ainsi construite point par point par **balayage** (X,Y) du champ analysé à l'aide des miroirs de déflexion de la source lumineuse. Une platine motorisée déplace la préparation suivant l'axe Z permettant la saisie de différents plans optiques dans l'épaisseur de l'objet et peut permettre de renseigner sur la structure tridimensionnelle de l'échantillon en superposant les images obtenues.

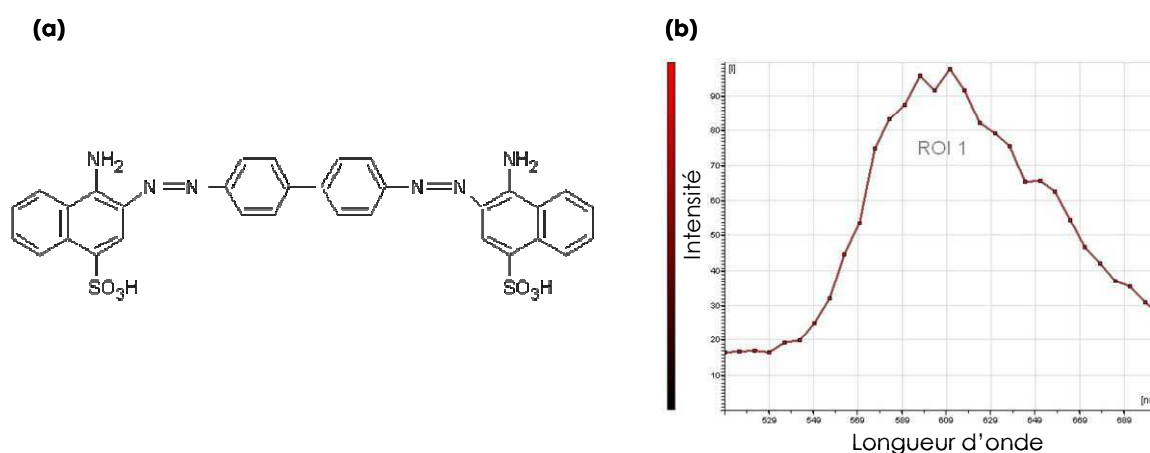
**Protocole :** La microscopie confocale a été réalisée avec un Leica TCS SP2 AOBS (Leica Lasertechnik GmbH, Heidelberg, Germany) avec un objectif x10.

**Préparation des échantillons :** Les échantillons ont été colorés au **rouge congo** (1%), colorant organique hydrosoluble (Figure 31 a) qui a une affinité forte pour les glucanes, il colore donc en particulier les fibres de cellulose des parois cellulaires qu'il permet de visualiser.

La purée a été diluée avec du sérum (15%) pour avoir une meilleure visualisation des particules au microscope et 7 gouttes de rouge congo ont été ajoutées à 15 mL déposés dans un flacon en verre. Ensuite l'échantillon a été déposé entre lame et lamelle, avec 2 ou 3

écarteurs (selon l'échantillon) de 250  $\mu\text{m}$  d'épaisseur pour éviter l'écrasement de l'échantillon.

**Observation au microscope :** Le rouge Congo a été excité avec un **laser Argon** à une longueur d'onde de **488 nm** et la fluorescence était **détectée** en un rang compris entre **544 et 663 nm** (Figure 31 b).



**Figure 31.** (a) Structure chimique du rouge congo ; (b) Spectre d'émission de longueur d'onde du rouge congo dans la purée de pomme.

Les échantillons colorés ont été également observés **en microscopie optique**, le colorant rouge congo permet de bien visualiser les particules en accentuant le contraste particules / sérum. L'appareil utilisé est un microscope Olympus BX51 en mode fond clair lumière transmise.

Le matériel insoluble ou paroi cellulaire obtenu à partir de la méthode décrite ci-après (c.f § III.3.2.4) a été observé par microscopie électronique environnementale à balayage (ESEM). Les images ont été réalisées à l'aide d'un microscope Quanta 200 de la société FEI. L'utilisation d'un tel appareil permet l'observation des échantillons sans aucun traitement préalable et évite ainsi tout artefact. Un capteur LFD (détecteur à champ large) a été utilisé. Ce capteur permet d'avoir un champ d'exploration plus important (25x) ainsi que de se concentrer avec précision sur des points particuliers (250x). Pour l'obtention des images, la chambre a été mise sous une pression de 1 Torr (low vacuum), pression maximale utilisable avec ce type de capteur, et avec une tension toujours inférieure à 10 kV.

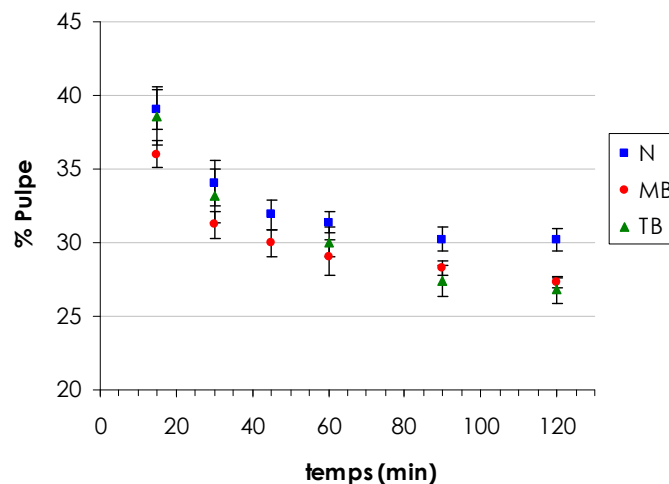


### 3.2.3. Teneur en pulpe

**Protocole :** Le pourcentage en pulpe a été déterminé par séparation centrifuge des purées pendant 2h, 5000g à 20°C, avec la centrifugeuse Sigma 3K 12 (Bioblock Scientific). Une cinétique de séparation réalisée pour trois purées de différentes tailles de particules :  $d(0.9)$  : 1000, 500 et 200, nommées N, MB et TB respectivement est présentée Figure 32. Les cinétiques ont des allures comparables au début de la centrifugation. Le tassement limite est atteint pour la purée native N à partir de 90 min de centrifugation. Il ne l'est pas tout à fait pour les purées MB et TB, cette valeur commune de 2h de centrifugation pour toutes les purées permettra de les comparer.

La teneur en pulpe et la teneur en sérum sont exprimées à partir du rapport masse du culot ou masse de surnageant / masse totale de purée mise en oeuvre.

Les mêmes conditions de centrifugation ont été utilisées pour séparer pulpe et sérum utilisés pour la préparation des purées aux différents niveaux de concentration ainsi que pour les différentes caractérisations ultérieures.



**Figure 32.** Cinétique de séparation de 3 purées de pomme avec de tailles de particule différentes, pour une centrifugation à 5000g.

### 3.2.4. Teneur en insolubles (paroi cellulaire)

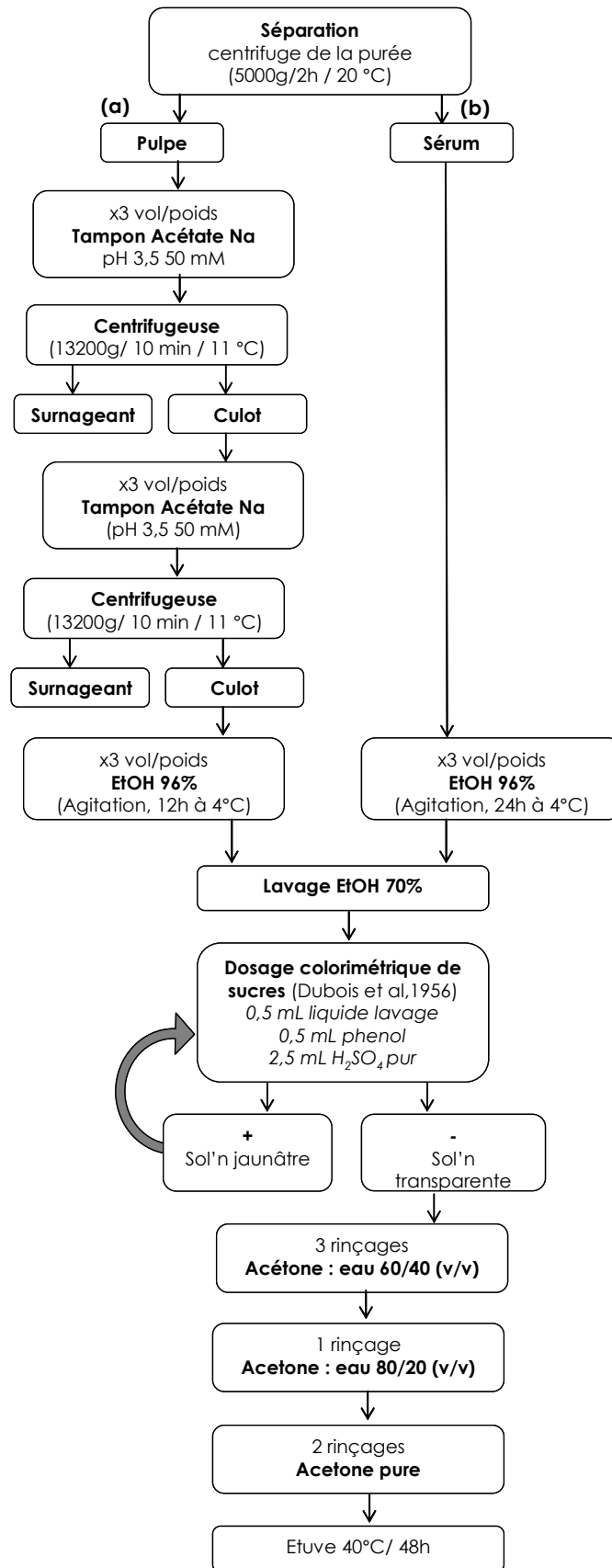
**Principe :** La méthode de préparation est basée sur l'**insolubilité** des constituants polysaccharidiques pariétaux **dans l'éthanol**. Celui-ci permet d'**éliminer** les constituants de faibles masses moléculaires (sucres, aminoacides, acides organiques et sels), et de **précipiter** les polysaccharides pariétaux. Le matériel insoluble est finalement **déshydraté par un solvant** de volatilité élevée (acétone), et séché à l'étuve.

**Protocole :** Les purées sont d'abord séparées par centrifugation (5000g, 2h, 20°C). La pulpe est alors préparée en suivant la méthode de MIA proposé par Renard (2005) avec une étape supplémentaire : un lavage de la pulpe avec une solution tampon d'acétate de sodium (50 mM, ajusté au pH 3,5 avec de l'acide acétique) pour éliminer le sérum restant dans la pulpe. Ainsi, environ 5 grammes de pulpe sont mélangés avec le tampon d'acétate de sodium (15mL) et passées à la centrifugeuse (13200g, 10 min, 11°C). Cette étape est répétée une fois sur le culot récupéré. Le culot lavé est ensuite mélangé avec de l'éthanol 96% (1:3) et agité pendant 12h à 4°C. La suspension est filtrée à l'aide d'une colonne préparative Sep-pack de 75 mL équipée d'un fritté de 20µm. Des lavages successifs à l'éthanol 70% sont réalisés jusqu'à ce que le filtrat ne contienne plus de glucides : absence de coloration visible par l'essai au phénol sulfurique (Dubois et al., 1956). Le résidu est alors séché par échange de solvant : 3 fois acétone/eau (60/40 v/v), 1 fois acétone/eau (80/20 v/v), 2 fois acétone pure, puis 48 heures à 40°C à l'étuve (Figure 33).

$$\% \textit{Paroi cellulaire} = \frac{W_{\textit{matériel insoluble sec}}}{W_{\textit{purée initial}}}$$

Pour déterminer les pectines solubles présentes dans le sérum, le même protocole est réalisé directement sur celui-ci récupéré après centrifugation, en enlevant la première étape (lavage dans une solution tampon) (Figure 33).

$$\% \textit{Solides solubles} = \frac{W_{\textit{matériel soluble sec}}}{W_{\textit{purée initial}}}$$



*Figure 33. Détermination des (a) Solides insolubles ou parois cellulaires et (b) Pectines solubles dans le sérum.*

3.2.5. Viscosité du sérum

**Protocole :** La viscosité du sérum (préalablement obtenu par centrifugation), est mesurée à 20°C dans un rhéomètre MCR-301 (Anton Paar) avec une géométrie à **double entrefer** (Figure 34a). Cette géométrie a l'avantage d'une sensibilité adaptée aux produits de faible viscosité. La courbe d'écoulement est réalisée entre 10 et 1000 s<sup>-1</sup> (progression logarithmique en 8 min) (Figure 34b)

Dans la mesure ou après centrifugation, un léger trouble persiste dans le surnageant des purées natives (ce phénomène n'a pas été observé pour les purées broyées), nous avons opéré une filtration sur ces purées avec un papier filtre (Whatman International, No 41) avec des pores d'ouverture de 25µm. Le sérum filtré présente une légère diminution de viscosité (Figure 34b) due à l'élimination de particules colloïdales de faible taille.

Nous avons choisi de caractériser pour toutes les purées les sérums non filtrés.

Les courbes d'écoulement montrent un caractère légèrement rhéofuidifiant. La valeur de la **viscosité** du sérum retenue a été prise dans le **plateau newtonien** à 43 s<sup>-1</sup> dans le sérum **non filtré** (Figure 34b).

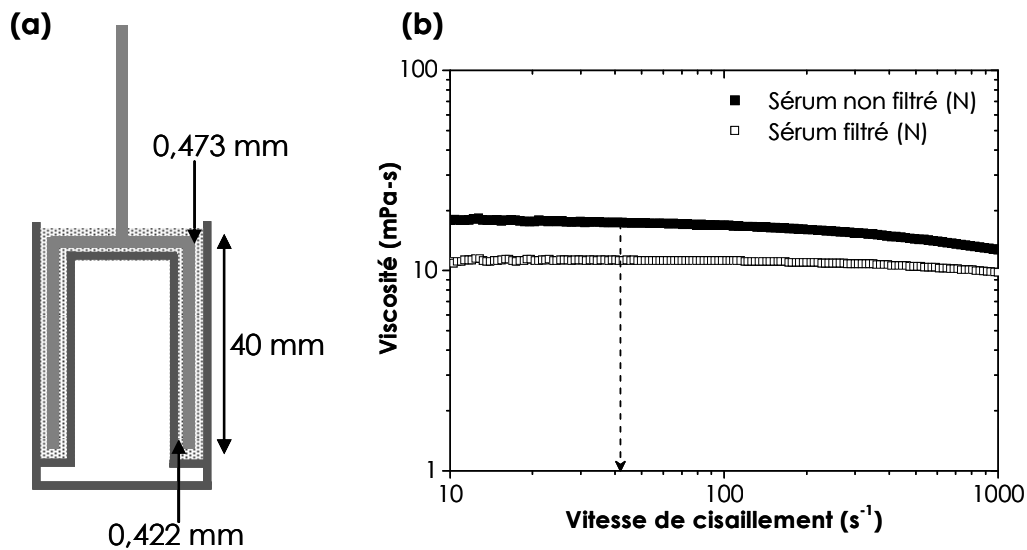
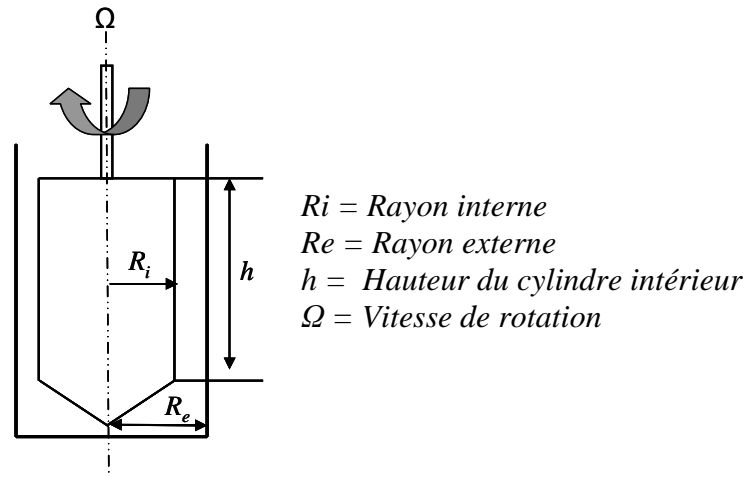


Figure 34 (a) Géométrie double entrefer; (b) Viscosité du sérum filtré et non filtré à 43s<sup>-1</sup> dans le plateau newtonien

### 3.3. Caractérisation rhéologique des purées

#### 3.3.1. Choix de la géométrie

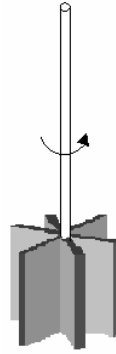
Les mesures rhéologiques des purées ont été réalisées à l'aide d'un rhéomètre MCR 301 équipé de **cylindres coaxiaux** (ou système **Couette**), le produit étudié est placé entre les deux cylindres coaxiaux, de rayons  $R_e$  et  $R_i$ , et de hauteur  $h$  (Figure 35).



**Figure 35.** Schéma des cylindres coaxiaux

Les cylindres coaxiaux sont les plus couramment utilisés pour l'étude des purées de fruits (Harper & Lebermann, 1962; Maceiras et al., 2007; Nindo et al., 2007; Schijvens et al., 1998; Tarea, 2005). Pour diminuer le phénomène de glissement certains auteurs utilisent des **parois rugueuses** (Schijvens et al., 1998).

L'**aillette** (ou système « vane », géométrie à plusieurs pales (Figure 36) est également utilisée. Elle est appropriée pour mesurer les propriétés rhéologiques de fluides non Newtoniens notamment pour étudier le seuil d'écoulement (Barnes, 1999; Barnes & Nguyen, 2001). Cette géométrie a l'avantage de diminuer les phénomènes de glissement. Lors de la mise en place dans un liquide structuré, avec ses pales, elle provoque le minimum de perturbation de l'échantillon. Pour les calculs de la contrainte et de la vitesse de cisaillement, l'aillette est considérée comme un « **couette équivalent** » en considérant que le fluide emprisonné dans les pales forme un cylindre virtuel solide quand l'aillette est en rotation (Barnes, 1999).



**Figure 36.** Géométrie ailette à six pales

**3.3.2. Mise en place des protocoles rhéologiques : Choix de la taille d’entrefer, de la géométrie**

La largeur de l’entrefer est importante à considérer au regard de la taille des particules pour des systèmes tels que les purées de fruits. Nous avons dans un premier temps testé plusieurs géométries disponibles d’entrefer variable (Tableau 9) sur les purées natives d’une part (qui comportent des particules allant jusqu’au mm) et les purées broyées (TB dont la distribution est centrée sur 200  $\mu\text{m}$ ).

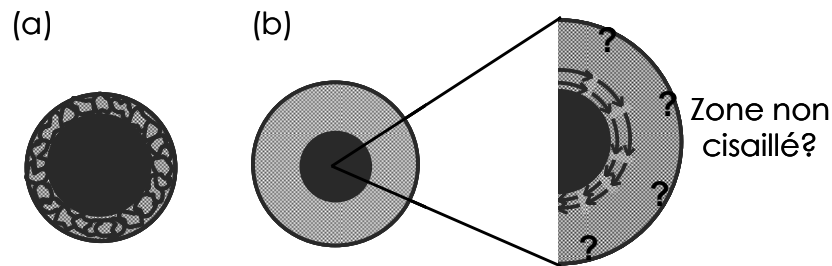
**Tableau 9.** Dimensions des géométries utilisées pour la mise en place des protocoles rhéologiques

Appareil	Géométrie		Ri (mm)	Re (mm)	$\Delta r$ (mm)	Ri/Re	L (mm)
MCR-301	Couette	CC27	13,33	14,46	1,13	0,922	40,02
VT-550	Couette	MV Din	19	21	2	0,905	58
MCR-301	Ailette	FL100	11	14,46	3,46	0,761	16
MCR-301	Couette	CC18	9,46	14,46	5	0,654	40

**Choix de la taille de l’entrefer et géométrie :**

La taille de l’**entrefer (Re-Ri)** est un point critique. Généralement, il est conseillé que la taille de l’entrefer soit environ de 5 à 10 fois le diamètre de la taille de particule (Tattiyakul et al., 2009); la taille de l’entrefer peut affecter **l’organisation des particules** lors du cisaillement : si l’entrefer est trop **étroit** il risque d’avoir un encombrement et déformation des particules (Figure 37a), en revanche si l’entrefer est trop **large** l’encombrement serait moins important, mais dans ce cas pour un fluide à seuil tel que la purée de fruit, les premières couches de purée en contact avec le cylindre intérieur sont sûrement cisailées mais

les plus externes ne le sont pas à basse vitesse ou contrainte de cisaillement (Figure 37b), donc il faut trouver le bon compromis.



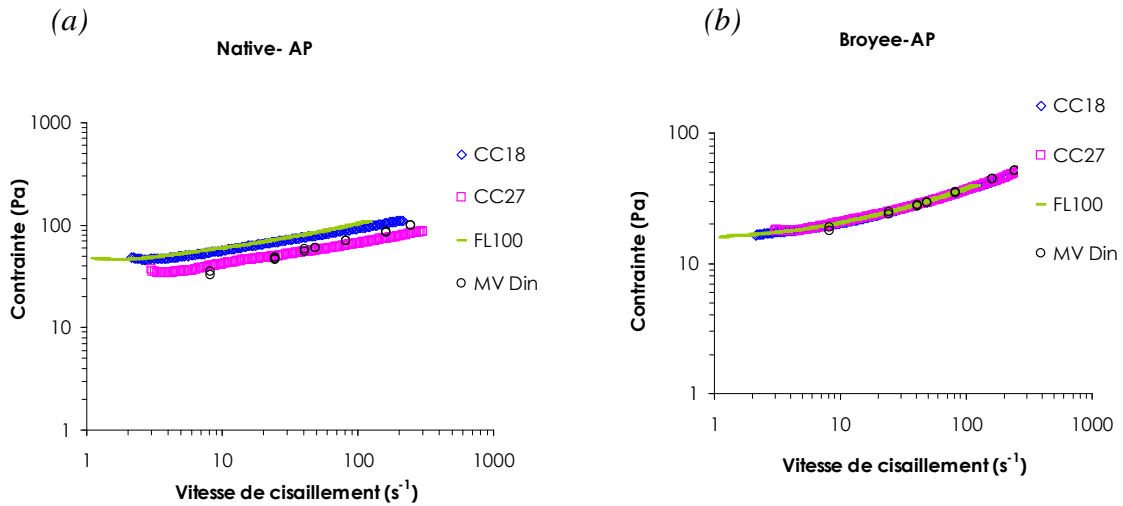
**Figure 37.** Organisation des particules lors du cisaillement en entrefers courts et larges

Pour chacune des deux purées, une **courbe d'écoulement** a été faite avec chaque géométrie (Figure 38). Ceci a permis d'avoir de tailles d'entrefers variant entre 1,13 et 5 mm.

En ce qui concerne la **purée broyée**, l'entrefers est au moins 5 fois supérieur à la taille des particules pour les 4 géométries utilisées. Les courbes d'écoulement se superposent (Figure 38b). On peut considérer qu'il n'y a pas de problème d'encombrement des particules dans l'entrefers. En revanche, pour la **purée native** (Figure 38a), toutes les courbes ne sont pas superposés, sauf celles du CC18 et FL100 qui correspondent aux entrefers plus larges (5 mm et 3,46mm respectivement). Ce qui peut indiquer un probable effet d'encombrement avec les autres géométries (CC27 et MV Din), d'entrefers plus étroits (1,13 et 2 mm respectivement) proches de la taille des particules de l'échantillon.

Nous avons choisi de travailler avec l'**entrefers le plus large** pour la mesure des **propriétés d'écoulement** de l'ensemble des purées (à l'exception des purées TB diluées) : la géométrie cylindrique CC18 ( $\Delta r = 5\text{mm}$ ). Pour les **propriétés viscoélastiques** nous avons retenu l'**ailette** FL100 pour moins perturber le produit lors de sa mise en place ( $\Delta r = 3,46\text{ mm}$ ).

Les surfaces des corps de mesures internes et externes sont sablées pour limiter les phénomènes de glissements.



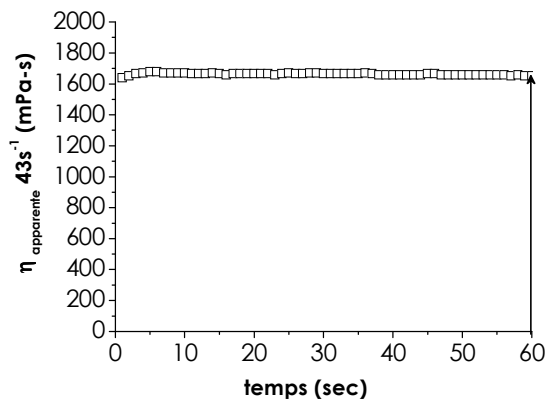
**Figure 38.** Courbe d'écoulement avec différentes géométries et entrefers : (a) Purée Native (~1200 $\mu\text{m}$ ), (b) Purée Broyée (~200 $\mu\text{m}$ ).

### 3.3.3. Propriétés d'écoulement

Les propriétés d'écoulement ont donc été caractérisées avec le rhéomètre MCR-301 (Anton Paar), avec une géométrie couette à surface rugueuse ( $Ri = 9,46$  ;  $Re = 14,46$  ;  $h = 40$  mm) à une température de 20°C. Toutes les mesures ont été réalisées trois fois.

#### 3.3.3.1. Viscosité apparente

Pour accéder à la viscosité apparente, une étape de cisaillement à vitesse constante de 43s<sup>-1</sup> a été appliquée pendant une minute, de façon à vérifier que les propriétés du produit ne dépendaient pas du temps de cisaillement. Ainsi la viscosité apparente retenue a été prise au bout de 60 secondes (Figure 39).

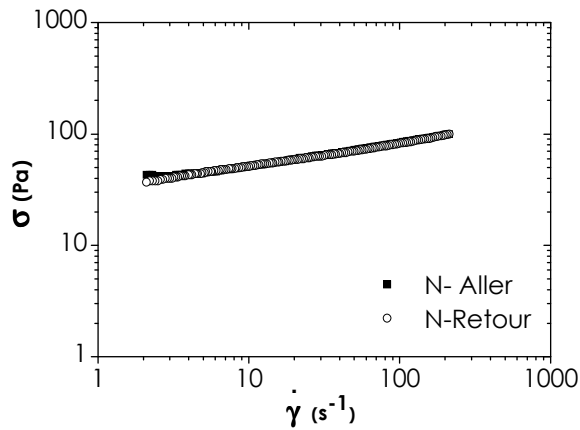


**Figure 39.** Exemple de représentation de la viscosité apparente en fonction de la durée du cisaillement à 43-s.<sup>1</sup>



### 3.3.3.2. Courbe d'écoulement

Une courbe d'écoulement « Aller- Retour » a été réalisée juste après le cisaillement à vitesse constante ( $43\text{s}^{-1}$ ) en 2 fois 5 minutes entre  $2,14$  et  $214\text{ s}^{-1}$  en programmation logarithmique.



**Figure 40.** Exemple de courbe d'écoulement « Aller- Retour »

Dans le cas des **dilutions** faites sur une purée très broyée (TB) pour **déterminer la fraction volumique** (Cf §III.2.2), une **courbe d'écoulement** a été réalisée entre  $10$  et  $1000\text{s}^{-1}$ , pendant 4 minutes avec la géométrie à double entrefer. La **viscosité** des suspensions a été prise dans le plateau newtonien, une moyenne a été faite entre  $10$  et  $40\text{ s}^{-1}$ .

Afin de vérifier que les suspensions diluées **ne sédimentent pas** de manière sensible dans l'entrefer lors de la mesure, la **vitesse de sédimentation** des suspensions diluées a été calculée à partir de mesures réalisées au **Turbiscan**. Il permet de suivre l'évolution de la décantation en observant l'état de la suspension par mesure de rétrodiffusion de la lumière sur la hauteur d'un tube observé au cours du temps. L'analyse des résultats obtenus montre que pour une suspension diluée à **1,25%** de pulpe, les particules décantent de  $4,7\text{ mm}$  en  $1\text{h}$ , soit **0,31 mm** pendant le temps d'une mesure de  $4\text{ min}$ . Pour une suspension à **6,25%** de pulpe, les particules décantent de  $1,1\text{ mm}$  en  $1\text{h}$ , soit **0,07 mm** pour  $4\text{ min}$ . La décantation des particules lors de la mesure est considérée comme négligeable (To, 2011).

### 3.3.3.3. Modélisation par Herschel-Bulkley

La courbe d'écoulement « aller » a été modélisée par l'équation d'Herschel-Bulkley ( $\sigma = \sigma_s + k \dot{\gamma}^n$ ) et le seuil d'écoulement ( $\sigma_s$ ), l'indice de consistance ( $k$ ) et l'indice de comportement ( $n$ ) ont été calculés.

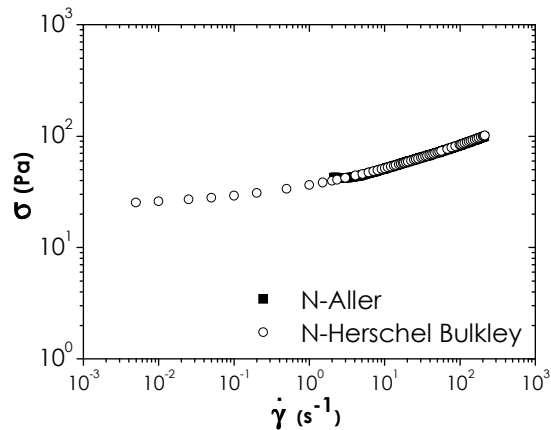


Figure 41. Exemple de modélisation de la purée avec l'équation d' Herschel-Bulkley

### 3.3.4. Propriétés viscoélastiques (aux petites déformations)

Les propriétés viscoélastiques permettent de caractériser le produit « au repos ». Elles renseignent sur son niveau de structuration et les interactions entre ses éléments constitutifs.

Elles sont déterminées par des essais en régime oscillatoire, en cisaillement, aux très petites déformations, dans le domaine des propriétés « linéaires » du matériau où contrainte et déformation varient de façon proportionnelle. La déformation ( $\gamma^*$ ) et la contrainte ( $\sigma^*$ ) sont deux fonctions sinusoïdales du temps, de même fréquence ( $\omega$ ), mais avec un décalage de phase ( $\delta$ ), appelé **angle de perte** qui est fonction des propriétés du produit :

$$\gamma^* = \gamma_0 \cdot \cos(\omega t)$$

$$\sigma^* = \sigma_0 \cdot \cos(\omega t + \delta)$$

Elles permettent d'accéder à  $G'$  et  $G''$ , composantes réelle et imaginaire du module complexe  $G^*$  :

$$G^* = \frac{\sigma^*}{\gamma^*} = G' + i G'' = \sqrt{G'^2 + G''^2}$$

$G'$  (Pa), **module conservatif**, parfois appelé module **élastique**, prend compte la composante de la contrainte en phase avec la déformation

$$G' = \left( \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \right) \cos \delta$$

$G''$ (Pa), **module dissipatif** parfois appelé module **visqueux** prend en compte la composante de la contrainte en décalage de phase de  $\pi/2$  avec la déformation :

$$G'' = \left( \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \right) \sin \delta$$

La **tangente** de l'angle de déphasage ou **angle de perte**,  $\tan \delta$ , traduit la part respective de ces deux composantes et donc les propriétés plus ou moins élastiques du matériau :

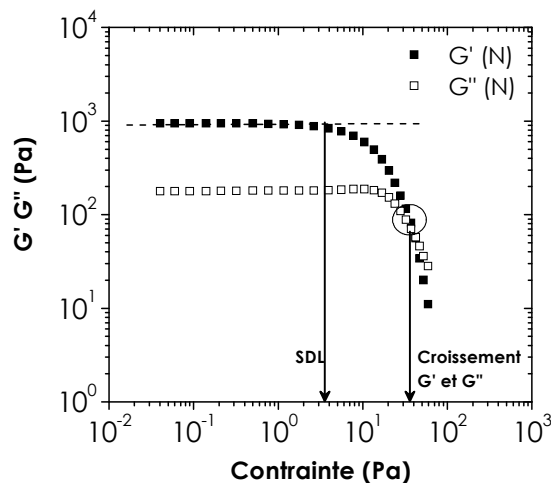
$$\tan \delta = \frac{G''}{G'}$$

La variation de la fréquence  $\omega$  permet d'obtenir des **spectres en fréquence**  $G'$  et  $G''$  ( $\omega$ ) qui permettent de caractériser la structure du produit aux différentes échelles de temps en fonction de la durée de vie des interactions entre ses éléments constitutifs.

Les essais ont été réalisés avec le rhéomètre MCR-301 (Anton Paar), équipée de l'ailette à 6 pales FL100 ( $Ri = 11$  ;  $Re = 14,46$  ;  $h = 16$  mm) à une température de  $20^\circ\text{C}$ . Toutes les mesures ont été réalisées trois fois.

#### 3.3.4.1. Sortie du domaine linéaire (SDL)

Un balayage en déformation de 0,004-195 à la fréquence de 10 rad/sec a été réalisé pour déterminer le domaine de linéarité. De cette expérience le seuil (interprété comme les premières ruptures au sein du produit) a pu être déterminé lorsque  $G'$  sort de la linéarité (diminution supérieure à 10%), la contrainte est prise comme valeur du seuil à ce niveau. Un autre critère parfois utilisé a également été retenu pour approcher le seuil d'écoulement il s'agit du croisement de  $G'$  et  $G''$ , quand le module visqueux commence à être plus important que le module élastique (point de croisement de  $G'$  et  $G''$ ).



**Figure 42.** Exemple du balayage en déformation, obtention du seuil à la sortie du domaine linéaire et au croisement de  $G'$  et  $G''$ .

### 3.3.4.2. Spectre

Le spectre a été obtenu au cours d'un balayage en fréquence, réalisé de 40 à 0,1 rad/s à une contrainte généralement de 2 Pa (pour rester dans le domaine linéaire).

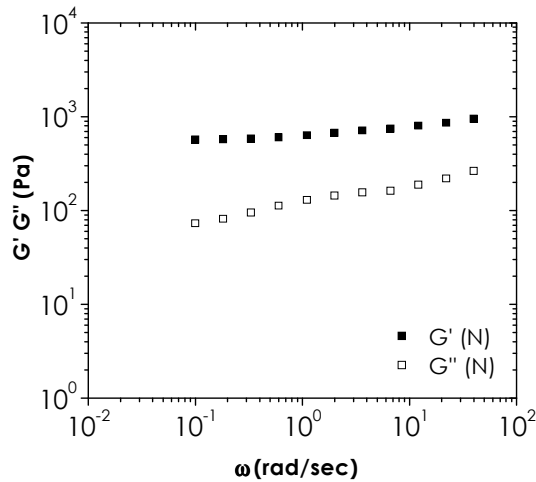


Figure 43. Exemple du spectre en fréquence de 0,1 à 40 rad/sec

### 3.3.5. Consistomètre de Bostwick

Le consistomètre de Bostwick est classiquement utilisé pour évaluer la consistance de produits tels que purées de fruits, concentrés de tomate, confitures, etc.

**Principe :** Il s'agit d'une mesure empirique, le principe consiste à remplir un compartiment de stockage jusqu'au ras, puis à libérer le produit en actionnant la gâchette d'ouverture d'une guillotine (Figure 44). La mesure consiste à déterminer la distance parcourue en un temps donné.



Figure 44. Fonctionnement du consistomètre de Bostwick

**Protocole :** Environ 100 g de purée sont introduits dans le bac de réserve, puis la porte à guillotine est ouverte. La distance parcourue par le produit est mesurée sur une règle graduée après 30 secondes d'écoulement à une température de 20°C. Les mesures se font en triplicat.

#### 4. *Caractérisation sensorielle*

L'objectif de ce travail était d'avoir une **caractérisation descriptive des purées**, la méthode utilisée a été le **profil descriptif conventionnel**.

Une **étude préliminaire** a été réalisée pour définir et valider la **stratégie de création des purées** de texture et structure variées (c.f §IV.3), pour cela un test de « **tri libre** » permettant de situer rapidement un certain nombre de produits les uns par rapports aux autres a été effectué. Ce test est décrit d'abord puis le profil descriptif conventionnel.

##### 4.1. *Tri libre*

**Principe :** Le tri libre est une méthode qui ne requiert pas de description des produits, ainsi elle est simple, rapide et facilement applicable à des sujets novices (Tang & Heymann, 2002). Cette méthode permet d'accéder rapidement à la **connaissance des similarités et des différences** existant entre les produits (Schiffman et al., 1981). Elle consiste à présenter l'ensemble des produits simultanément aux sujets (ils travaillent de manière indépendante) et leur demander de les **trier en groupes** selon leur **similitude** (Faye et al., 2004).

Ensuite, à travers la technique de Kruskal's Non-metric Multidimensional Scaling (**MDS**) l'objectif est de reconstituer une carte des produits à partir d'une matrice de proximités (similarités ou dissimilarités) entre les échantillons et obtenir une représentation spatiale des éléments avec une mesure de dissimilitude ou de la similitude entre eux (Faye et al., 2004).

**Produits :** **Huit produits**, issu de pommes Golden Delicious, ont, été préparés à l'échelle **laboratoire** à partir d'une purée industrielle (CF) et d'une purée fabriquée à échelle pilote (CTCPA), les purées ont été plus ou moins broyées et plus ou moins concentrées en pulpe, ces produits ont été comparées à **8 purées** de pommes **commerciales** (Tableau 10).

**Tableau 10.** Détails des 16 purées de pomme utilisées lors de l'étude préliminaire.

Description / Marque	Type de purée	Code
Saint Mamet	Purée commerciale	STMAM
Casino Ondilege	Purée commerciale	CAS
Materne	Purée commerciale	MAT
Le Cabanon	Purée commerciale	CAB
Bledina	Purée commerciale	BLE
Monoprix	Purée commerciale	MPIX
Andros	Purée commerciale	AND
Monoprix Dessert	Purée commerciale	MON
Purée Native CF	CF - Native	CF - N
Purée laboratoire CF	CF - diluée	CF - N25
Purée laboratoire CF	CF - Très broyée	CF - TB
Purée laboratoire CF	CF - Très broyée et concentrée	CF - TB65
Purée Native CTCPA	CTCPA - Native	CT - N
Purée laboratoire CTCPA	CTCPA - Concentrée	CT - N65
Purée laboratoire CTCPA	CTCPA - Broyée	CT - TB
Purée laboratoire CTCPA	CTCPA - Broyée et diluée	CT - TB25

**Protocole :** Le **panel** était constitué de 14 sujets (10 femmes et 4 hommes, âgées entre 25 et 55 ans) recrutés au sein de l'Ecole Supérieure d'Angers. Les sujets ont évalué les produits (C.f §IV.3.3) dans des cabines standardisées, avec une lumière rouge pour éviter les différences de couleur entre les échantillons, puisque l'évaluation était restreinte à la texture perçue en bouche. Tous les produits ont été servis à 20 °C et la température de la salle était de 21°C ± 1.

Dans un premier temps, il a été demandé aux sujets de **goûter** les produits et de les **classer** dans des groupes de produits selon leurs ressemblances texturales. Les sujets étaient libres de faire autant de groupes qu'ils le souhaitaient.

Dans un second temps, seulement lorsque les sujets ont accompli la première tâche, il leur a été demandé à chacun de **décrire** les groupes en utilisant un ou plusieurs termes descriptifs. Le test a été réalisé en une séance, et une répétition a été faite une semaine après.

#### 4.2. Profil conventionnel

L'étude **descriptive** repose sur des méthodologies basées sur la recherche et la quantification de descripteurs sensoriels appropriés caractérisant les produits. Le principe du profil sensoriel est d'utiliser les capacités d'un sujet à **verbaliser ses perceptions**. Le nombre de sujets est restreint. Les participants présentent un fort pouvoir analytique, c'est-à-dire qu'ils sont capables de dissocier un stimulus complexe en informations simples et d'exprimer

verbalement ces perceptions. Les profils impliquent le développement puis l'usage d'un langage sensoriel (**descripteurs**) et l'évaluation des produits en épreuves répétées pour obtenir une description quantitative complète.

Le profil classique type **QDA®**, Quantitative Descriptive Analysis (Stone et al., 1974) est une méthode conventionnelle. Cette procédure donne lieu à des normes officielles (AFNOR, 1983; AFNOR, 1984; AFNOR, 1994) utilisées lors de la mise en place de ce type de test. L'évaluation qualitative et quantitative des produits repose sur une liste consensuelle de descripteurs.

La mise en place d'un profil répond à **différentes étapes** : formation d'un jury ou panel, élaboration d'une liste de termes descriptifs, réduction de la liste des termes, choix des produits de référence, entraînement et évaluation des produits.

La **formation** du panel constitue l'étape cruciale du processus.

La **génération des descripteurs**, à partir des produits qui seront évalués par la suite, s'effectue par l'enchaînement de séances individuelles et de discussion de groupe.

Une **réduction qualitative** de la liste des termes doit permettre : d'écarter les termes hédoniques, quantitatifs, non représentatifs d'une sensation (« sucré » pour une odeur, « brillant » pour un toucher par exemple) ou mal adaptés à la description ; d'explicitier les éléments de sa perception ; de favoriser l'exhaustivité des recherches.

La génération de descripteurs cesse lorsque les sujets ont épuisé leur vocabulaire. Une centaine de termes (au sein desquels subsistent des synonymes) peuvent alors être recensés.

Une **réduction quantitative** pour l'ensemble des descripteurs est réalisée. La liste exhaustive est réduite par traitement statistique à une liste de descripteurs plus courte (réduction multidimensionnelle).

Au final, un **consensus** sémantique est établi avec les dégustateurs, les descripteurs doivent être pertinents, précis, discriminants et dans la mesure du possible, indépendants et exhaustifs. Chaque **descripteur** est accompagné d'une **définition**, d'un **protocole d'évaluation** et d'une ou plusieurs références caractéristiques de la mesure. De même, la répétabilité de chaque sujet est évaluée ainsi que le consensus de tous les panélistes. La mise en place des termes et l'entraînement du panel dure de 2 à 4 mois en moyenne, à raison de 1 à 2 h d'entraînement par semaine et par sujet (Crochemore et al., 2007).

Enfin, lors de l'évaluation finale, chaque sujet évalue les produits selon chaque descripteur à partir de cette base de travail commune. L'échelle de notation couramment

employée est une échelle continue non structurée. L'ordre de présentation des produits est aléatoire ou défini selon un plan d'expérience afin de pallier les effets d'ordre et de report.

#### 4.2.1. Démarche

Un profil conventionnel a été adopté pour décrire les 22 produits. La période d'évaluation a duré presque 4 mois, avec dix séances d'entraînement et 4 séances d'évaluation des produits (Tableau 11).

*Tableau 11. Organisation des séances pour réaliser le profil descriptif sensoriel des purées.*

Profil descriptif quantitatif de texture de purées	SEPT 2009				OCT 2009				NOV 2009				DEC 2009			
Rappels de méthodologie sensorielle			S1													
Génération des descripteurs de texture			S2													
Tri de descripteurs					S3	S4										
Définition des modes opératoires							S5									
Caractérisation complète des 10 purées avant validation								S6								
Choix des descripteurs définitifs									S7							
Choix des références (bornes des échelles de notation)										S8						
Entraînement à la notation des descripteurs											S9	S10				
Caractérisation finale des purées (4 séances)													M1-1	M1-2	M2-1	M2-2

#### 4.2.2. Le panel

Le panel était constitué de 14 juges (3 hommes, 11 femmes) âgés entre 25 et 45 ans avec 1-6 ans d'expérience dans l'évaluation sensorielle de pommes et des produits à base de pomme. Ils ont été recrutés à l'Ecole Supérieure d'Angers, leur motivation a été prise en compte pour leur participation.

#### 4.2.3. Entraînement du panel

L'entraînement des panélistes a duré deux mois et demi et s'est réparti au total de 10 séances de 1h par semaine. Les séances étaient soit collectives soit individuelles, les premières se sont déroulées dans une salle « consensus » où tous les sujets étaient autour d'une table, la discussion était guidée par l'animatrice. Pour les séances individuelles, les sujets étaient dans une salle d'évaluation sensorielle constituée de plusieurs cabines de



dégustation individuelles, chacune équipée d'un ordinateur pour enregistrer les réponses des juges sous le logiciel Fizz (version 2.10 ; Biosystems, Courtenon, France).

Pendant la phase d'entraînement les panélistes ont eu une première séance avec quelques rappels sur l'analyse sensorielle. Les autres séances étaient destinées à la génération des descripteurs, le tri et réduction des attributs, la définition des modes opératoires, entraînement sur les descripteurs avec des purées et des produits de référence pour fixer les bornes ainsi que sur l'échelle de notation.

#### *4.2.3.1. Génération des descripteurs*

Lors de la deuxième séance, les panélistes ont reçu différentes purées issues de deux plans expérimentaux (C.f § IV. 3.5) et leur tâche était de générer des descripteurs concernant exclusivement leur texture. Une liste de 282 mots a été établie par tous les sujets.

#### *4.2.3.2. Réduction des descripteurs*

La liste de 282 mots a été réduite à 35 descripteurs, en éliminant les mots répétés, les synonymes et les termes hédoniques. La troisième et quatrième séance ont permis de faire un tri des attributs par consensus entre les panélistes, la réduction statistique de descripteurs préconisé par l'AFNOR n'a pas été réalisé par manque de temps (Lawless & Heymann, 2010; Le Moigne et al., 2008). Lors de la cinquième séance une liste leur a été proposée avec l'ajout de quelques descripteurs trouvés dans la littérature (Loescher, 2003; Tarea, 2005) pour évaluer des purées des fruits et une liste de 23 descripteurs a été établie en choisissant les attributs les plus pertinents.

#### *4.2.3.3. Définitions des modes opératoires*

La sixième séance a servi à établir les modes opératoires et faire une première évaluation des produits, une analyse de la variance ( $p < 0.05$ ) a montré que tous les descripteurs étaient significatifs.

Lors de la septième séance (réunion en groupe) les panélistes ont partagé leurs difficultés lors de l'évaluation de la séance précédente et se sont mis d'accord pour établir la liste définitive de 18 descripteurs (Tableau 12) ainsi que des modes opératoires. La liste définitive retenue comprend 4 catégories : **Visuel** (4 descripteurs), **Texture à la cuillère** (3 descripteurs), en remuant la cuillère (1 descripteur), **Texture en bouche** au repos (2 descripteurs) en mouvement (8 descripteurs).

#### **4.2.3.4. Séances d'entraînement**

Lors des dernières séances, les panélistes ont été entraînés à la notation des descripteurs et l'utilisation de l'échelle avec des références du marché. Le nombre des produits présentés dans chaque séance était variable (entre 5 et 8 produits), mais tous les panélistes ont testé chaque produit issu du plan expérimental (C.f §IV.3.5) tout au long de la phase d'entraînement. Dans quelques séances, les panélistes ont utilisé des « pince nez » pour se focaliser juste sur l'évaluation de la texture et se familiariser avec l'utilisation de celui-ci.

#### **4.2.4. Evaluation finale des produits**

L'évaluation finale des produits s'est déroulée en 4 séances d'une heure, les deux premières séances dédiées au premier plan expérimental et sa répétition, les deux dernières pour le deuxième plan expérimental et sa répétition (voir définition des plans expérimentaux dans la partie résultats §IV.3.5).

Les sujets ont évalué les produits dans des cabines standardisées, en lumière blanche, la température de la salle était de  $21^{\circ}\text{C} \pm 1$ . Les produits ont été servis à  $20^{\circ}\text{C}$  et présentés en monadique séquentiel (un produit après l'autre) suivant un ordre basé sur un design de carré latin de Williams (ordre différent d'un juge à l'autre, pour équilibrer l'effet d'ordre). Les panélistes ont utilisé des « pince nez » pour se focaliser sur l'évaluation de la texture et non des arômes, ils avaient à leur disposition une cuillère pour évaluer les purées et une bouteille d'eau pour se rincer la bouche.

Les juges ont utilisé une échelle non structurée de 10 cm avec des bornes « peu intense » à « très intense » pour noter l'intensité des descripteurs. Les réponses ont été collectées par le logiciel FIZZ (version 2.10 ; Biosystems, Courtenon, France).

Tableau 12. Liste Définitive des descripteurs.

Modalité	Caractérisation	Descripteur	Bornes	Définition	Mode opératoire
Visuel	Au repos	Brillance	de "aucune (mat)" à "forte intensité (brillant)"	Intensité lumineuse réfléchie par la surface de la purée	Prendre le gobelet et l'orienter dans différentes directions. Observer l'intensité lumineuse réfléchie.
		Granuleux	de "pas granuleux" à "granuleux"	Présence de grains ou d'amas observés en surface	Laisser le gobelet posé et observer la surface du produit.
		Exsudat	de "pas de liquide" à "beaucoup de liquide"	Quantité de liquide libéré par la purée et s'écoulant en penchant le gobelet	Pencher le gobelet et évaluer la quantité de liquide qui s'écoule.
		Étalement de la surface (empreinte)	de "pas étalée" à "très étalée"	Evaluation de l'étalement de la purée dans le gobelet	Laisser le gobelet posé et observer la surface du produit.
Texture à la cuillère	Avec la cuillère	Écoulement	de "lent" à "rapide"	Evaluation de la résistance à l'écoulement de la purée	Prélever une cuillère arasée* de purée, la retourner sur le gobelet et évaluer le temps nécessaire au premier paquet de purée pour s'écouler de la cuillère.
		Collant, adhérent	de "pas collant" à "très collant"	Capacité du produit à adhérer au bord du gobelet	Placer la cuillère dans la purée. Dos en avant, appuyez-la par un léger mouvement d'avant en arrière sur le bord du gobelet et évaluer sa capacité à adhérer à la paroi.
	Recouvrement, nappant	de "pas recouvrant" à "très recouvrant"	Capacité du produit à épouser le dos de la cuillère	Placer la cuillère dans la purée. Retournez-la tout en la soulevant et évaluer la capacité du produit à recouvrir uniformément et à épaisseur égale le dos de la cuillère.	
	En remuant la cuillère	Fermeté	de "pas ferme" à "très ferme"	Evaluation de la résistance de la purée observée en tournant 3 fois la cuillère dans le gobelet	Placer la cuillère dans la purée. Remuez 3 fois et évaluez la résistance à tourner la cuillère. Plus c'est difficile de tourner la cuillère, et plus la purée est ferme.
Texture en bouche	Au repos	Poids	de "légère" à "lourde"	Evaluation du poids du produit sur la langue	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue et évaluer son poids, sans contact avec le reste de la bouche.
		Fluidité	de "pas fluide" à "très fluide"	Capacité du produit à s'écouler au repos	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue et évaluer sa capacité à s'étaler sur la langue. La langue reste à l'horizontale sans bouger.
	En mouvement	Biphase	de "monophasique" à "biphase"	Perception en bouche de deux phases distinctes	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue et écraser la entre la langue et le palais. Evaluer la présence de 2 phases.
		Velouté	de "pas velouté" à "très velouté"	Evaluation du critère moelleux, souple, fin de la purée	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue et la faire circuler dans la bouche.
		Fermeté	de "pas ferme" à "très ferme"	Evaluation de la résistance de la purée à la compression entre langue et palais	Placer une cuillère arasée de purée sur la langue et presser la à une vitesse lente entre la langue et le palais. Mesurer la résistance du produit à l'écrasement
		Collant	de "pas collant" à "très collant"	Evaluation de l'adhésion du produit au palais	Poser une cuillère arasée de purée à l'extrémité de la langue et coller immédiatement la langue au palais. Abaisser la langue et remonter la 3 fois de suite. Evaluer la quantité de produit adhérent au palais.
		Sec	de "pas sec" à "très sec"	Evaluation du caractère "pâteux, collant, sec" de la purée	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue, mastiquer 3 fois sans les dents et évaluer la sécheresse de la purée.
		Granuleux	de "pas granuleux" à "très granuleux"	Evaluation de la présence de grains en bouche	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue et l'écraser sur le palais tout en balayant avec la langue,
	Taille des particules	de "petites particules" à "grosses particules"	Evaluation de la taille des particules entre la langue et le palais	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue et l'écraser sur le palais tout en balayant avec la langue.	
	Nombre des particules	de "pas de particules" à "beaucoup de particules"	Evaluation du nombre de particules entre la langue et le palais	Poser une cuillère arasée de purée au centre de la langue et l'écraser sur le palais tout en balayant avec la langue.	

\* Cuillère arasée: Araser la cuillère avec la paroi du gobelet.

## 5. Outils statistiques

Les analyses statistiques qui ont été utilisées pour **interpréter** les résultats instrumentaux et sensoriels ont été toutes réalisées avec le logiciel **XLSTAT**.

Les outils statistiques utilisés comprennent des méthodes d'analyse de la variance (**ANOVA**) permettant de déterminer pour une variable donnée s'il existe des différences significatives entre plusieurs moyennes, des méthodes d'analyse des données permettant une représentation synthétique des données sous forme de graphiques : analyse en composantes principales (**ACP**), des méthodes permettant de mettre en relation des jeux de données : analyse procusteenne généralisée (**GPA**) et une méthode de modélisation (**Régression Linéaire**) permettant d'établir de relations entre différents paramètres.

### 5.1. ANOVA

L'analyse de la variance (ANOVA) est une méthode qui vise à **déterminer** s'il existe des **différences significatives** entre  $n$  objets ( $n \geq 2$ ) évalués selon une variable quantitative. La variable est le paramètre étudié et le terme facteur renvoie à l'effet étudié, ainsi l'ANOVA estime la **variance** (déviation standard au carré) attribuée à chaque facteur (généralement constitué de plusieurs niveaux) et également la variance due à une erreur attribuée à des facteurs externes (Lawless & Heymann, 2010).

L'ANOVA va déterminer si la dispersion autour de chaque moyenne (**intra-population**) est significativement plus petite face à la dispersion entre les moyennes (**inter-population**). Le test statistique porte sur la comparaison de la variance inter-population à la variance intra-population grâce à un test de Fisher. On interprète alors la **probabilité**  $p$  associée au **F de Fischer**. Plus cette probabilité est faible et plus le risque  $\alpha$  de se tromper en rejetant l'hypothèse **H<sub>0</sub>**, selon laquelle les moyennes sont identiques, est faible. Le facteur est considéré comme influent lorsque cette probabilité est inférieure à 5%.

### 5.2. Analyse en Composantes Principales

L'ACP fait partie des méthodes multidimensionnelles qui permettent d'analyser **plusieurs variables simultanément** et de tenir en compte de leurs corrélations. Les données à analyser se présentent sous la forme d'une matrice  $X$  qui comprend en ligne  $n$  « **individus** » que l'on veut décrire (par exemple, les produits) et en colonnes  $p$  **variables quantitatives** qui caractérisent les individus (par exemple, des descripteurs sensoriels issus du profil conventionnel ou des variables instrumentales).

Les variables de la matrice sont **centrées**, et la plupart du temps **réduites**, ceci est fait lorsque les variables ne sont pas exprimées dans les mêmes unités, afin de ne pas favoriser ou défavoriser artificiellement certaines variables. Ensuite, une transformation des variables initiales permet d'identifier de nouvelles variables décorrélées les unes des autres appelées **Composantes Principales** ou **axes**.

L'objectif de l'ACP est **de résumer la variabilité entre les individus** en un minimum de dimensions avec une perte d'information minimale. Les résultats peuvent se présenter sous la forme de **deux graphiques bidimensionnels** : le plan factoriel de la **projection de variables** (avec un **cercle de corrélations**) et le plan factoriel représentant les coordonnées des **individus dans l'espace**. Cette représentation permet de visualiser facilement la **corrélation** entre certaines variables et d'avoir une explication sur la **position des individus** dans l'espace en fonction des variables : la projection orthogonale d'un individu sur une variable donne une indication sur l'intensité de la valeur obtenue par l'individu sur cette variable par rapport aux autres individus.

#### *5.3. Analyse Procustéenne Généralisée*

L'analyse procustéenne généralisée, connu sous l'acronyme **GPA** (Generalized Procrustes Analysis) est une technique statistique qui génère une **configuration par consensus** à partir de deux ou **plusieurs groupes de données**. Dans une GPA, deux ou plusieurs configurations de points d'un espace multidimensionnel **sont superposées**, et le consensus se fait de manière itérative, en ajustant les configurations des groupes de variables par **centrage** (translation), l'application d'un **facteur d'échelle** (dilatation, concentration) et par **rotation** ou réflexion (Gower, 1975). Enfin, une ACP de la moyenne des configurations transformées permet la représentation des produits sur une carte des produits et des descripteurs individuels sur un cercle des corrélations.

#### *5.4. Régression Linéaire Multiple*

L'objectif des outils de modélisation statistique est l'établissement d'un modèle empirique de **liaison** entre un ensemble de **variables réponses Y** et un ensemble de **variables explicatives X**, dans le but de comprendre et décrire les relations entre X et Y. La régression linéaire consiste à calculer les coefficients  $b_i$  de la fonction polynomiale reliant, selon le critère des moindres carrés, la variable Y à une seule variable X (**régression simple**) ou à plusieurs variables  $X_i$  indépendantes (**régression multiple**).

Le modèle de **régression linéaire multiple** s'écrit de la façon suivante :

$$Y = a + b_1X_1 + b_2X_2 + \dots + b_kX_k + e$$

Où  $Y$  est la variable dépendante,  $X_1, X_2, \dots, X_k$  sont les variables indépendantes ;  $a$  est l'ordonnée à l'origine estimée,  $b_1, b_2, \dots, b_k$  sont les coefficients partiels de régression estimés et  $e$  est le terme d'erreur (résidu de régression).

Le **coefficient de corrélation (r)** mesure le degré de concentration de la dispersion des points autour de la droite de régression. Le coefficient de corrélation est une mesure d'association entre X et Y, il varie entre 1 (pour une corrélation positive parfaite) et -1 (pour une corrélation négative parfaite). Quand  $r=0$  il n'y a pas de relation linéaire entre X et Y. Il existe plusieurs coefficients de corrélation dont le mode de calcul diffère quelque peu. Le coefficient de corrélation le plus souvent utilisée est le coefficient de corrélation de Pearson.



# **CHAPITRE IV.**

## **RESULTATS ET DISCUSSION**



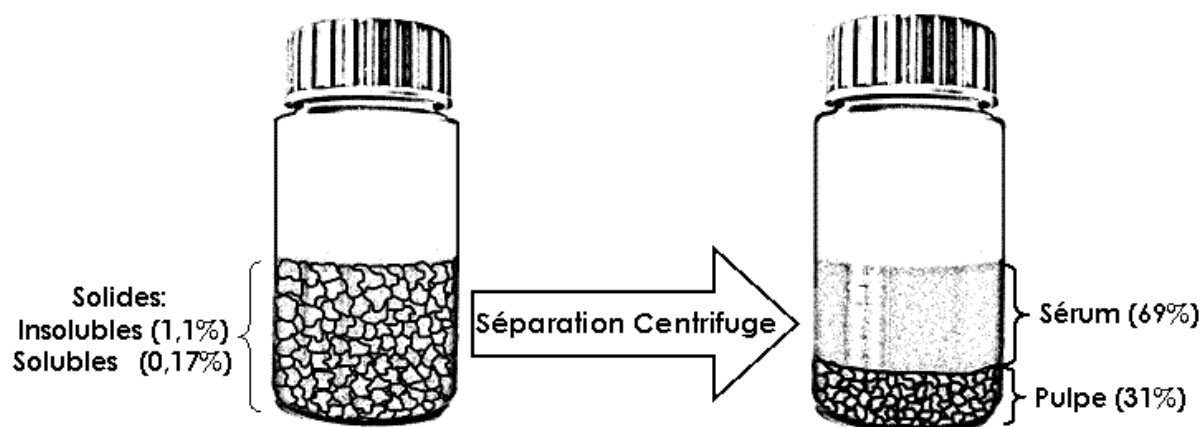


## IV. RESULTATS ET DISCUSSION

### 1. *Etude des caractéristiques physico-chimiques et de la structure de la purée de pomme de référence.*

La purée native (N), fabriquée par l'industriel, est la purée de référence de cette étude. En modifiant la structure initiale de celle-ci, différentes purées de structures et de textures variées ont été fabriquées. Cette première partie est dédiée aux caractéristiques physiques et de composition de la purée native.

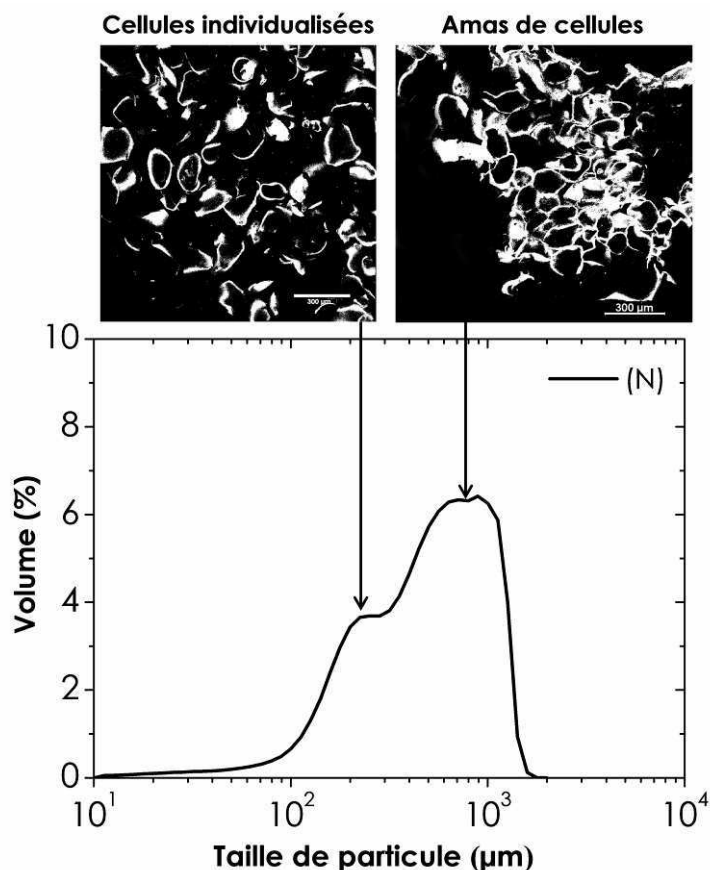
Les purées de fruits sont des dispersions concentrées de particules molles et déformables (la pulpe) qui sont en équilibre avec la phase continue (le sérum) (Rao, 1999). Lors de la séparation centrifuge, la purée (N) a été séparée en pulpe et sérum (Figure 45), avec les conditions spécifiques de centrifugation (C.f §III.3.2.3), le pourcentage de pulpe a été estimé de  $30,5 \pm 0,7$ . Comme le fruit initial, une purée de pomme est très riche en eau, la purée Native est constituée principalement d'une phase liquide, le sérum (98,9%) et seulement de 1,1% de solides insolubles (g / 100 g purée) correspondant à la teneur en paroi cellulaire. Cette faible quantité de paroi cellulaire est suffisante pour créer un « matériau » structuré tel qu'une purée. La teneur en polymères solubles (pectines) dans la purée (N) est de 0,17% (g polymères solubles/ 100 g purée). Colin-Henrion et al (2009) ont trouvé des valeurs légèrement plus élevées de 1,76% de solides insolubles et 0,66% de solides solubles pour une purée issue à 90% de la variété Golden et le 10% restant des pommes bicolores, cette différence est sans doute due à la différence entre les variétés et lots de pommes utilisées.



**Figure 45.** Séparation de la purée Native par centrifugation : Teneur en pulpe 31%.

Les particules présentes dans la purée native ont une distribution granulométrique bimodale, avec un premier pic observé à environ 1000  $\mu\text{m}$  et un second pic à environ 200  $\mu\text{m}$  (Figure 46). Ces deux populations de particules identifiées par granulométrie ont été

visualisées à l'aide de la microscopie confocale et optique. Ainsi les particules les plus petites représentent les cellules individualisées du parenchyme, tandis que les plus grosses particules représentent des amas de cellules de parenchyme non dissociées. Ceci confirme les résultats de Tarea (2005), ainsi que des observations faites sur d'autres purées végétales comme la pulpe de jaboticaba (Sato & Cunha, 2009).



**Figure 46.** Distribution en taille des particules de la purée (N) observées au granulomètre laser en parallèle d'observation de la structure en microscopie confocale : cellules individualisées et amas de cellules.

Le pH, l'acidité et la teneur en matière sèche de la purée (N) sont résumés dans le Tableau 13. La viscosité du sérum, prise dans le plateau newtonien (Figure 47) est de  $17,2 \pm 0,5$  mPa.s. La masse volumique du sérum, considérée comme proche de celle de la purée est de 1,051 g/mL. La matière sèche est légèrement plus élevée que le ° Brix, cette différence peut s'expliquer par la composition en solubles, le ° Brix indiquant la teneur équivalente en saccharose.

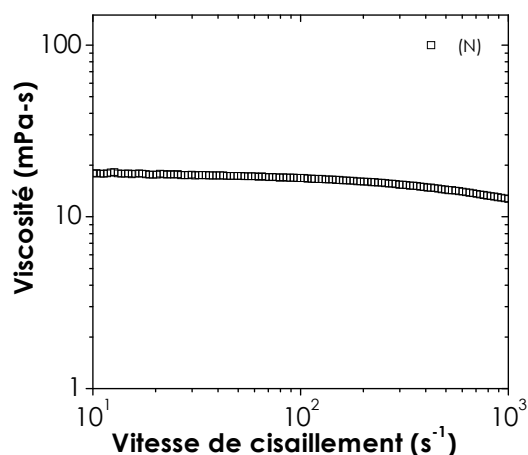


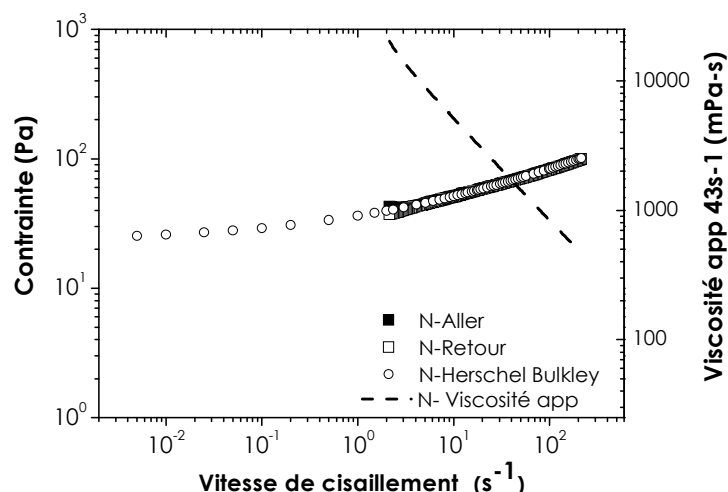
Figure 47. Viscosité du sérum de la purée native.

Tableau 13. Paramètres physicochimiques de la purée (N).

Paramètre	
% Pulpe (p/p)	30,5 ± 0,7
Solides insolubles (g/100g purée)	1,1 ± 0,1
Polymères solubles (g/100g purée)	0,17
° Brix	12,9 ± 0,1
Matière sèche (g MS/ 100g purée)	13,6 ± 0
Acidité (g acide malique / 100 g purée)	0,4 ± 0

En ce qui concerne les **propriétés rhéologiques**, la purée (N) de pomme a montré comme attendu un caractère **rhéofluidifiant**, la présence d'un **seuil d'écoulement** et un comportement très **peu thixotrope**. La Figure 48 représente la courbe d'écoulement correspondante et l'ajustement obtenu au modèle d'Herschel-Bulkley ( $R^2 = 0,998$ ) qui est le suivant ( $\sigma$  exprimé en Pa):

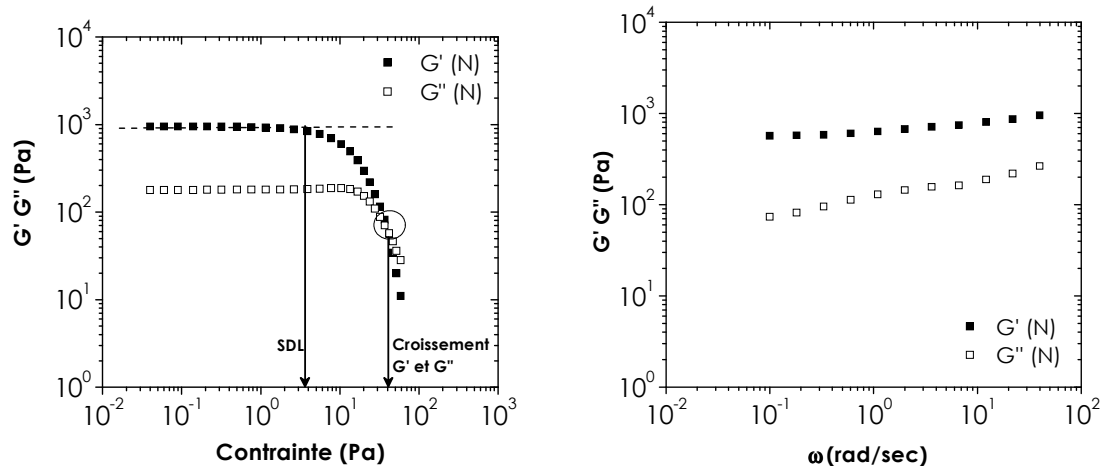
$$\sigma = 23 + 13,3 \dot{\gamma}^{0,33}$$



**Figure 48.** Courbe d'écoulement « Aller-Retour » de la purée (N), avec l'ajustement au modèle d'Herschel-Bulkley.

Quant aux **propriétés viscoélastiques**, la **sortie du domaine linéaire (SDL)** a été estimée à  $2,6 \pm 0,1$  Pa, et le seuil pris au **croisement de  $G'$  et  $G''$**  est de  $43 \pm 2$  Pa. Selon la méthode utilisée, les valeurs de seuil d'écoulement obtenues sont différentes. Logiquement, le seuil à la SDL est la valeur plus faible puisqu'il est pris à la sortie du domaine linéaire aux très petites déformations (Figure 49). La valeur du croisement de  $G'$  et  $G''$  ou la valeur extrapolée à partir de la courbe d'écoulement sont sans doute plus proches de ce qu'on observe au niveau macroscopique, quand la purée commence à s'écouler. Les ordres de grandeurs des valeurs obtenues par les 3 méthodes sont en accord avec ce qui a été trouvé dans des travaux précédents sur la compote et/ou purée de pomme (Colin-Henrion et al., 2009; Missaire et al., 1990; Tarea, 2005).

Le **spectre** ( $G'$  et  $G''$  en fonction de la fréquence) a montré que la purée (N) présente les caractéristiques typiques d'une suspension concentrée structurée où le module élastique  $G'$  est supérieur au module visqueux  $G''$  sur l'ensemble du domaine de fréquence exploré (Figure 49) et  $G'$  est peu dépendant de la fréquence ; ceci traduit bien le comportement de fluide à seuil d'écoulement (viscoplastique) que présentent les purées.



**Figure 49.** Propriétés viscoélastiques de la purée native : (a) Sortie du domaine linéaire à la fréquence de 10 rad/s et Seuil au croisement de  $G'$  et  $G''$  (b) Spectre à une contrainte de 2 Pa

En résumé, la **purée Native** est une dispersion des particules molles formées de **1,1 %** (g/100 g de purée) de solides insolubles constitués de **parois cellulaires** (cellulose et hémicellulose, matières pectiques résiduelles), et d'un sérum (formant la phase continue et remplissant les particules) contenant majoritairement des sucres (environ 13%) et **0,17%** (g/100 g de purée) de **pectines solubles**. Lorsque la purée (N) est **séparée** par **centrifugation**, le % en pulpe apparent est de **31%** (p/p). La viscosité du sérum est de 17,2 mPa.s.

La **distribution en taille** des particules de pulpe est bimodale : un premier pic à **1000  $\mu\text{m}$**  (**amas de cellules**) et le deuxième à **200  $\mu\text{m}$**  (**cellules individualisées**).

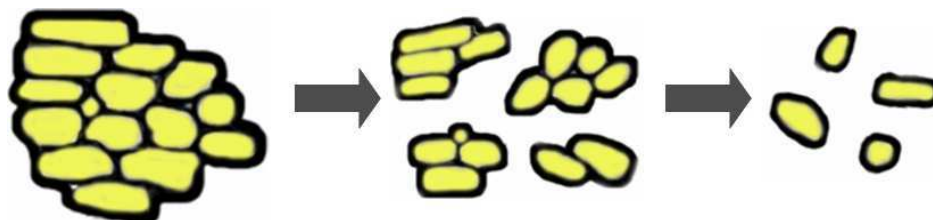
Concernant ses **propriétés rhéologiques**, la purée présente un comportement **rhéofluidifiant** ( $n = 0,33$ ), **peu thixotrope**, elle présente un **seuil d'écoulement** dont la valeur varie selon la méthode utilisée : celle-ci est de 23 Pa (**Herschel-Bulkley**), 43 Pa (**Croisement  $G'$  et  $G''$** ) ou de 2,6 Pa (**SDL**). Les propriétés **viscoélastiques** de la purée montrent les caractéristiques d'une suspension concentrée structurée où  $G'$  (800 Pa) est supérieur à  $G''$  (190 Pa).

## 2. Incidence du traitement mécanique sur les propriétés structurales de purées.

Le traitement mécanique, c'est-à-dire le **raffinage**, appliqué lors de la transformation de la pomme en purée est une des étapes « clés » impliquées dans la **modification structurale** du produit liée à l'état du **tissu cellulaire**. Le broyage va déterminer la **distribution en taille** des particules de pulpe de la purée qui aura une influence sur les propriétés du produit final.

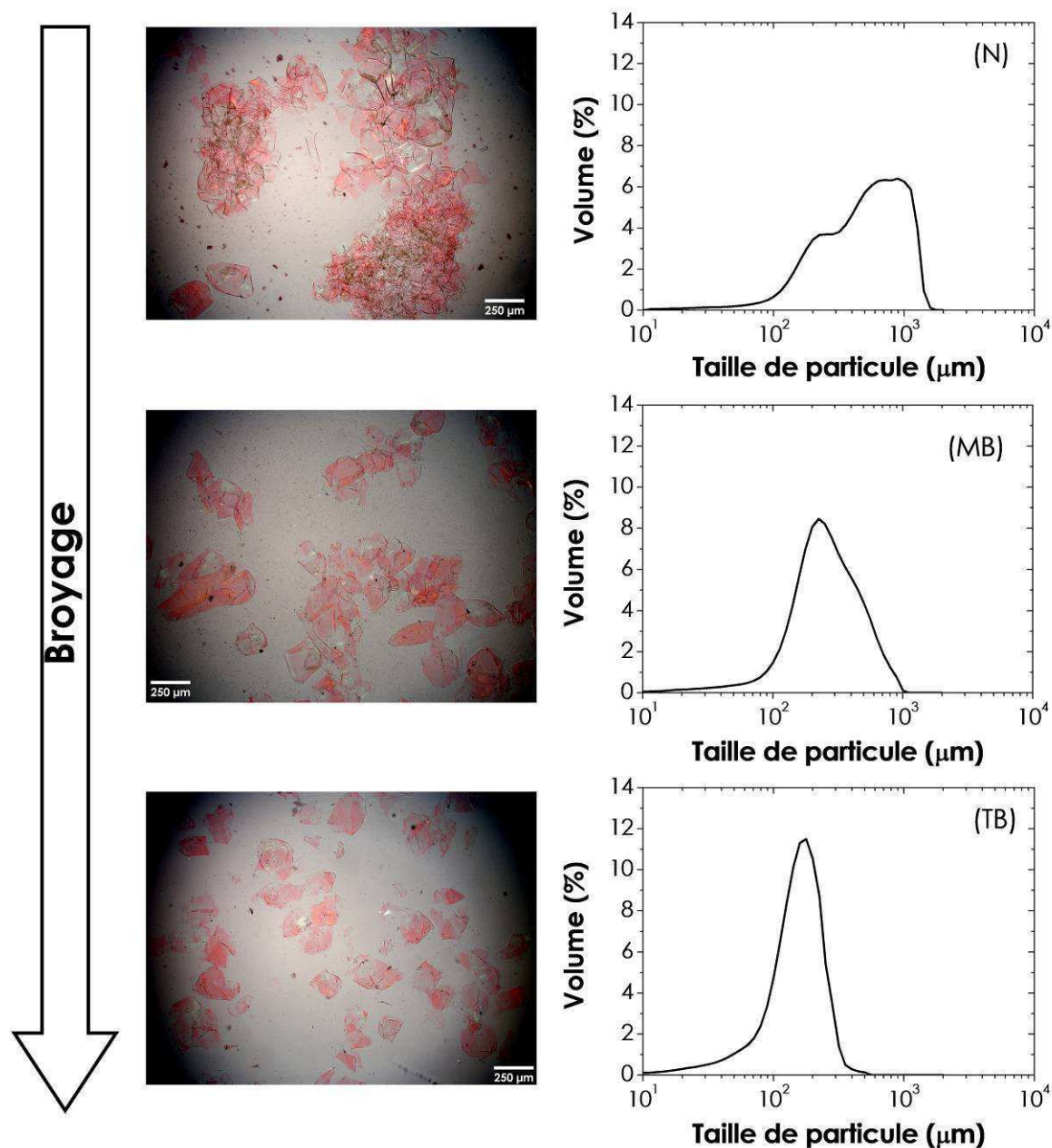
Cette partie vise ainsi à étudier l'impact du broyage et sera un des paramètres utilisés pour la création d'un espace produit de textures contrastées (c.f §IV.3).

Le fait de broyer la purée native entraîne une **séparation des amas de cellules en amas plus petits et en cellules individualisées** (Figure 50).



*Figure 50. Représentation schématique de l'effet du broyage sur les particules des purées.*

Ainsi, avec le broyage, la distribution en taille de particules a été modifiée. Dans le cas de la purée moyennement broyée (**MB**, 5000 tpm – 15 sec), le pic des amas de cellules représenté à 1000 $\mu$ m a diminué et le pic à 200  $\mu$ m a augmenté légèrement. En ce qui concerne la purée très broyée (**TB**, 10 000 tpm – 3 min), le pic à 1000  $\mu$ m a complètement disparu, donnant lieu à une distribution en taille quasi monomodale centrée à 200  $\mu$ m, ce qui indique que les amas de cellules ont tous été séparés en cellules individualisées (Figure 51). Le **d(0,9)** de chaque purée N, MB et TB est de : 1010  $\pm$  14  $\mu$ m, 500  $\pm$  4  $\mu$ m et 232  $\pm$  3  $\mu$ m respectivement. Les granulogrammes montrent également une traînée vers les petites tailles, environ 10  $\mu$ m et moins. Celle-ci correspond probablement à des fragments de cellules, elle devient plus visible pour l'échantillon TB, bien que restant peu importante en volume. Des **images** prises en **microscopie** optique et confocale ont permis de vérifier les résultats granulométriques et ont **confirmé** l'hypothèse de la **séparation des agrégats des cellules** lors du broyage (Figure 51). Les images de la purée (**N**) comprennent des amas de cellules (~ 1 mm) et des cellules individualisées (~ 200  $\mu$ m), la purée (**MB**) montre des amas de cellules plus petits et des cellules individualisées (~ 200  $\mu$ m), enfin dans la purée (**TB**) il n'y a que des cellules individualisées (~ 200  $\mu$ m). Quelques fragments cellulaires plus petits sont également visibles. La microscopie permet ainsi de conforter les hypothèses émises en granulométrie sur les tailles des éléments dispersés et fournit des informations complémentaires sur la morphologie et l'arrangement des particules dans la purée : les particules les plus grosses formées de cellules de parenchyme non dissociées sont de formes plus irrégulières que les cellules isolées.

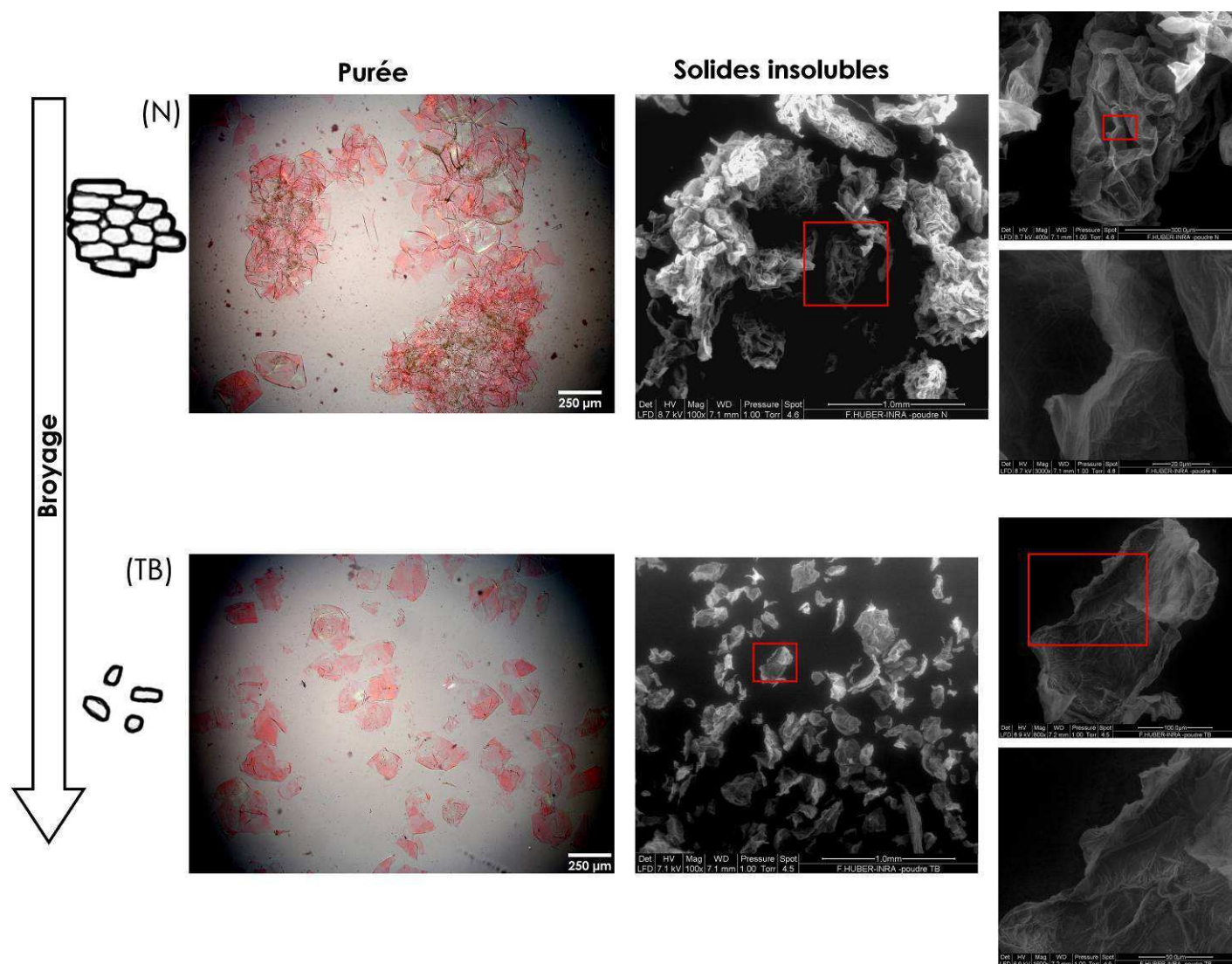


*Figure 51. Effet du broyage sur la structure de la purée : à gauche les images de microscopie optique (particules colorées au rouge congo) et à droite la distribution en taille respective des purées (N), (MB) et (TB).*

Avec le broyage, la **teneur en paroi cellulaire** (solides insolubles) de la purée de pomme **ne change pas**, elle est de 1,1 g/100 g de purée, pour les 3 purées ; comme mentionné précédemment les amas cellulaires ont simplement été séparés. En revanche, avec le broyage on observe une légère **diminution du pourcentage en pulpe** (déterminé par centrifugation), la purée native (N) avec 31%, (MB) avec 28% et (TB) 27%, cette diminution traduit un effet de tassement facilité par la diminution de la taille des particules et leur forme plus régulière.



Les solides insolubles de la purée (N) et (TB) obtenus par la technique de dosage des matériaux insolubles à l'alcool (voir chapitre §III.3.2.4), se présentent sous forme de « poudre ». Ces dernières ont été observées au microscope environnemental (Figure 52). Bien qu'il ne s'agisse que des parois, on retrouve bien la structure en amas cellulaire (N) et cellules isolées (TB). Les tailles ne sont pas très différentes de celles observées pour les éléments hydratés : de l'ordre du millimètre pour les amas de cellules (N) et de 200  $\mu\text{m}$  pour les cellules individualisées (TB). Tout se passe comme si les lavages et le séchage n'affectaient pas la forme des tissus, les vidant simplement de leur contenu liquide (sérum). Ces images montrent également la « souplesse » des parois séchées. Il serait intéressant d'approfondir l'étude des caractéristiques structurales et les propriétés de ces parois pour mieux comprendre le comportement des particules remplies de sérum. Nous avons simplement vérifié que lors de la mise en suspension de ces parois cellulaires dans de l'eau, nous retrouvions qualitativement les propriétés d'une suspension concentrée proches de celle d'une purée.



**Figure 52.** Effet du broyage sur la structure de la purée : à gauche images en microscopie optique sur la purée (N) et (TB) et à droite les images en microscopie environnemental des solides insolubles respectifs à différents grossissements.

Lors du broyage, la **viscosité du sérum** est légèrement modifiée comme observé dans le Tableau 14, elle varie entre 14,9 et 17,2 mPa.s, même si la différence est significative ( $p < 0,0001$ ), l'écart reste faible. La viscosité légèrement plus élevée du sérum de la purée N peut être rapproché du trouble observé sur celui-ci (C.f §III.3.2.5) qui est beaucoup moins marqué sur les purées broyées. La ré augmentation observée entre MB et TB, également assez faible, pourrait être rapprochée de la légère augmentation observée du taux de polymères solubles (pectines), mais là encore les variations sont faibles.

**Tableau 14.** Récapitulatif des propriétés physico-chimiques des purées N, MB et TB.

	<b>N</b>	<b>MB</b>	<b>TB</b>
<b>d(0,9)</b> ( $\mu\text{m}$ )	1010 $\pm$ 14	500 $\pm$ 4	232 $\pm$ 3
<b>% Pulpe</b> (p/p)	30,5 $\pm$ 0,7	28,7 $\pm$ 1	27,8 $\pm$ 0,2
<b>° Brix</b>	12,9 $\pm$ 0,1	12,5 $\pm$ 0,2	13 $\pm$ 0,1
<b>Polymères solubles</b> (g/100g purée)	0,17	0,16	0,20
<b>Solides insolubles</b> (g/100g puree)	1,1 $\pm$ 0,1	1,1 $\pm$ 0,2	1,1 $\pm$ 0
<b><math>\eta</math> Sérum</b> (mPa-s)	17,2 $\pm$ 0,5	14,9 $\pm$ 0,3	16,8 $\pm$ 0,1
<b><math>\eta</math> app Purée 43s<sup>-1</sup></b> (mPa-s)	1606 $\pm$ 56	1177 $\pm$ 21	622 $\pm$ 9
<b>G'</b> (Pa)	805 $\pm$ 9	582 $\pm$ 35	268 $\pm$ 15
<b>G''</b> (Pa)	189 $\pm$ 2	123 $\pm$ 4	64 $\pm$ 5
<b>Seuil tan <math>\delta</math></b> (Pa)	43 $\pm$ 2	25 $\pm$ 1	11 $\pm$ 0
<b>Seuil SDL</b> (Pa)	2,6 $\pm$ 0,1	1,7 $\pm$ 0,1	0,9 $\pm$ 0
<b>Seuil HB</b> (Pa)	23 $\pm$ 1,6	20,4 $\pm$ 0,2	12 $\pm$ 0,3
<b>n</b>	0,33 $\pm$ 0	0,39 $\pm$ 0,02	0,48 $\pm$ 0
<b>k</b> (Pa-s <sup>n</sup> )	13,3 $\pm$ 0,6	6,8 $\pm$ 0,8	2,3 $\pm$ 0

Le broyage a entraîné une diminution de la taille des particules et donc des changements dans les **propriétés rhéologiques**. La **viscosité apparente** a **diminué** après le broyage, elle est passée de 1600 mPa.s (N) à 1180 (MB) et 620 (TB) mPa.s, ceci confirme que c'est la **séparation des agrégats** de cellules qui engendre une diminution de la viscosité apparente. Le même comportement a été observé avec le broyage d'autres purées végétales : brocoli et carotte (Aguilera et al., 2000; Lopez-Sanchez et al., 2011). De même, **l'indice de consistance (k)** a diminué, ce qui est logique puisqu'il représente l'équivalent de la viscosité apparente à 1s<sup>-1</sup>. Le caractère rhéofluidifiant a diminué avec le broyage (augmentation de n) (Tableau 14). Lors du broyage les amas sont cassés et la **forme des objets change** (les objets deviennent plus petits et les formes plus régulières). On peut faire l'hypothèse d'une **fraction volumique apparente** qui diminue (C.f §IV.4.7), ce qui engendre une **modification** dans l'**organisation des particules** dans le **champ d'écoulement** lors du cisaillement. Ceci est

cohérent avec l'observation d'un tassement facilité (teneur en pulpe obtenu par centrifugation plus faible). Les courbes d'écoulement des 3 purées peuvent être observées à la Figure 53.

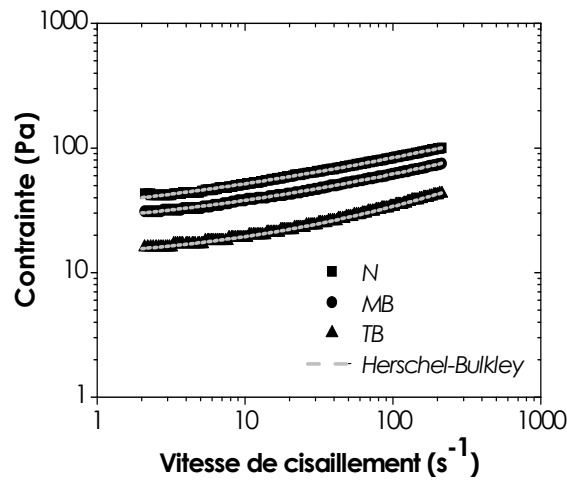


Figure 53. Courbe d'écoulement pour les 3 purées, avec la modélisation d'Herschel-Bulkley

Le **seuil d'écoulement** évolue également lors du broyage, quelle que soit la méthode utilisée, il a diminué : considérant en exemple le **seuil** « croisement  $G'$  et  $G''$  » (Figure 54), la purée (N) a un seuil de 43 Pa tandis que (MB) de 25 Pa et (TB) de 11 Pa. Là encore on peut reprendre la même hypothèse : lorsque la taille des particules diminue et que leur forme devient plus régulière, **l'organisation des particules dans le milieu** change et il est **moins encombré** (fraction volumique apparente plus faible), ce qui se traduit par un seuil d'écoulement plus faible.

Le **mêmes observations** ont été faites par Shijvens et al (1998) pour la purée de pomme : une diminution de la viscosité apparente et du seuil d'écoulement avec la diminution de la taille des particules. Pour la purée de chili vert et jaboticaba, une diminution de l'indice de consistance et un indice de comportement plus élevé ont été observés pour les tailles de particules plus petites (Ahmed et al., 2000; Sato & Cunha, 2009).

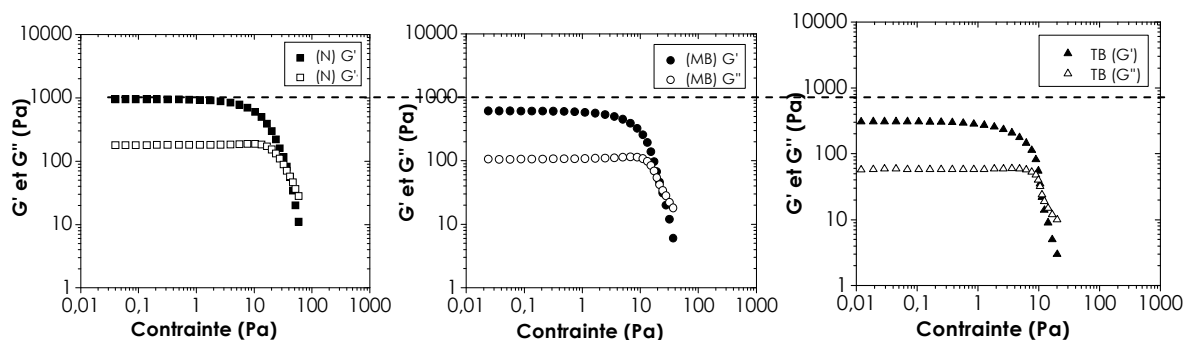


Figure 54. Effet du broyage sur le seuil d'écoulement (SDL) de (N), (MB) et (TB).

Le même effet est observé sur le niveau des modules ( $G'$  et  $G''$ ), il est également attribuable à l'effet de diminution d'encombrement apparent global avec le broyage. Mais si le broyage a conduit à des **propriétés viscoélastiques plus faibles** (Tableau 14), les purées broyées forment toujours un **réseau connecté de particules** plus ou moins **structuré/encombré** selon leur taille (Figure 55). Les propriétés de (**N**) et (**MB**) sont **plus proches** que celles de (**TB**), ceci peut s'expliquer par leur **granulométrie** : (**N**) et (**MB**) ont des distributions en taille de particules plus proches (avec la présence d'amas de cellules) tandis que (**TB**) est plus séparé avec un pic bien défini de cellules individualisées.

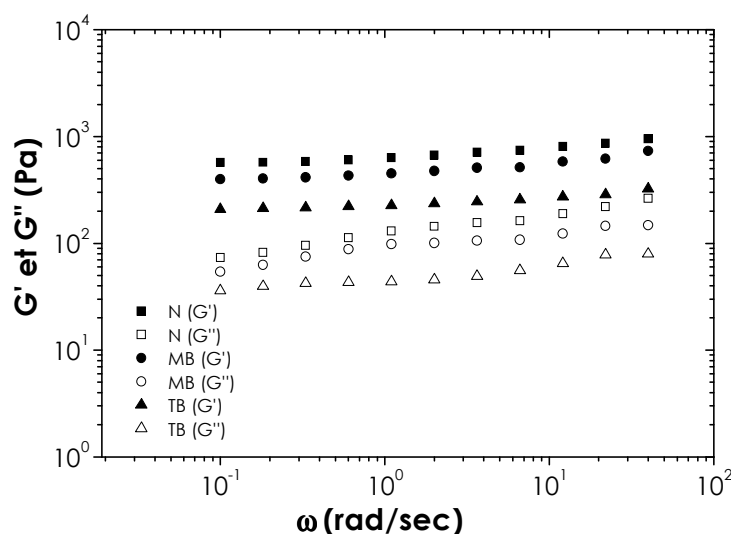


Figure 55. Spectre en fréquence de (*N*), (*MB*) et (*TB*)

En résumé, le **traitement mécanique** de broyage appliqué aux purées entraîne la **séparation des amas des cellules** en amas plus **petits** et, de plus en plus majoritairement séparés en **cellules individualisées** (Tarea, 2005), ceci est bien visible par les **changements** dans la distribution en **taille** des particules et confirmé par les observations microscopiques. Il s'agit de modifications de structure importantes.

La quantité de **paroi cellulaire** n'est pas affectée par le broyage, cependant la **teneur en pulpe** (déterminée par centrifugation) change, ce qui montre que le tassement des particules ne se fait pas de la même manière selon la distribution en taille, il est favorisé pour les plus petites particules.

La **viscosité** du sérum n'est pas sensiblement affectée par le broyage.

La distribution en taille de particules a une influence considérable sur les **propriétés rhéologiques** des purées, la viscosité apparente, le seuil d'écoulement, l'indice de consistance, le comportement rhéofluidifiant, les niveaux des modules viscoélastiques **diminuent avec le broyage** (Figure 56). Ceci est dû à la séparation des amas de cellules et à

un effet de diminution d'encombrement que l'on peut assimiler à une diminution de fraction volumique apparente.

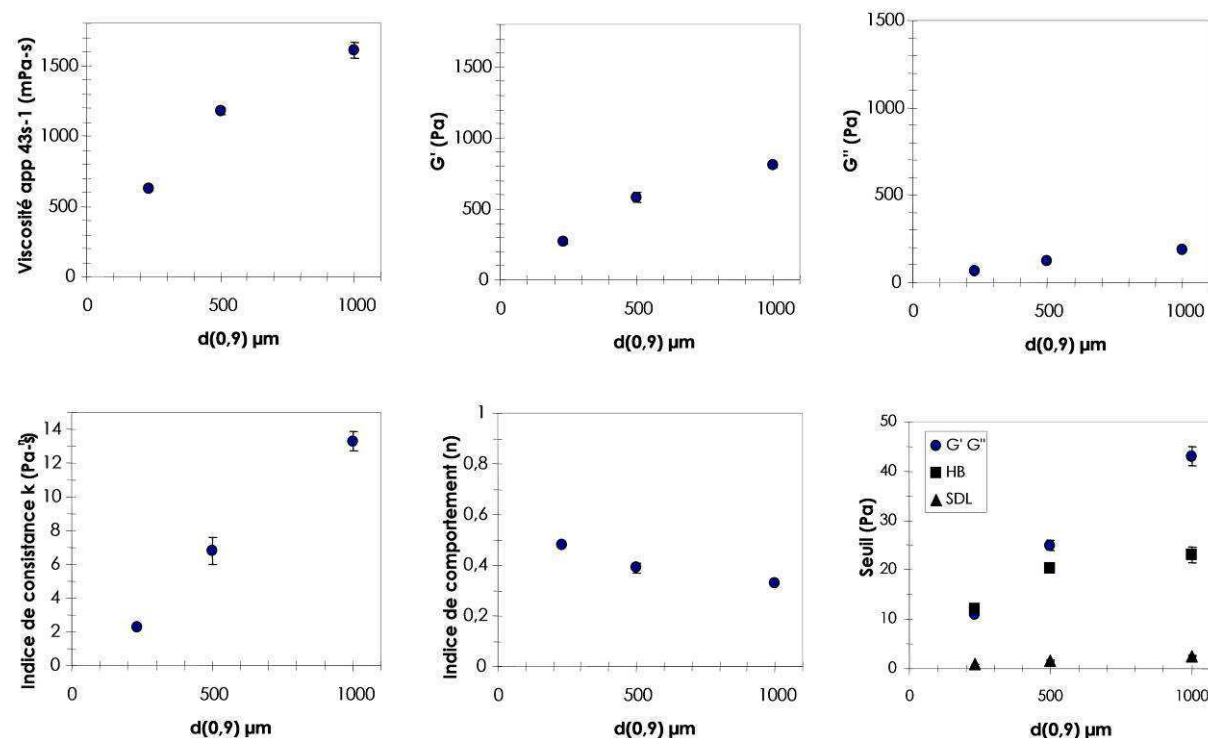


Figure 56. Effet du broyage sur les propriétés rhéologiques des purées.

### 3. Génération d'une stratégie de création d'un espace produit de textures contrastées

Afin d'étudier la relation entre les propriétés rhéologiques, structurales et sensorielles des purées de pomme, notre travail s'est focalisé pour partie sur la **mise en place d'une stratégie** ayant pour but d'obtenir des purées avec des structures et textures variées.

Une **étude préliminaire** (sensorielle et instrumentale) a permis d'une part de valider cette stratégie et d'autre part de fixer les bornes de textures à utiliser.

#### 3.1. Stratégie et produits

La démarche suivie pour créer des purées avec différentes textures est une stratégie de **séparation – reconstitution** couplée à un traitement de **broyage**. Dans une étape préliminaire, **huit produits**, issu de pommes Golden Delicious, ont été préparés à l'échelle **laboratoire** à partir d'une purée industrielle (CF) et d'une purée fabriquée à échelle pilote (CTCPA), les purées ont été plus ou moins broyées et plus ou moins concentrées en pulpe, ces produits ont été comparés à **8 purées** de pommes **commerciales** (Tableau 15).

**Tableau 15.** Détails des 16 purées de pomme utilisées lors de l'étude préliminaire.

Description / Marque	Type de purée	Code
Saint Mamet	Purée commerciale	STMAM
Casino Ondilege	Purée commerciale	CAS
Materne	Purée commerciale	MAT
Le Cabanon	Purée commerciale	CAB
Bledina	Purée commerciale	BLE
Monoprix	Purée commerciale	MPIX
Andros	Purée commerciale	AND
Monoprix Dessert	Purée commerciale	MON
Purée Native CF	CF - Native	CF - N
Purée laboratoire CF	CF - diluée	CF - N25
Purée laboratoire CF	CF - Très broyée	CF - TB
Purée laboratoire CF	CF - Très broyée et concentrée	CF - TB65
Purée Native CTCPA	CTCPA - Native	CT - N
Purée laboratoire CTCPA	CTCPA - Concentrée	CT - N65
Purée laboratoire CTCPA	CTCPA - Broyée	CT - TB
Purée laboratoire CTCPA	CTCPA- Broyée et diluée	CT - TB25

### 3.2. Résultats de la caractérisation instrumentale

La distribution en taille des particules, la teneur en pulpe, la viscosité du sérum et la viscosité apparente ont été déterminées pour les 16 produits, selon les protocoles mentionnés précédemment (C.f §III. 2.2.1 / 2.2.3 / 2.2.5 / 2.3.4.1), mais une seule fois. Les résultats sont résumés dans le Tableau 16.

**Tableau 16.** Récapitulatif des données instrumentales des produits de l'étude préliminaire, classées en ordre décroissant selon la viscosité du sérum.

Produit	Code	% pulpe	d (0.9) µm	$\eta_{app} 43 s^{-1}$ mPa-s	$\eta_{serum}$ mPa-s
Le Cabanon	CAB	41	821	2125	59,4
Bledina	BLE	42	514	2013	56,8
Monoprix dessert	MON	42	655	1413	38,9
Materne	MAT	39	617	1975	25
Andros	AND	35	579	1563	22,9
Saint Mamet	STMAM	33	1008	1425	17
Monoprix	MPIX	35	977	1313	16,1
CF - Très broyée	CF - TB	26	233	651	14,9
CF - Très broyée et concentrée	CF - TB65	57	231	2075	14,9
CTCPA - Concentrée	CT - N65	65	1302	4525	14,6
CTCPA - Native	CT - N	34	1265	1975	14,6
CF - Native	CF - N	29	1150	1575	13,7
CF - diluée	CF - N25	30	1055	929	13,7
Casino Ondilege	CAS	35	901	1201	13,3
CTCPA - Broyée	CT - TB	23	250	749	13,1
CTCPA- Broyée et diluée	CT - TB25	31	253	580	13,1

Le **pourcentage en pulpe** pour les produits du **commerce** varie entre 33 et 42%, pour les produits du **laboratoire** entre 23 et 65%, ceux-ci couvrent une gamme plus large que les produits du commerce.

Le **d(0.9)** pour les purées du **commerce** varie entre 514 et 1008  $\mu\text{m}$ , pour les produits du **laboratoire** entre 231 et 1302  $\mu\text{m}$ ; certaines purées du laboratoire présentent des granulométries plus fines que celles du commerce.

La **viscosité apparente** (à  $43\text{s}^{-1}$ ) pour les produits du **commerce** varie entre 1201-2125 mPa.s et pour les produits du **laboratoire** entre 580- 4525 mPa.s. Les purées du laboratoire peuvent présenter des viscosités plus faibles et plus élevées que celles trouvées dans les purées commerciales.

La **viscosité du sérum** pour les produits du **commerce** varie entre 13,3 et 59,4 mPa.s et pour les produits du **laboratoire** entre 13,1 et 14,9 mPa.s. La viscosité du sérum des purées du laboratoire ne varie pas beaucoup, tandis que quelques produits du commerce ont des viscosités presque 4 fois plus élevées que celles du laboratoire.

Les différences observées avec les variétés du commerce, trouvent probablement leur origine dans la différence des variétés de pommes mises en œuvre, ainsi que dans le procédé de fabrication.

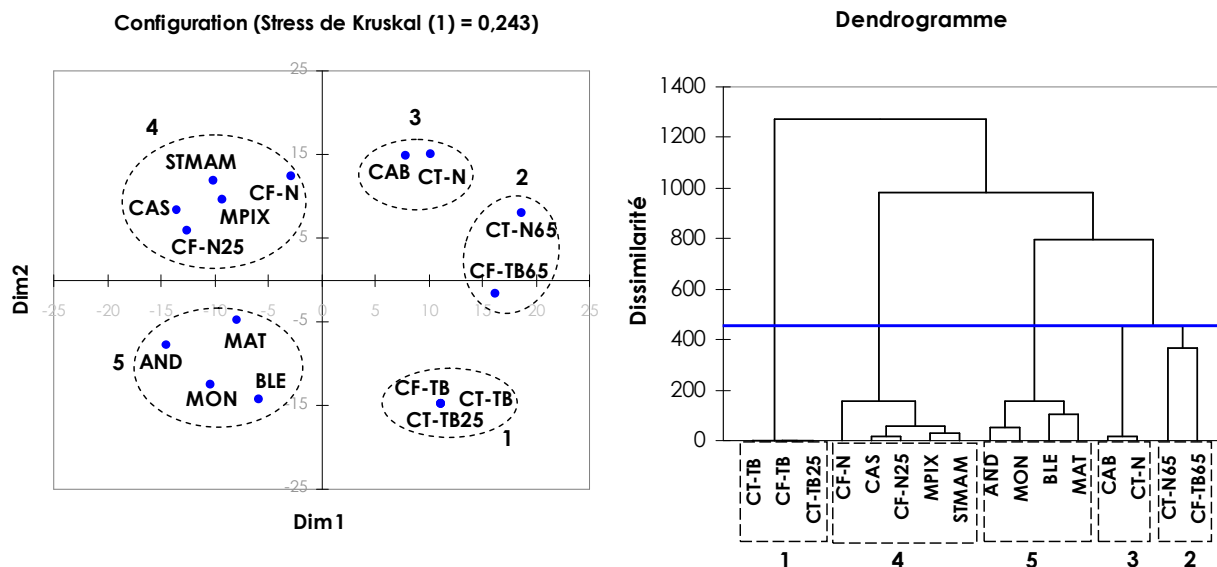
### 3.3. Résultats du « tri libre »

Un test sensoriel de **tri libre** au **niveau de la texture**, a été effectué pour connaître le positionnement des purées fabriquées au laboratoire entre elles et par rapport aux purées du commerce (protocole C.f. § III.4.1).

Les résultats ont été traités avec la technique **MDS non métrique**, à partir d'une matrice de similarité qui indique le nombre de fois où deux produits différents ont été placés dans le même groupe par les membres du panel. Cette matrice a été transformée en une matrice de dissimilarités puis analysée par une MDS non métrique. Les produits ont été **regroupés en 5 clusters**, grâce à une **CAH** sur les dix premières composantes issues de la MDS (Figure 57) : les groupes **1 et 2** sont constitués uniquement de produits formulés au laboratoire, ce qui a permis de **valider** la stratégie de création des nouvelles textures, notamment avec le broyage et la concentration en pulpe. Les groupes **3 et 4** sont constitués des produits du **commerce** et du **laboratoire**, ce qui confirme qu'il y a des produits du laboratoire présentant des textures proches de celles trouvées dans le commerce. Enfin, le groupe **5** comprend seulement des produits du **commerce**. La particularité de ce groupe de produits est une **viscosité du sérum élevée** (Tableau 16), c'est pourquoi il est ressorti que pour **compléter** la stratégie il était



intéressant de faire varier la **viscosité** du **sérum** de certains produits, en l'occurrence de l'**augmenter**, pour couvrir un plus large espace de textures.



**Figure 57.** Résultats du tri libre, à gauche : positionnement des produits commerciaux et du laboratoire, à droite classification de produits en groupes par CAH

Dans un second temps, il a été demandé aux panélistes de décrire leurs groupes de produits en utilisant des termes descriptifs. Un tableau de contingence a été construit dans lequel est indiqué pour chaque produit le nombre de fois où un terme a été utilisé par le panel. Une analyse factorielle de correspondances (AFC) a été réalisée sur ce **tableau de contingence**. Les termes les plus utilisés pour différencier les purées étaient liés à la **consistance** et à la **granulométrie** : pâteuse, collant, liquide, fluide et granuleuse, lisse, morceaux. Les deux premiers axes de l'AFC représentent respectivement 46,1% et 27,2% de l'information, soient 73,3 % au total (Figure 58). Il est possible de rapprocher les termes utilisés avec les 5 groupes préalablement identifiés :

- **Groupe 1**, constitué que des produits du laboratoire qui ont été broyées : Lisse, sans morceaux, liquide, crémeuse.
- **Groupe 2**, constitué que des produits du laboratoire concentrés en pulpe : Pâteuse, compacte, sec, collant, épais.
- **Groupe 3**, constitué d'une purée du laboratoire et d'une commerciale : Granuleuse, beaucoup de morceaux.
- **Groupe 4**, constitué de 3 produits du commerce et 2 du laboratoire : Morceaux moyen, moyen granuleuse, moyen compact, onctueuse.
- **Groupe 5**, constitué que des produits du commerce : Moyen épais, pas granuleuse.

Ainsi, les termes descriptifs sont en accord avec les caractéristiques structurales des purées. Par exemple, lisse pour les broyées ou collant pour les concentrées.

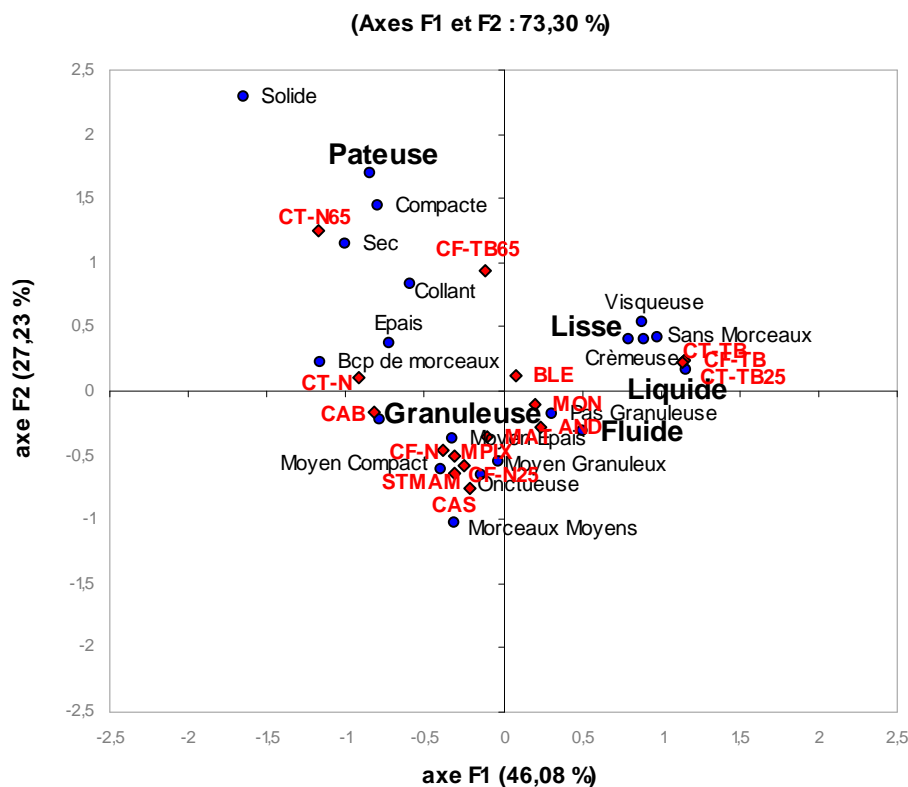


Figure 58. Deux premiers axes de l'AFC sur les termes issus du tri libre.

### 3.4. Définition de la stratégie pour créer un espace de produits de textures contrastées

L'étude préliminaire a permis de confirmer que les 3 axes suivants étaient pertinents pour une création et un élargissement de la gamme des textures :

- **Broyage** : Qui permet de varier la distribution en taille de particules et de passer d'une structure granuleuse à une structure plus fine.
- **Séparation – Reconstitution** : La séparation de la purée en pulpe et en sérum permet de reconstituer des purées ayant des teneurs en pulpe différentes (parois), plus ou moins concentrées.
- **Augmentation de la viscosité du sérum** : La variation de la viscosité de la phase continue permet de moduler la consistance de la purée d'une autre façon que par la teneur en pulpe.

La **préparation des produits** a été présentée dans la partie matériels et méthodes (§.III.2).

### 3.5. Construction des plans expérimentaux

Suite à la **définition de la stratégie** qui permet de créer des produits de textures et structures variées, **deux plans expérimentaux** ont été construits pour préparer des purées de pomme qui permettront d'étudier les relations entre la structure, la rhéologie et la texture.

Le **premier plan (M1)** a pour objectif étudier l'effet de la **taille des particules** et de la **teneur en particules** sur les propriétés des purées et de modéliser les relations possibles entre les propriétés structurales- rhéologiques et structurales – sensorielles.

Le **deuxième plan (M2)** plutôt de caractère exploratoire, a pour objectif d'étudier l'effet de la phase continue et la distribution en taille de particule sur les propriétés des purées.

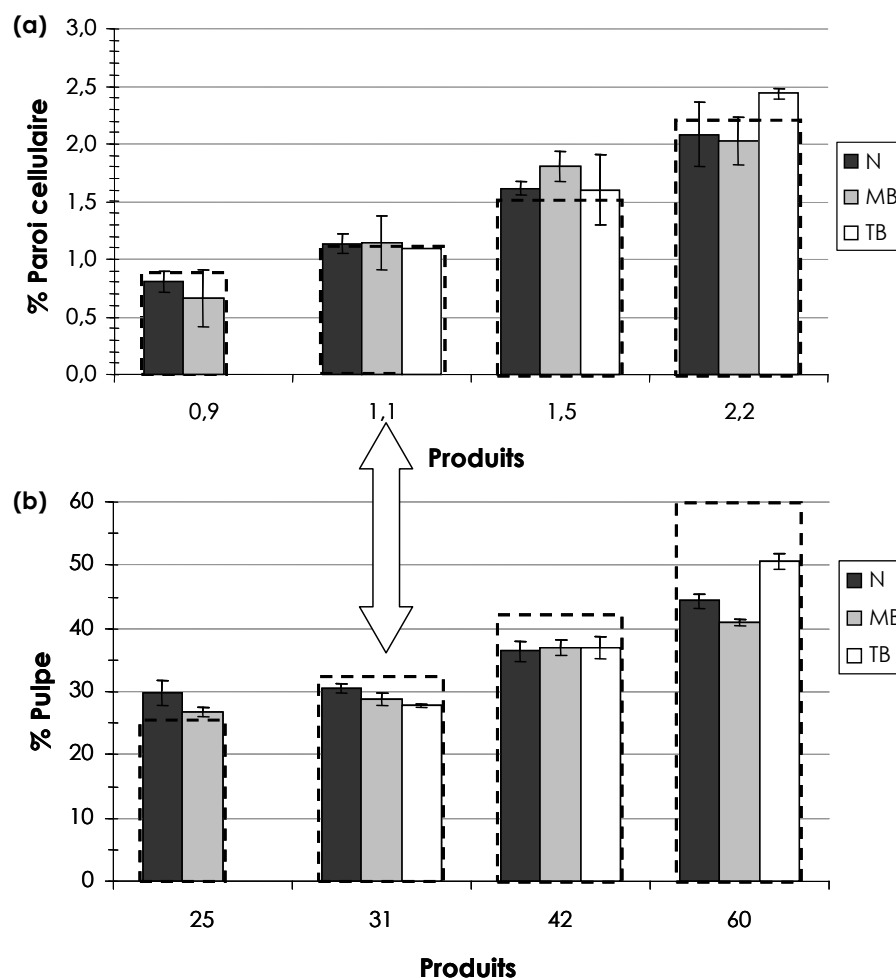
#### ▪ Plan expérimental 1 : Effet de la concentration en pulpe et de la taille de particule

La particularité de ce plan expérimental est que les différentes textures et structures sont générées **à partir d'une seule purée (N)**. Il s'agit d'un **plan à 2 facteurs : taille** des particules et **concentration** en particules/pulpe. **Trois niveaux** pour la taille de particules : 230 ; 600 et 1200  $\mu\text{m}$  et **4 niveaux** pour la teneur en particules insolubles : 0,9 ; 1,1 ; 1,5 et 2,2 % (Tableau 17a). Le **pourcentage en pulpe théorique** des produits calculé en considérant un simple effet proportionnel à la concentration ou à la dilution est indiqué dans le Tableau 17b. Le Tableau 17c permet **d'identifier les noms des produits**, la première lettre donne une information sur la granulométrie (N, MB ou TB) et le numéro, retenu arbitrairement, indique la teneur en pulpe théorique, par **exemple** le produit **TB38** correspond à une purée **très broyée** et concentrée en **pulpe** à un niveau théorique de **38%** relativement à la purée native, il présente une **teneur en paroi cellulaire** de **1,5%**. Il peut être remarqué dans les deux tableaux qu'un produit n'est pas indiqué (**le plus bas aux deux niveaux**, teneur en paroi et taille), il **a été éliminé** car il s'agissait d'une purée très diluée présentant une **texture en dehors de l'espace produit** des purées (plutôt une texture de « smoothie »). Ainsi un total de onze produits est issu de ce plan expérimental. Il permettra de décrire et de **modéliser** la relation entre les paramètres structuraux, rhéologiques et sensoriels.

**Tableau 17.** Plan expérimental 1 : (a) Exprimé en teneur en paroi cellulaire (b) Exprimé en % en pulpe théorique (c) Noms de produits. Purée Native en gris.

(a)					(b)					(c)			
d(0,9) $\mu\text{m}$	Paroi cellulaire (%)				d(0,9) $\mu\text{m}$	Pourcentage en pulpe (%)				Noms de produits			
	0,9	1,1	1,5	2,2		25	31	42	60	N25	N31	N42	N60
1000 (N)	0,9	1,1	1,5	2,2	1000 (N)	25	31	42	60	N25	N31	N42	N60
500 (MB)	0,9	1,1	1,5	2,2	500 (MB)	22	28	39	57	MB22	MB28	MB39	MB57
230 (TB)	-	1,1	1,5	2,2	230 (TB)	-	27	38	56	-	TB27	TB38	TB56

La **teneur en paroi cellulaire** et le **pourcentage en pulpe** ont été **mesurés** pour les onze produits, il est observé que la **teneur en paroi cellulaire** correspond bien à ce qui était attendu avec le plan expérimental (Figure 59). Le **broyage ne modifie pas la quantité de paroi cellulaire** : les purées (N), (MB) et (TB) ont la même teneur en paroi de **1,1%** tandis que la **teneur en pulpe** (déterminée par centrifugation) est **affectée par le broyage** (comme mentionné dans le point §IV.2). Pour une même teneur en paroi, elle est différente pour (N), (MB) et (TB), mettant en évidence un **tassement facilité** pour les particules de taille plus petite. Ainsi, en ce qui concerne les **purées diluées et concentrées**, la teneur en **paroi cellulaire** est proche de ce qui était attendu pour chaque niveau du plan expérimental, pour les purées **diluées  $0,8 \pm 0,1\%$** , et pour les purées **concentrées  $1,6 \pm 0,1\%$  et  $2,2 \pm 0,2\%$** . Par contre pour les produits **dilués**, le pourcentage en pulpe est **légèrement supérieur** au pourcentage en pulpe théorique sans dépasser 31% ; pour les **purées concentrées** les valeurs sont **plus faibles** qu'attendues. Le **tassement** des particules peut varier en **fonction** de la **forme**, la **taille** mais aussi en fonction de la **quantité de particules** dans l'échantillon. A taille et forme constantes, plus la masse de particules est importante, plus l'effet de tassement apparaît important relativement à la teneur en pulpe attendue estimée proportionnellement à la quantité de matière présente (Figure 59).



*Figure 59. (a) Teneur en paroi cellulaire VS (b) Teneur en pulpe (en pointillé valeur théorique calculée en référence à la purée N )*

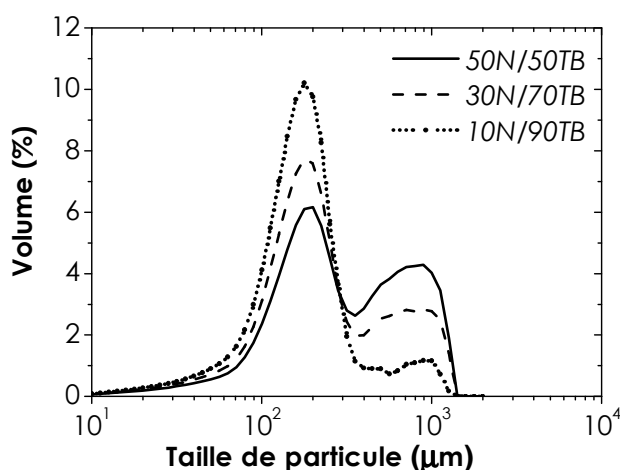
▪ **Plan expérimental 2 : Effet de la phase continue et du mélange de purées de tailles de particules différentes**

Le **deuxième** plan expérimental a comme objectif d'étudier **l'effet de** l'épaississement de **la phase continue** avec de la pectine, ainsi que la **perception** des produits constitués **d'un mélange de particules** de purées **de différentes tailles** avec des **ratios différents**. Ce plan est basé sur le premier plan. **4 produits** du premier plan ont été choisis (N25, N42, N27 et TB38) et préparés **sans et avec pectine** (pour épaissir le sérum), et **3 produits** issus de mélanges des purées (N) et (TB) avec ratios différents (**50-50%**, **30-70%** et **10-90% N-TB** respectivement). Onze produits sont issus de ce plan (Tableau 18).

**Tableau 18.** Plan expérimental 2 : Effet de la viscosité du sérum et mélange de purées de différentes tailles avec ratios différents.

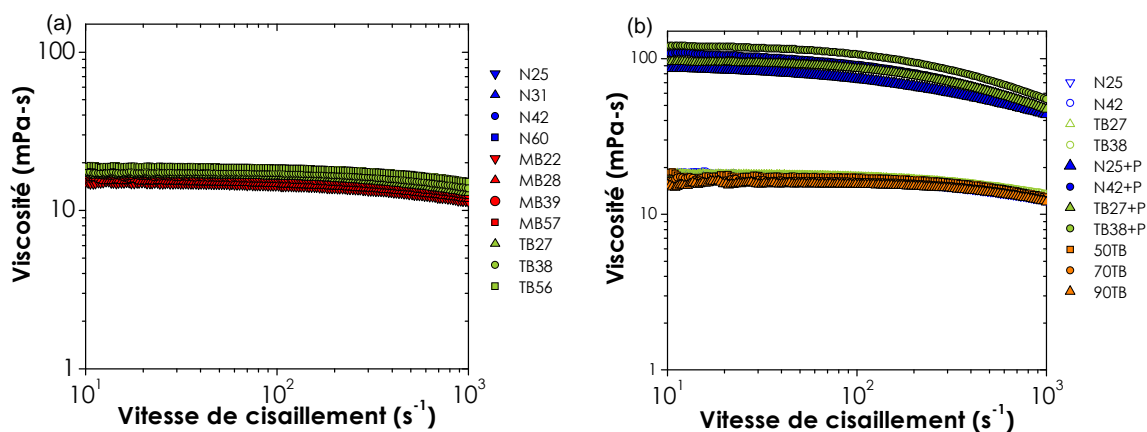
Sans pectine	Avec pectine	Mélanges (proportion N/TB)
N25	N25+P	50/50
N42	N42+P	30/70
TB27	TB27+P	10/90
TB38	TB38+P	

Les différentes **proportions** des trois purées issues de **mélanges** des purées (N) et (TB) sont bien visibles dans les granulogrammes correspondants (Figure 60) à partir des deux pics caractéristiques de 1000  $\mu\text{m}$  (purée N) et 200  $\mu\text{m}$  (purée TB) bien identifiés.



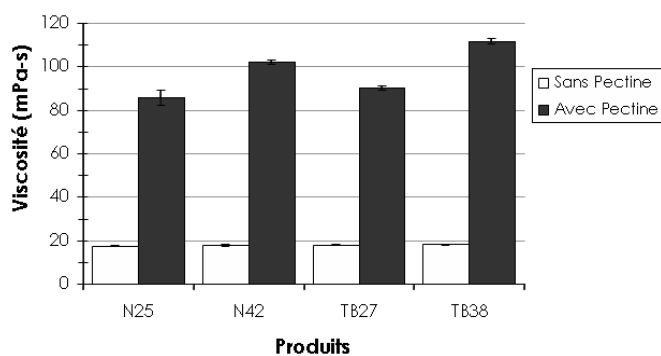
**Figure 60.** Granulogrammes des 3 produits issus de mélanges de (N) et (TB) en différents ratios.

La viscosité du sérum pour les **produits sans pectine** oscille entre **16,3** et **18,1** mPa.s, celle de la purée (N) étant à **17,2** mPa.s, lorsque les purées sont concentrées en pulpe, la viscosité du sérum a une légère tendance à augmenter. Avec l'ajout de pectine, la **viscosité du sérum** est **6 fois** plus élevée qu'initialement. (Figure 61). L'épaississement du sérum est bien marqué comme attendu, la viscosité a augmenté jusqu'à **90-100 mPa.s**. Par comparaison, To (2011) a trouvé une valeur de **136 mPa.s** pour une purée de variété **Granny Smith** et **13,3 mPa.s** pour une purée de variété **Golden Delicious**, et (Tarea, 2005) des viscosités du sérum entre **11,9** et **240 mPa.s** pour des purées et compotes de pomme commerciales.



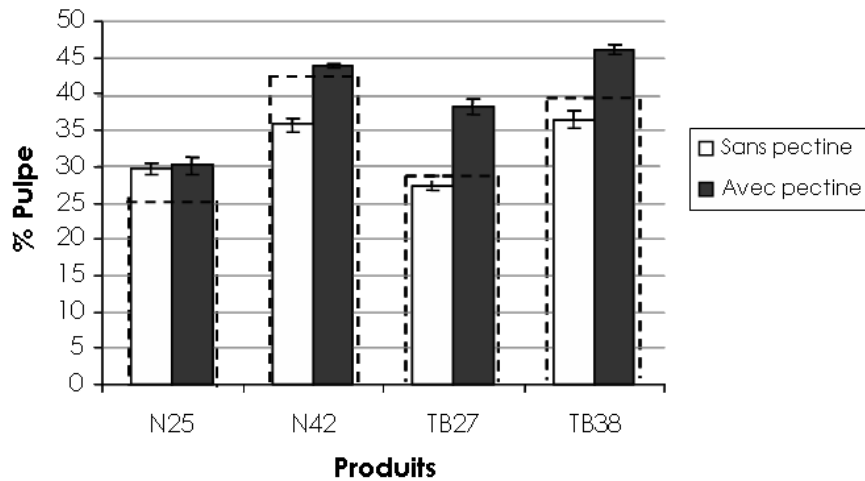
**Figure 61.** Viscosité du sérum des purées (a) plan expérimental 1 (b) plan expérimental (2).

Il peut être observé (Figure 62), lorsque les **purées sont concentrées** en particules, que la **viscosité du sérum** est un peu **plus élevée** que la purée diluée, bien que la même quantité de pectine (1%) ait été ajoutée. Parmi les hypothèses, on peut évoquer un **effet de synergie** entre la **pectine ajoutée** et les **pectines solubles déjà présentes** dans le sérum, d'autant plus marqué que la concentration en pulpe est plus élevée puisqu'une quantité de pectines plus importante est mesurée pour les purées natives les plus concentrées : 0,11 et 0,21 % pour N25 et N42 respectivement.



**Figure 62.** Viscosité du sérum des purées avec et sans pectine.

En ce qui concerne le **pourcentage en pulpe** des purées avec pectine ajoutée, les valeurs obtenues sont **plus élevées** qu'attendues par comparaison aux purées sans pectines (Figure 63). Ceci est dû à un effet de la **viscosité** du sérum, celle-ci étant plus élevée, ce qui induit **une cinétique de séparation plus lente** lors de la centrifugation sans que l'équilibre de séparation soit atteint, le protocole de centrifugation utilisé étant le même que pour les purées sans pectine ajoutée.



**Figure 63.** Pourcentage en pulpe des purées avec et sans pectine (en pointillé valeur théorique calculée proportionnellement à la quantité de purée native engagée)

En résumé, pour **étudier la relation entre les propriétés rhéologiques, structurales et sensorielles** des purées de pomme, une **stratégie** de création de **textures variées** a été mise en place par **variation maîtrisée** des paramètres de **structure** du produit. Une **étude préliminaire** a permis de **fixer le domaine des textures** à explorer et d'**identifier** une stratégie expérimentale basée sur une logique de **séparation – reconstitution** pulpe/sérum à partir d'un même lot de purée de base, couplée à un traitement de **broyage** avec **épaississement** possible de la **phase continue**. **2 plans d'expériences** ont été construits : le **premier** pour étudier et modéliser les effets de la **taille** et la **teneur en particules**; la construction de ce plan a permis d'**identifier l'importance** de préparer les produits en prenant en compte la **teneur en paroi cellulaire** et **non le pourcentage en pulpe** qui varie selon la taille et la quantité des particules dans la purée. Le **deuxième** plan de caractère **exploratoire** a été réalisé pour étudier l'effet de la viscosité de la **phase continue** sur les propriétés des purées et la **perception du granuleux** lorsque la purée est composée de deux distributions en taille des particules en proportions variables. Avec **l'ajout de pectine**, la viscosité du sérum a été augmentée d'un facteur 6, de 17,2 mPa.s jusqu'à 90-100 mPa.s.

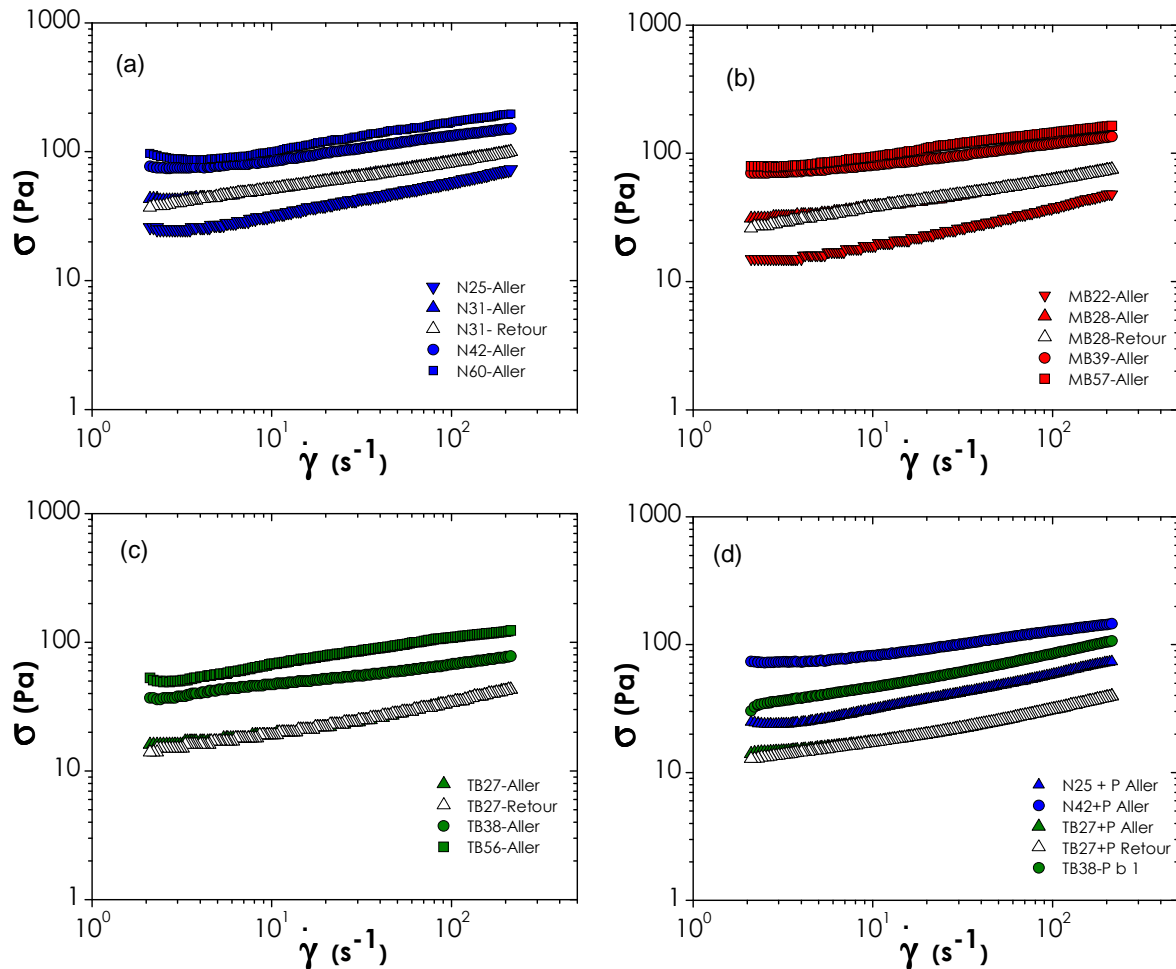
#### **4. La rhéologie en lien avec la structure des purées de pomme.**

Les **paramètres structuraux** qui ont été **modifiés** pour obtenir des purées avec des structures variées et pour **étudier leur impact** sur les **propriétés rhéologiques** sont au nombre de trois : la **taille de particule**, la **teneur en particules** (teneur en **paroi cellulaire**) et la **viscosité** de la phase continue (**sérum**). Leur impact est décrit ci-après.



#### 4.1. Propriétés d'écoulement

Toutes les purées issues des deux plans expérimentaux présentent un comportement **rhéofluidifiant**, un **seuil d'écoulement** et elles sont **très peu thixotropes** (Figure 64), ce qui est en accord avec des études faites précédemment sur la purée de pomme (Rao, 1986; Schijvens et al., 1998; Tarea, 2005) et d'autres purées des fruits (Alvarez et al., 2008; Bhattacharya, 1999; Maceiras et al., 2007). Selon les caractéristiques structurales, ses paramètres sont plus ou moins marqués.



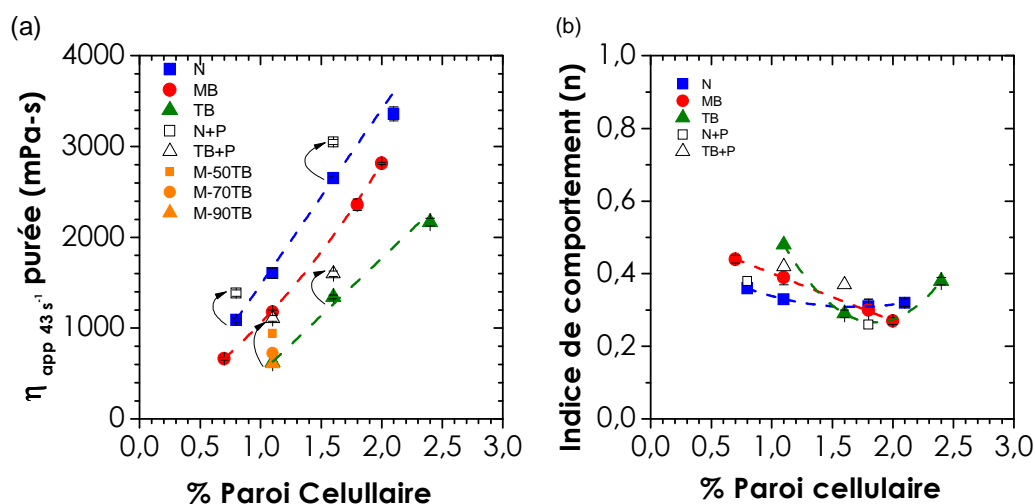
**Figure 64.** Courbe d'écoulement de la série des purées (a) natives, (b) MB (c) TB et (d) avec et sans pectine.

La **viscosité apparente** ( $43 \text{ s}^{-1}$ ) des purées **augmente avec la quantité de paroi** cellulaire et elle **diminue avec la diminution de la taille des particules** (Figure 65a). Les grosses particules vont contribuer à une viscosité plus élevée, avec une gêne à l'écoulement plus importante que pour les fines particules. Schijvens et al. (1998) ont observé que la **viscosité apparente** des purées de pommes a une **dépendance** approximativement linéaire **avec la concentration** en solides insolubles, c'est la tendance que nous observons pour chacun des trois niveaux de broyage (Figure 65a)

La viscosité apparente des **3 purées** issues de **mélanges** de (TB) et (N) **diminue** progressivement quand la proportion de **purée (TB) augmente**. La viscosité apparente peut être estimée par un simple effet de mélange.

Le fait d'ajouter la **pectine** et donc d'épaissir la phase continue, entraîne une **augmentation** de la **viscosité apparente** (représenté avec les flèches sur la Figure 65(a).

L'**indice de comportement** ( $n$ ) varie entre **0,27** et **0,49** sur l'ensemble des produits des 2 plans, montrant les variations du **caractère rhéofluidifiant** des purées (Figure 65b). Celui-ci est généralement plus marqué pour les produits plus concentrés en paroi. Dans la littérature, les valeurs de  $n$  trouvées pour les **purées et compotes de pommes** peuvent varier de : 0,29 à 0,39 (Rao, 1986), de 0,15 à 0,24 (Qiu & Rao, 1988) de 0,21 à 0,34 (Tarea, 2005) de 0,27 à 0,60 (Colin-Henrion et al., 2009). Pour **une même concentration** en paroi, par exemple **1,1%**, le caractère rhéofluidifiant augmente ( **$n$  diminue**) avec l'**augmentation de la taille des particules**. Pour **une même taille de particules**, l'**augmentation de la teneur en paroi cellulaire** entraîne une diminution de  $n$  dans le cas du (MB),  $n$  diminue également pour (N) et (TB) mais avec une tendance à augmenter pour la purée la plus concentrée. Une diminution de l'indice de comportement  $n$  avec l'augmentation de la concentration en pulpe est généralement rapportée par la littérature (Cantu-Lozano et al., 2000; Missaire et al., 1990; Qiu & Rao, 1988). En ce qui concerne l'effet de l'ajout de **pectine**, l'évolution du caractère rhéofluidifiant est assez difficile à interpréter, pour (N25) il ne change pas, pour (N42) il augmente légèrement ; pour (TB22) il augmente et pour (TB27) il diminue, sans que l'on puisse émettre d'hypothèse simple.



**Figure 65.** Effet de la taille de particule et la teneur en paroi cellulaire sur (a) la viscosité apparente ( $43s^{-1}$ ) et (b) l'indice de comportement. Les flèches sur le graphe (a) représentent l'effet de l'ajout de pectines.

#### 4.2. Seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement a été estimé de 3 façons : à partir de la modélisation par **Herschel-Bulkley** de la courbe d'écoulement, par la **sortie du domaine linéaire (SDL)** et par le **croissement de  $G'$  et  $G''$**  lors d'un balayage en déformation.

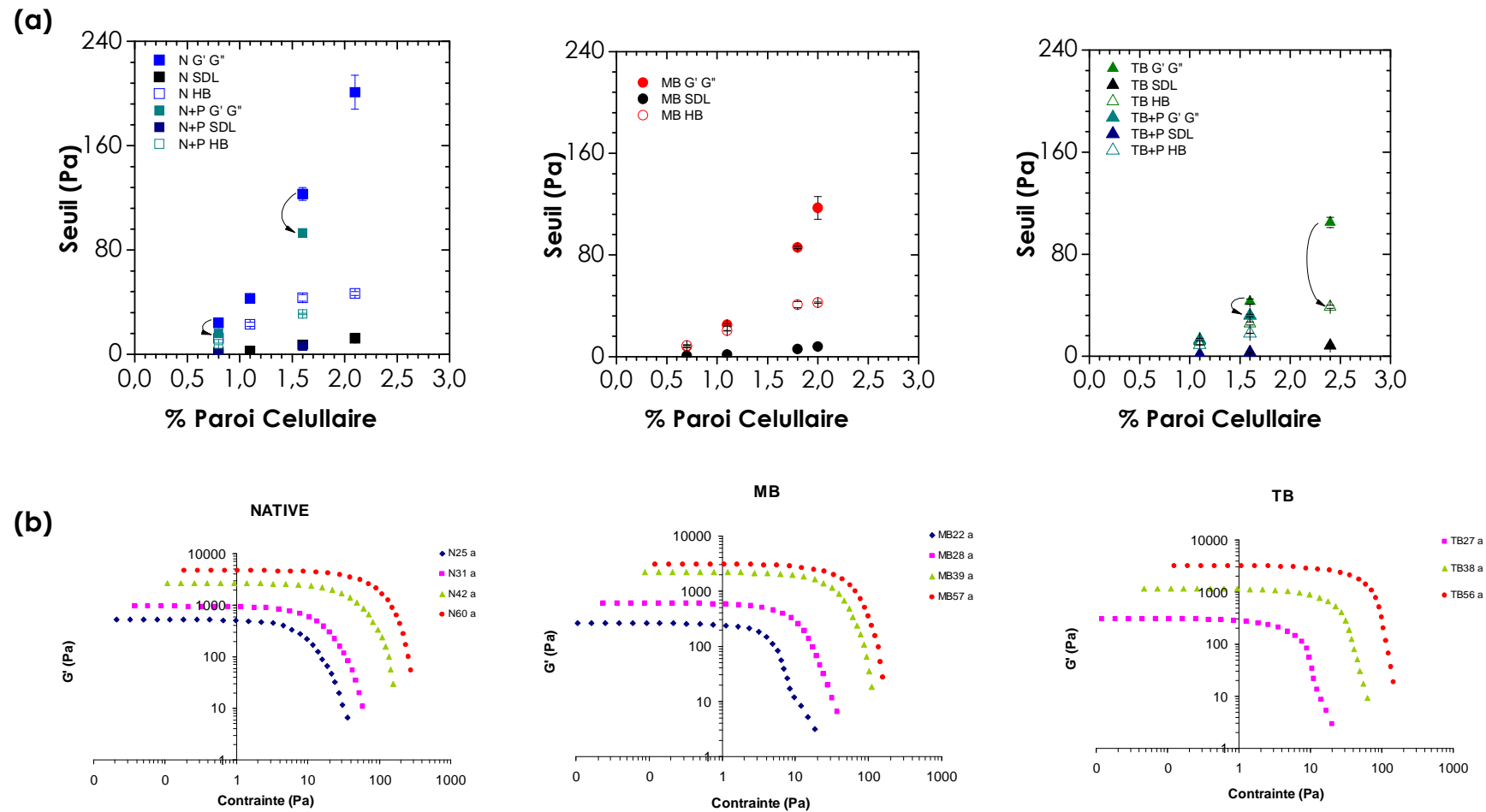
Quel que soit le paramètre utilisé, les trois méthodes (qui sont fortement corrélées, voir partie §IV.4.6) montrent que le **seuil d'écoulement** a **augmenté** avec la **teneur en paroi cellulaire** et il a **diminué** avec la **diminution en taille** des particules (Figure 66 a).

Le fait que le **seuil augmente** avec la **teneur en pulpe** (ou en paroi) semble logiquement lié au fait que le **milieu est de plus en plus encombré** et qu'en conséquence la contrainte nécessaire pour que le produit se déforme de manière irréversible et commence à couler est plus importante. Plusieurs études ont montré également l'augmentation du seuil d'écoulement avec la concentration en particules (Bengtsson & Tornberg, 2011; Bengtsson et al., 2011; Cantu-Lozano et al., 2000; Rao, 1986; Schijvens et al., 1998).

Une **diminution du seuil** a été observée lors de **l'épaississement** de la phase continue par ajout de pectine (Figure 66b) et ce de façon parfois marquée. Si l'on fait l'hypothèse que le seuil est l'expression de la cohésion **entre particules**, on peut imaginer que l'augmentation de la viscosité de la phase continue vient limiter cette cohésion.

Ainsi, toutes les purées ont présenté un caractère **rhéofluidifiant** et un **seuil d'écoulement**. La **viscosité apparente** et le seuil d'écoulement **augmentent** avec la **teneur en parois cellulaires**, le milieu étant plus encombré. Comme vu également dans §IV.2, la **viscosité apparente** et le seuil **diminuent** avec la diminution de la **taille de particules**.

Avec **l'ajout de pectine**, la viscosité apparente augmente. La viscosité du sérum plus importante se retrouve dans la viscosité globale, cependant le seuil d'écoulement diminue, traduisant un effet sur la cohésion de la suspension.



**Figure 66.** Purées (N), (MB) et (TB) concentrées et diluées:(a) Seuil d'écoulement avec les 3 méthodes en fonction de la teneur en parois, les flèches montrent l'effet de la pectine (b) Seuil à la sortie du domaine linéaire.

4.3. Propriétés viscoélastiques

Quant aux propriétés « statiques » des purées, le **spectre** ( $G'$  et  $G''$  en fonction de la fréquence) a montré que tous les produits présentaient les caractéristiques typiques d'une **suspension concentrée structurée** où le module élastique  $G'$  est toujours **supérieur** au module visqueux  $G''$  (Figure 67) et que  $G'$  est peu dépendant de la fréquence ; ceci correspond bien au comportement de fluide à seuil d'écoulement (viscoplastique) que présentent les purées, comme observé par Tarea (2005) et Kunzec et al (1997) pour des dispersions de paroi cellulaire de pomme, entre autres.

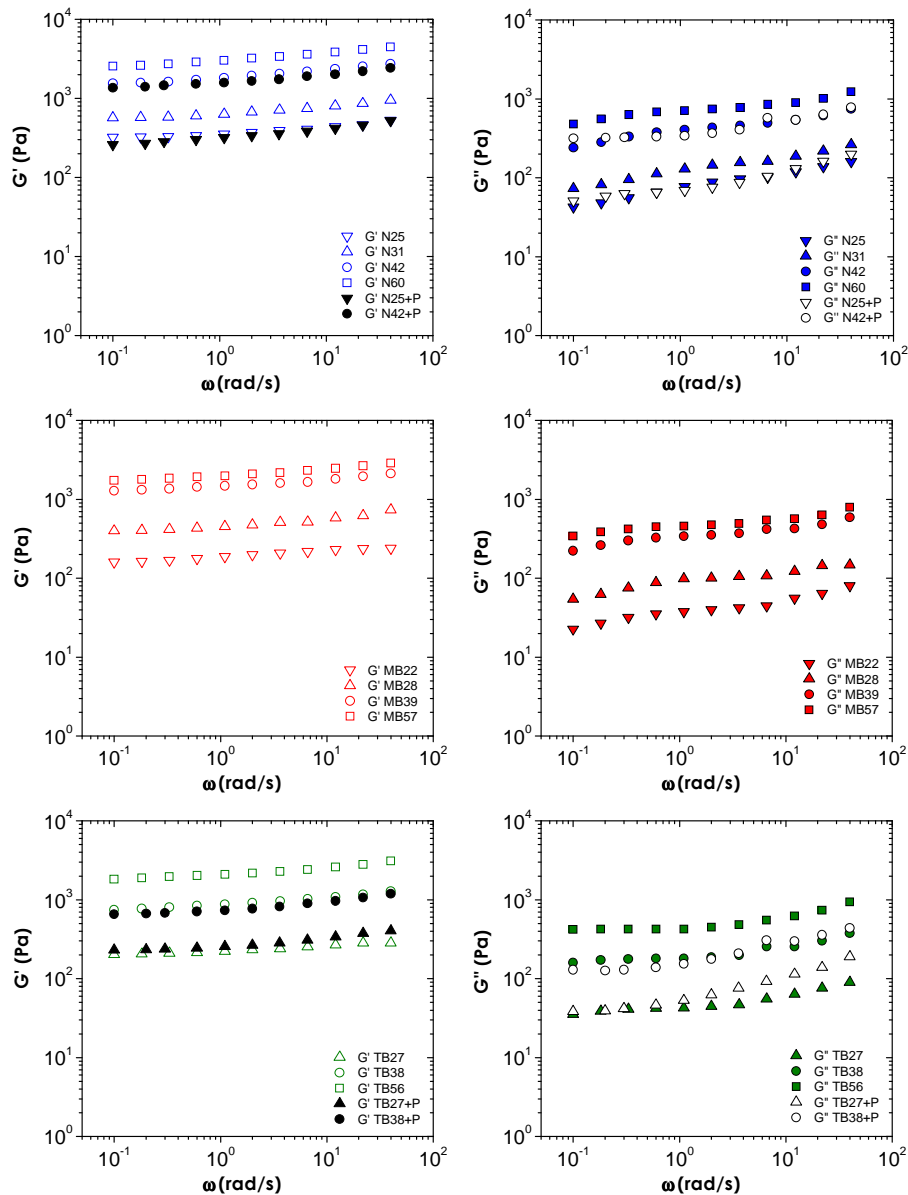
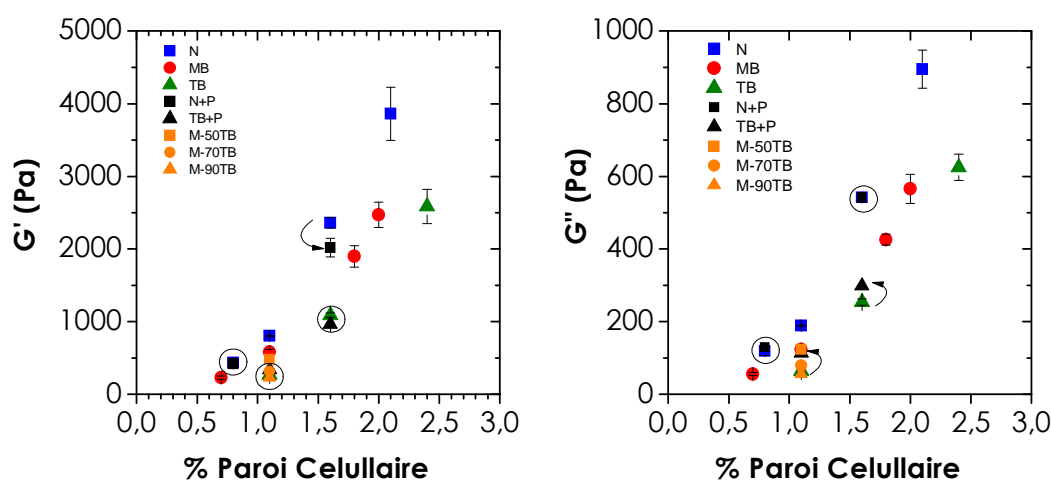


Figure 67. Spectre viscoélastique des purées (N), (MB) et (TB) avec et sans pectine, avec leurs dilutions et concentrations en pulpe respectives.

Le niveau de module **augmente** fortement avec la quantité de **parois cellulaires** : par exemple l'augmentation de teneur en pulpe de (N) à (N60) entraîne une **augmentation de  $G'$**  de 805 à 3860 Pa (Figure 68), ceci en raison d'un fort effet de l'encombrement du milieu. Bengtson et al (2011) ont observé eux aussi une augmentation du module élastique avec la concentration en solides des suspensions de pomme. Par ailleurs, les propriétés viscoélastiques **diminuent** avec la **diminution en taille des particules** : la valeur de  $G'$  est passée de 805 à 268 Pa pour (N) et (TB) respectivement. Pickardt et al (2004) ont signalé eux aussi une diminution du module élastique de suspensions de carotte après homogénéisation.

Pour les produits avec pectine ajoutée, le **module élastique** ne change que dans un seul cas (N42) où il diminue légèrement (flèches Figure 68). Pour le module dissipatif  $G''$  il n'y a pas de changement pour (N25) et (N42) tandis que pour (TB27) et (TB38) il augmente légèrement.

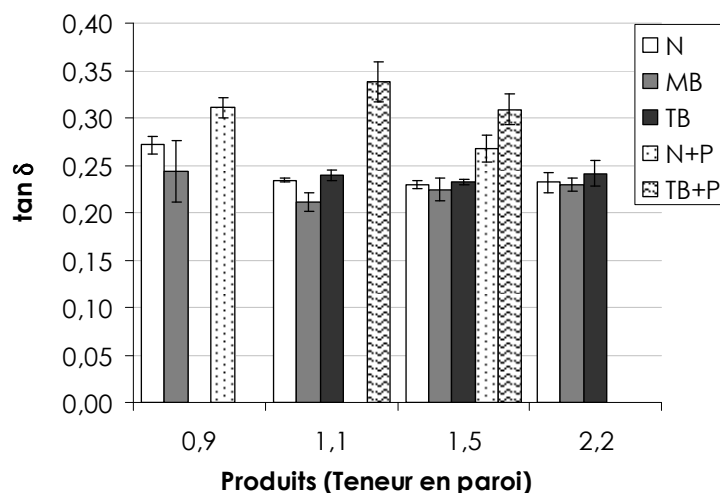
Pour les **mélanges**, les valeurs de modules se situent logiquement entre ceux des purées (N) et (TB), selon la proportion de (N) ou (TB) elles sont plus ou moins proches de celles-ci.



*Figure 68.  $G'$  et  $G''$  en fonction de la teneur en paroi cellulaire (les flèches indiquent l'effet pectine).*

Un paramètre comparatif, qui intègre à la fois les contributions élastiques et visqueuses est la **tangente de l'angle de perte** :  $\tan \delta = \frac{G''}{G'}$ . Cette valeur a été considérée ici à 12 rad/s et représentée en fonction de la teneur en paroi cellulaire (Figure 69). Le fait de **broyer** et de **concentrer** en pulpe les purées ne change pratiquement pas les valeurs de  **$\tan \delta$**  qui varient entre **0,21** et **0,24** traduisant le caractère élastique dominant des purées. Ce caractère demeure pour les purées diluées,  $\tan \delta$  augmentant légèrement jusqu'à **0,27**. Avec l'ajout de **pectine**, le

caractère élastique diminue légèrement mais de façon significative et  $\tan\delta$  augmente entre 0,27 et 0,34.



**Figure 69.**  $\tan\delta$  des produits avec et sans pectine.

En **résumé**, toutes les purées présentent les caractéristiques typiques d'une suspension concentrée structurée où  $G' > G''$  quelle que soit la fréquence. Le niveau de module augmente avec la teneur en paroi cellulaire, c'est à dire avec l'encombrement du milieu. L'augmentation de la viscosité du sérum par ajout de pectine entraîne une légère diminution relative du caractère élastique (augmentation de  $\tan\delta$ ).

#### 4.4. Comparaison avec une méthode classique globale : le consistomètre de Bostwick

La mesure de la consistance de Bostwick, classiquement utilisée en industrie, a été réalisée pour obtenir un point de comparaison avec les mesures rhéologiques utilisées ici. Dans cette méthode empirique, on peut considérer qu'il s'agit d'un essai de fluage à contrainte variable puisque le produit est soumis à son propre poids et que la hauteur diminue au cours de l'essai avec l'écoulement. Assez logiquement, la **consistance** des purées **augmente** (distance parcourue plus petite) lorsque la **quantité en pulpe augmente**, et la consistance **diminue** (distance parcourue plus grande) lorsque la **taille des particules diminue**. En ce qui concerne les produits avec pectine, la distance parcourue est identique ou légèrement plus importante que pour les produits sans pectine traduisant dans ce cas la diminution de cohésion observée par ailleurs.

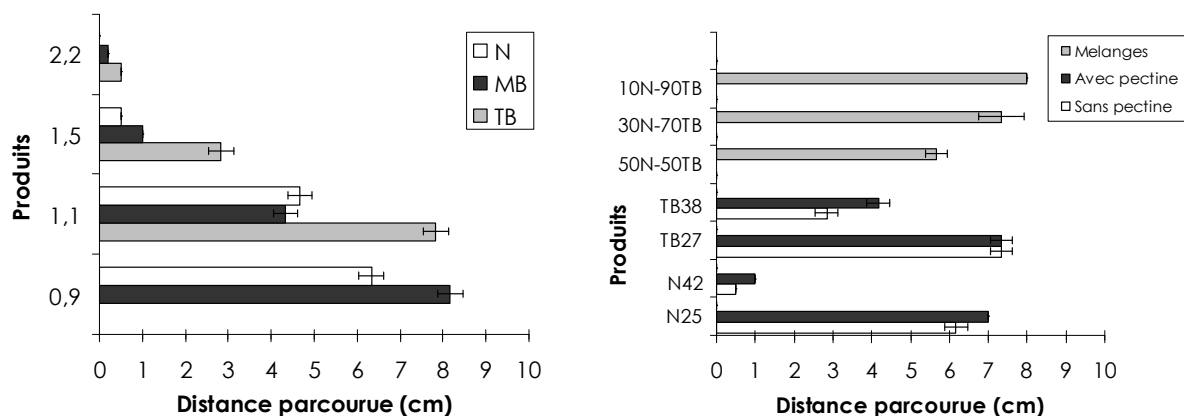


Figure 70. Consistance de Bostwick – distance parcourue en 30 secondes.

#### 4.5. Etude multidimensionnelle

Une étude **factorielle** de l'ensemble de **paramètres rhéologiques** a été réalisée pour chacun de plans expérimentaux.

En ce qui concerne les purées du **premier plan** d'expériences, les deux premières composantes de l'ACP représentent respectivement 76,2% et 10,2% de l'information, soient 86,4% au total (Figure 71a). Les **cinq groupes** principaux de paramètres, repérés grâce à une CAH sur les coordonnées des variables, ont pu être reportés sur le cercle des corrélations.

La **plupart** des variables **rhéologiques** sont corrélées et portées par les composantes du premier axe du cercle de corrélations. Ainsi, il y a un **premier groupe** avec les paramètres caractéristiques du régime harmonique : seuil SDL, seuil  $\tan \delta$  (ou croisement de  $G'$  et  $G''$ ) et les modules viscoélastiques, un **deuxième** avec le seuil HB, la viscosité apparente de la purée et l'indice de consistance, et le **troisième** groupe avec l'indice de comportement et la consistance de Bostwick. Le **quatrième** et **cinquième** groupe sont placés sur le deuxième axe et caractérisés par la  **$\tan \delta$**  et la **viscosité du sérum** respectivement.

Le **positionnement** des **produits** montre un ordre logique, avec les produits les moins concentrés à gauche et les plus concentrés en pulpe à droite avec des caractéristiques rhéologiques plus marquées pour ces derniers. Ceci, confirme que la **teneur en paroi cellulaire** est un paramètre structural de **premier ordre** sur les **propriétés rhéologiques** des purées.

Les deux premières composantes de l'ACP du **deuxième plan** d'expériences représentent respectivement 73,3% et 19,2% de l'information, soient 93,5% au total (Figure 71b). Les **groupes** principaux de paramètres ont été repérés également grâce à une CAH sur les coordonnées des variables, ils sont logiquement **similaires** à ceux du premier plan : avec la **viscosité apparente** très corrélée à l'**indice de consistance** ce qui est logique puisque ce



dernier représente l'équivalent de la viscosité apparente à  $1s^{-1}$ . Les trois seuils sont très corrélés. Les produits sont **positionnés** également selon la concentration en **pulpe** sur l'**axe 1** : les plus concentrées en pulpe à droite et les moins concentrées à gauche et logiquement ces derniers présentent des valeurs de propriétés rhéologiques plus faibles. Sur l'**axe 2**, on peut observer qu'ils sont classés selon la **viscosité du sérum**, les produits avec la **pectine** ajoutée étant **décalés** vers le **haut** (flèches, Figure 71b) avec une viscosité du sérum plus importante, et un léger décalage vers la droite (surtout pour N42), avec une viscosité apparente plus élevée.

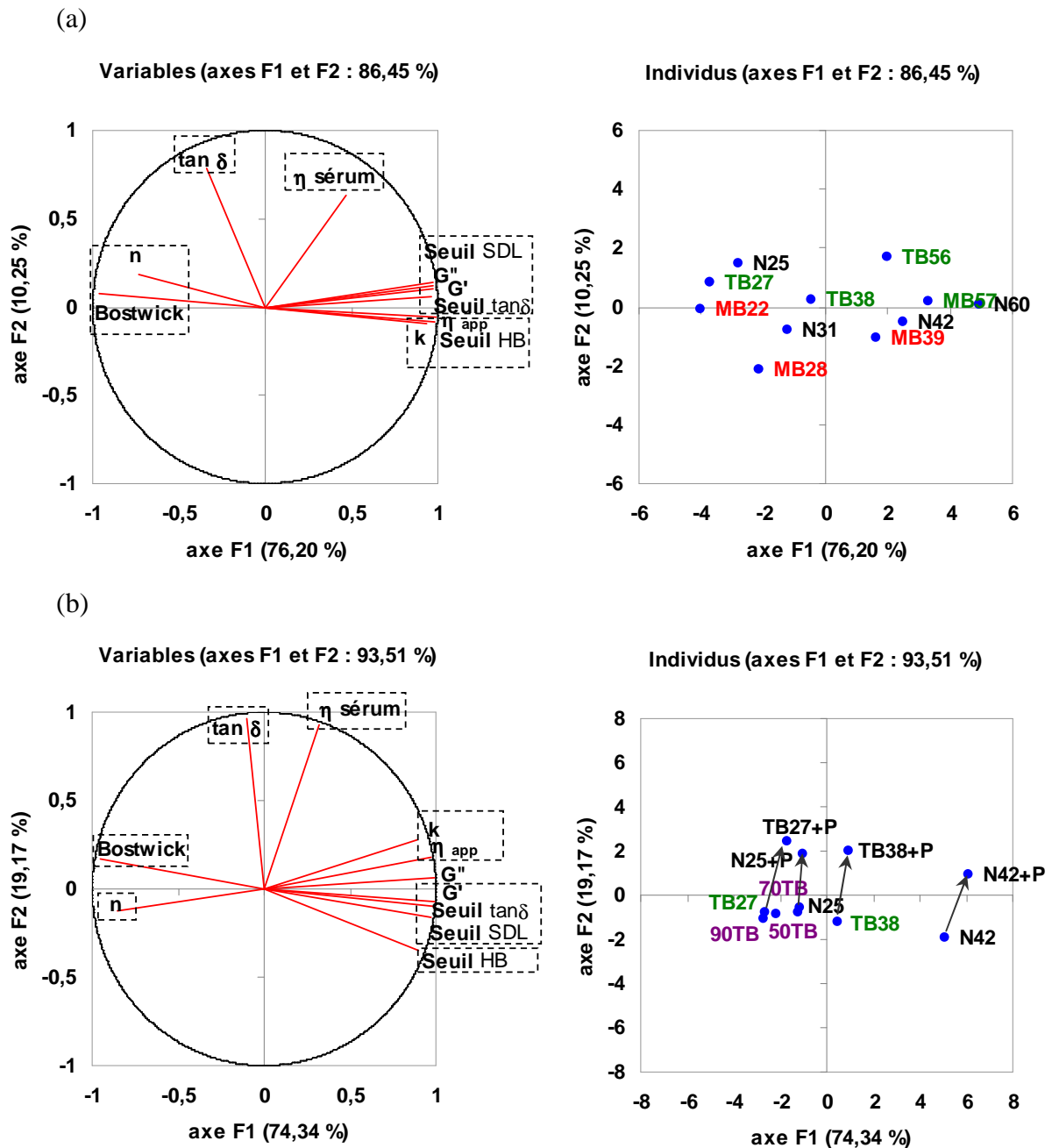


Figure 71. Deux premières dimensions de l'ACP sur les données rhéologiques du : (a) premier plan d'expériences, (b) deuxième plan d'expériences.

Malgré la présence de fortes corrélations entre les différents paramètres, nous avons choisi de les prendre tous en compte pour la caractérisation rhéologique des purées, considérant qu'ils peuvent donner accès de façon fine à différentes informations, notamment pour ce qui est de l'état d'organisation statique (au « repos ») du produit (propriétés viscoélastiques) ou de l'état d'écoulement (propriétés viscosimétriques).

Pour **résumer**, tous les produits ont présenté les caractéristiques rhéologiques typiques des purées de fruit : caractère **rhéofluidifiant**, présence du **seuil d'écoulement**,  $G' > G''$  comportement de suspensions concentrées viscoélastiques.

Une **augmentation** de la **concentration** en paroi conduit à une **augmentation** du niveau des principales caractéristiques rhéologiques. Une **diminution** de la **taille** de particules en entraîne la **diminution**.

La **viscosité du sérum** a un effet sur les propriétés rhéologiques, entraînant une légère augmentation de la viscosité apparente mais au contraire une diminution du **seuil d'écoulement** et une **diminution du caractère élastique** des suspensions (augmentation de  $\tan\delta$ ), ceci traduisant une **diminution** de la **cohésion** de la **suspension**.

Ainsi les **propriétés rhéologiques** sont d'abord influencées par la **teneur en pulpe**, ensuite par la **taille de particule** et par la **viscosité** de la **phase continue**.

#### *4.6. Modélisation relations structure- rhéologie et estimation de la fraction volumique*

L'**effet de la concentration** sur les propriétés rhéologiques est souvent décrit par des **modèles empiriques** simples du type **relation en puissance**. Ainsi l'équation ci-dessous a permis à Rao et al (1987) de décrire l'effet de la concentration en pulpe (obtenue par centrifugation) sur la viscosité apparente. Les auteurs trouvent une valeur de  $B=2$ .

$$\eta_{app} = AC^B$$

La dépendance de la **mesure du taux de pulpe** aux **conditions de centrifugation** et à l'effet variable du tassement rend préférable d'utiliser la **teneur en paroi** comme variable de concentration. Dans le cas de nos produits, la Figure 72a met en évidence une variation **sensiblement linéaire** de la viscosité avec la concentration en paroi, ce qui indique que dans le domaine exploré et pour  $43 \text{ s}^{-1}$ , la viscosité varie quasi proportionnellement à la concentration, avec une valeur de  $B$  proche de 1. Le Tableau 19 présente un peu plus loin les valeurs effectives de cet exposant obtenues pour les différents niveaux de broyage et pour différents paramètres rhéologiques.

L'effet de la **concentration en paroi** sur les **propriétés rhéologiques** dépend du **volume occupé** dans le milieu par les particules constituées de ces parois cellulaires. Les différences de **tassement** à la centrifugation observées **en fonction** du niveau de **broyage** nous ont montré que le **volume apparent occupé** par les particules **était dépendant de la taille** des particules. Nous proposons ci-après une approche visant à **estimer l'effet de l'occupation de l'espace** sur les propriétés à partir d'une approche de la voluminosité des parois cellulaires. Nous l'avons fait à **deux niveaux** :

- Tout d'abord en tentant de représenter **nos résultats** à partir d'une prise en compte d'un **effet de la taille** des particules **sur la voluminosité apparente** en **référence** à l'un des **états de broyage**.
- Ensuite par une **estimation de la voluminosité** et de la **fraction volumique** occupée par les particules à partir de mesures de **viscosité en milieu dilué**, ceci dans le cas des particules TB.

#### 4.6.1. *Prise en compte de l'effet de la taille des particules – courbes maîtresses*

Pour prendre en compte la **teneur** en paroi cellulaire et l'effet de la **taille des particules** sur **l'occupation effective du milieu**, des **courbes maîtresses** *propriété rhéologique = f (fraction volumique)* ont été établies par simple **glissement** suivant l'axe concentration.

Le modèle de base reprend la **relation** :

$$\text{Propriété rhéologique} = A\Phi^B$$

La **fraction volumique** ( $\Phi$ ) peut être définie comme le produit :

$$\Phi = C_{\text{paroi}} V$$

avec  $C_{\text{paroi}}$ , la concentration en paroi et  $V$  la voluminosité, c'est-à-dire le volume occupé par unité de masse de paroi.

Nous pouvons prendre en compte le fait que **plus les particules** sont de **grande taille**, plus la fraction **volumique effective** qu'ils occupent **est importante** ; ainsi les **amas cellulaires** occupent un **volume** apparent plus grand que les **cellules individualisées** ( $N > MB > TB$ ).

La purée **TB**, qui comprend essentiellement des cellules individualisées avec une **distribution** granulométrique **homogène** centrée sur **200  $\mu\text{m}$** , a été prise comme **référence** : nous considérons qu'elle présente une **voluminosité**  $V_{\text{référence}}$ .

Un **facteur global de voluminosité**  $\alpha$  est ainsi défini par rapport à la référence **TB**.

$$\alpha = V / V_{\text{référence}} \quad \alpha = 1 \text{ pour TB}$$

Les **facteurs de voluminosité** pour la purée (**N**) et (**MB**) ont été estimés par simple **glissement** à partir des courbes rhéologie = f (concentration). Le facteur de glissement est déterminé de façon à obtenir la meilleure régression.

La **modélisation** a été réalisée pour trois paramètres rhéologiques : la **viscosité apparente** ( $43 \text{ s}^{-1}$ ), le **seuil d'écoulement** (selon chacun des modes d'estimation du seuil) et le **module élastique**  $G'$  (Figure 72).

$$\eta_{\text{app}} = A_v (C_{\text{paroi}} \alpha)^{B_v}$$

$$\text{Seuil} = A_s (C_{\text{paroi}} \alpha)^{B_s}$$

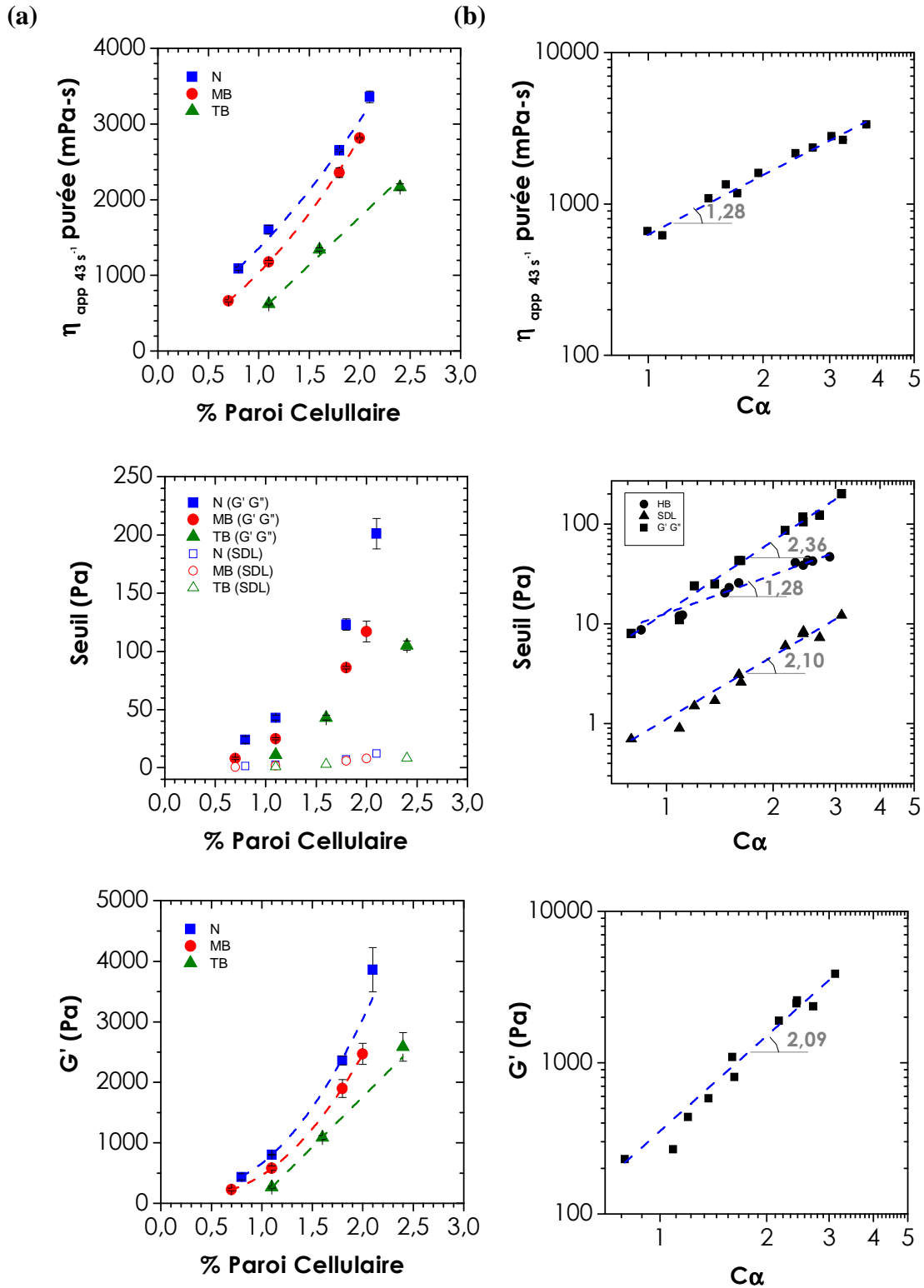
$$G' = A_G (C_{\text{paroi}} \alpha)^{B_G}$$

Des **courbes maîtresses** sont obtenues dans chacun des cas avec un **bon ajustement**. Les valeurs des facteurs de glissement (indice de voluminosité  $\alpha$ ) et des paramètres A et B obtenues sont présentées dans le Tableau 19.

Les **valeurs du facteur de voluminosité** sont les mêmes pour :  $G'$ , seuil SDL et pour le seuil croisement  $G' G''$ , 1,2 et 1,5 respectivement pour MB et N. Les valeurs obtenues pour la viscosité apparente sont plus élevées, respectivement 1,5 et 1,8, et celles de  $\sigma_{\text{HB}}$  intermédiaires. Les valeurs de  $\alpha_{\text{TB}} = 1 < \alpha_{\text{MB}} < \alpha_{\text{N}}$  permettent de quantifier l'**effet** de la **taille des amas** cellulaires, plus ils sont **gros**, plus on peut considérer qu'ils présentent une **voluminosité apparente importante**. Ainsi pour les propriétés d'écoulement, plus les particules sont grosses plus la gêne à l'écoulement est accentuée. En ce qui concerne  $G'$ , le facteur de voluminosité donne une idée de l'espace relatif apparent global occupé par les particules au repos ; les particules de la purée (N), moins « tassables » occupent plus de place que les particules de (MB) et (TB).

**Tableau 19.** Modèles de la courbe maîtresse pour chaque paramètre rhéologique, avec leur facteur de voluminosité pour chaque purée (N, MB, TB).

Paramètre	$\alpha_{\text{TB}}$	$\alpha_{\text{MB}}$	$\alpha_{\text{N}}$	A	B	$R^2$
$\eta_{\text{app } 43\text{s}^{-1}}$	1	1,5	1,8	649	1,28	0,98
$\sigma_{\text{s-HB}}$	1	1,3	1,4	12,7	1,28	0,97
$\sigma_{\text{s-G' G''}}$	1	1,2	1,5	13,2	2,36	0,99
$\sigma_{\text{s-SDL}}$	1	1,2	1,5	1,1	2,10	0,96
$G'$	1	1,2	1,5	353	2,09	0,96



**Figure 72.** (a) Paramètres rhéologiques en fonction du % en paroi cellulaire (b) Courbes maîtresses obtenues en intégrant un indice de voluminosité en référence au comportement des purées TB.

Les purées ont un comportement **rhéofluidifiant**, mais nous avons pu observer que le **facteur de voluminosité** pour la **viscosité apparente** ne dépendait pas de la **vitesse de cisaillement**. Pour cela, des courbes maîtresses ont été établies à 10, 43 et 200 s<sup>-1</sup> (Figure 73). Logiquement, la viscosité apparente diminue (et donc A) lorsque la vitesse de cisaillement augmente, cependant il est observé dans le Tableau 20, que le **facteur de voluminosité** est le même pour chacune des vitesses de cisaillement comparées.

**Tableau 20.** Modèles de la courbe maîtresse pour la  $\eta_{app}$  à différentes vitesses de cisaillement..

Paramètre	$\alpha_{TB}$	$\alpha_{MB}$	$\alpha_N$	A	B	R <sup>2</sup>
$\eta_{app\ 43s^{-1}}$	1	1,5	1,8	649	1,28	0,98
$\eta_{app\ 10s^{-1}}$	1	1,5	1,8	1953	1,32	0,96
$\eta_{app\ 200s^{-1}}$	1	1,5	1,8	224	1,11	0,97

En ce qui concerne les **valeurs de l'exposant B**, qui traduisent la **dépendance** de la propriété rhéologique à la **concentration de la suspension**, l'existence des **courbes maîtresses** indique que cet effet concentration ne dépend pas sensiblement de la taille. Elle est légèrement supérieure à 1 (de 1,1 à 1,3) pour les propriétés d'écoulement alors qu'elle est supérieure à 2 pour les propriétés « statiques » (G').

Pour les **propriétés d'écoulement** la valeur de B est logiquement d'autant plus faible que la vitesse de cisaillement est élevée, elle passe ainsi de 1,3 à 1,1 quand la vitesse de cisaillement passe de 10 à 200 s<sup>-1</sup>.

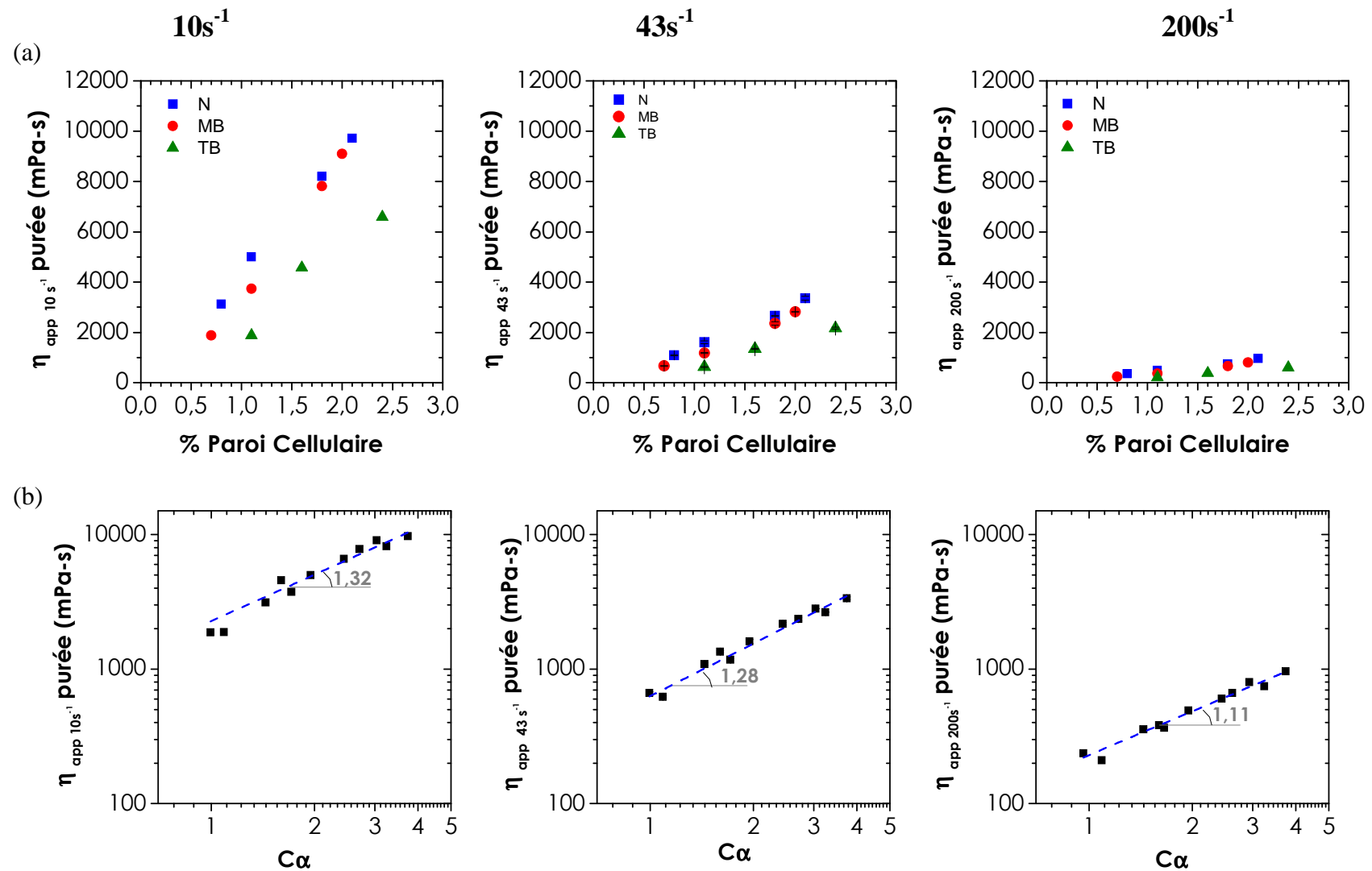


Figure 73. (a)  $\eta_{app}$  à différentes vitesses de cisaillement en fonction du % en paroi cellulaire. (b) Courbes maîtresses pour la  $\eta_{app}$  à différentes vitesses de cisaillement avec le même indice de voluminosité.

En résumé, cette approche permet de **modéliser** les **relations structure-rhéologie** des purées à partir de l'estimation d'un **facteur** global de « **voluminosité** »  $\alpha$  qui prend en compte le **volume relatif apparent** occupé par les particules de taille différente. Ce facteur de voluminosité est obtenu **par glissement** des données expérimentales en une courbe maîtresse établie par rapport à une référence choisie, dans notre cas la purée (TB).

Dans tous les cas :  $\alpha_{TB} < \alpha_{MB} < \alpha_N$ . Ainsi le **broyage** provoque la **séparation des amas** de cellules et la **diminution** du niveau des **caractéristiques rhéologiques** (viscosité, seuil, module) qui ensuite peut s'interpréter comme étant due à une **diminution de la fraction volumique apparente** occupée par les particules. Au-delà d'une diminution de la taille des particules, cette **diminution de l'effet d'encombrement** apparent peut s'expliquer aussi par le **changement de morphologie globale**, les **cellules séparées** étant de forme plus régulière que les amas.

L'**effet général de la concentration** en paroi sur les propriétés rhéologiques a pu être **quantifié** par une simple **loi en puissance** dont l'exposant est sensiblement indépendant de l'état de broyage (existence des courbes maîtresses). La **dépendance à la concentration** est **plus marquée** pour les **propriétés statiques** (module) **que** pour les **propriétés d'écoulement**.

#### *4.6.2. Détermination de la voluminosité et de la fraction volumique à partir de mesures de viscosité en milieu dilué*

La détermination de la **fraction volumique** occupée par les particules doit permettre d'approcher de façon plus précise les propriétés de la suspension. Elle reste cependant difficile à estimer du fait de la nature même des particules – cellules ou amas de cellules gorgées de sérum, **déformables** et de **forme irrégulière**.

Les **suspensions** peuvent être classées en fonction du domaine de concentration en particules. Dans les **systèmes dilués**, les particules sont séparées et, si elles sont suffisamment petites ( $< 1\mu\text{m}$ ), libres de se déplacer dans la suspension grâce aux mouvements browniens ; ce n'est pas le cas ici, l'effet de la pesanteur l'emporte et les particules décantent lentement du fait de la faible différence de densité avec la phase continue (cf § IV.1). Quand la concentration augmente, les particules sont en contact les unes avec les autres, un réseau peut se former, allant jusqu'à bloquer le phénomène de décantation. Dans les domaines des



suspensions très **concentrées**, les particules remplissent l'espace disponible et peuvent se déformer et se compacter.

Nous avons estimé la fraction volumique et les différents régimes de concentration dans le cas des suspensions TB à partir d'une estimation de la voluminosité des particules par des mesures viscosimétriques en régime dilué.

Nous avons choisi de travailler avec la purée (**TB**), d'une part pour avoir une **distribution en taille** de particules la plus **homogène** possible et d'autre part du fait que la taille de **200 µm** facilite expérimentalement les mesures viscosimétriques.

**Dix-neuf dilutions** ont été préparées à partir de la purée (**TB**) et de son sérum (C.f §III.3.2) de 0,09 à 0,94 g de paroi /dl.

La **quantité de paroi cellulaire** va permettre de remonter à la **voluminosité** des **particules de pulpe** (volume occupé par unité de masse de paroi) et à la **fraction volumique apparente** selon une approche classique de la viscosité des suspensions diluées :

Pour les **suspensions diluées** de particules, la **viscosité** s'exprime par l'équation :

$$\eta = \eta_{\text{sérum}} \cdot (1 + a \Phi + b \Phi^2 + \dots)$$

avec  $\Phi$  la fraction volumique occupée par les éléments dispersés.

La **viscosité relative** s'écrit :

$$\eta_{\text{relative}} = \frac{\eta_{\text{apparente}}}{\eta_{\text{sérum}}} = (1 + a \Phi + b \Phi^2 + \dots)$$

et la **viscosité spécifique** :

$$\eta_{\text{spécifique}} = \frac{\eta_{\text{apparente}} - \eta_{\text{sérum}}}{\eta_{\text{sérum}}} = \eta_{\text{relative}} - 1 = (a \Phi + b \Phi^2 + \dots)$$

La **viscosité spécifique réduite** est alors définie comme :

$$\eta_{\text{spécifique réduite}} = \frac{(\eta_{\text{relative}} - 1)}{\Phi} = (a + b \Phi + \dots)$$

La **fraction volumique  $\Phi$**  n'est **pas connue**, mais la **concentration en paroi** l'est. Donc, pour passer de la concentration en paroi à la fraction volumique, on introduit la notion de voluminosité :

La **fraction volumique  $\Phi$**  correspond à :

$$\Phi = \mathbf{C} \text{ (concentration)} \quad \times \quad \mathbf{V} \text{ (voluminosité)}$$

$$(\text{masse de paroi / volume de suspension}) \quad (\text{Volume / masse de paroi})$$

ici nous exprimerons C en g de paroi / dl de suspension et V en dl / g de paroi.

En substituant  $\Phi$  dans l'expression de la viscosité spécifique réduite :

$$\eta_{\text{spécifique réduite}} = \frac{(\eta_{\text{relative}} - 1)}{CV} = (a + b CV + \dots)$$

Ainsi, la mesure de la **viscosité spécifique réduite** à différentes concentrations permet d'estimer **aV** par extrapolation :

$$\eta_{\text{spécifique réduite}} = \frac{(\eta_{\text{relative}} - 1)}{C} = (aV + b CV^2 + \dots)$$

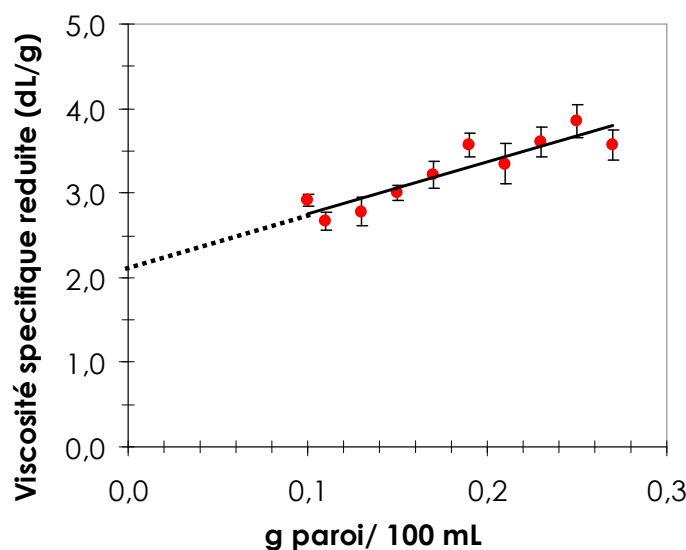
Il est à noter que l'équation ci-dessus se rapproche de **l'équation du Huggins** pour les polymères qui décrit la dépendance de la **viscosité spécifique** à la **concentration** en masse **d'un polymère** pour des **solutions diluées** :

$$\frac{\eta_{\text{spécifique}}}{C} = [\eta] + \lambda [\eta]^2 C$$

où **[ $\eta$ ]** correspond à la **viscosité intrinsèque** (volume de solvant / g de polymère).

**aV** correspond à **l'ordonnée à l'origine** dans la représentation graphique de la **viscosité spécifique réduite** en fonction de la **concentration en paroi cellulaire**.

L'**extrapolation** à partir des **10 niveaux de concentration les plus faibles** (Figure 74) conduit à une **estimation de aV** de l'ordre de **2** (la viscosité spécifique étant exprimée en dL/g). La **viscosité spécifique**, calculée à partir des valeurs de la **viscosité** prise dans le **plateau newtonien**, en faisant une **moyenne entre 10 et 40 s<sup>-1</sup>** de chacune de 3 répétitions. La **viscosité du sérum** est de **17,1 ± 0,4 mPa.s**.

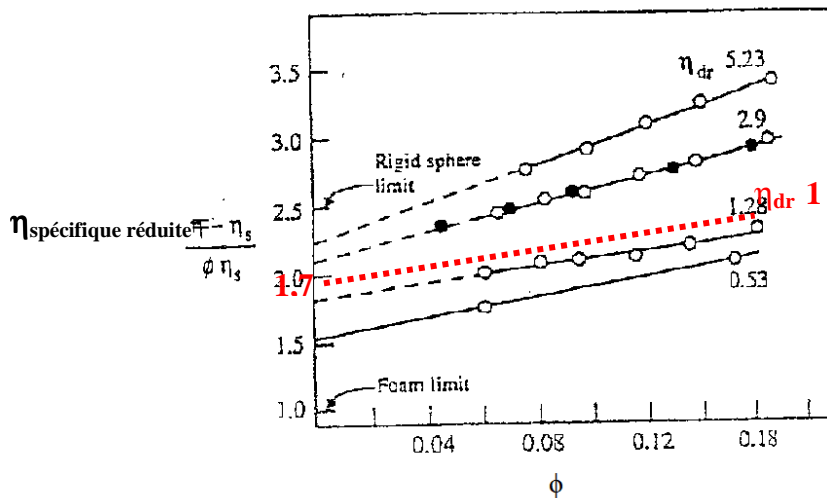


**Figure 74.** Viscosité spécifique réduite en fonction de la concentration en paroi cellulaire, estimation de **aV** à partir des 10 niveaux de concentration les plus faibles. (Viscosité du sérum de 17,1mPa.s et la viscosité des échantillons est issue de la moyenne entre 10 et 40s<sup>-1</sup>).

Cette valeur de  $aV$  de **2,1 dl/g** est à rapprocher de valeur **1,8 dl/g** obtenue par To (2011) pour une purée très broyée obtenue au niveau pilote à partir d'un lot différent de pommes de variété Golden Delicious. To obtient par ailleurs une valeur de **0,9 dl/g** pour une purée très broyée de la variété Granny Smith.

L'estimation de la voluminosité  $V$  suppose de connaître la valeur de  $(a)$ , **celle-ci** dépend de la **rigidité** des particules. Lorsque la rigidité des particules diminue, la **viscosité** du milieu diminue en effet du fait de la déformabilité des particules (Nawab & Mason, 1994),  $(a)$  varie de **1** limite basse pour des **sphères extrêmement déformables** (bulles de gaz) à **2,5** pour des sphères **dures** (équation d'Einstein).

Dans le cas des **purées de pommes**, les particules ne sont **pas des sphères rigides mais sont des particules déformables**. Les cellules ou fragments cellulaires étant remplis de sérum, on peut dans une première approche faire l'hypothèse que la **phase dispersée** et la **phase dispersante** sont de viscosité proche, ( $\eta_{dr}$  = viscosité de la phase dispersée / viscosité de la phase dispersante = **1**). Dans ce cas, d'après la figure 75 (Nawab & Mason, 1994), par extrapolation  $(a)$  peut être estimé à environ **1,7**.



**Figure 75.** Viscosité intrinsèque en fonction de la fraction volumique pour différentes émulsions. Mise en évidence de l'effet du rapport de viscosité entre éléments dispersés et phase continue ( $\eta_{dr}$ ) (Nawab & Mason, 1994).

La **voluminosité** peut être donc **calculée** à partir de cette valeur estimée de  $a = 1,7$ , ainsi que la valeur de  $b$ . La valeur de  $V$  permet alors de calculer **la fraction volumique  $\Phi$**  aux différentes concentrations en paroi.

Le Tableau 21 compare les valeurs de  $V$  de  $b$  et de  $\Phi$  pour la concentration en paroi de la purée native très broyée TB (1,16 g paroi/dL), obtenues pour  $a = 1,7$  et pour les deux valeurs extrêmes de  $(a)$  2,5 et 1.

**Tableau 21.** Estimation de la voluminosité ( $V$ ) des particules, de  $b$  et de ( $\phi$ ) de la purée TB pour trois valeurs du paramètre  $a$  traduisant la rigidité relative des particules

*\*En référence à Nawab et Mason (cité par Macosko, 1994)*

	$a$	$V$ (dL/g)	$b$	$\phi_{TB}$
Limite spheres très déformables*	1	2,1	1,4	2,44
<b>Purée de pomme</b>	<b>1,7</b>	<b>1,3</b>	<b>3,7</b>	<b>1,51</b>
Sphères rigides*	2,5	0,9	7,6	1,04

La voluminosité estimée pour TB (avec  $a=1,7$ ) est de **1,3 dL/g**, ce qui signifie que **1 g** de paroi cellulaire **mobilise 130 mL de sérum**. Si l'on considère la teneur en paroi de la purée TB (1,16 %), sa **fraction volumique** théorique est alors d'environ **1,5** (Tableau 21) supérieure à 1, ce qui signifierait que l'on se situe bien en régime concentré dans la purée native broyée, les cellules et fragments de cellules sont déformés et compactés. Ceci semble être compatible avec les images prises au microscope confocal (Figure 76).



**Figure 76.** Image au microscope confocal de la purée TB.

Suivant cette logique, on peut estimer également à partir de quelle concentration en paroi  $\phi = 1$  (Tableau 22), ce qui correspond à une organisation des particules pour laquelle les particules peuvent occuper tout l'espace en se déformant mais sans se compacter. Ceci donne une valeur de 0,77 g paroi/dl, comparée aux 1,16 g paroi/dl pour la purée native.

**Tableau 22.** Estimation de la concentration en paroi cellulaire pour obtenir  $\phi = 1$

*\*En référence à Nawab et Mason (1994).*

	<b>a</b>	<b>C (g/dL)</b>
Limite spheres très déformables*	1	0,48
<b>Purée de pomme</b>	<b>1,7</b>	<b>0,77</b>
Sphères rigides*	2,5	1,11

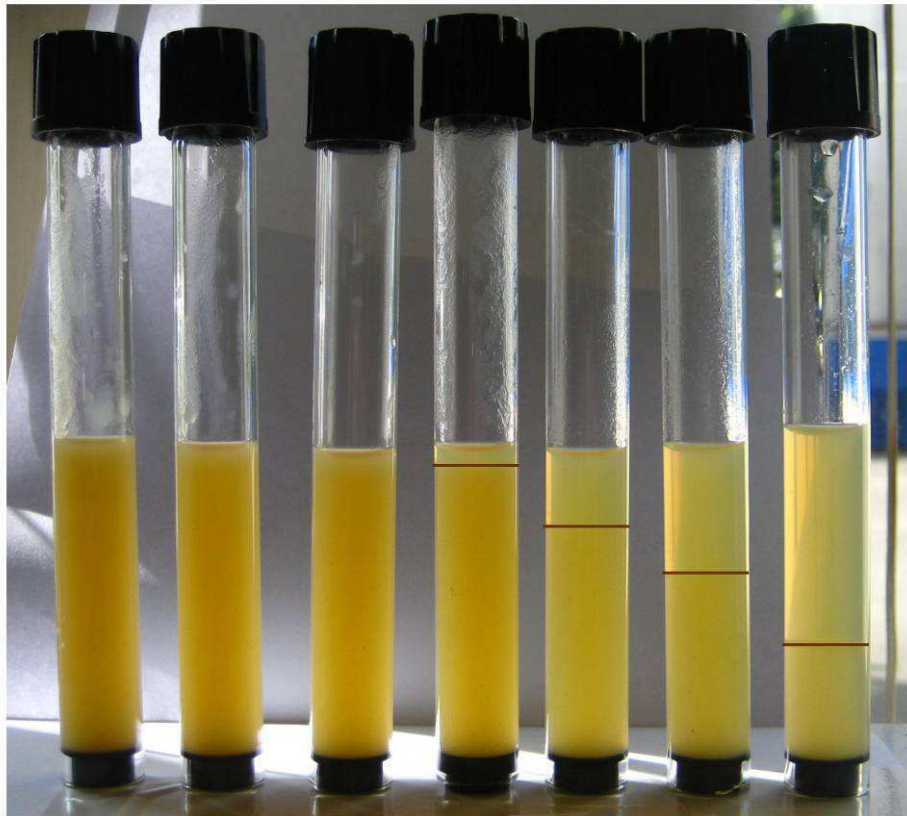
Le Tableau 23 montre la fraction volumique (avec  $a=1,3$ ) de chacune des concentrations utilisées pendant cette partie de l'étude.

**Tableau 23.** Estimation de  $\Phi$  pour chaque concentration en paroi de la purée TB.

<b>Échantillon</b>	<b>% Pulpe</b>	<b>g paroi/ 100mL</b>	<b><math>\Phi</math></b>
<b>Sérum</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
1	2,295	0,10	0,13
2	2,5	0,11	0,14
3	3	0,13	0,17
4	3,5	0,15	0,19
5	4	0,17	0,22
6	4,5	0,19	0,25
7	5	0,21	0,28
8	5,3	0,23	0,29
10	5,8	0,25	0,32
11	6,4	0,27	0,35
11,1	6,5	0,28	0,36
12	6,75	0,29	0,38
13	9,45	0,40	0,52
13,1	10,5	0,45	0,59
14	12,15	0,52	0,68
15	13,5	0,58	0,75
16	16,2	0,69	0,90
17	18,9	0,81	1,05
18	22,95	0,98	1,27
<b>TB complète</b>	<b>27</b>	<b>1,16</b>	<b>1,508</b>
TB38	37	1,68	2,18
TB56	50,5	2,52	3,28

Des mesures visuelles et au Turbiscan ont été réalisées sur la purée **TB** à différentes concentrations en parois pour mesurer **la limite de décantation**, les résultats ont montré que celle-ci se situe à une concentration de l'ordre de **0,6 g/dL** qui correspondrait à une fraction volumique  $\phi$  d'environ **0,7** (pour  $a=1,7$ ) (Figure 77). Même si les particules sont déformables et non sphériques, cette valeur paraît compatible avec l'ordre de grandeur de ce qui est attendu pour une suspension monodisperse.

(g/dL)	<b>0,98</b>	<b>0,81</b>	<b>0,69</b>	<b>0,58</b>	<b>0,29</b>	<b>0,25</b>	<b>0,10</b>
( $\Phi$ )	<b>1,27</b>	<b>1,05</b>	<b>0,90</b>	<b>0,75</b>	<b>0,38</b>	<b>0,32</b>	<b>0,13</b>

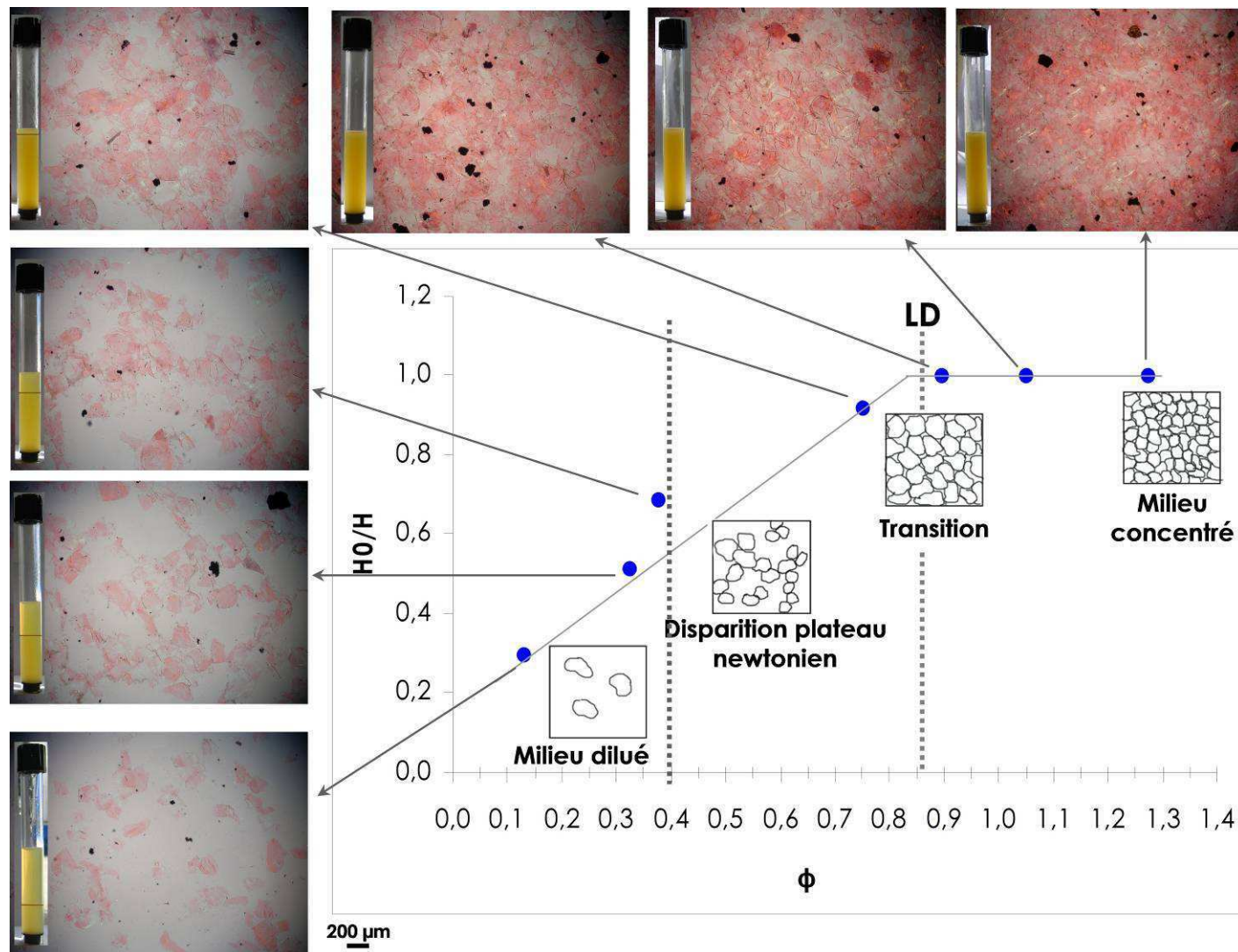


*Figure 77. Mesure de la limite de décantation avec différentes dilutions de TB*

La **hauteur relative** (hauteur de sédiment rapportée à la hauteur totale) a été calculée pour chaque concentration (Figure 78), le **plateau** correspond aux dispersions **non décantées**, et l'autre partie de la courbe montre **la hauteur de décantation** d'autant plus faible que les dispersions sont plus diluées, elle varie de façon sensiblement linéaire. Des **images au microscope** ont été prises pour chaque échantillon (Figure 78). En partant de la concentration la plus élevée proche de la purée native, les deux **premières images** montrent les **particules tassées** les unes contre les autres, il s'agit d'un milieu encombré, typique d'un régime concentré. Cet encombrement diminue au fur et à mesure de la dilution. L'image pour la

dilution (0,69 g/dL ou  $\phi = 0,90$ ), juste **avant la décantation**, montre que les particules forment toujours un réseau, puis pour une concentration immédiatement inférieure à lieu la **décantation**, le réseau de particules devient plus lâche, jusqu'à ce que les amas de particules soient **séparés**, le **régime dilué** est facilement visible.

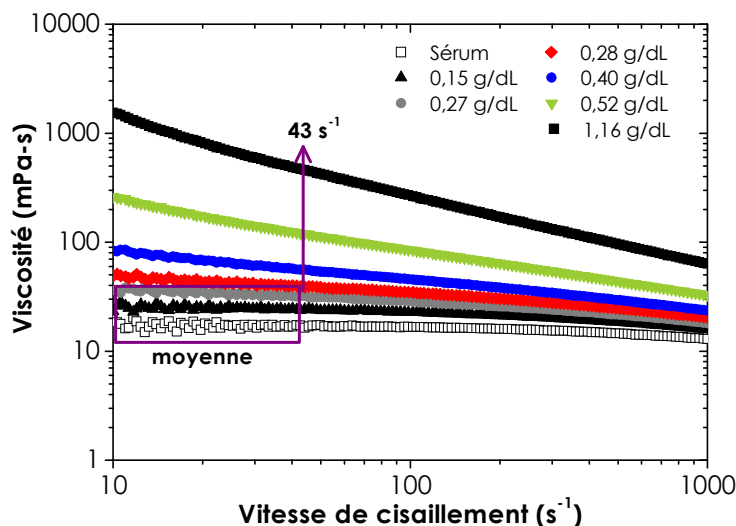
Il est à noter que les **produits du plan d'expérience 1**, stables vis-à-vis de toute décantation, se situent tous **au-delà de  $\Phi = 1$** .



*Figure 78. Détermination de la limite de décantation (LD) de la purée TB, avec les images au microscope optique pour les dilutions respectives. Représentation schématique du changement de régime. Les valeurs de la fraction volumique  $\Phi$  sont calculées pour une valeur de  $a= 1,7$  (Tableau 21).*



La **viscosité** des **suspensions** a été considérée au **plateau newtonien** pour les **dilutions** comprises entre **0** (sérum) et **0,27g/dL**. Au-delà, on n'observe plus de plateau newtonien à basse vitesse (Figure 79). Dans ce cas, nous avons considéré la viscosité apparente à  $43\text{ s}^{-1}$ , ainsi les résultats vont être très dépendants de la vitesse de cisaillement choisie.

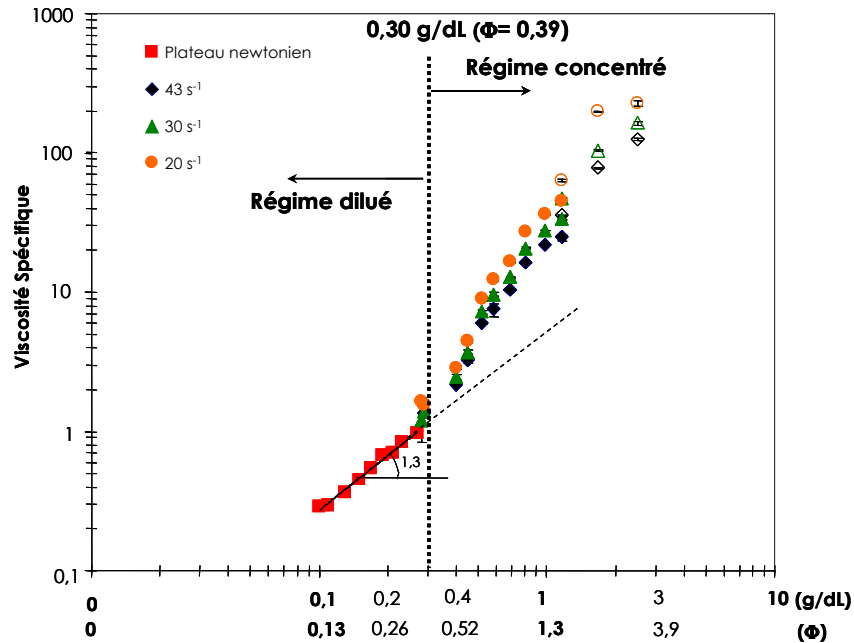


**Figure 79.** Viscosité du sérum et des suspensions.

*Caractère rhéofluidifiant à partir de 0,28 g/dL et viscosité apparente prise à  $43\text{ s}^{-1}$ .*

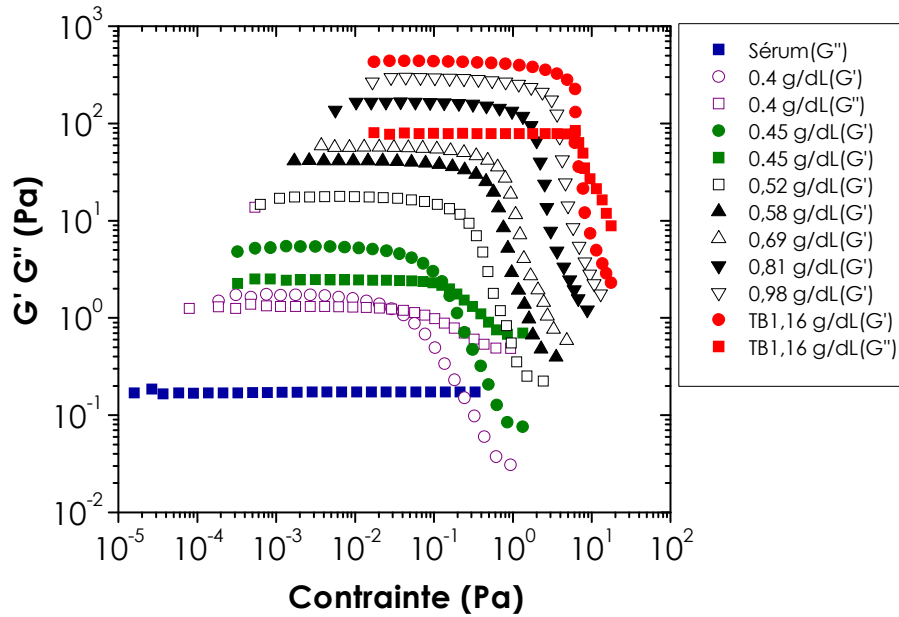
La figure 80 montre l'évolution de la **viscosité spécifique** en fonction de la concentration en paroi cellulaire et  $\Phi$ , en intégrant les résultats obtenus pour la purée **TB** et les purées **TB concentrées** en pulpe issues du plan expérimental 1. Comme observé figure 79, dans le régime dilué, la viscosité spécifique varie sensiblement comme la concentration en pulpe, seules des interactions hydrodynamiques entre éléments dispersés se produisent, la pente est de 1,3, comme attendu pour un système dilué. Au-delà, la dépendance à la concentration en paroi devient beaucoup plus importante, du fait des interactions entre particules. On observe alors la **disparition du plateau newtonien** et l'existence d'un comportement rhéofluidifiant de plus en plus marqué sur tout le domaine de vitesses exploré (Figure 79) et ce à partir de **0,30 g/dL**, soit pour une valeur de  $\Phi = 0,39$ . Cette valeur, au regard des observations de la Figure 78, se situe dans un domaine où la décantation se produit encore. Elle marque un état d'encombrement et d'interaction entre particules qui engendre néanmoins une modification nette des propriétés d'écoulement. Pour les concentrations les plus élevées (Figure 79), on observe la tendance vers un seuil d'écoulement (la pente viscosité/vitesse tend vers une valeur de -1 à basse vitesse). Dans ce domaine de concentration où le comportement est rhéofluidifiant, la dépendance viscosité spécifique - concentration est d'autant plus marquée que la vitesse de cisaillement est faible (Figure 80).

Les points expérimentaux correspondant aux produits du plan d'expérience 1 s'intègrent au régime concentré (Figure 80).



**Figure 80.** Viscosité spécifique en fonction de la concentration en paroi cellulaire pour les dilutions et les purées TB concentrées. La ligne en pointillés marque la disparition du plateau newtonien.

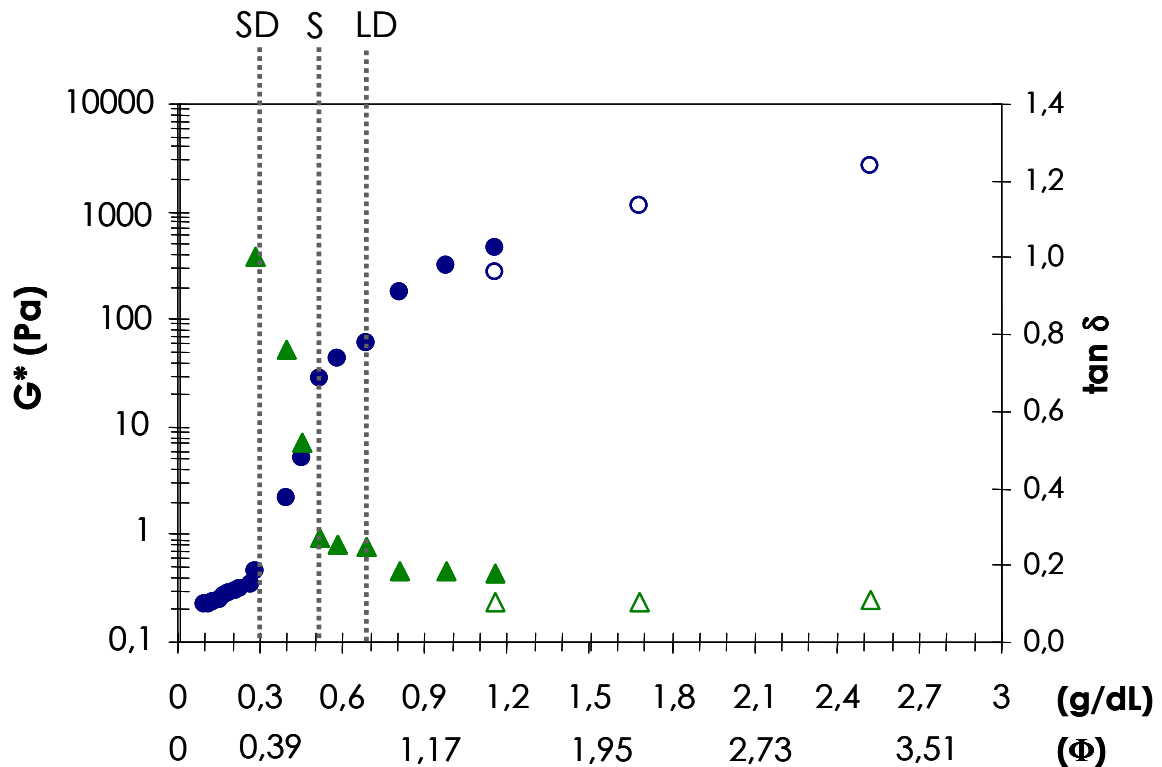
En ce qui concerne les **propriétés viscoélastiques**, lors du test de **sortie du domaine linéaire** réalisé à 10 rad/s, (Figure 81), on observe que le sérum présente logiquement un comportement linéaire étendu (plateau de  $G''$  marqué). La valeur du module complexe ( $G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2}$ ) est de 0,169 Pa soit une viscosité complexe ( $\eta^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} / \omega$ ) de 16,9 mPa.s qui est en accord avec la valeur de la viscosité newtonienne obtenue en viscosimétrie (17,1 mPa.s). C'est à partir de 0,40 et 0,45 g/dL ( $\Phi = 0,52$  et  $0,59$  respectivement) que  $G'$  devient supérieur à  $G''$ . Ceci montre la présence d'un **réseau qui commence à se former**. Ce réseau reste toutefois trop fragile pour résister à la décantation (Figure 78). Il va se renforcer progressivement avec l'augmentation de la concentration jusqu'à la limite de décantation.



**Figure 81.** Variations de  $G'$  et  $G''$  (à 10 rad/s) et sortie du domaine linéaire en fonction de la concentration en paroi au-delà du domaine dilué.

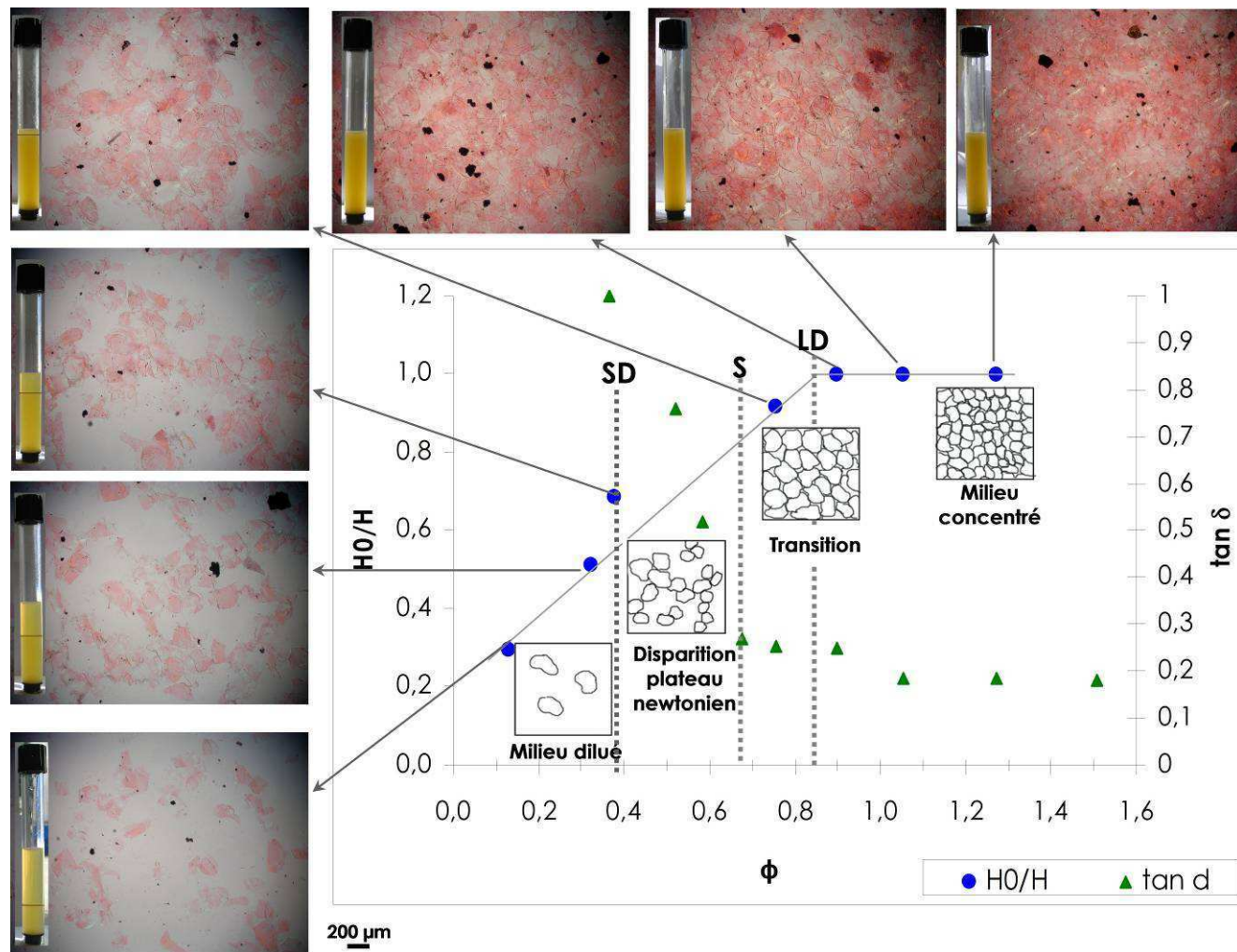
L'évolution du module complexe ( $G^*$ ) et de  $\tan \delta$  ( $G''/G'$ ) en fonction de la concentration en paroi et de la fraction volumique (Figure 82) met en évidence les différents régimes de concentration que l'on peut rapprocher des résultats obtenus en viscosimétrie (Figure 80) et des observations faites en décantation (Figure 83), ainsi :

- $C < 0,30 \text{ g/dl}$  ( $\Phi = 0,4$ ) : régime dilué
- $0,30 \text{ g/dl}$  ( $\Phi = 0,4$ )  $< C$  : manifestation d'un caractère rhéofluidifiant marqué et début d'interaction entraînant une évolution des propriétés viscoélastiques
- $0,52 \text{ g/dl}$  ( $\Phi = 0,68$ )  $< C$  : mise en évidence d'une structuration marquée : caractère élastique dominant, tendance vers un plateau de  $\tan \delta = 0,2-0,3$ , le réseau est toutefois trop fragile pour résister à la décantation
- $0,69 \text{ g/dl}$  ( $\Phi = 0,9$ )  $< C$  : le réseau formé par l'encombrement du milieu suffit à éviter la décantation.



**Figure 82.** Evolution du module complexe ( $G^*$ ) et de  $\tan \delta$  en fonction de la concentration en paroi et de la fraction volumique. Les symboles ouverts représentent les produits (TB) du premier plan expérimental. Les traits représentent le changement de régime, SD : Sortie du domaine Dilué, S : Structuration du milieu, LD : Limite de Décantation.

Nos valeurs peuvent être rapprochées de celles obtenues par Day et al (2010) qui ont estimé la fraction volumique des dispersions de carotte et brocoli uniquement sur la base de mesure des **propriétés viscoélastiques** ( $G^*$ ). Ceci les conduit à des valeurs de  $\phi$  critique (changement de milieu dilué à concentré) de **0,33** ou **0,49** pour le **brocoli** et de **0,39** ou **0,56** pour la **carotte** selon la méthode utilisée.



**Figure 83.**  $\tan \delta$  en parallèle avec la détermination de la limite de décantation de la purée TB, avec les images au microscope optique pour les dilutions respectives et représentation schématique du changement de régime. Les traits représentent le changement de régime, SD : Sortie du domaine Dilué, S : Structuration du milieu, LD : Limite de Décantation.

En résumé, l'approche suivie pour estimer la fraction volumique des particules pour la purée TB à partir des mesures de viscosité en régime dilué a permis d'obtenir un ordre de grandeur de celle-ci. La voluminosité des particules ramenée à la matière sèche de paroi cellulaire est estimée à 1,2 dl/g de paroi. Ainsi la purée **TB** qui contient 1,16 g de paroi/dl se situe à **une fraction volumique théorique  $\phi$**  supérieure à 1 qui indique que les particules **déformables** sont bien **compactées** au sein de la purée. Ceci a été confirmé par les images microscopiques. Les observations des régimes de décantation sont cohérentes avec cette estimation de la fraction volumique. Nous avons pu mettre en évidence un changement net de régime de concentration concernant les propriétés d'écoulement, la sortie du régime dilué s'opère pour une valeur de  $\phi$  critique de **0,4** qui peut paraître élevée. Au-delà du régime dilué, l'évolution des propriétés viscoélastiques permet de préciser les régimes de concentration et l'établissement progressif du réseau de particules au fur et à mesure de l'encombrement du milieu jusqu'à la limite de décantation.

### *5. Impact de la structure sur la perception sensorielle de purées.*

La caractérisation sensorielle des purées issues des deux plans expérimentaux a été réalisée par la méthode conventionnelle QDA (§III.4.2), il y a donc eu une étape d'entraînement du panel et une étape dédiée à la caractérisation finale des produits.

#### *5.1. Performance du panel*

La mesure de la **performance d'un panel** et de ses panélistes est une question déterminante en analyse sensorielle. Cette notion de performance est le plus souvent divisée en trois concepts : la **répétabilité**, la **discrimination** et l'**accord** entre les panélistes (Nicod et al., 2009).

La **répétabilité** traduit la capacité à donner des résultats proches en réponse à un même stimulus. Celle-ci est appelée **reproductibilité** lorsque le même stimulus est présenté dans des conditions différentes.

La **discrimination** est l'aptitude à détecter les différences sensorielles entre les produits. Cette caractéristique indique si les panélistes ont été capables de différencier les produits de l'étude ou non.

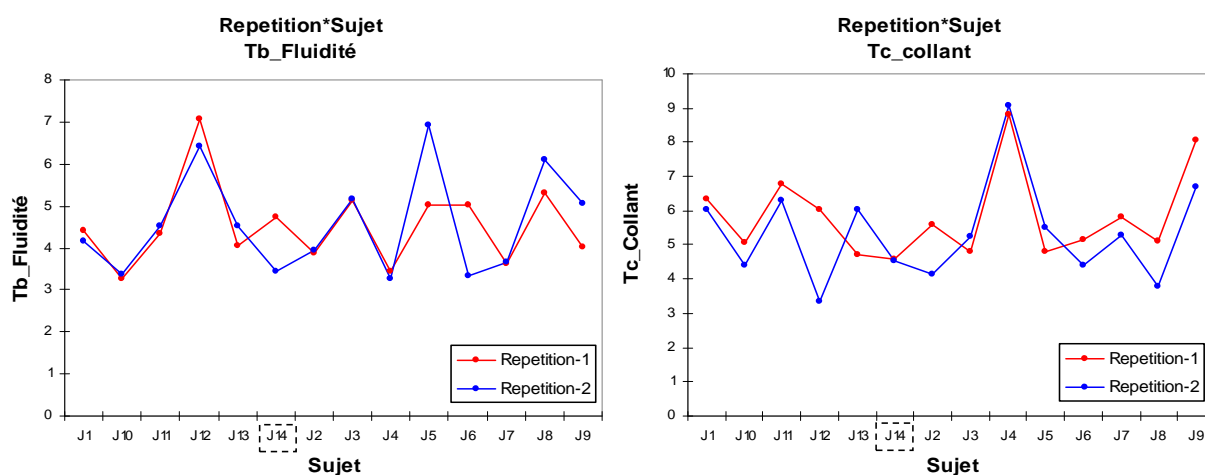
L'**accord ou consensus** entre les panélistes mesure l'homogénéité des réponses obtenues pour le même stimulus par les différents dégustateurs.

Chaque plan expérimental a été analysé séparément. Pour **évaluer** la répétabilité et le **pouvoir discriminant** du panel, des **analyses de variance** à trois facteurs avec interaction par **descripteur** sont réalisés sur l'ensemble des données (14 juges, 2 séances) selon le modèle :

$$\text{Descripteur} = \text{répétition} + \text{sujet} + \text{produit} + \text{répétition} * \text{sujet} + \text{sujet} * \text{produit} + \varepsilon$$

La **répétabilité** est évaluée par l'effet répétition et l'interaction répétition\*sujet, le pouvoir **discriminant** par l'effet produit et l'**accord** entre les panélistes par l'interaction sujet\*produit.

Comme observé dans le tableau 24, **tous les descripteurs** permettent de **discriminer** les **produits** au seuil  $\alpha$  de 5% pour les deux manipulations. **L'effet répétition** est significatif pour 5 descripteurs, ce qui montre que globalement les produits ont été notés plus ou moins fortement d'une séance à l'autre pour ces attributs. Cependant la plupart des sujets sont répétables. La figure 84 présente l'exemple de descripteurs avec effet significatif : Tb\_fluidité et Tc\_collant. Le juge 14 est moins répétable pour Tb\_fluidité et au contraire très répétable pour Tb\_collant.



**Figure 84.** Exemple de l'interaction répétition\*sujet des descripteurs avec effet significatif ( $p < 0,05$ ) : V\_brillance, Tc\_collant.

**Tableau 24.** Résultats de l'ANOVA à trois facteurs pour (a) plan expérimental 1 et (b) plan expérimental 2. En gris effet significatif ( $p < 0,05$ ).

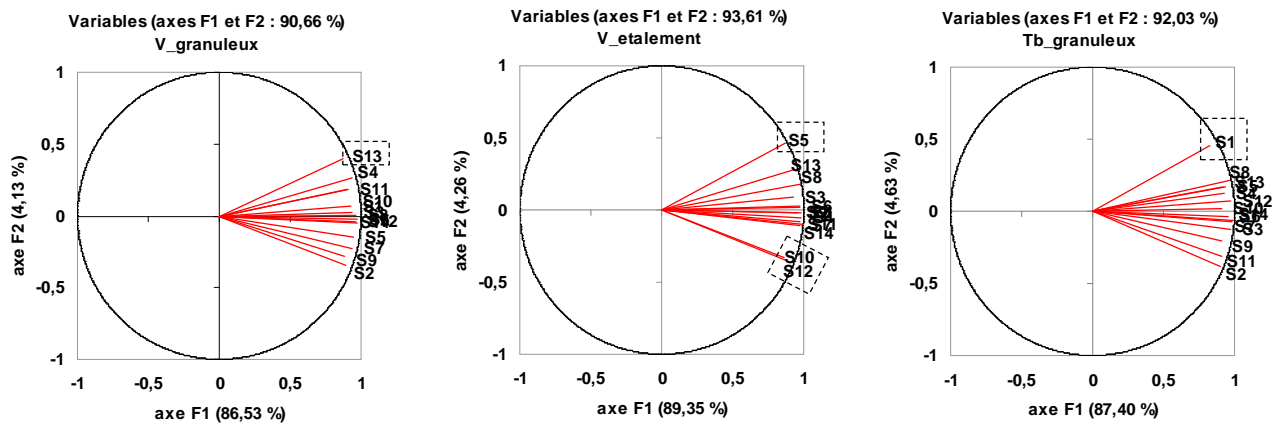
<b>(a)</b>						<b>Analyse Type III Sum of Squares : ( Pr &gt; F)</b>					
<b>F</b>						<b>Analyse Type III Sum of Squares : ( Pr &gt; F)</b>					
Descripteur	Repetition	Sujet	Produit	Repetition*Sujet	Sujet*Produit	Descripteur	Repetition	Sujet	Produit	Repetition*Sujet	Sujet*Produit
DDL	1	13	10	13	130	DDL	1	13	10	13	130
Tb_Granuleux	0,50	12,06	185,64	3,60	2,57	Tb_Granuleux	0,480	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
Tc_Ecoulement	0,33	4,85	155,69	2,44	1,43	Tc_Ecoulement	0,567	< 0,0001	< 0,0001	0,005	0,018
Tb_Fluidité	0,06	9,89	146,48	1,94	2,05	Tb_Fluidité	0,801	< 0,0001	< 0,0001	0,030	< 0,0001
V_Etalement	1,28	6,70	138,88	2,53	1,37	V_Etalement	0,260	< 0,0001	< 0,0001	0,004	0,035
V_Brillance	4,65	12,10	138,85	1,74	1,79	V_Brillance	0,033	< 0,0001	< 0,0001	0,059	0,000
Tb_Sec	0,50	4,51	122,55	1,79	2,04	Tb_Sec	0,481	< 0,0001	< 0,0001	0,050	< 0,0001
Tb_Taillep	0,12	3,40	109,67	2,22	1,77	Tb_Taillep	0,725	0,000	< 0,0001	0,012	0,000
Tc_Fermeté	1,12	9,90	108,30	1,30	1,35	Tc_Fermeté	0,292	< 0,0001	< 0,0001	0,221	0,040
Tb_Poids	0,58	10,30	97,16	2,03	2,16	Tb_Poids	0,447	< 0,0001	< 0,0001	0,022	< 0,0001
V_Granuleux	0,02	8,59	88,61	2,16	1,50	V_Granuleux	0,899	< 0,0001	< 0,0001	0,014	0,009
Tb_Velouté	0,99	15,00	80,93	2,14	2,24	Tb_Velouté	0,321	< 0,0001	< 0,0001	0,015	< 0,0001
Tb_Nombrep	1,13	6,44	73,22	1,69	1,56	Tb_Nombrep	0,290	< 0,0001	< 0,0001	0,070	0,005
Tb_Fermeté	0,14	6,01	70,09	1,02	1,29	Tb_Fermeté	0,706	< 0,0001	< 0,0001	0,432	0,069
Tb_Collant	0,86	9,86	65,90	2,60	1,67	Tb_Collant	0,356	< 0,0001	< 0,0001	0,003	0,002
Tc_Collant	5,20	9,99	54,81	1,59	1,66	Tc_Collant	0,024	< 0,0001	< 0,0001	0,095	0,002
Tb_biphase	0,34	12,27	50,04	2,52	2,47	Tb_biphase	0,563	< 0,0001	< 0,0001	0,004	< 0,0001
Tc_Recouvrement	1,31	13,75	49,24	1,82	5,18	Tc_Recouvrement	0,254	< 0,0001	< 0,0001	0,046	< 0,0001
V_Exsudat	1,34	8,59	10,32	1,35	2,05	V_Exsudat	0,248	< 0,0001	< 0,0001	0,192	< 0,0001

<b>(b)</b>						<b>Analyse Type III Sum of Squares : ( Pr &gt; F)</b>					
<b>F</b>						<b>Analyse Type III Sum of Squares : ( Pr &gt; F)</b>					
Descripteur	Repetition	Sujet	Produit	Repetition*Sujet	Sujet*Produit	Descripteur	Repetition	Sujet	Produit	Repetition*Sujet	Sujet*Produit
DDL	1	13	10	13	130	DDL	1	13	10	13	130
V_Etalement	5,27	11,46	288,71	3,14	2,79	V_Etalement	0,023	< 0,0001	< 0,0001	0,000	< 0,0001
Tb_Granuleux	2,65	16,60	191,82	1,41	2,59	Tb_Granuleux	0,106	< 0,0001	< 0,0001	0,163	< 0,0001
Tb_Velouté	1,76	21,20	179,47	1,90	3,77	Tb_Velouté	0,187	< 0,0001	< 0,0001	0,035	< 0,0001
Tb_Fermeté	2,43	15,05	144,81	1,93	3,03	Tb_Fermeté	0,121	< 0,0001	< 0,0001	0,031	< 0,0001
Tc_Ecoulement	0,37	6,33	117,64	1,11	1,37	Tc_Ecoulement	0,546	< 0,0001	< 0,0001	0,358	0,034
Tb_Nombrep	4,06	10,86	102,14	1,12	1,83	Tb_Nombrep	0,046	< 0,0001	< 0,0001	0,350	0,000
Tb_Fluidité	15,27	4,77	100,45	1,95	1,50	Tb_Fluidité	0,000	< 0,0001	< 0,0001	0,029	0,010
Tc_Fermeté	0,01	19,32	89,32	1,43	1,70	Tc_Fermeté	0,940	< 0,0001	< 0,0001	0,151	0,001
Tb_biphase	0,14	9,65	83,60	1,59	3,88	Tb_biphase	0,710	< 0,0001	< 0,0001	0,094	< 0,0001
V_Granuleux	0,01	11,09	80,90	1,83	1,91	V_Granuleux	0,906	< 0,0001	< 0,0001	0,044	< 0,0001
Tb_Sec	0,00	6,77	71,14	0,38	1,85	Tb_Sec	0,964	< 0,0001	< 0,0001	0,975	0,000
V_Brillance	1,14	20,08	69,99	1,22	2,18	V_Brillance	0,287	< 0,0001	< 0,0001	0,270	< 0,0001
Tb_Taillep	2,98	6,14	68,89	2,41	2,19	Tb_Taillep	0,086	< 0,0001	< 0,0001	0,006	< 0,0001
Tb_Collant	0,47	16,14	65,41	1,94	2,12	Tb_Collant	0,493	< 0,0001	< 0,0001	0,031	< 0,0001
Tb_Poids	0,00	4,86	44,39	1,07	1,25	Tb_Poids	0,998	< 0,0001	< 0,0001	0,389	0,097
Tc_Recouvrement	0,66	19,58	44,12	0,89	3,61	Tc_Recouvrement	0,418	< 0,0001	< 0,0001	0,564	< 0,0001
Tc_Collant	3,96	10,18	38,45	0,87	1,04	Tc_Collant	0,048	< 0,0001	< 0,0001	0,584	0,415
V_Exsudat	2,72	22,58	2,34	2,19	2,47	V_Exsudat	0,101	< 0,0001	0,014	0,013	< 0,0001



L'**effet sujet** est attribuable à une utilisation différente de l'échelle entre les panélistes. Malgré l'entraînement du panel, tous les descripteurs présentent un effet sujet significatif. Mais cela est généralement sans conséquence sur les résultats. En ce qui concerne l'interaction **sujet \* produit**, il y a un effet significatif pour tous les descripteurs (sauf pour Tc\_collant pour le plan expérimental 2) ce qui pourrait laisser paraître que les juges ne sont pas en accord. Ceci a été donc vérifié par une ACP avec les juges considérés en variables (Figure 85) comme mentionné par Le Moigne et al (2008) pour visualiser l'accord entre les juges. Même s'il y a une interaction **sujet\*produit** dans la plus part de cas, **il existe un consensus** entre les juges et donc pour l'ensemble du panel comme observée dans la figure 85. C'est un paradoxe qui est lié à une **très forte discrimination** des produits, le consensus entre les juges est si fort que la moindre variation crée une interaction. Ceci a déjà été remarqué dans d'autres études (Colin-Henrion, 2008; Le Moigne et al., 2008).



**Figure 85.** ACP sur les juges pour montrer le consensus entre les panélistes..

Ainsi l'**ensemble** du panel couvre les caractéristiques souhaitées : répétable, discriminant et consensus global entre les panélistes.

**5.2. Effet de la teneur et la taille de particules sur la perception sensorielle**

La description sensorielle des produits du **premier plan d'expériences** a permis d'étudier l'influence de la **teneur** et de la **taille** des **particules** sur la perception sensorielle de la texture des purées.

Les données ont été traitées d'abord par une **ANOVA** à **deux facteurs** avec interaction:  
*Descripteur = Concentration + Taille de particule + Concentration\*Taille de particule + ε*

Le tableau 13 montre les descripteurs pour lesquels il y a des effets significatifs de la concentration en pulpe et/ou la taille de particule. La majorité des descripteurs étant discriminants, les F de Fisher (Tableau 25) permettent de comparer les niveaux de discrimination. Les descripteurs avec **effet dominant de la concentration** en pulpe sont : **Tc\_écoulement**, **V\_étalement**, **Tb\_sec**, **Tb\_fluidité**, **V\_brillance**, **Tc\_fermeté** et **Tb\_fermeté**. Ceux avec effet dominant de la **taille de particule** sont : **Tb\_granuleux**, **Tb\_taille de particule**, **V\_granuleux**, **Tb\_nombre de particule** et **Tb\_velouté**.

*Tableau 25. Résultats ANOVA à deux facteurs avec interactions : concentration et taille de particule sur les descripteurs (en gris les effets significatifs  $p < 0,05$ )*

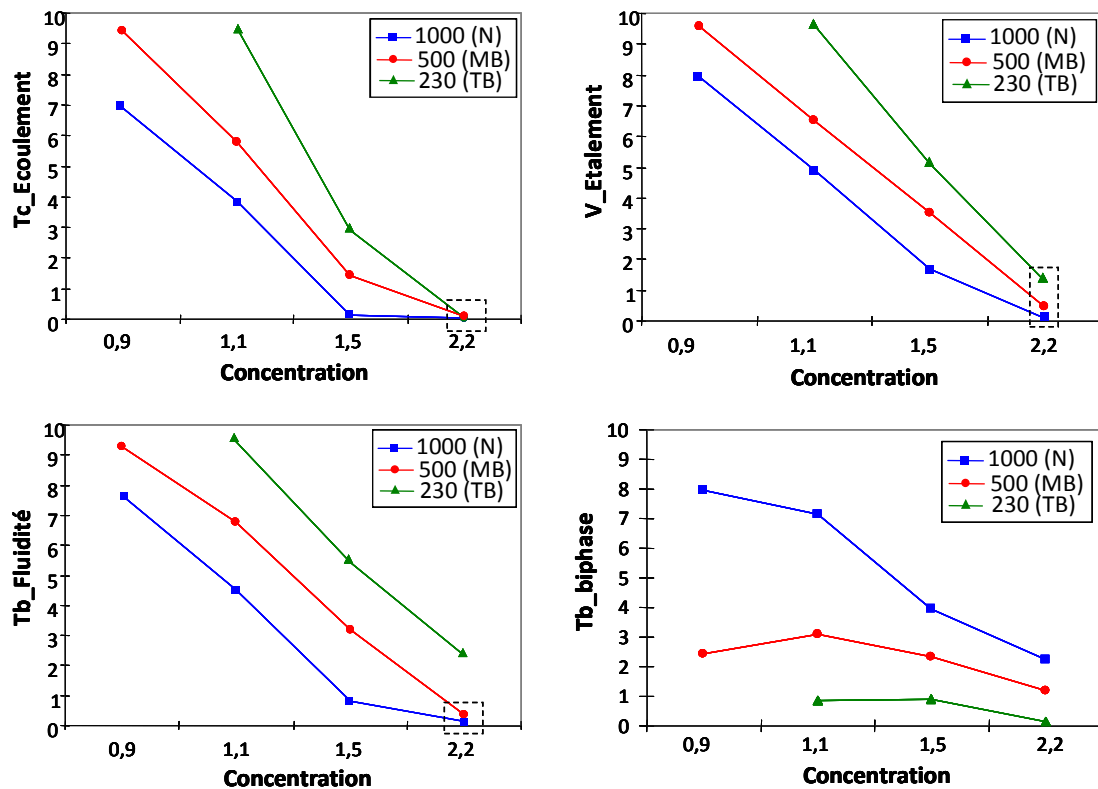
Descripteur	Analyse Type III Sum of Squares (F)			DDL	Analyse Type III Sum of Squares (Pr > F)		
	Conc	Taille part	Conc*Taille part		Conc	Taille part	Conc*Taille part
DDL	3	2	5	DDL	3	2	5
V_Brillance	<b>221,37</b>	55,85	5,58	V_Brillance	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
V_Granuleux	4,53	<b>266,95</b>	1,05	V_Granuleux	0,004	< 0,0001	0,390
V_Exsudat	16,60	0,40	1,37	V_Exsudat	< 0,0001	0,668	0,235
V_Etalement	<b>289,64</b>	60,39	5,24	V_Etalement	< 0,0001	< 0,0001	0,000
Tc_Ecoulement	<b>328,25</b>	56,88	14,19	Tc_Ecoulement	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
Tc_Collant	102,67	3,95	1,50	Tc_Collant	< 0,0001	0,020	0,189
Tc_Recouvrement	17,20	46,43	2,11	Tc_Recouvrement	< 0,0001	< 0,0001	0,064
Tc_Fermeté	<b>211,65</b>	53,66	3,13	Tc_Fermeté	< 0,0001	< 0,0001	0,009
Tb_Poids	143,62	55,58	1,33	Tb_Poids	< 0,0001	< 0,0001	0,252
Tb_Fluidité	<b>229,24</b>	79,02	3,33	Tb_Fluidité	< 0,0001	< 0,0001	0,006
Tb_biphase	17,26	58,62	6,50	Tb_biphase	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
Tb_Velouté	2,12	<b>172,83</b>	1,70	Tb_Velouté	0,098	< 0,0001	0,135
Tb_Fermeté	160,08	37,14	1,83	Tb_Fermeté	< 0,0001	< 0,0001	0,107
Tb_Collant	122,83	2,12	1,44	Tb_Collant	< 0,0001	0,122	0,208
Tb_Sec	<b>240,98</b>	19,43	2,16	Tb_Sec	< 0,0001	< 0,0001	0,058
Tb_Granuleux	0,78	<b>387,08</b>	2,57	Tb_Granuleux	0,505	< 0,0001	0,027
Tb_Taillep	0,14	<b>360,90</b>	0,25	Tb_Taillep	0,938	< 0,0001	0,941
Tb_Nombrep	0,52	<b>233,18</b>	0,70	Tb_Nombrep	0,672	< 0,0001	0,626

Dans le tableau 25, il peut être observé également que **sept descripteurs** présentent une interaction **concentration\*taille de particule** significative ( $p < 0,05$ ) : **V\_brillance**, **V\_étalement**, **Tc\_écoulement**, **Tc\_fermeté**, **Tb\_fluidité**, **Tb\_biphase**, **Tb\_granuleux**.

La plupart de ces **interactions** sont principalement dues à la **concentration** en particules **la plus élevée (2,2%)**, comme illustré dans la figure 86 pour les descripteurs **Tc\_écoulement** et **V\_étalement**. En effet, nous observons que pour ces deux descripteurs **la perception** de chacun **diminue** logiquement **avec l'augmentation de la concentration** en parois et avec la **diminution de la taille de particule**. Cependant lorsque la purée est plus **concentrée (2.2)** **l'effet de taille de particule disparaît** et les trois produits sont perçus de la même façon. Ceci montre un probable effet de « **seuil** » à partir duquel les juges ne font plus la différence. Pour la concentration de **2,2%**, la  $\eta_{app}$  ( $43s^{-1}$ ) de **N**, **MB** et **TB** est de **3361**, **2845** et **2168 mPa.s** respectivement. Même si les 3 produits sont différenciés par des mesures instrumentales, le juge ne fait plus la différence, au moins dans le cadre de notre « espace

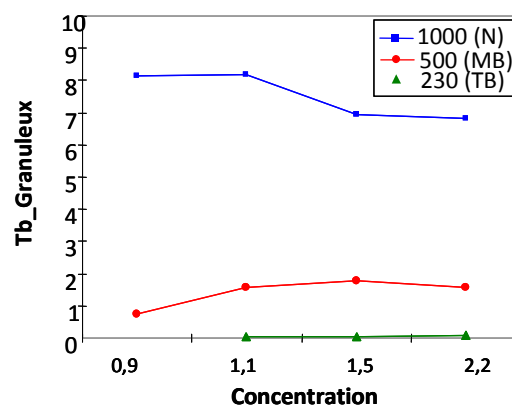
produit ». Le même phénomène est observée pour le descripteur **Tb\_fluidité**, une **diminution** de celui-ci est observée avec l'**augmentation** de la **concentration** et avec la **diminution** de la **taille de particule**. Lorsque l'on arrive à la concentration de **2,2%** les produits **N** et **MB**, ne sont plus différenciés par le panel, cependant **TB** reste perçu **plus fluide**, et donc à cette granulométrie le seuil n'a pas été atteint. Ceci montre d'une part, que même si les descripteurs à la cuillère et en bouche sont fortement corrélés (c.f Figure 89), il peut y avoir des cas où l'évaluation en « **bouche** » est plus sensible que l'évaluation à la « **cuillère** ». Ainsi, les juges **ne font plus de différence à la cuillère entre les 3 produits (N, MB et TB à 2,2%)** soit pour une **viscosité apparente** ( $43s^{-1}$ ) d'environ **2160 mPa.s**, alors que pour la fluidité **en bouche** une différence est encore perceptible entre TB et MB-N, c'est pour une viscosité apparente de **2840 mPa.s** que la différence n'est plus perçue.

La perception en bouche de 2 phases (Figure 86) augmente avec l'augmentation de la taille de particule. Pour la série (**N**) il **augmente** avec la **diminution** de la **concentration** alors que pour (**MB**) et (**TB**) il **ne change presque pas**. Le produit est ainsi perçu **plus homogène** lorsque la **taille de particule est plus petite**. Cette perception d'hétérogénéité est renforcée dans le milieu dilué mais quand les particules sont suffisamment grandes. Il faut noter que la distribution en taille des particules de (N) est moins homogène que (MB) et (TB).



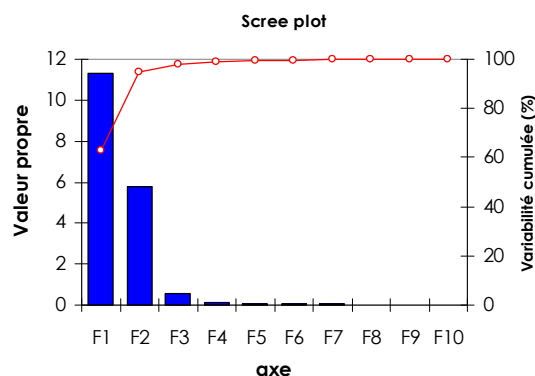
*Figure 86. Exemple de descripteurs dont les interactions concentration\*taille particule sont significatives ( $p < 0,05$ ).*

En ce qui concerne le descripteur **Tb\_granuleux**, lorsque la taille de particule est plus petite, logiquement les produits sont perçus moins « granuleux » voir pas granuleux du tout dans le cas de TB (Figure 87). Pour cette série des produits (**TB**) la taille est déjà très fine, peu importe dans ce cas la concentration en parois, la granulosité perçue est de façon équivalente. Pour la série (**MB**), lorsque le produit est dilué il est perçu comme moins granuleux, mais lorsqu'il est concentré la perception de « granulosité » ne change pas. Pour les produits (**N**) la « granulosité » ne change pas avec la dilution, cependant à partir d'une concentration de 1,5 % de paroi les produits sont perçus moins granuleux. L'encombrement du milieu et la compaction des particules génèrent probablement une perception du « granuleux » moins importante.



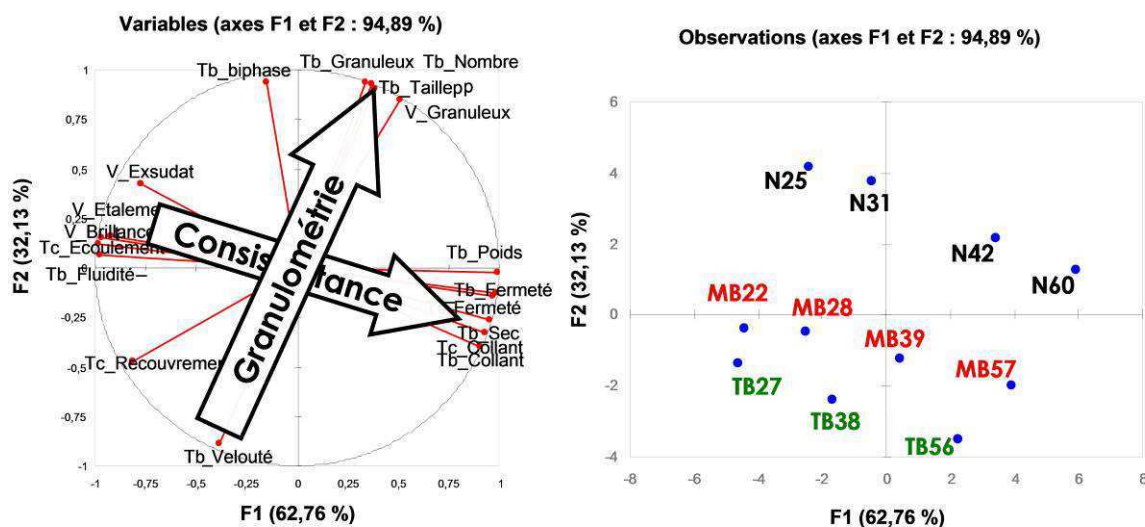
**Figure 87.** Descripteurs *Tb\_granuleux* dont les interactions concentration\*taille particule sont significatives ( $p < 0,05$ ).

Pour une analyse globale des données, une **ACP** normée a été réalisée sur les **notes moyennes** des produits pour chaque descripteur. La totalité de la variance de cette configuration est expliquée par les 4 premiers axes de l'ACP (Figure 88). Les **deux premiers axes** expliquent ainsi déjà **94,9%** de l'information (62,8 et 32,1% respectivement).



**Figure 88.** Valeurs propres et % de variabilité cumulée portés par les dimensions de l'ACP sur les données sensorielles du premier plan expérimental.

L'ACP montre une **dissociation** de l'effet de la **teneur en pulpe** (ou paroi cellulaire) et de la **distribution granulométrique** (Figure 89). Par rapport à l'**axe 1**, les produits N60, MB57 et TB56 sont opposés aux purées N25 et MB22 et les descripteurs qui les caractérisent sont par exemple Tb\_fermeté, Tc\_fermeté et Tb\_collant pour le premier groupe et pour le deuxième Tb\_fluidité, Tc\_écoulement. Le **deuxième axe** sépare les purées « natives » de « très broyées » avec des descripteurs tels que Tb\_granuleux, V\_granuleux versus Tb\_velouté respectivement. Ainsi l'ACP dégage clairement **2 axes**: un premier **axe de consistance** allant des produits les plus fluides aux plus fermes et collants qui correspond aux purées les moins concentrées aux plus concentrées. Le deuxième axe, quant à lui oppose le descripteur velouté au descripteur granuleux qui correspond aux produits broyés et non broyés, il s'agit donc d'un axe lié à la **granulométrie**. Par ailleurs, on observe qu'il y a une **forte corrélation** entre les **descripteurs** évalués en **bouche** et ceux évalués à la **cuillère**. Colin-Henrion (2008), Tarea (2005) et Loescher (2003) ont fait le même constat sur les **deux axes** de consistance et granulométrie ainsi que sur la **corrélation** des descripteurs en **bouche** et à la **cuillère** sur des compotes de pomme et poire.

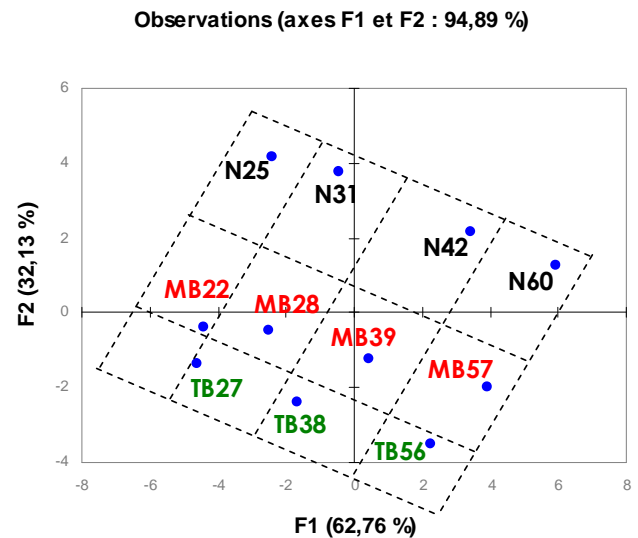


*Figure 89. Deux premières dimensions de l'ACP sur les données sensorielles des produits du premier plan expérimental.*

Si on observe le **positionnement** des produits sur la carte sensorielle, on constate qu'ils sont **classés** de manière très régulière suivant leur **concentration** en paroi et leur **taille** de particule. Le **premier plan expérimental** construit à partir de ces deux variables de structure se retrouve de façon claire dans la description sensorielle des purées (Figure 90).

Ceci montre d'une part la bonne performance du panel, et d'autre part **l'intérêt de la stratégie expérimentale appuyée sur la maîtrise de la « construction » de l'espace produit** (§IV.3) dans le but de créer des purées à structures et textures variées. Nous avons ainsi pu étudier l'effet des deux propriétés structurales majeures de la purée sur les propriétés sensorielles comme nous avons pu le faire sur les propriétés rhéologiques.

d(0,9) $\mu\text{m}$	Teneur en pulpe (%)			
	Teneur en paroi (%)			
1000 (N)	25	<b>31</b>	42	60
	0,9	<b>1,1</b>	1,5	2,2
500 (MB)	22	<b>28</b>	39	57
	0,9	<b>1,1</b>	1,5	2,2
230 (TB)	-	<b>27</b>	38	56
		<b>1,1</b>	1,5	2,2



*Figure 90. Importance du plan expérimental : reflété sur les résultats sensorielles.*

En **résumé**, **deux dimensions** majeures sont nécessaires pour décrire les propriétés texturales des purées : **consistance** et **granulométrie**, qui en quelque sorte s'avèrent être directement générées et « pilotables » par la teneur en paroi cellulaire et la taille des particules respectivement. De plus, des interactions concentration\*taille de particule significatives sur certains descripteurs permettent d'identifier des niveaux de seuils à partir desquels les juges ne perçoivent plus de différences sensibles alors que les mesures instrumentales notamment la viscosité apparente (43s-1) différencient les produits. De même, des fortes corrélations entre la perception en bouche et « à la cuillère » ont été mises en évidence, cependant pour certains descripteurs (fluidité) l'évaluation en « bouche » est plus sensible que l'évaluation « à la cuillère ».

La « superposition » du plan expérimental aux résultats sensoriels, montre par ailleurs l'intérêt de la stratégie de construction de l'espace produit lors d'une telle étude.

### 5.3. Effet de mélange de différentes tailles de particules sur la perception sensorielle du « granuleux ».

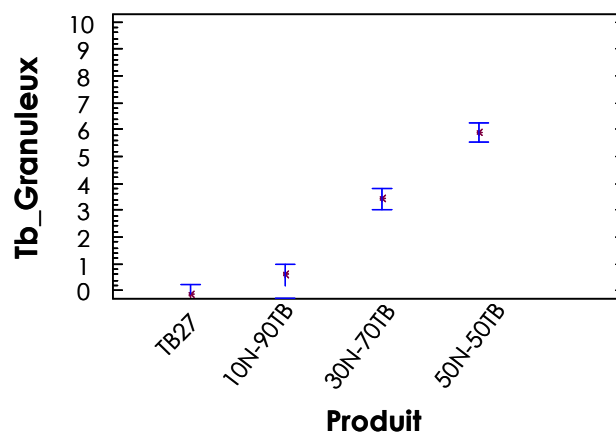
Une des questions posées lors des essais préliminaires et de la définition de la stratégie de création des purées aux textures variées, était de savoir si un **contraste dans les tailles de particules** petites et grosses dans un même échantillon, **faisait ressortir** la perception du « granuleux ». C'est ainsi que 3 purées ont été fabriquées en mélangeant la purée (N) et (TB) à des ratios N-TB variables : 50-50 ; 30-70 ; 10-90 et comparées à la purée (TB).

L'ANOVA à 1 facteur réalisée sur les descripteurs d'intérêt, c'est-à-dire sur les descripteurs liés à la perception de la « granulosité » a montré une différence significative entre les produits (Tableau 26).

**Tableau 26.** Résultats de l'ANOVA sur les descripteurs de « granulosité » pour les produits « mélanges » du deuxième plan expérimental.

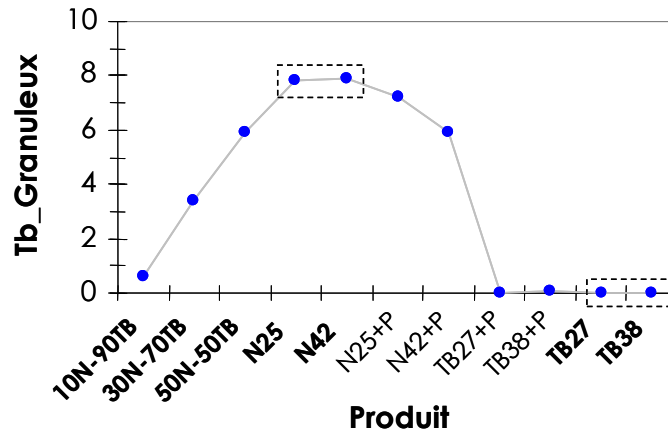
Analyse Type III Sum of Squares :		
Descripteur	F	Pr > F
<b>DDL</b>	<b>3</b>	<b>3</b>
V_Granuleux	8,882	< 0,0001
V_Etalement	5,440	0,002
Tc_Ecoulement	13,319	< 0,0001
Tb_biphase	31,949	< 0,0001
Tb_Velouté	11,789	< 0,0001
Tb_Granuleux	42,535	< 0,0001
Tb_Taillep	17,700	< 0,0001
Tb_Nombrep	30,936	< 0,0001

Les produits ont été « perçus » comme moins granuleux lorsque la proportion de (TB) était plus importante et plus granuleux lorsque la purée (N) prédominait comme montré dans la figure 91. Il n'y a pas de différence significativement perçue entre TB et 10N-90TB. La différence se fait à partir d'une proportion de 30%.



**Figure 91.** Moyennes des notes du descripteur Tb\_granuleux pour les mélanges et TB.

Certes il existe une différence de perception entre les produits, cependant les résultats ont montré que le fait de mélanger les deux tailles des particules et d'avoir un contraste de granulométrie, ne fait pas ressortir l'aspect « granuleux » comme nous aurions pu le penser au départ. Les mélanges sont perçus plus « granuleux » qu'une purée (TB), mais moins granuleux qu'une purée (N), (Figure 92).



**Figure 92.** Comparaison des notes de « Tb\_granuleux » des produits du plan expérimental 2.

Le fait de provoquer un contraste de taille des particules en faisant un mélange de (N) et (TB) n'augmente pas la perception du « granuleux » par rapport à une purée (N).

#### 5.4. Rôle de la phase continue sur la perception sensorielle

Les produits du deuxième plan expérimental ont permis d'étudier l'effet de la phase continue sur la perception sensorielle. 4 produits ont ainsi été épaissis avec pectine (§III.3).

Les données ont été traitées par une ANOVA à **deux facteurs** :

$$\text{Descripteur} = \text{Produit} + \text{Pectine} + \text{Produit} * \text{Pectine} + \varepsilon$$

Un **effet significatif de la pectine** ( $p < 0,05$ ) est observé (Tableau 27) sur 13 descripteurs, parmi eux il y a des descripteurs concernant la **consistance** : **collant**, **fermeté** (en bouche et à la cuillère) et **Tb\_fluidité**, d'autres concernant la **granulosité** : **granuleux** (visuel et en bouche). Le fait que le descripteur V\_exsudat ne soit pas significatif, peut être expliqué par le fait que les produits ont été tous préparés à une concentration au-delà de laquelle il n'y a pas de décantation du produit, dans le § IV.4.6.2 on a montré en effet que



celle-ci n'a lieu qu'au delà de 0,6 g de parois/dL et la purée la plus diluée du plan expérimentale à une concentration de ~0,8 g/dL.

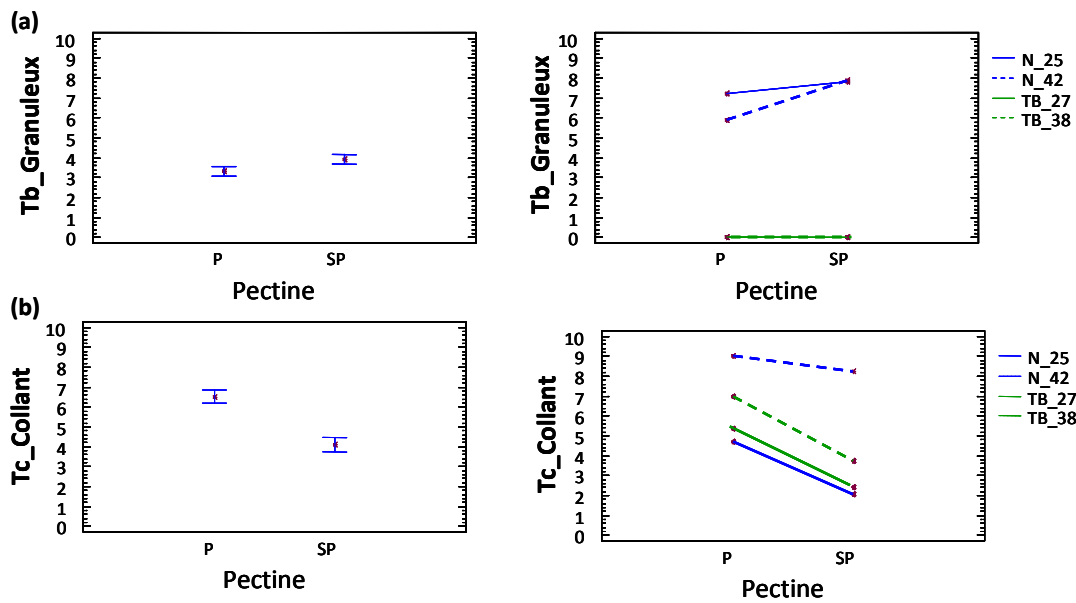
**Tableau 27.** Résultats de l'ANOVA ( $p < 0,05$ ) sur les descripteurs pour évaluer l'effet de la pectine sur les produits avec et sans pectine du deuxième plan expérimental.

(En gris effet significatif  $p < 0,05$ )

Descripteur	Analyse Type III Sum of Squares (F)			Descripteur	Analyse Type III Sum of Squares (Pr > F)		
	Produit	Pectine	Produit*Pectine		Produit	Pectine	Produit*Pectine
<b>DDL</b>	<b>3</b>	<b>1</b>	<b>3</b>	<b>DDL</b>	<b>3</b>	<b>1</b>	<b>3</b>
V_Brillance	75,94	1,20	0,76	V_Brillance	< 0,0001	0,274	0,516
V_Granuleux	145,66	6,58	1,68	V_Granuleux	< 0,0001	<b>0,011</b>	0,173
V_Exsudat	0,54	2,72	1,41	V_Exsudat	0,656	0,101	0,241
V_Etalement	289,97	1,37	4,16	V_Etalement	< 0,0001	0,243	<b>0,007</b>
Tc_Ecoulement	202,89	7,69	0,35	Tc_Ecoulement	< 0,0001	0,006	0,788
Tc_Collant	44,49	46,54	2,44	Tc_Collant	< 0,0001	< 0,0001	<b>0,066</b>
Tc_Recouvrement	44,96	1,10	0,52	Tc_Recouvrement	< 0,0001	0,295	0,671
Tc_Fermeté	74,32	23,50	1,02	Tc_Fermeté	< 0,0001	<b>&lt; 0,0001</b>	0,385
Tb_Poids	75,49	10,30	1,79	Tb_Poids	< 0,0001	0,002	0,151
Tb_Fluidité	149,03	5,69	2,37	Tb_Fluidité	< 0,0001	0,018	0,072
Tb_biphase	81,81	3,37	0,37	Tb_biphase	< 0,0001	0,068	0,778
Tb_Velouté	254,40	14,86	2,25	Tb_Velouté	< 0,0001	0,000	0,084
Tb_Fermeté	110,64	18,88	2,35	Tb_Fermeté	< 0,0001	< 0,0001	0,073
Tb_Collant	43,07	43,57	1,53	Tb_Collant	< 0,0001	<b>&lt; 0,0001</b>	0,207
Tb_Sec	81,57	26,40	0,87	Tb_Sec	< 0,0001	< 0,0001	0,458
Tb_Granuleux	289,15	6,77	3,74	Tb_Granuleux	< 0,0001	<b>0,010</b>	0,012
Tb_Taillep	119,87	11,71	4,32	Tb_Taillep	< 0,0001	0,001	0,006
Tb_Nombrep	205,17	5,57	2,08	Tb_Nombrep	< 0,0001	0,019	0,104

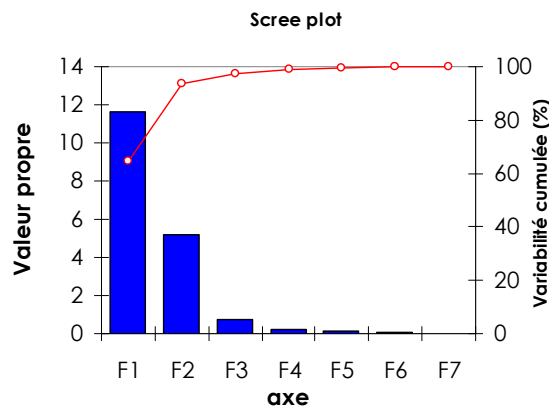
Quatre descripteurs **présentent** une interaction **produit\*pectine** significative ( $p < 0,05$ ) : **V\_étalement**, **Tc\_collant**, **Tb\_granuleux**, **Tb\_taille particule** (Tableau 27). En ce qui concerne les descripteurs liés à la granulosité (**Tb\_granuleux**, **Tb\_taille particule**) l'ajout de pectine diminue la perception du granuleux, cependant lorsque les purées sont broyées (TB) il n'y a pas de différence perceptible du fait que les purées sont déjà lisses (exemple de **Tb\_granuleux**, Figure 93a).

Un autre exemple dont l'interaction est significative ( $p < 0,05$ ) est le descripteur **Tc\_collant**, celui-ci augmente avec l'ajout de pectine, cependant le produit (N42) qui a une concentration de 1,5% en paroi n'augmente que très légèrement la **perception du collant**. Ceci montre que le produit à la base étant très concentré et collant, l'ajout de pectine a alors un impact très faible sur la perception du collant. Ceci renvoie à la notion du **seuil de saturation** à partir duquel **les juges ne font plus de différence**. La viscosité apparente ( $43s^{-1}$ ) de N42 sans et avec pectine est de 2478 et de 3051mPa.s respectivement, à ce niveau de viscosité les sujets semblent ne plus faire de différence de « collant à la cuillère », malgré la différence de viscosité apparente ( $43s^{-1}$ ) identifiée en rhéologie.



**Figure 93.** Exemples des descripteurs avec interaction produit\*pectine significative ( $p < 0,05$ ).  
 A gauche les moyennes et intervalles à 95% et à droite les graphiques des interactions.  
 (a) *Tb\_granuleux*, (b) *Tc\_collant*.

Les cinq premières composantes de la carte sensorielle de l'ACP réalisée sur les **notes moyennes** des produits, expliquent la totalité de la variance (Figure 95). Les **deux** premiers axes apportent **93,5%** de l'information (64,8 et 28,6% respectivement).

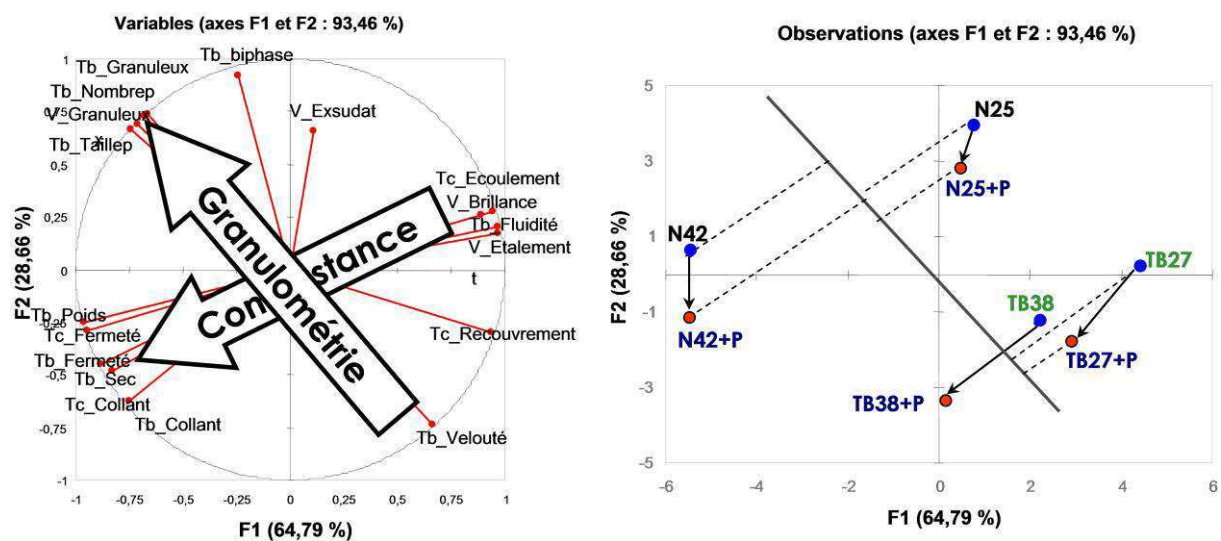


**Figure 94.** Valeurs propres et % de variabilité cumulée portés par les dimensions de l'ACP sur les données sensorielles du deuxième plan expérimental (effet pectine).

Comme pour le premier plan d'expériences (§IV.5.2), les deux premières dimensions suffisent à expliquer la majorité de la texture des purées de pommes : on distingue également le **premier axe** qui marque la **consistance** (descripteurs *Tc\_écoulement*, *Tb\_fluidité*, *Tb\_fermeté*, *Tb\_collant*) et le **second axe** qui reflète la « **granulosité** » avec les descripteurs

Tb\_granuleux, Tb\_taille de particule qui s'opposent à Tb\_velouté. De même que pour le premier plan d'expérience, on observe une forte corrélation entre les descripteurs évalués en « bouche » et à « la cuillère » (Figure 89).

Avec **l'ajout de pectine**, et donc pour une viscosité du sérum plus importante, les produits ont été décalés selon les deux axes identifiés, ceci implique que les purées sont **perçues comme plus consistantes et moins granuleuses** que les mêmes purées sans pectine (Figure 95), comme mentionné précédemment pour les purées (TB) l'ajout de pectine sur les purées (TB) a un effet moins important. L'**hypothèse** peut être faite d'un **rôle « lubrifiant »** de la pectine qui va influencer la **perception du « granuleux »** en donnant une perception plus « veloutée ». Ceci est à rapprocher des modifications de propriétés viscoélastiques engendrées par l'ajout de pectines (C.f § IV.4.3, augmentation de  $\tan\delta$ ) interprétables également comme un effet lubrifiant.



*Figure 95. Deux premières dimensions de l'ACP sur les données sensorielles des produits avec et sans pectine du deuxième plan expérimental (les flèches indiquent l'effet de la pectine).*

Ainsi, la **viscosité** de la **phase continue** contribue à la **perception sensorielle** de la texture des purées, non seulement sur la **consistance** mais aussi sur la perception d'une « **granulosité** » moins importante, ce qui indiquerait que l'ajout de la pectine a un effet « lubrifiant ». Ceci est à rapprocher des modifications de propriétés viscoélastiques engendrées par l'ajout de pectines (augmentation de  $\tan\delta$ ) interprétables également comme un effet lubrifiant. Certains descripteurs présentent des interactions significatives qui montrent que lorsque les produits sont très broyés, l'ajout de pectine est moins marqué sur la

« granulose ». L'existence d'un seuil de saturation a été également identifié pour le descripteur Tc\_collant où à partir d'une concentration élevée en pulpe le « collant » n'augmente que très légèrement avec l'ajout de pectine, étant donné que le produit est très collant dès le départ. .

### 5.5. Modélisation relations structure - sensoriel

La méthode de régression linéaire multiple a été utilisée pour essayer de trouver des modèles qui permettront d'établir des relations entre les paramètres structuraux- sensoriels.

$$\text{Paramètres sensoriels} = f(\text{paramètres structuraux})$$

Paramètres structuraux = Concentration en paroi, taille de particule

Les modèles ont été calculés pour le premier plan expérimental (effet de la concentration et de la taille de particules) à partir des **notes moyennes du panel**, la première répétition a servi à générer le modèle et la deuxième comme point de validation.

Ainsi, la régression linéaire a permis de construire des modèles qui permettent de prédire la perception sensorielle à partir des paramètres structuraux (teneur en paroi et la taille de particule). Nous avons choisi de montrer l'exemple de six descripteurs : V\_brillance, V\_granuleux, Tc\_collant, Tc\_fermeté, Tb\_fluidité et Tb granuleux. La qualité du modèle a été évaluée par l'analyse de la probabilité associée au F de Fischer (Tableau 28) et les probabilités sont inférieures à 5% pour les descripteurs, ainsi les modèles sont significatifs et présentent un bon ajustement ( $R^2 > 0,85$ ).

**Tableau 28.** Valeurs des modèles structure-sensoriel, pour cinq descripteurs.

Descripteur	A	Conc	Taille	Conc*Taille	F	Pr > F	R2
<b>V_Brillance</b>	16,2	-5,78	4,220E-03		55,402	<0,0001	0,93
<b>V_Granuleux</b>	-2,8	0,56	8,300E-03	5,390E-04	127,701	<0,0001	0,98
<b>Tc_Collant</b>	-4,2	6,14	5,100E-03	-2,350E-03	56,245	<0,0001	0,96
<b>Tc_Fermeté</b>	-5,7	5,60		3,550E-03	44,1	<0,0001	0,92
<b>Tb_Fluidité</b>	15,4	-5,85	-3,890E-03		30,667	0,000	0,88
<b>Tb_Granuleux</b>	-5,7	1,98	1,490E-02	-3,570E-03	66,671	<0,0001	0,97

Des surfaces de réponse ont été tracées à partir des modèles obtenus par la régression linéaire multiple (Figure 96).

Les surfaces de réponse de Tb\_granuleux et V\_granuleux sont très similaires, ceci confirme la très forte corrélation entre ses deux descripteurs. Pour le descripteur Tc\_fermeté il est observé que c'est la concentration qui a un effet de premier ordre très marqué.

Le descripteur Tb\_fluidité diminue avec la diminution de la taille de particules et avec l'augmentation de la teneur en parois. On peut observer ici aussi que pour les concentrations les plus élevées l'augmentation de la fluidité avec la diminution de la taille de particule est moins importante, ceci est à rapprocher à l'interaction *concentration\*taille de particule* mentionnée précédemment (§IV. 5.2).

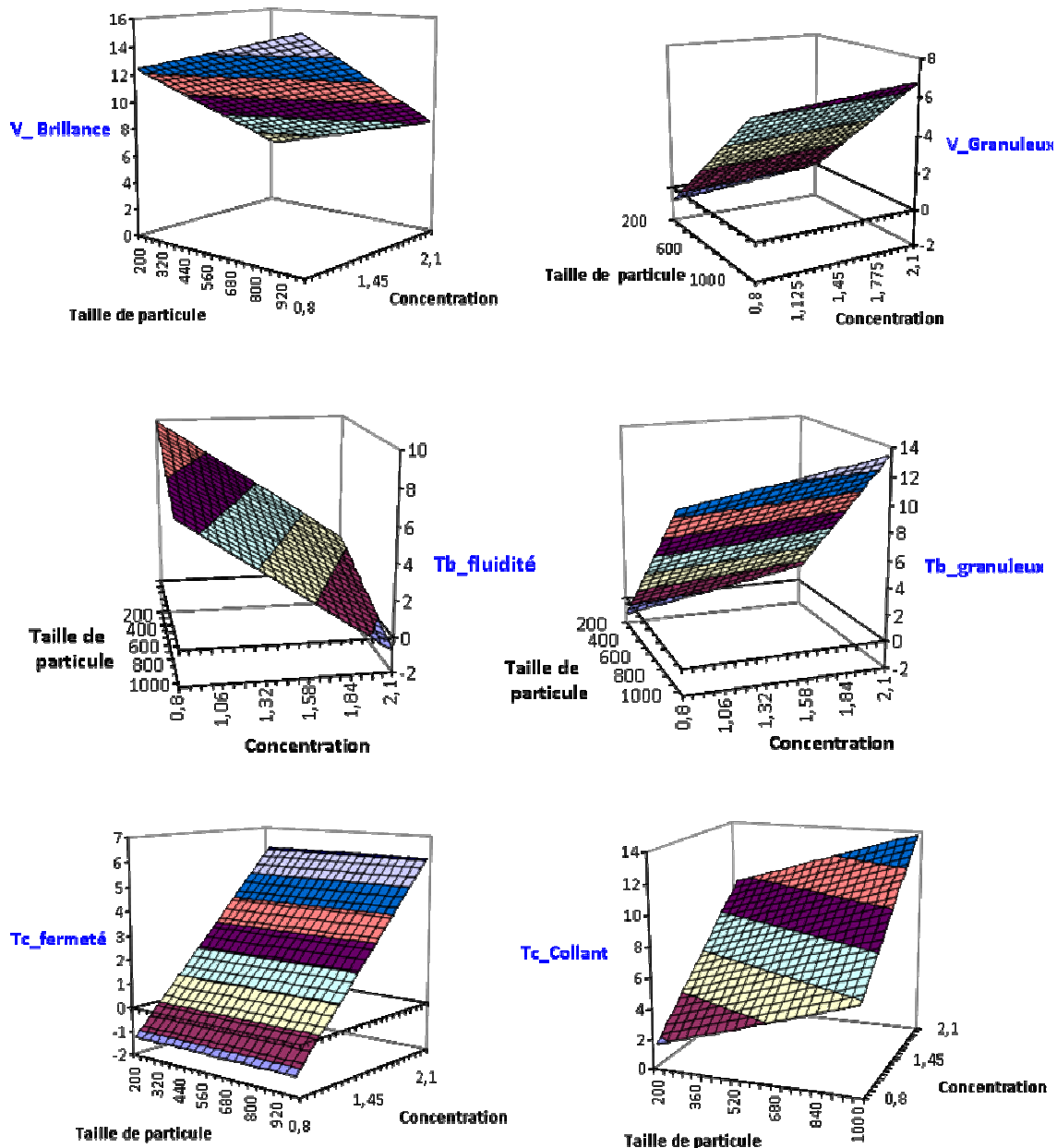


Figure 96. Surfaces de réponse concernant 2 descripteurs visuels (brillance et granuleux), 2 descripteurs en bouche (fluidité et granuleux) et 2 descripteurs à la cuillère (fermeté et collant) en fonction de la taille de particule et la concentration en parois.

Les résultats des modèles sont cohérents avec les résultats obtenus précédemment (§IV. 5.2) : la consistance augmente avec la teneur en paroi (pulpe) et avec l'augmentation de la taille de particule et la « granulosité » augmente avec la taille de particule. De fortes corrélations existent entre l'évaluation en visuel, bouche et à la cuillère. Les modèles proposés par la régression linéaire multiple permettent de prédire la perception sensorielle des purées à partir des paramètres structuraux.

En résumé, avec la régression linéaire multiple, des modèles pour prédire la perception sensorielle à partir des paramètres structuraux ont pu être établis avec un bon ajustement, ceci permet de compléter les résultats obtenus précédemment.

### 6. Relations sensorielles- instrumentales

L'ensemble des 4 paramètres **structuraux** (granulométrie, % en pulpe, % en parois, viscosité du sérum), des 9 paramètres **rhéologiques** et des 18 descripteurs **sensoriels utilisés** pour caractériser les purées de pomme issus des deux plans expérimentaux, a été étudié simultanément afin de mettre en évidence les corrélations possibles.

Ainsi une **APG** (Analyse Procustéenne Généralisée) a permis d'analyser conjointement l'ensemble des données sensorielles et instrumentales des deux plans expérimentaux.

En ce qui concerne le **premier plan expérimental**, les trois premières composantes représentent respectivement 81,4%, 16,5% et 1,45% de l'information. Il existe de **fortes corrélations** entre les données **instrumentales** (structuraux et rhéologiques) et les données **sensorielles** (Figure 97). Le **premier axe** reflète une axe **consistance** : **l'indice de comportement** (n) et la consistance de **bostwick**, sont très corrélées aux descripteurs : **Tb\_fluidité, Tc\_écoulement, V\_étalement, V\_brillance** qui sont opposés aux descripteurs : **collant, fermeté** (à la cuillère et en bouche), **Tb\_sec**, ces derniers sont à la fois très corrélés à la **viscosité apparente, indice de consistance, seuil d'écoulement** (les trois), **teneur en pulpe et paroi**.

Le **deuxième axe** montre que la granulométrie instrumentale évaluée avec le **d(0.9)** est fortement corrélée aux descripteurs liés à la « granulosité » des purées : **V\_granuleux, Tb\_granuleux, Tb\_nombre particule, Tb\_biphase**.

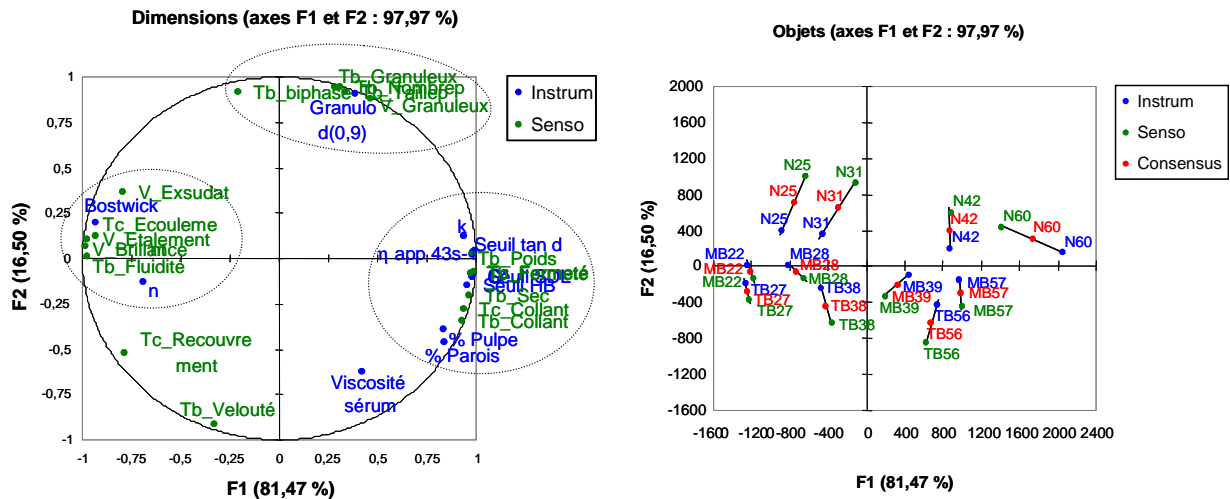


Figure 97. Plan 1-2 de l'APG réalisée sur les données sensorielles et instrumentales des purées du premier plan expérimental.

Le positionnement des purées montre que pour la plupart des produits (par exemple: N42, MB57, TB38, TB56), il existe plus de différence selon l'axe 2, que selon l'axe 1 (sauf N60).

Lorsque l'on regarde le **troisième axe**, on peut voir que la **viscosité du sérum** est corrélée aux descripteurs liés à la **granulosité** des purées (Figure 98). Le descripteur Tb\_velouté n'est corrélé à aucune mesure instrumentale pour aucun des 3 axes.

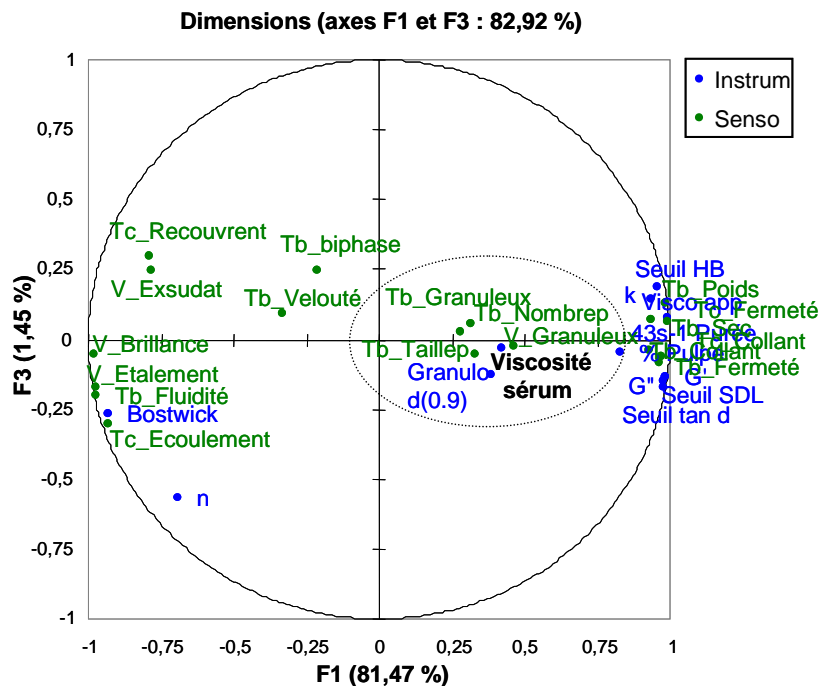
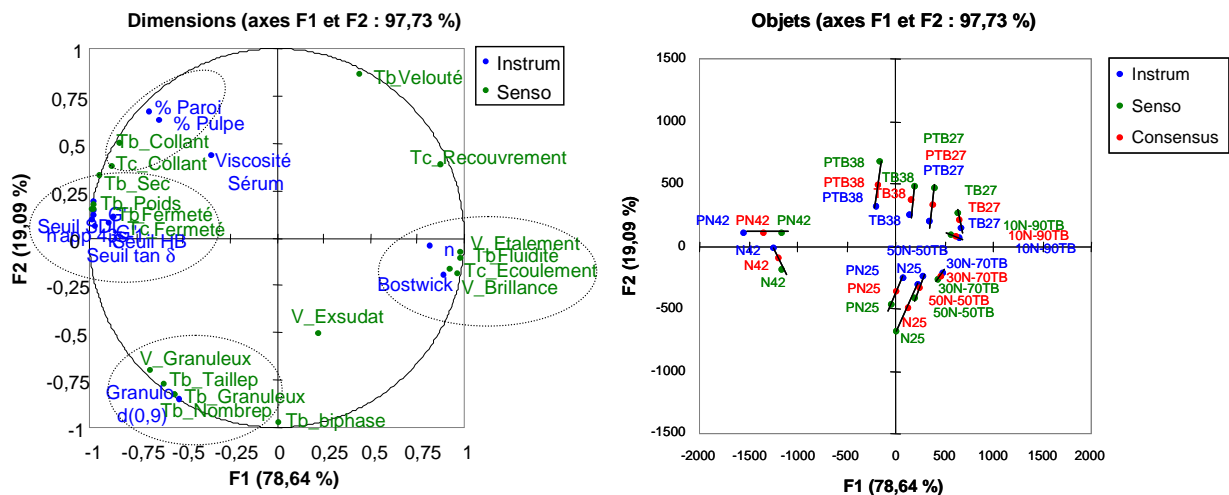


Figure 98. Axe 1 et 3 de l'APG, pour montrer la corrélation de la viscosité du sérum aux descripteurs de « granulosité » du premier plan expérimental.

Les deux premiers axes de l'AGP du **deuxième plan expérimental** représentent 97,7% de l'information (Figure 99). Les résultats sont très proches à ceux du premier plan expérimental, les mesures instrumentales sont fortement corrélées aux données sensorielles et de même, deux axes sont distingués : **consistance** et **granulométrie**. La seule différence aux corrélations trouvées précédemment, concerne la viscosité du sérum qui n'apparaît corrélée à aucun descripteur sensoriel (non plus dans le troisième axe).



**Figure 99.** Plan 1-2 de l'AGP réalisée sur les données sensorielles et instrumentales des purées du deuxième plan expérimental.

Même si les corrélations instrumentales-sensorielles sont fortes, il n'a pas été possible d'établir de modèle global pour prédire la texture sensorielle des purées de pommes. En revanche dans tous les cas deux axes peuvent être distingués : la consistance et la granulométrie représentées par des mesures instrumentales et sensorielles. Pour la première notion de **consistance** les paramètres instrumentales et sensorielles corrélés sont : **l'indice de comportement (n)**, la distance de **bostwick** avec **Tb\_fluidité**, **Tc\_écoulement**, **V\_étalement**, **V\_brillance** qui sont opposés à la **viscosité apparente**, **indice de consistance**, **seuil d'écoulement** (les trois), **teneur en pulpe et paroi** avec les descripteurs respectifs **collant**, **fermeté** (à la cuillère et en bouche), **Tb\_sec**.

Pour la deuxième notion, granulométrie : **d(0.9)**, elle est corrélée avec **V\_granuleux**, **Tb\_granuleux**, **Tb\_nombre particule**, **Tb\_biphase**.

Ceci confirme que **les deux principales dimensions** qui permettent de bien expliquer la **texture sensorielle** des purées de pomme sont la **consistance** et la **granulométrie**, celles-ci étant influencées par la teneur en pulpe (parois) et ensuite par leur taille de particules, en



troisième lieu la **viscosité** de la **phase continue** peut jouer dans la perception du granuleux. De même pour les **propriétés rhéologiques**, elles sont affectées d'abord par la **concentration** en particules et dans un deuxième temps par leur **taille**, la **viscosité du sérum** a un effet mineur sur les propriétés rhéologiques.

Les **fortes corrélations** observées entre les caractéristiques évaluées permettent de conclure que pour une caractérisation globale de la texture de ce type de produits, un **nombre réduit de paramètres** (variables) est suffisant. En ce qui concerne la **caractérisation sensorielle** une réduction de la liste de descripteurs à quelques attributs liés à la **consistance** (collant et/ou fermeté) et à la **granulosité** (granuleux) serait suffisante pour décrire la texture des purées. Les perceptions en bouche apparaissent plus discriminantes que celles à la cuillère et des descripteurs comme V\_exsudat ou Biphase pourraient également être conservés en fonctions des espaces étudiés. Pour ce qui est de la caractérisation physique, la **granulométrie** et la **teneur en pulpe/parois** ainsi que les paramètres **rhéologiques**, tels que la mesure de la **viscosité apparente** et de la **viscosité du sérum** permettraient d'avoir les indications essentielles sur le comportement du produit. Les propriétés viscoélastiques apportent utilement des informations complémentaires sur l'état de structuration du produit et les interactions entre constituants pour une approche plus cognitive

En résumé, les corrélations instrumentales-sensorielles ont pu être mises en évidence avec l'APG, qui viennent conforter les conclusions précédentes à deux niveaux : le premier, c'est que les **deux axes de consistance** et **granulométrie** sont clairement dégagés ; et le deuxième c'est que les **corrélations** sont logiques : les descripteurs de « granulosité » corrélées au  $d(0,9)$ , et les descripteurs liés à la consistance (fermeté, collant, fluidité...) sont corrélées à la viscosité apparente, au seuil, et à  $G'$  et  $G''$ . La caractérisation de la texture des purées de fruits peut se faire en réduisant les variables sensorielles à quelques descripteurs représentatifs de chacun des axes identifiés : le collant et/ou la fermeté (**consistance**) et le granuleux (**granulosité**). De même, les mesures instrumentales principales pouvant être retenues sont la **teneur en paroi/ pulpe**, **la taille de particule**, **la viscosité apparente** et **la viscosité du sérum**.

**CHAPITRE IV.**  
**CONCLUSION GENERALE**  
**ET PERSPECTIVES**



### V. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

L'**objectif principal** de ce travail était de **mieux comprendre l'influence** de certains paramètres **structuraux** sur les **propriétés rhéologiques** et **sensorielles des purées** de pomme afin d'**établir** des relations qui permettent de **piloter** et **maîtriser** la **structure** et la **texture** des purées des fruits en dégageant des leviers d'action potentiels à l'échelle de la fabrication des produits.

La **démarche** expérimentale adoptée pour atteindre les objectifs s'est focalisée sur la construction d'une **stratégie de création des purées à structures et textures variées** à partir d'un même lot de purée dite Native (purée industrielle).

Selon l'approche sciences des matériaux que nous avons utilisée, la purée de pomme est considérée comme une **dispersion concentrée de particules molles déformables**, les cellules ou amas de cellules de parenchyme dont les **parois insolubles** ne représentent qu'une très faible masse (**1,1%** p/p pour l'échantillon étudié) dispersées dans un **sérum** dont elle sont remplies. Ce sérum est majoritairement constitué d'eau, de sucres (13% p/p) et de pectines (0,17 % p/p) solubilisées lors du traitement thermique de préparation. Nous avons pu visualiser cette structure par différentes techniques microscopiques et en quantifier les composants par dosage et granulométrie.

La stratégie de **séparation-reconstitution**, par centrifugation-mélange, couplée à un **traitement mécanique** de broyage a été utilisée pour la préparation des produits. Elle a été **validée** par une **étude préliminaire** où différents produits ainsi préparés au laboratoire ont été comparés à des purées commerciales. Les **résultats** d'un test **sensoriel** (Tri Libre) et des mesures **instrumentales** (granulométrie, viscosité de la purée et du sérum) ont permis de **positionner** les produits et de montrer qu'effectivement une **large gamme de structure** pouvait être générée conduisant à la fois à des **textures proches** de celles **trouvées** dans le **commerce**, mais aussi à des textures **innovantes** élargissant l'espace produit. Selon la stratégie ainsi définie, **trois paramètres structuraux « clés »** ont été identifiés pour créer les différentes structures et textures de l'étude :

- la **taille de particule**, ajustable par broyage
- la **teneur en particules** pilotée par la teneur en parois cellulaires
- la **viscosité** de la **phase continue** que nous avons fait varier par ajout de pectines.

Afin de pouvoir étudier l'effet de la structure sur les propriétés rhéologiques et sensorielles d'une façon « contrôlée » **deux plans expérimentaux** ont été construits : le

**premier** avec deux facteurs : **concentration** en paroi cellulaire (donc en pulpe) et **taille** des particules, qui a permis une modélisation des relations entre les paramètres structure – propriétés rhéologiques – texture sensorielle. Le **deuxième plan**, plutôt de caractère exploratoire pour étudier l'impact de la viscosité de la **phase continue** et du **mélange** des **tailles de particules** en différentes proportions.

Les résultats, ont montré que les **principaux paramètres** de structure **influent** sur les propriétés **rhéologiques** et **sensorielles** sont effectivement la **teneur en particules** avec un effet de premier ordre, ensuite la **taille de particules** et la **viscosité de la phase continue**.

Avec le **broyage**, les amas cellulaires sont séparés en cellules individualisées, la morphologie de celles-ci est modifiée, les amas de cellules de parenchyme sont logiquement de forme plus irrégulière que les cellules isolées. Nous avons pu clairement vérifier cela et de façon très concordante à la fois avec des mesures granulométriques et par observations en microscopie optique et confocale. Des observations en microscopie confocale environnementale ont permis de retrouver ces différences entre purée native et très broyée sur les parois extraites et séchées. L'origine de cet effet du **broyage** conduisant à la **séparation en cellules individuelles** est due à la **fragilisation des lamelles moyennes** lors du traitement thermique de fabrication des purées. Le broyage même dans les conditions assez poussées utilisées ici pour la pomme n'entraîne pas de rupture massive des parois des cellules individualisées. Le **broyage** entraîne des **différences** à la fois sur la **rhéologie** et sur la **perception sensorielle** des purées : le niveau des propriétés rhéologiques **diminue** avec la **réduction de la taille de particule**, la texture est perçue globalement moins consistante et moins granuleuse.

L'**effet de la concentration en paroi** sur les propriétés rhéologiques dépend du **volume occupé** dans le milieu par les particules de pulpe. Nous avons utilisé **deux approches** pour estimer l'**effet de l'occupation de l'espace** des particules sur ces propriétés rhéologiques :

- La **première**, à partir des résultats du premier plan d'expérience, visait à prendre en compte à la fois l'effet de la concentration en paroi et l'effet de la **taille** des particules sur leur voluminosité apparente dans le cas des suspensions concentrées. Ainsi un **facteur de voluminosité** ( $\alpha$ ) obtenu par **glissement** des données expérimentales a permis d'établir une **courbe maîtresse** par rapport à une référence choisie (la purée très broyée TB) suivant une loi en puissance du type :

$$\text{Propriété rhéologique} = A(\alpha\Phi)^B$$

Avec le broyage la voluminosité apparente diminue :  $\alpha_{TB} < \alpha_{MB} < \alpha_N$ . Nous avons pu montrer que la dépendance à la concentration est plus marquée pour les propriétés statiques (module) que pour les propriétés d'écoulement, ceci est probablement un effet indirect du caractère rhéofluidifiant des purées.

- La **deuxième**, a consisté en une **estimation de la voluminosité** et de la **fraction volumique** occupée par les particules à partir de mesures de **viscosité en milieu dilué** réalisées sur un échantillon de purée broyée (TB). La voluminosité des particules, c'est-à-dire l'estimation du volume apparent de sérum mobilisé par les cellules, a été estimée à 1,3dL/g de paroi. Ceci conduit à une estimation d'une **fraction volumique théorique** supérieure à 1 pour la purée native broyée (puisqu'elle contient 1,16 g de parois) qui indique que les particules **déformables** sont dans un état relativement **compacté** au sein de la purée. Les observations de **limite de décantation** en fonction de la **concentration** sont cohérentes avec **cette estimation de la fraction volumique**, nous avons pu les mettre en relation avec des observations microscopiques montrant les **différents régimes de concentration**. L'étude des propriétés d'écoulement et des propriétés en **régime harmonique** a pu compléter l'identification des différents régimes de concentration en parallèle à l'établissement de l'**organisation** et de l'**encombrement** de la suspension. Un **changement de régime de concentration** marquant la **fin du régime dilué** a été mis en évidence pour une valeur de  $\phi$  critique de **0,40 (0,30g/dL)**, au-delà de cette concentration, les particules commencent à s'organiser. C'est à partir d'une valeur de  $\phi$  de **0,68 (0,52 g/dL)** que la structuration d'un réseau est mise en évidence avec la présence d'un caractère élastique marqué (tendance de  $\tan\delta$  vers un plateau de 0,2), ce réseau reste toutefois très fragile. Au-delà de  $\Phi = 0,9$  (0,69 g/dL) le milieu est suffisamment encombré pour éviter la décantation.

La **perception sensorielle** de la texture des purées peut être décrite principalement par deux dimensions : la **consistance** et la **granulométrie**. Les produits du premier plan expérimental positionnés du moins concentré au plus concentré en paroi et du moins broyé au plus broyé ont montré une très bonne **superposition au plan** des propriétés sensorielles, montrant l'intérêt au niveau méthodologie d'une approche couplée formulation maîtrisée de la structure / propriétés sensorielles. Globalement, lorsque la concentration en particules augmente, la consistance perçue augmente, et lorsque la taille de particule diminue, la « granulométrie » diminue. Il existe toutefois des interactions concentration\*taille de particule significatives sur certains descripteurs qui montrent notamment des effets de saturation. Ainsi

lorsque la purée est très concentrée, les différences de consistance ne sont plus perçues de façon sensible alors même que les purées présentent des valeurs de viscosité apparente significativement différentes pour des granulométries différentes. De fortes corrélations entre la perception en bouche et « à la cuillère » ont été mises en évidence, l'évaluation en « bouche » étant plus sensible.

En ce qui concerne l'augmentation de la **viscosité de la phase continue**, elle contribue à la perception sensorielle de la texture des purées, non seulement sur la **consistance** qu'elle contribue à renforcer légèrement mais aussi sur la perception d'une « **granulosité** » **moins importante**, surtout sur les produits non broyées. Cet effet de la **viscosité du sérum** se traduit en parallèle par une légère **augmentation** de la **viscosité apparente** de la purée, mais on observe une diminution du **seuil d'écoulement** et une modification des propriétés viscoélastiques (augmentation de la valeur de  $\tan\delta$ ) qui traduit une diminution de la cohésion des particules au sein de la suspension. Au plan sensoriel comme au plan rhéologique, tout se passe comme si l'ajout de pectines et l'augmentation liée de la viscosité du sérum se traduisait par un effet lubrifiant entre particules de la suspension. Des interactions significatives pectine\*produit ont montré que cet effet est logiquement moins perceptible au plan sensoriel (granuleux en bouche) lorsque les purées sont très broyées. De même l'augmentation de la perception sensorielle d'un caractère comme le collant sous l'effet de l'ajout de pectine devient moins perceptible pour les produits les plus concentrés.

La méthode de régression linéaire multiple a permis d'établir avec un bon ajustement des modèles permettant de prédire la perception sensorielle à partir de la structure des purées.

Cette étude a permis **d'approfondir la compréhension du rôle des propriétés structurales** des purées à l'échelle microscopique (morphologie, taille, quantité de paroi, fraction volumique, organisation des particules,...) sur les propriétés macroscopiques que sont les propriétés **rhéologiques** et **sensorielles**. Elle a permis de dégager les principales **caractéristiques influant** sur la **texture** des purées : **concentration en pulpe** liée à la teneur en paroi, **taille des particules** et **viscosité** du sérum. Ces constats permettent d'identifier des leviers d'action directement utilisables au plan industriel pour la création de texture « à façon », certains d'entre eux ont été mis en oeuvre au niveau pilote au cours de l'étude (broyage et concentration), ils ne sont pas détaillés ici. Le **potentiel d'innovation** lié au procédé de transformation, en particulier par les opérations de traitements mécaniques apparaît important. Il renforce les possibilités de diversification des produits végétaux

transformés. Nous pouvons ainsi estimer que notre travail a **atteint ses objectifs** dans le cadre du programme **ANR Tempantiox** dans lequel il s'inscrivait.

En termes de **perspectives** et dans la continuité de ce travail, un certain nombre de points méritent d'être approfondis :

- Au plan de la caractérisation structurale : l'étude des propriétés des parois cellulaires, de leur **déformabilité** ou **rigidité** en lien avec leur morphologie. Certaines modifications de ces propriétés pourraient être provoquées par ajout de calcium ou traitement enzymatiques par exemple. L'effet du traitement thermique à ce niveau mériterait par ailleurs d'être étudié, tout comme les différences variétales ou de maturité.
- L'estimation de la **fraction volumique** apparente des particules pourrait être reprise en intégrant l'effet des propriétés des parois mentionné ci-dessus. Entreprise ici dans un cas, celui des produits broyés à cellules séparées, il pourrait également être étendu aux cas des amas cellulaires pour les purées à **granulométries plus importantes**.
- L'effet de la **phase continue** sur le **comportement des particules** (déformation, encombrement, cohésion) et l'impact sur les propriétés rhéologique et la texture. La perception de différences de caractère granuleux ou de variations de consistance en fonction de l'état d'encombrement du milieu et de la phase continue.
- L'extension de l'étude à d'**autres variétés** de pomme. Nous savons déjà que les propriétés des produits transformés peuvent être très contrastés (travail de doctorat de Bourles (2010)), une première étude a été menée parallèlement à la dernière année de notre travail (master de N. TO) sur des purées de 2 variétés différentes (Golden Délicious et Granny Smith). De fortes différences ont été observées tant au niveau de la viscosité du sérum que de la voluminosité et du comportement des particules.



- Au plan des **effets procédés : les traitements thermiques** et leur incidence sur l'état des parois cellulaires comme mentionné plus haut ainsi que sur la solubilisation des pectines et la modification indirecte de leurs propriétés ; mais aussi la poursuite de l'étude des effets du broyage, couplé au traitement thermique.
- L'**application** de la même approche sur des purées **d'autres fruits et légumes**, tant du point de vue de la compréhension de la structure qu'au plan de l'effet des procédés.
- Les perspectives de **transfert** au plan des **applications** sont nombreuses, elles peuvent notamment conduire à des adaptations ou modifications des itinéraires technologiques permettant de « **construire** » la structure et donc la texture souhaitée des produits transformés.

**REFERENCES**

**BIBLIOGRAPHIQUES**



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

## - A -

- Adams, J. B.** (1991). Review: Enzyme inactivation during heat processing of foodstuffs. *International Journal of Food Science & Technology*, **26**(1), 1-20.
- AFNOR.** (1983). NF ISO 8586-1. Analyse sensorielle - Guide général pour la sélection, l'entraînement et le contrôle des sujets - Partie 1 : Sujets qualifiés.
- AFNOR.** (1984). NF ISO 8586-2 : Analyse sensorielle - Guide général pour la sélection, l'entraînement et le contrôle des sujets - Partie 2 : Experts.
- AFNOR.** (1994). NF ISO 11035 : Recherche et sélection de descripteurs pour l'élaboration d'un profil sensoriel par approche multidimensionnelle.
- Aguilera, J. M.** (2005). Why food microstructure? *Journal of Food Engineering*, **67**(1-2), 3-11.
- Aguilera, J. M., Stanley, D. W. & Baker, K. M.** (2000). New dimensions in microstructure of food products. *Trends in Food Science & Technology*, **11**(1), 3-9.
- Ahmed, J., Shivhare, U. S. & Raghavan, G. S. V.** (2000). Rheological characteristics and kinetics of colour degradation of green chilli puree. *Journal of Food Engineering*, **44**(4), 239-244.
- Alvarez, E., Cancela, M. A., Delgado-Bastidas, N. & Maceiras, R.** (2008). Rheological characterization of commercial baby fruit purees. *International Journal of Food Properties*, **11**(2), 321-329.
- ANPP.** (2011). Site internet de l'association national pomme poire <http://www.pommespoires.com/>.
- Aprifel.** (2011). Site internet de l'agence des fruits et des légumes frais. Fiches nutritionnelles par produits : la pomme. <http://www.aprifel.com/fiches.produits>.
- Aprikan, O., Duclos, V., Guyot, S., Besson, C., Manach, C., Bernalier, A., Morand, C., Remesy, C. & Demigne, C.** (2003). Apple pectin and a polyphenol-rich apple concentrate are more effective together than separately on cecal fermentations and plasma lipids in rats. *Journal of Nutrition*, **133**(6), 1860-1865.
- Aspinall, G. O. & Fanous, H. K.** (1984). Structural Investigations on the Non-Starchy Polysaccharides of Apples. *Carbohydrate Polymers*, **4**(3), 193-214.
- Auffret, A., Ralet, M. C., Guillon, F., Barry, J. L. & Thibault, J. F.** (1994). Effect of grinding and experimental conditions on the measurement of hydration properties of dietary fibres. *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie*, **27**(2), 166-172.

## - B -

- Barnes, H.** (1999). The yield stress—a review or ‘παντα ροι’—everything flows? *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, **81**, 133-178.
- Barnes, H. A. & Nguyen, Q. D.** (2001). Rotating vane rheometry - a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, **98**(1), 1-14.
- Barnoud, F.** (1980). La cellulose. In *Les polymères végétaux*, Gauthier-villars, pp. 66-86.
- Bayod, E., Willers, E. P. & Tornberg, E.** (2008). Rheological and structural characterization of tomato paste and its influence on the quality of ketchup. *LWT - Food Science and Technology*, **41**(7), 1289-1300.
- Bengtsson, H. & Tornberg, E.** (2011). Physicochemical characterization of fruit and vegetable fiber suspensions. I: Effect of homogenization. *Journal of Texture Studies*, **42**, 268-280.

- Bengtsson, H., Wikberg, J. & Tornberg, E.** (2011). Physicochemical characterization of fruit and vegetable fiber suspensions. II: Effect of variations in heat treatment. *Journal of Texture Studies*, **42**(4), 281-290.
- Bhattacharya, S.** (1999). Yield stress and time-dependent rheological properties of mango pulp. *Journal of Food Science*, **64**(6), 1029-1033.
- Bhattacharya, S., Bhat, K. K. & Raghuvver, K. G.** (1992). Rheology of Bengal Gram (Cicer-Arietinum) Flour Suspensions. *Journal of Food Engineering*, **17**(2), 83-96.
- Bourles, E.** (2010). Aptitude variétale des pommes à la transformation: Recherche d'indicateurs biochimiques de l'évolution de la texture et de marqueurs d'intérêt nutritionnel. *Thèse de Doctorat*. Ecole Supérieure d'Agriculture. Angers, France. 236p.
- Bourne, M. C.** (2002). Food texture and viscosity: concept and measurement. Second ed, Academic Press. New York, pp. 427.
- Brat, P. & Cuq, B.** (2007). Transformation et conservation des fruits. Préservation de la structure initiale. *Techniques de l'ingénieur*, **F-6272**, 1-16.
- Brooker, B. E.** (1995). Imaging food systems by confocal laser scanning microscopy. In *New Physico-Chemical Techniques for the Characterization of Complex Food Systems*, ed. E. Dickinson, Blackie Academic & Professional. Glasgow, pp. 53-85.
- Brooker, B. E.** (1991). The study of food systems using confocal laser scanning microscopy. *Microscopy Analysis*, **26**, 13-15.

## - C -

- Caffall, K. H. & Mohnen, D.** (2009). The structure, function, and biosynthesis of plant cell wall pectic polysaccharides. *Carbohydrate Research*, **344**(14), 1879-1900.
- Cantu-Lozano, D., Rao, M. A. & Gasparetto, C. A.** (2000). Rheological properties of noncohesive apple dispersion with helical and vane impellers: Effect of concentration and particle size. *Journal of Food Process Engineering*, **23**(5), 373-385.
- Cepeda, E. & Gomez, R.** (2002). Rheological characteristics of pimento puree: Theoretical interpretation. *Journal of Food Science*, **67**(7), 2734-2738.
- Charm, S. E.** (1960). Viscosimetry of Non-Newtonian food materials. *Food Research* **25**, 351.
- Chesson, A.** (1995). Dietary Fiber. In *Food polysaccharides and their applications*, ed. A. M. Stephen, Marcel Dekker. New York, pp. 547-576.
- Colin-Henrion, M.** (2008). De la pomme à la pomme transformée: Impact du procédé sur deux composés d'intérêt nutritionnel. Caractérisation physique et sensorielle des produits transformés. *Thèse de Doctorat*. Ecole Supérieure d'Agriculture. Angers, France. 274p.
- Colin-Henrion, M., Mehinagic, E., Patron, C. & Jourjon, F.** (2009). Instrumental and sensory characterisation of industrially processed applesauces. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **89**(9), 1508-1518.
- Colin-Henrion, M., Mehinagic, E., Renard, C., Richomme, P. & Jourjon, F.** (2009). From apple to applesauce: processing effects on dietary fibres and cell wall polysaccharides. *Food Chemistry*, **117**(2), 254-260.
- Combo, A. M. M., Aguedo, M. & Paquot, M.** (2011). Pectic oligosaccharides: production and potential applications. *Biotechnologie Agronomie Societe Et Environnement*, **15**(1), 153-164.
- Crochemore, S., Nesa, D. & Couderc, S.** (2007). Méthodes d'analyse sensorielle des matériaux plastiques. *Techniques de l'ingénieur*, **AM-3290**, 2-6.

Cutler, A. (1983). Oral perception of viscosity in fluid foods and model systems. *Journal of Texture Studies*, **14**, 377-395.

- D -

Day, L., Xu, M., Oiseth, S., Lundin, L. & Hemar, Y. (2010). Dynamic rheological properties of plant cell-wall particle dispersions. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, **81**, 461-467.

Demigne, C., Guyot, S., Vaysse, P., Ripette-Ballester, V., Kelner, J. J., Aprikian, O., Manach, C., Morand, C. & Remesy, C. (2003). Various nutriment parts and their possible interactions in the health effects of apple. *Fruits (Paris)*, **58**(5), 297-306.

Den Ouden, F. W. C. & Van Vliet, T. (2002). Effect of concentration on the rheology and serum separation of tomato suspensions. *Journal of Texture Studies*, **33**, 91-104.

Den Ouden, F. W. C. & Van Vliet, T. (1997). Particle size distribution in tomato concentrate and effects on rheological properties. *Journal of Food Science*, **62**(3), 565-567.

Denès, J. M., Baron, A. & Drilleau, J. F. (2000). Purification, properties and heat inactivation of pectin methylesterase from apple (cv Golden Delicious). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **80**, 1503-1509.

Diaz, J. V., Anthon, G. E. & Barrett, D. M. (2009). Conformational Changes in Serum Pectins during Industrial Tomato Paste Production. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **57**(18), 8453-8458.

Dongowski, G. & Bock, W. (1993). In: Kunzek et al (1999). Aspects of material science in food processing: changes in plant cell walls of fruits and vegetables. *Z Lebensm Unters Forsch A*, **208**, 233-250.

Dubois, M., Gilles, K. A., Hamilton, J. K., Rebers, P. A. & Smith, F. (1956). Colorimetric method for determination of sugar and related substances. *Analytical Chemistry*, **28**, 350-356.

Duran, L. & Costell, E. (1982). Rheology of apricot puree - Characterization of flow *Journal of Texture Studies*, **13**(1), 43-58.

Dzuy, N. Q. & Boger, D. V. (1983). Yield Stress Measurement for Concentrated Suspensions. *Journal of Rheology*, **27**(4), 321-349.

- E, F -

Engelen, L. & Van Der Bilt, A. (2008). Oral physiology and texture perception of semisolids. *Journal of Texture Studies*, **39**(1), 83-113.

Escalon, H., Bossard, C. & Beck, F. (2009). *Baromètre Santé Nutrition 2008*, Saint Denis.

Faye, P., Bremaud, D., Daubin, M. D., Courcoux, P., Giboreau, A. & Nicod, H. (2004). Perceptive free sorting and verbalization tasks with naive subjects: an alternative to descriptive mappings. *Food Quality and Preference*, **15**(7-8), 781-791.

FIAC. (2008). Section Fruits. *Fédération des Industries des Aliments*.

Fraeye, I., De Roeck, A., Duvetter, T., Verlent, I., Hendrickx, M. & Van Loey, A. (2007). Influence of pectin properties and processing conditions on thermal pectin degradation. *Food Chemistry*, **105**(2), 555-563.

## - G -

- Gheyas, F., Blankenship, S. M., Young, E. & McFeeters, R.** (1997). Dietary fibre content of thirteen apple cultivars. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **75**(3), 333-340.
- Gidley, M. J., Chanliaud, E. & Whitney, S.** (2002). Influence of polysaccharide composition on the structure and properties of cellulose-based composites. In *Plant biopolymer science. Food and non-food applications*, eds. D. Renard, G. Della Valle & Y. Popineau, The Royal Society of Chemistry. Manchester, UK, pp. 39-46.
- Giner, J., Ibarz, A., Garza, S. & XhianQuan, S.** (1996). Rheology of clarified cherry juices. *Journal of Food Engineering*, **30**(1-2), 147-154.
- Goodman, C. L., Fawcett, S. & Barringer, S. A.** (2002). Flavor, viscosity, and color analyses of hot and cold break tomato juices. *Journal of Food Science*, **67**(1), 404-408.
- Gould, W. A.** (1992). Tomato production, processing & technology. In *Tomato production, processing & technology*.
- Gower, J. C.** (1975). Generalized procustes analysis. *Psychometrika*, **40**, 33-51.
- Grigelmo-Miguel, N., Ibarz-Ribas, A. & Martin-Belloso, O.** (1999). Flow properties of orange dietary fiber suspensions. *Journal of Texture Studies*, **30**(3), 245-257.
- Guillon, F. & Champ, M.** (2000). Structural and physical properties of dietary fibres, and consequences of processing on human physiology. *Food Research International*, **33**(3-4), 233-245.

## - H -

- Harper, J. C. & Lebermann, K. W.** (1962). Rheological behavior of pear purees, Proc 1st Int Conf Food Sci Techn, 1: 719.
- Harris, P. J. & Smith, B. G.** (2006). Plant cell walls and cell-wall polysaccharides: structures, properties and uses in food products. *International Journal of Food Science and Technology*, **41**, 129-143.
- Heertje, I., Vandervlist, P., Blonk, J. C. G., Hendrickx, H. & Brakenhoff, G. J.** (1987). Confocal Scanning Laser Microscopy in Food Research - Some Observations. *Food Microstructure*, **6**(2), 115-120.
- Hopkins, W. G.** (2003). *Physiologie végétale. 2 ed.* De Boeck & Larcier, Bruxelles.
- Hsu, K.-C.** (2008). Evaluation of processing qualities of tomato juice induced by thermal and pressure processing. *Lwt-Food Science and Technology*, **41**(3), 450-459.
- Hulme, A. C.** (1970). *The biochemistry of fruits and their products.*, London and New York.
- Ibarz, A., Gonzalez, C. & Esplugas, S.** (1994). Rheology of Clarified Fruit Juices .3. Orange Juices. *Journal of Food Engineering*, **21**(4), 485-494.
- Ibarz, A., Vincente, M. & Graell, J.** (1987). Rheological behaviour of apple juice and pear juice and their concentrates. *Journal of Food Engineering*, **6**(4), 257-267.

## - I, J -

- Imai, E., Saito, K., Hatakeyama, M., Hatae, K. & Shimada, A.** (1999). Effect of physical properties of food particles on the degree of graininess perceived in the mouth. *Journal of Texture Studies*, **30**, 59-88.
- Imai, E., Shimichi, Y., Maruyama, I., Inoue, A., Ogawa, S., Hatae, K. & Shimada, A.** (1997). Perception of grittiness in an oil-in-water emulsion. *Journal of Texture Studies*, **28**(3), 257-272.

**Jensen, E. N., Buch-Andersen, T., Ravn-Haren, G. & Dragsted, L. O.** (2009). Mini-review: The effects of apples on plasma cholesterol levels and cardiovascular risk - a review of the evidence. *Journal of Horticultural Science & Biotechnology*, 34-41.

## - K -

**Khalil, K. E., Ramakrishna, P., Nanjundaswamy, A. M. & Patwardhan, M. V.** (1989). Rheological behaviour of clarified banana juice: effect of temperature and concentration. *Journal of Food Engineering*, **10**(3), 231-240.

**Khan, A. A. & Vincent, J. F. V.** (1993). Anisotropy in the fracture properties of apple flesh as investigated by crack-opening tests. *Journal of Materials Science* **28**, 45-51.

**Kilcast, D. & Clegg, S.** (2002). Sensory perception of creaminess and its relationship with food structure. *Food Quality and Preference*, **13**, 609-623.

**Krall, S. M. & McFeeters, R. F.** (1998). Pectin hydrolysis: effect of temperature, degree of methylation, pH, and calcium on hydrolysis rates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **46**, 1311-1315.

**Krokida, M. K., Maroulis, Z. B. & Saravacos, G. D.** (2001). Rheological properties of fluid fruit and vegetable puree products: compilation data. *International Journal of Food Properties*, **4**(2), 179-200.

**Kunzek, H. & Dongowski, G.** (1991). Influence of the Mechanolytic Destruction of Fruit and Vegetable Preparations on the Determination of the Water-Absorption Capacity Using Individual Methods. *Lebensmittelindustrie*, **38**(3), 77-80.

**Kunzek, H., Kabbert, R. & Gloyna, D.** (1999). Aspects of material science in food processing: changes in plant cell walls of fruits and vegetables. *Z Lebensm Unters Forsch A*, **208**, 233-250.

**Kunzek, H., Müller, S., Vetter, S. & Godeck, R.** (2002). The significance of physico-chemical properties of plant cell wall materials for the development of innovative food products. *European Food Research and Technology*, **214**, 361-376.

**Kunzek, H., Opel, H. & Senge, B.** (1997). Rheological examination of material with cellular structure .II. Creep and oscillation measurements of apple material with cellular structure. *Zeitschrift Fur Lebensmittel-Untersuchung Und-Forschung a-Food Research and Technology*, **205**(3), 193-203.

## - L -

**Lawless, H. & Heymann, H.** (2010). *Sensory evaluation of food: Principles and practices. Second ed.* Springer, NY, Heidelberg, London.

**Le Bourvellec, C., Bouzerzour, K., Ginies, C., Regis, S., Ple, Y. & Renard, C. M. G. C.** (2011). Phenolic and polysaccharidic composition of applesauce is close to that of apple flesh. *Journal of Food Composition and Analysis*, **24**(4/5), 537-547.

**Le Moigne, M., Symoneaux, R. & Jourjon, F.** (2008). How to follow grape maturity for wine professionals with a seasonal judge training? *Food Quality and Preference*, **19**(8), 672-681.

**Lin, H. J., Qin, X. M., Aizawa, K., Inakuma, T., Yamauchi, R. & Kato, K.** (2005). Chemical properties of water-soluble pectins in hot- and cold-break tomato pastes. *Food Chemistry*, **93**(3), 409-415.

**Loescher, E.** (2003). Evaluations instrumentales et sensorielles de la texture de produits alimentaires de type semi-liquide. Application aux cas de fromages blancs et de compotes. *Thèse de Doctorat.* Ecole Nationale des Industries Agricoles et Alimentaires. Massy, France. 190p.



- Lopes da Silva, J. A., Goncalves, M. P. & Rao, M. A.** (1994). Influence of temperature on the dynamic and steady-shear rheology of pectin dispersions. *Carbohydrate Polymers*, **23**(2), 77-87.
- Lopez-Sanchez, P., Nijse, J., Blonk, H. C. G., Bialek, L., Schumm, S. & Langton, M.** (2011). Effect of mechanical and thermal treatments on the microstructure and rheological properties of carrot, broccoli and tomato dispersions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **91**, 207-217.

## - M -

- Maceiras, R., Alvarez, E. & Cancela, M. A.** (2007). Rheological properties of fruit purees: Effect of cooking. *Journal of Food Engineering*, **80**(3), 763-769.
- Marlett, J. A. & Vollendorf, N. W.** (1994). Dietary Fiber Content and Composition of Different Forms of Fruits. *Food Chemistry*, **51**(1), 39-44.
- Martinez, M. V. & Whitaker, J. R.** (1995). The Biochemistry and Control of Enzymatic Browning. *Trends in Food Science & Technology*, **6**(6), 195-200.
- Massiot, P., Baron, A. & Drilleau, J. F.** (1994). Characterization and Enzymatic-Hydrolysis of Cell-Wall Polysaccharides from Different Tissue Zones of Apple. *Carbohydrate Polymers*, **25**(3), 145-154.
- Massiot, P., Perron, V., Baron, A. & Drilleau, J. F.** (1997). Release of methanol and depolymerization of highly methyl esterified apple pectin with an endopolygalacturonase from *Aspergillus niger* and pectin methylesterases from *A-niger* or from orange. *Food Science and Technology-Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie*, **30**(7), 697-702.
- Massiot, P., Quere, J. M. I. & Drilleau, J. F.** (1994). Biochemical characteristics of apple juices and fermented products from musts obtained enzymatically. *Fluessiges Obst*, **61**(4), 110-113.
- Massiot, P. & Renard, C.** (1997). Composition, physico-chemical properties and enzymatic degradation of fibres prepared from different tissues of apple. *Food Science and Technology-Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie*, **30**(8), 800-806.
- McCann, T. H., Fabre, F. & Day, L.** (2011). Microstructure, rheology and storage stability of low-fat yoghurt structured by carrot cell wall particles. *Food Research International*, **44**(4), 884-892.
- McDougall, G. J., Morrison, I. M., Stewart, D. & Hillman, J. R.** (1996). Plant cell walls as dietary fibre: range, structure, processing and function. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **70**(2), 133-150.
- Melcion, J. P.** (2000). La granulométrie de l'aliment: principe, mesure et obtention. . *INRA Productions Animales*, **13**, 81-97.
- Missaire, F., Qiu, C. G. & Rao, M. A.** (1990). Yield Stress of Structured and Unstructured Food Suspensions. *Journal of Texture Studies*, **21**(4), 479-490.
- Morris, G. A., Foster, T. J. & Harding, S. E.** (2002). A hydrodynamic study of the depolymerisation of a high methoxy pectin at elevated temperatures. *Carbohydrate Polymers*, **48**(4), 361-367.
- Muller, S. & Kunzek, H.** (1998). Material properties of processed fruit and vegetables - I. Effect of extraction and thermal treatment on apple parenchyma. *Zeitschrift Fur Lebensmittel-Untersuchung Und-Forschung a-Food Research and Technology*, **206**(4), 264-272.

## - N -

- Nawab, M. A. & Mason, S. G.** (1994). Suspension rheology. In *Rheology : Principles, Measurements, and Applications*, Wiley-VCH New York, pp. 425-474.
- Nicod, H., Clément, J. F., Sauvageot, F. & Strigler, F.** (2009). L'organisation pratique de la mesure sensorielle. In *Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique*, ed. Tec&Doc, Lavoisier. Paris, pp. 50-97.
- Nieto, A. B., Salvatori, D. M., Castro, M. A. & Alzamora, S. M.** (2004). Structural changes in apple tissue during glucose and sucrose osmotic dehydration: shrinkage, porosity, density and microscopic features. *Journal of Food Engineering*, **61**, 269-278.
- Nindo, C. I., Tang, J., Powers, J. R. & Takhar, P. S.** (2007). Rheological properties of blueberry puree for processing applications. *Lwt-Food Science and Technology*, **40**(2), 292-299.

## - P, Q -

- Pelegrine, D. H., Silva, F. C. & Gasparetto, C. A.** (2002). Rheological behavior of pineapple and mango pulps. *Lebensmittel-Wissenschaft Und-Technologie-Food Science and Technology*, **35**(8), 645-648.
- Pickardt, C., Dongowski, G. & Kunzek, H.** (2004). The influence of mechanical and enzymatic disintegration of carrots on the structure and properties of cell wall materials. *European Food Research and Technology*, **219**(3), 229-239.
- Qiu, C. G. & Rao, M. A.** (1989). Effect of Dispersed Phase on the Slip Coefficient of Apple Sauce in a Concentric Cylinder Viscometer. *Journal of Texture Studies*, **20**(1), 57-70.
- Qiu, C. G. & Rao, M. A.** (1988). Role of pulp content and particle size in yield stress of apple sauce. *Journal of Food Science*, **53**(4), 1165-1170.
- Quemada, D.** (2006). *Modélisation rhéologique structurelle*. Lavoisier, Paris.

## - R -

- Raeuber, H. J. & Nikolaus, H.** (1980). Structure of foods. *Journal of Texture Studies*, **11**(3), 187-198.
- Ralet, M. C., Dellavalle, G. & Thibault, J. F.** (1993). Raw and Extruded Fiber from Pea Hulls .1. Composition and Physicochemical Properties. *Carbohydrate Polymers*, **20**(1), 17-23.
- Ralet, M. C., Saulnier, L. & Thibault, J. F.** (1993). Raw and Extruded Fiber from Pea Hulls .2. Structural Study of the Water-Soluble Polysaccharides. *Carbohydrate Polymers*, **20**(1), 25-34.
- Rao, M. A.** (1987). Predicting the flow of food suspensions of plant origin *Food Technology*, 85-89.
- Rao, M. A.** (1992). Review: The structural approach to rheology of plant food dispersions. *Revista Espanola de Ciencia y Tecnologia de Alimentos*, **32**(1), 3-17.
- Rao, M. A.** (1986). Rheology of apple sauce: Effect of apple cultivar, firmness, and processing parameters. *Journal of Food Science*, **51**(1), 176-179.
- Rao, M. A.** (1999). *Rheology of Fluid Semisolid Foods. Principles and Applications. Second ed.* Springer, Geneva, NY.
- Rao, M. A., Cooley, H. J., Nogueira, J. N. & McLellan, M. R.** (1986). Rheology of Apple Sauce - Effect of Apple Cultivar, Firmness, and Processing Parameters. *Journal of Food Science*, **51**(1), 176-179.

- Rao, M. A., Cooley, H. J. & Vitali, A. A.** (1984). Flow Properties of Concentrated Juices at Low-Temperatures. *Food Technology*, **38**(3), 113-119.
- Rao, M. A. & Steffe, J. E.** (1997). Measuring Yield Stress of Fluid Foods. *Food Technology*, **51**(2), 50-52.
- Renard, C.** (2005). Effects of conventional boiling on the polyphenols and cell walls of pears. *Journal of the Science of Food and Agriculture: 85 (2) 310-318*, **85**(2), 310-318.
- Renard, C.** (2005). Variability in cell wall preparations: quantification and comparison of common methods. *Carbohydrate Polymers*, **60**(4), 515-522.
- Renard, C., Schols, H. A., Voragen, A. G. J., Thibault, J. F. & Pilnik, W.** (1991). Studies on Apple Protopectin .3. Characterization of the Material Extracted by Pure Polysaccharidases from Apple Cell-Walls. *Carbohydrate Polymers*, **15**(1), 13-32.
- Renard, C. & Thibault, J. F.** (1991). Composition and Physicochemical Properties of Apple Fibers from Fresh Fruits and Industrial-Products. *Food Science and Technology-Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie*, **24**(6), 523-527.
- Renard, C. M. G. C.** (1989). Etude des polysaccharides pariétaux de la pomme. Extraction et caractérisation par des méthodes chimiques et enzymatiques. *Thèse de Doctorat*. Université de Nantes Faculté des Sciences et Techniques. Nantes, France. 155p.
- Renard, C. M. G. C., Voragen, A. G. J., Thibault, J. F. & Pilnik, W.** (1990). Studies on apple protopectin. I.Extraction of insoluble pectin by chemical means. *Carbohydrate Polymers*, **12**(1), 9-25.

## - S -

- Sajjaanantakul, T., Vanburen, J. P. & Downing, D. L.** (1989). Effect of Methyl-Ester Content on Heat Degradation of Chelator-Soluble Carrot Pectin. *Journal of Food Science*, **54**(5), 1272-1277.
- Sanchez, M. C., Valencia, C., Gallegos, C., Ciruelos, A. & Latorre, A.** (2002). Influence of processing on the rheological properties of tomato paste. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **82**(9), 990-997.
- Sato, A. C. K. & Cunha, R. L.** (2009). Effect of particle size on rheological properties of jaboticaba pulp. *Journal of Food Engineering*, **91**, 556-570.
- Saulnier, L. & Thibault, J. F.** (1987). Extraction and Characterization of Pectic Substances from Pulp of Grape Berries. *Carbohydrate Polymers*, **7**(5), 329-343.
- Schiffman, S. S., Reynolds, M. L. & Young, F. W.** (1981). *Introduction to multidimensional scaling: theory, methods and applications*. Academic Press, London.
- Schijvens, E. P. H. M., van Vliet, T. & van Dijk, C.** (1998). Effect of processing conditions on the composition and rheological properties of applesauce. *Journal of Texture Studies*, **29**, 123-143.
- Servais, C., Jones, R. & Roberts, I.** (2002). The influence of particle size distribution on the processing of food. *Journal of Food Engineering*, **51**(3), 201-208.
- Shama, F. & Sherman, P.** (1973). Identification of stimuli controlling the sensory evaluation of viscosity. II. Oral methods. *Journal of Texture Studies*, **4**(1), 111-118.
- Sila, D. N., Duvetter, T. D., De Roeck, A., Verlent, I., Smout, C., G.K., M., B.P., H., K.W., W., M., H. & Van Loey, A.** (2008). Texture changes of processed fruits and vegetables: potential use of high-pressure processing. *Trends in Food Science & Technology*, **19**, 309-319.
- Sila, D. N., Smout, C., Vu, S. T., Van Loey, A. & Hendrickx, M.** (2005). Influence of pretreatment conditions on the texture and cell wall components of carrots during thermal processing. *Journal of Food Science*, **70**(2), 85-91.

- Sila, D. N., Van Buggenhout, S., Duvetter, T., Fraeye, I., De Roeck, A., Van Loey, A. & Hendrickx, M.** (2009). Pectins in Processed Fruit and Vegetables: Part II - Structure-Function Relationships. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, **8**(2), 86-104.
- Smout, C., Sila, D. N., Vu, T. S., Loey, A. M. L. v. & Hendrickx, M. E. G.** (2005). Effect of preheating and calcium pre-treatment on pectin structure and thermal texture degradation: a case study on carrots. *Journal of Food Engineering*, **67**(4), 419-425.
- Steffe, J. F.** (1992). Rheological methods in food process engineering. In *Rheological methods in food process engineering*.
- Stone, H., Sidel, J., Olivier, S., Woosley, A. & Singleton, R. C.** (1974). Sensory evaluation by descriptive analysis. *Food technology*, **28**(11), 24-34.
- Szczesniak, A. S.** (2002). Texture is a sensory property. *Food Quality and Preference*, **13**(4), 215-225.

## - T -

- Tang, C. & Heymann, H.** (2002). Multidimensional sorting, similarity scaling and free-choice profiling of grape jellies. *Journal of Sensory Studies*, **17**(6), 493-509.
- Tanglertpaibul, T. & Rao, M. A.** (1987). Intrinsic-Viscosity of Tomato Serum as Affected by Methods of Determination and Methods of Processing Concentrates. *Journal of Food Science*, **52**(6), 1642-&.
- Tarea, S.** (2005). Etude de la texture de suspensions de particules molles concentrées. Relations entre la structure, la rhéologie et la perception sensorielle. Application aux purées de pommes et poires et mise au point de milieux modèles. *Thèse de Doctorat*. Ecole Nationale des Industries Agricoles et Alimentaires. Massy, France, pp. 335.
- Tarea, S., Cuvelier, G. & Sieffermann, J. M.** (2007). Sensory evaluation of the texture of 49 commercial apple and pear purees. *Journal of Food Quality*, **30**, 1121-1131.
- Tattiyakul, J., Liao, H. J. & Rao, M. A.** (2009). Role of Structure in the Measurement of Flow Properties of Food and Starch Dispersions: A Review. *International Journal of Food Properties*, **12**(1), 2-10.
- Thibault, J. F., Renard, C. & Guillon, F.** (1994). Physical and chemical analysis of dietary fibers in sugar beet and vegetables. In *Modern methods of plant analysis, vol 16. Vegetables and vegetable products.*, eds. H. F. Linskens & J. F. Jackson, Springer. Berlin Heidelberg New York, pp. 23-55.
- To, N.** (2011). Étude des propriétés rhéologiques des dispersions des particules végétales. Application au comportement des purées de pommes. Influence des paramètres de structure. *Master 2*. AgroParisTech, Massy.
- Tyle, P.** (1993). Effect of Size, Shape and Hardness of Particles in Suspension on Oral Texture and Palatability. *Acta Psychologica*, **84**(1), 111-118.

## - V -

- Valencia, C., Sánchez, M. C., Ciruelos, A., Latorre, A., Franco, J. M. & Gallegos, C.** (2002). Linear viscoelasticity of tomato sauce products: influence of previous tomato paste processing. *European Food Research and Technology*, **214**, 394-399.
- Van Buggenhout, S., Sila, D. N., Duvetter, T., Van Loey, A. & Hendrickx, M.** (2009). Pectins in Processed Fruits and Vegetables: Part III - Texture Engineering. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, **8**(2), 105-117.
- Van Buren, J. P.** (1979). The chemistry of texture in fruits and vegetables. *Journal of Texture Studies*, **10**(1), 1-23.

- Vetter, S. & Kunzek, H.** (2003). The influence of suspension solution conditions on the rehydration of apple cell wall material. *European Food Research and Technology*, **216**(1), 39-45.
- Vetter, S. & Kunzek, H.** (2002). Material properties of processed fruit and vegetables. II. Water hydration properties of cell wall materials from apples. *European Food Research and Technology*, **214**, 43-51.
- Vitali, A. A. & Rao, M. A.** (1982). Flow Behavior of Guava Puree as a Function of Temperature and Concentration. *Journal of Texture Studies*, **13**(3), 275-289.
- Voragen, A., Thibault, J. F., Pilnik, W., M.A.V, A. & Renard, C. M. G. C.** (1995). Pectins. In *Food polysaccharides and their applications.* , ed. A. M. Stephen, Marcel Dekker. New York, pp. 287-339.
- Voragen, A. G. J., Coenen, G., Verhoef, R. P. & Schols, H. A.** (2009). Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls., **20**, 263-275.
- Voragen, G. J., Heutink, R. & Pilnik, W.** (1980). Solubilization of apple cell walls with polysaccharide-degrading enzymes. *Journal Applied Biochemistry*, **2**, 452-468.

- W, Y -

- Waldron, K. W., Parker, M. L. & Smith, A. C.** (2003). Plant Cell Walls and Food Quality. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, **2**, 128-146.
- Waldron, K. W., Smith, A. C., Parr, A. J., Ng, A. & Parker, M. L.** (1997). New approaches to understanding and controlling cell separation in relation to fruit and vegetable texture. *Trends in Food Science & Technology*, **8**, 213-221.
- Wood, F. W.** (1968). Psychophysical studies on the consistency of foods in rheology and texture of foodstuffs. *SCI Monograph*, **27**, 40-49.
- Yoo, B. & Rao, M.** (1994). Effect of unimodal particle size and pulp content on rheological properties of tomato puree. *Journal of Texture Studies*, **25**(4), 421-436.

**ANNEXE 1. Récapitulatif des paramètres rhéologiques et structuraux des produits des deux plans expérimentaux.**

M1	$\eta_{app}$ Purée 43s <sup>-1</sup> (mPa-s)	$\eta$ Sérum (mPa-s)	G' (Pa)	G'' (Pa)	tan $\delta$	Seuil G' G'' (Pa)	Seuil SDL (Pa)	Seuil HB (Pa)	n HB	k HB (Pa-s <sup>-n</sup> )	Bostwick (cm)	% Pulpe (p/p)	d(0,9) ( $\mu$ m)	° Brix	Matière Sèche (g/100g)	Acidité (g <sub>ac. malique</sub> /L)	Solides insolubles (g/100g purée)	Solides solubles (g/100g purée)
N25	1090 ± 21	17,2 ± 0	438 ± 51	119 ± 12	0,27 ± 0,01	24 ± 3	1,5 ± 0,2	12,2 ± 0,6	0,36 ± 0	8,9 ± 0,3	6,3 ± 0,3	29,8 ± 1,9	1066 ± 22	11,6 ± 0,3	13 ± 0	0,4 ± 0,01	0,8 ± 0,1	0,11
N31	1606 ± 56	17,2 ± 0,5	805 ± 9	189 ± 2	0,23 ± 0	43 ± 2	2,6 ± 0,1	23 ± 1,6	0,33 ± 0	13,3 ± 0,6	4,7 ± 0,3	30,5 ± 0,7	1010 ± 14	12,9 ± 0,1	13,6 ± 0	0,4 ± 0	1,1 ± 0,1	0,17
N42	2653 ± 14	16,5 ± 0	2361 ± 73	542 ± 13	0,23 ± 0	123 ± 5	7,3 ± 0,2	43,3 ± 2,5	0,31 ± 0,02	21,1 ± 2,3	0,5 ± 0	36,3 ± 1,7	1001 ± 23	13 ± 0,1	14 ± 0,1	0,3 ± 0,02	1,6 ± 0,1	0,21
N60	3361 ± 78	16,3 ± 0,2	3862 ± 367	895 ± 52	0,23 ± 0,01	201 ± 13	12,2 ± 0,7	46,7 ± 1,5	0,32 ± 0,01	28,3 ± 1,7	0 ± 0	44,3 ± 1,2	1257 ± 153	11,8 ± 0,3	12,5 ± 0,1	0,2 ± 0,01	2,1 ± 0,3	0,23
MB22	664 ± 15	14,7 ± 0,1	230 ± 23	56 ± 4	0,25 ± 0,03	8 ± 1	0,7 ± 0	8,7 ± 0,8	0,44 ± 0,01	3,7 ± 0,2	8,2 ± 0,3	26,8 ± 0,7	509 ± 12	12,7 ± 0,1	13,3 ± 0	0,4 ± 0	0,7 ± 0,2	0,19
MB28	1177 ± 21	14,9 ± 0,3	582 ± 35	123 ± 4	0,21 ± 0,01	25 ± 1	1,7 ± 0,1	20,4 ± 0,2	0,39 ± 0,02	6,8 ± 0,8	4,3 ± 0,3	28,7 ± 1	500 ± 4	12,5 ± 0,2	13,4 ± 0	0,4 ± 0	1,1 ± 0,2	0,16
MB39	2359 ± 64	16,6 ± 0,1	1899 ± 147	426 ± 15	0,22 ± 0,01	86 ± 1	6 ± 0,2	41 ± 2,4	0,3 ± 0,03	19,2 ± 4,1	1 ± 0	36,9 ± 1,2	505 ± 7	12,7 ± 0,3	14,2 ± 0,1	0,4 ± 0	1,8 ± 0,1	0,17
MB57	2815 ± 10	17,7 ± 0,3	2471 ± 175	566 ± 40	0,23 ± 0,01	117 ± 9	8 ± 0,6	42,5 ± 0,5	0,27 ± 0,01	27,6 ± 0,8	0,2 ± 0	40,9 ± 0,4	503 ± 4	12,5 ± 0,4	14,3 ± 0,1	0,3 ± 0	2 ± 0,2	0,16
TB27	622 ± 9	16,8 ± 0,1	268 ± 15	64 ± 5	0,24 ± 0,01	11 ± 0	0,9 ± 0	12 ± 0,3	0,48 ± 0	2,3 ± 0	7,8 ± 0,3	27,8 ± 0,2	232 ± 3	13 ± 0,1	12,3 ± 0	0,3 ± 0,01	1,1 ± 0	0,20
TB38	1346 ± 22	17,5 ± 0,1	1089 ± 31	254 ± 9	0,23 ± 0	43 ± 2	3,1 ± 0,6	25,7 ± 1,2	0,29 ± 0,01	10,7 ± 0,9	2,8 ± 0,3	37 ± 1,7	233 ± 1	13,4 ± 0,1	14,2 ± 0	0,4 ± 0,02	1,6 ± 0,3	0,20
TB56	2168 ± 41	18,7 ± 0,1	2587 ± 236	625 ± 36	0,24 ± 0,01	105 ± 4	8,4 ± 0,7	38,7 ± 1,2	0,38 ± 0,01	12,2 ± 1,6	0,5 ± 0	50,5 ± 1,3	236 ± 1	13,5 ± 0,1	14,8 ± 0,4	0,3 ± 0,01	2,4 ± 0	0,20

M2	$\eta_{app}$ Purée 43s <sup>-1</sup> (mPa-s)	$\eta$ Sérum (mPa-s)	G' (Pa)	G'' (Pa)	tan $\delta$	Seuil G' G'' (Pa)	Seuil SDL (Pa)	Seuil HB (Pa)	n HB	k HB (Pa-s <sup>-n</sup> )	Bostwick (cm)	% Pulpe (p/p)	d(0,9) ( $\mu$ m)	° Brix	Matière Sèche (g/100g)	Acidité (g <sub>ac. malique</sub> /L)
N25	1060 ± 8	17,6 ± 0,3	434 ± 23	109 ± 8	0,25 ± 0,02	21 ± 1	1,4 ± 0,1	11 ± 0,2	0,37 ± 0,01	9 ± 0,3	6,2 ± 0,3	29,7 ± 0,8	983 ± 15	12,5 ± 0,2	13,1 ± 0,04	0,4 ± 0,02
N42	2478 ± 69	17,9 ± 0,4	2020 ± 119	476 ± 29	0,24 ± 0,03	103 ± 2	6,3 ± 0,2	45 ± 0,4	0,33 ± 0,01	17 ± 1,2	0,5 ± 0	35,7 ± 1	1011 ± 14	12,8 ± 0,2	13,8 ± 0,1	0,3 ± 0,01
TB27	575 ± 3	18 ± 0,2	269 ± 14	68 ± 6	0,25 ± 0,02	12 ± 1	0,8 ± 0,1	11 ± 0,1	0,49 ± 0	2 ± 0	7,3 ± 0,3	27,4 ± 0,6	229 ± 1	13 ± 0,1	13,2 ± 0,3	0,4 ± 0
TB38	1146 ± 18	18,1 ± 0,1	747 ± 31	175 ± 3	0,23 ± 0,01	32 ± 1	2,4 ± 0	21 ± 0,1	0,31 ± 0	9 ± 0,4	2,8 ± 0,3	36,4 ± 1,2	235 ± 2	13,2 ± 0,1	14,1 ± 0	0,3 ± 0,02
N25-P	1386 ± 35	85,8 ± 3,4	419 ± 18	130 ± 5	0,31 ± 0,01	16 ± 0	1,3 ± 0,1	8 ± 0,6	0,38 ± 0	13 ± 0,1	7 ± 0	30,1 ± 1,2	939 ± 20	13,6 ± 0,1	13,7 ± 0	0,4 ± 0
N42-P	3051 ± 28	102,2 ± 1,2	2020 ± 129	541 ± 16	0,27 ± 0,01	93 ± 3	6,4 ± 0,2	31 ± 0,5	0,26 ± 0	38 ± 0,6	1 ± 0	43,9 ± 0,3	895 ± 14	13,6 ± 0,3	14,4 ± 0	0,4 ± 0,01
TB27-P	1108 ± 31	90,1 ± 0,9	337 ± 20	114 ± 2	0,34 ± 0,02	13 ± 1	1,1 ± 0	9 ± 0,2	0,42 ± 0	8 ± 0,2	7,3 ± 0,3	38,3 ± 1,1	230 ± 1	13,9 ± 0,1	14 ± 0	0,4 ± 0,02
TB38-P	1600 ± 30	111,7 ± 1,2	967 ± 14	299 ± 12	0,31 ± 0,02	32 ± 1	2,8 ± 0,6	18 ± 0,1	0,37 ± 0	12 ± 0,4	4,2 ± 0,3	46,1 ± 0,7	231 ± 1	14,1 ± 0,1	14,6 ± 0,1	0,4 ± 0
50N-50TB	941 ± 17	17,2 ± 0,1	482 ± 10	123 ± 0	0,26 ± 0	19 ± 0	1,5 ± 0,1	15 ± 0,7	0,41 ± 0,01	5 ± 0,2	5,7 ± 0,3	30,1 ± 1,2	879 ± 15	12,9 ± 0	13,4 ± 0	0,3 ± 0,02
30N-70TB	728 ± 12	16,2 ± 0,1	317 ± 11	79 ± 2	0,25 ± 0	12 ± 0	1,2 ± 0,3	12 ± 0,2	0,44 ± 0,01	4 ± 0	7,3 ± 0,6	27,9 ± 0,6	780 ± 37	11,9 ± 0,2	13,1 ± 0,1	0,3 ± 0
10N-90TB	611 ± 10	15,7 ± 0,1	234 ± 13	56 ± 5	0,24 ± 0,01	10 ± 0	0,9 ± 0,3	11 ± 0,1	0,48 ± 0	2 ± 0	8 ± 0	28,2 ± 0,3	344 ± 20	11,9 ± 0,1	12,9 ± 0,2	0,4 ± 0

## SUMMARY

Fruit purees are considered as concentrated dispersions of deformable and insoluble particles in a continuous phase or serum rich in water, sugar and soluble pectin. The dispersed phase consists of cells or cell clusters of parenchyma tissue and the insoluble cell wall material dispersed in the serum represents a very low weight (~1% w/w). The structure and the rheological properties of purees will depend on many internal factors such as the variety and ripeness of the fruit and external factors occurring during the processing (mechanical and thermal treatment). Texture is a key quality attribute of purees and thus constitutes an important potential source for new product development.

The main objective of this study was to better understand the relationship between the rheological, structural and sensory properties of apple puree, in order to pilot and control the texture of the products.

The study was performed with a single batch of apple puree prepared industrially from fresh mature Golden Delicious. In order to create purees with varied structure and texture, three structural parameters were identified and modified: the cell walls concentration (related to the amount of pulp), the particle size and the viscosity of the continuous phase.

A separation-reconstitution strategy joined to a grinding step and the modification of the serum viscosity allowed us to obtain a wide range of products with different structures and textures. The construction of two experimental designs made it possible the controlled preparation of the products so as to study the relations between structure, rheology and texture of the apple puree.

Physical and sensory characterization highlighted the importance of structural parameters on the rheological behaviour and perception of the texture of the puree. Thus, the concentration of particles is the main parameter influencing these properties, followed by the particle size and the serum viscosity. The increase in particle content translates directly at the “overcrowding” that also depends on the particle size. Mechanical treatment leads to the separation of clusters of parenchyma cells in to individual cells; this change in structure involves marked changes of properties.

Rheological and structural characterization made it possible the generation of rheological models and the better understanding of the behaviour, the state and the role of particles (soft and deformable) on the structure of the medium and the volume occupied by them. This approach has been completed and validated by the observation of dispersions by various microscopic techniques. The different regimes of concentration were identified.

Texture perception of apple puree can be described basically by their “consistency” and their “graininess”. The viscosity of the continuous phase has an impact on the perception of “graininess” and in the cohesion of the particle network.

Our results show that the texture of plant food dispersions can be “mastered” by controlling a few selected key parameters: the concentration of cell walls (pulp) and particle size, completed by the viscosity of the continuous phase. High possibilities for innovation are opened by playing on these parameters that can be modified during the processing.

## RESUME

Les purées de fruits sont considérées ici comme des **dispersions concentrées de particules végétales déformables et insolubles** dans une phase continue aqueuse ou **sérum** riche en sucre et contenant des pectines solubles. La phase dispersée est constituée de **cellules** ou **d'amas de cellules** de parenchyme dont les **parois insolubles** ne représentent qu'une très faible masse (un peu plus de **1 % p/p**) dispersées dans un **sérum** dont elle sont remplies. La **constitution** et les **propriétés** rhéologiques des purées vont dépendre de plusieurs facteurs internes tels que la **variété** de fruit et **l'état de maturité** et de facteurs externes tels que les paramètres liés au procédé de **transformation** (traitement mécanique et thermique). Par ailleurs, la **texture** est l'un des principaux attributs de qualité des purées et constitue à ce titre une source potentielle importante dans le développement de produits nouveaux.

L'**objectif général** de ce travail a été de mieux comprendre les **relations** entre les propriétés **rhéologiques**, **structurales** et **sensorielles** des purées de pomme dans la perspective d'**identifier** des **leviers** d'action pour le **pilotage** « à façon » **de la texture** des produits. La **stratégie de recherche** a consisté à réaliser l'ensemble de l'étude à partir d'une **même lot** d'une purée issue **d'une seule variété** de pomme : **Golden Delicious** et à **identifier** les **axes majeurs** permettant de **créer des structures et textures variées**. Les trois **paramètres structuraux** qui ont été modifiés sont : la **concentration en parois cellulaires** (liée à la quantité de particules de pulpe), la **taille des particules** et la viscosité de la **phase continue**. Une technique de **séparation - reconstitution** couplée à un traitement de **broyage** ainsi que **l'augmentation de la viscosité** du sérum ont permis d'obtenir **une large gamme** de textures et de structures. La construction de **deux plans expérimentaux** a permis de maîtriser la préparation des produits pour l'étude des relations entre la structure, la rhéologie et la texture des purées.

La caractérisation **physique et sensorielle** a mis en évidence l'importance des paramètres **structuraux** sur le comportement rhéologique et la perception de la texture des purées. Ainsi la **concentration** en particules a un **effet de premier ordre**, suivi par la **granulométrie** et la **viscosité du sérum**. L'augmentation de la **teneur en particules** se traduit directement au niveau de l'état d'encombrement du milieu qui dépend de leur taille. Un **traitement mécanique** entraîne la **séparation des amas des cellules** de parenchyme en cellules individualisées, ce changement de structure implique des modifications marquées de propriétés.

La caractérisation rhéologique et structurale a permis d'établir des **modèles rhéologiques** et de mieux comprendre le comportement, l'état et le rôle des particules (molles et déformables) sur la structuration du milieu ainsi que le volume occupé par celles-ci. Cette approche a été complétée et validée par l'**observation** des dispersions par différentes techniques **microscopiques**. Les différents régimes de concentration, du régime dilué à l'état d'encombrement et de compaction du régime concentrée des purées ont pu être mis en évidence.

Les deux axes principaux qui suffisent à décrire la texture sensorielle d'une purée sont la « **consistance** » et la « **granulosité** ». La viscosité de la phase continue a un impact sur la perception de la « granulosité » comme sur la cohésion du réseau particulaire.

Les résultats montrent que la **texture** des dispersions végétales peut être « **pilotée** » à partir de la maîtrise de quelques grandeurs clés : la concentration en parois cellulaires (pulpe) et la granulométrie des particules complété par la viscosité de la phase continue. De grandes **possibilités d'innovation** sont ouvertes en jouant sur ces leviers notamment à partir des possibilités offertes au niveau des paramètres du procédé de fabrication.

**MOTS CLES :** *Dispensions, particules végétales, structure, texture, rhéologie, perception sensorielle, fraction volumique, traitement mécanique.*