

Sommaire	5
-----------------------	----------

Abréviations et acronymes	15
--	-----------

Introduction générale.....	17
-----------------------------------	-----------

Partie 1 : Bibliographie.....	21
--------------------------------------	-----------

Chapitre I : La structure des purées de pommes et poires.....	24
--	-----------

1. Qu'est ce qu'une purée de fruits ?	24
1.1. Un produit issu des fruits	24
1.1.1. La paroi végétale	25
1.1.1.1. La cellulose.....	26
1.1.1.2. La pectine	26
1.1.1.3. L'hémicellulose	27
1.1.1.4. La lignine.....	27
1.1.2. Evolution au cours du temps	28
1.2. Un produit transformé	28
1.3. La structure des purées de fruits.....	29
1.3.1. La pulpe.....	30
1.3.2. Le sérum.....	31
2. Les méthodes de caractérisation	32
2.1. La concentration en particules.....	32
2.1.1. La quantité de pulpe	32
2.1.2. La quantité de fibres insolubles.....	33
2.2. La taille des particules.....	33
2.2.1. Le tamisage	33
2.2.2. La diffraction de la lumière.....	34
2.3. Autres propriétés physiques des particules	34
2.4. La mesure des propriétés du sérum	34
3. Conclusion	35

Chapitre II : La rhéologie des purées de pommes et poires.....	36
---	-----------

1. Mesure des propriétés rhéologiques.....	36
1.1. Grandeurs caractéristiques	36
1.1.1. Aux grandes déformations	36
1.1.2. Aux faibles déformations	37
1.2. Les méthodes de caractérisation.....	38
1.2.1. Les méthodes empiriques	38
1.2.1.1. Consistomètres	38
1.2.1.2. Rétro-extrusion	39
1.2.2. Les méthodes fondamentales	39
1.2.2.1. Rhéomètres capillaires sous pression	39
1.2.2.2. Rhéomètres à cylindres coaxiaux	40
1.2.2.3. Rhéomètres à ailettes	42

2.	Les propriétés rhéologiques des purées de fruits	43
2.1.	Fluides rhéofluidifiants	43
2.2.	Fluides à seuil d'écoulement	44
2.2.1.	Seuils statique et dynamique	45
2.2.2.	Le seuil résiduel	46
2.2.3.	Le seuil en sortie de linéarité.....	46
2.2.4.	Conclusion.....	47
2.3.	Fluides peu thixotropes	48
2.4.	Fluides viscoélastiques.....	49
3.	Influence de la structure sur les propriétés rhéologiques	49
3.1.	Influence de la phase continue	49
3.2.	Influence de la concentration en particules	49
3.3.	Influence de la taille des particules	51
4.	Conclusion	52
Chapitre III : La perception sensorielle de la texture.....		54
1.	De la sensation à la perception.....	54
1.1.	Naissance des sensations et différents sens impliqués	55
1.1.1.	La vue.....	55
1.1.2.	Le toucher.....	55
1.1.3.	La kinesthésie	57
1.2.	Perception orale des suspensions	58
1.2.1.	Entre la langue et le palais.....	58
1.2.2.	Entre les dents	59
1.3.	Transformation des sensations en perception.....	59
2.	Construction de la réponse sensorielle.....	59
2.1.	Aspects quantitatifs	60
2.2.	Aspects qualitatifs et sémantique	60
2.3.	Les différences intra- et inter-individuelles.....	61
3.	Analyse de la réponse sensorielle	61
3.1.	Les outils du profil	62
3.1.1.	Les descripteurs.....	62
3.1.2.	Les échelles de réponse	64
3.2.	Les différents profils	65
3.2.1.	Le profil conventionnel	65
3.2.2.	Les méthodes de profil libre.....	66
3.2.2.1.	Le Free Choice Profiling	66
3.2.2.2.	Le profil flash	66
4.	Conclusion	67
Chapitre IV : Relations entre données sensorielles et rhéologiques.....		69
1.	Les différentes méthodes de corrélation	69
1.1.	Les corrélations simples	69
1.2.	Les corrélations multiples	70
1.3.	Les corrélations factorielles	70
2.	Les différentes corrélations	71
2.1.	Perception des propriétés mécaniques et mesures d'écoulement	71

2.2.	Perception des propriétés géométriques et rétro-extrusion	72
2.3.	Intérêt des mesures en régime harmonique ?	72
3.	Conclusion	73
Partie 2 : Objectifs et démarche.....		75
1.	Les objectifs	77
2.	L'originalité	77
3.	La démarche.....	79
3.1.	L'étude exploratoire et la mise en place de l'étude explicative	79
3.2.	Une étude explicative des causes à effets et de prédiction	80
Partie 3 : Produits et méthodes de caractérisation		81
Chapitre I : Les produits		84
1.	Présentation des produits	84
1.1.	Les purées de fruits du commerce	84
1.2.	Les purées de fruits reconstituées.....	85
1.3.	Les suspensions modèles.....	86
1.3.1.	Fabrication du gel d'alginate.....	86
1.3.2.	Fabrication de la suspension	87
2.	Conservation des produits	88
2.1.	Les purées de fruits	88
2.2.	Les suspensions modèles.....	89
3.	Utilisation des produits	89
Chapitre II : Méthodes de caractérisation structurale et physico-chimique.....		90
1.	Mesures propres aux purées de fruits.....	91
1.1.	Pourcentage de pulpe	91
1.2.	Pourcentage de pierreux	92
1.3.	Matière sèche	93
1.4.	Pourcentage d'insolubles secs	94
1.5.	La densité	94
1.6.	Le degré Brix.....	94
2.	Mesures propres aux suspensions modèles	95
2.1.	La fraction volumique	95
2.2.	La fermeté du gel d'alginate.....	96
2.2.1.	Les mesures de compression	96
2.2.2.	Les mesures du module conservatif G'	96
3.	Mesures communes aux purées de fruits et aux suspensions modèles	98
3.1.	Les mesures granulométriques	98
3.2.	La viscosité du sérum	99

Chapitre III : Méthodes de caractérisation rhéologique des suspensions 102

1.	Viscoélasticimétrie et seuil d'écoulement.....	103
1.1.	Le matériel	104
1.2.	La mesure de linéarité	104
1.3.	La mesure du spectre.....	105
1.4.	Les mesures de seuil.....	106
1.4.1.	Le seuil en sortie de linéarité.....	106
1.4.2.	Le seuil statique.....	107
2.	Viscosimétrie	107
2.1.	Le matériel	107
2.2.	Le test de cisaillement à vitesse constante	109
2.3.	L'obtention de la courbe d'écoulement.....	110
3.	Les mesures de rétro-extrusion	111
3.1.	Le matériel	111
3.2.	Le protocole	112

Chapitre IV : Méthodes de caractérisation sensorielle des suspensions 114

1.	Le profil Flash.....	114
1.1.	Produits	115
1.2.	Sujets.....	116
1.3.	Procédure.....	116
2.	Le profil de type conventionnel	117
2.1.	Sujets.....	117
2.2.	Conditions expérimentales	117
2.3.	Organisation des séances.....	117
2.3.1.	Etablissement du glossaire sensoriel	118
2.3.2.	Entraînement du panel.....	119
2.3.3.	Evaluation	120

Chapitre V : Méthodes statistiques 121

1.	Outils statistiques descriptifs	121
1.1.	Analyse en Composantes Principales.....	121
1.2.	Analyse Procustéenne Généralisée.....	122
1.3.	Analyse Factorielle Multiple.....	122
1.4.	Classification Ascendante Hiérarchique	123
2.	Comparaison de produits : Analyse de Variance	123
3.	Outils de modélisation statistique	124
3.1.	Régressions Linéaires.....	124
3.1.1.	Régression linéaire multiple.....	124
3.1.2.	Régression linéaire progressive.....	126
3.2.	Partial Least Square.....	126

Partie 4 : Etude exploratoire et mise en place de l'étude explicative..... 127

Chapitre I : Etude des produits du commerce..... 131

1.	Caractérisation structurale et physico-chimique	131
1.1.	Bilan des valeurs	131
1.2.	Etude multidimensionnelle.....	132
1.3.	Choix des paramètres structuraux	135
2.	Les données rhéologiques	136
2.1.	Bilan des valeurs	137
2.2.	Etude multidimensionnelle.....	138
2.3.	Choix des paramètres rhéologiques.....	140
3.	La caractérisation sensorielle	141
3.1.	Résultats du profil Flash sur l'espace produits complet.....	141
3.1.1.	Les descripteurs sensoriels	141
3.1.2.	Les dimensions sensorielles	142
3.1.2.1.	Dimensions des configurations individuelles	142
3.1.2.2.	Dimensions de la configuration moyenne	143
3.1.3.	Analyse du consensus.....	143
3.1.4.	Carte sensorielle des produits.....	144
3.1.5.	Déclarations des sujets	146
3.2.	Résultats du profil Flash sur l'espace produits restreint.....	147
3.2.1.	Descripteurs sensoriels	147
3.2.2.	Les dimensions sensorielles	147
3.2.2.1.	Dimensions des configurations individuelles	147
3.2.2.2.	Dimensions de la configuration moyenne	148
3.2.3.	L'analyse du consensus	149
3.2.4.	Carte sensorielle des produits.....	149
3.2.4.1.	Carte de l'espace produits restreint	149
3.2.4.2.	Comparaison avec la carte de l'espace complet	151
3.3.	Conclusion et choix des notions sensorielles	152
4.	Relations entre données	153
4.1.	L'étude instrumentale globale	153
4.1.1.	La dimensionnalité	154
4.1.2.	La carte instrumentale	154
4.2.	Les relations instrumental / sensoriel	156
4.2.1.	Analyse du degré de ressemblance.....	156
4.2.2.	Analyse des corrélations.....	157
4.2.2.1.	Corrélations structure/sensoriel	158
4.2.2.2.	Corrélations rhéologie/sensoriel	159
4.2.3.	Conclusion et prédiction de la perception sensorielle	160
5.	Bilan sur l'étude des produits du commerce	161
5.1.	Les avantages d'un espace produit large.....	161
5.2.	Perception sensorielle de la texture et conclusions méthodologiques.....	161
5.3.	Le choix des paramètres structuraux et rhéologiques.....	162
Chapitre II : Mise au point de milieux à structure maîtrisée		164
1.	Mise au point des purées de fruits reconstituées	164
1.1.	Ajustement des paramètres de structure	164
1.1.1.	La taille des particules.....	165
1.1.1.1.	Caractérisation des purées natives	165
1.1.1.2.	Ajustement de la granulométrie.....	165
1.1.2.	Le pourcentage de pulpe	166
1.1.2.1.	Caractérisation des purées natives	166

1.1.2.2.	Ajustement du pourcentage de pulpe.....	167
1.1.3.	Le pourcentage de pierreux.....	168
1.1.3.1.	Caractérisation des purées natives.....	168
1.1.3.2.	Ajustement du pourcentage de pierreux.....	168
1.1.4.	La viscosité du sérum.....	169
1.1.4.1.	Caractérisation du jus de pommes.....	169
1.1.4.2.	Ajustement de la viscosité.....	169
1.2.	Effets de la reconstitution.....	170
1.2.1.	La reconstitution n'abîme pas les particules.....	170
1.2.2.	Les purées reconstituées sont stables dans le temps.....	170
1.2.3.	Le pourcentage de pulpe ajusté ne correspond pas au pourcentage expérimental	171
1.3.	Conclusion.....	172
2.	Mise au point des suspensions modèles.....	172
2.1.	Ajustement des paramètres de structure.....	173
2.1.1.	Fermeté des gels.....	173
2.1.2.	Granulométrie.....	174
2.1.3.	Fraction volumique.....	175
2.1.4.	Viscosité du sérum.....	177
2.2.	Stabilité des suspensions.....	177
2.3.	Conclusion.....	178
3.	Construction des expériences.....	179
3.1.	Plan complet.....	179
3.2.	Plan central composite.....	180
4.	Bilan sur la mise au point des milieux à structure maîtrisée.....	181
4.1.	Les purées reconstituées.....	181
4.2.	Les suspensions modèles.....	182
 Chapitre III : Etude des suspensions modèles et confrontation aux produits du commerce 183		
1.	Les données rhéologiques.....	183
1.1.	Résultats rhéologiques.....	184
1.1.1.	Bilan des valeurs.....	184
1.1.2.	Etude multidimensionnelle.....	186
1.1.3.	Choix des paramètres rhéologiques.....	188
1.2.	Confrontation avec les produits du commerce.....	189
2.	La caractérisation sensorielle.....	191
2.1.	Résultats du profil Flash sur l'espace initial.....	192
2.1.1.	Les descripteurs sensoriels.....	192
2.1.2.	Les dimensions sensorielles.....	192
2.1.3.	Description de l'espace produits.....	193
2.1.4.	Choix des descripteurs sensoriels.....	195
2.2.	Confrontation entre suspensions modèles et purées du commerce.....	196
2.2.1.	Les descripteurs sensoriels.....	196
2.2.2.	Les dimensions sensorielles de la configuration moyenne.....	196
2.2.3.	Description de l'espace produits.....	197
3.	Relations entre données.....	199
3.1.	L'étude instrumentale globale.....	200
3.1.1.	La dimensionnalité.....	200
3.1.2.	La carte instrumentale.....	201

3.2.	Les relations instrumental / sensoriel	202
3.2.1.	Analyse du degré de ressemblance.....	202
3.2.2.	Analyse des corrélations.....	203
3.2.2.1.	Corrélations structure/sensoriel	204
3.2.2.2.	Corrélations rhéologie/sensoriel	205
3.2.3.	Conclusion et prédiction de la perception sensorielle	205
4.	Bilan sur l'étude des suspensions modèles	206
4.1.	Les avantages et les limites des suspensions modèles.....	206
4.1.1.	Critères rhéologiques.....	206
4.1.2.	Critères sensoriels	206
4.2.	Le choix des paramètres	207
4.2.1.	Descripteurs sensoriels.....	207
4.2.2.	Paramètres rhéologiques	207
Partie 5 : Etude des causes à effets et prédiction de la perception sensorielle		209
Chapitre I : Etude des purées de fruits reconstituées		213
1.	Influence de la structure sur la rhéologie	213
1.1.	Résultats rhéologiques.....	213
1.2.	Effet des facteurs structuraux	215
1.2.1.	Qualité du modèle	216
1.2.2.	Influence de chaque paramètre.....	216
1.2.3.	Surfaces de réponse.....	218
1.3.	Conclusion.....	226
2.	Influence de la structure sur la perception sensorielle	227
2.1.	Résultats du profil sensoriel	227
2.2.	Effet des facteurs de structure	229
2.2.1.	Qualité du modèle	229
2.2.2.	Influence de chaque paramètre.....	230
2.2.3.	Surfaces de réponse.....	231
2.3.	Conclusion.....	239
3.	Prédiction de la perception sensorielle.....	241
3.1.	Modèle par régression linéaire multiple progressive.....	241
3.2.	Modèle par la régression PLS	242
3.3.	Validation.....	243
3.4.	Conclusion.....	245
4.	Bilan sur l'étude des purées reconstituées	245
4.1.	Compréhension des différentes influences	246
4.1.1.	Sur la rhéologie	246
4.1.2.	Sur la perception sensorielle	247
4.2.	La texture, une perception simple	248
4.3.	Influence du type de particules de fruits ?.....	249
Chapitre II : Etude des suspensions modèles		251
1.	Influence de la structure sur la rhéologie	251
1.1.	Résultats rhéologiques.....	251

1.2.	Effet des facteurs structuraux	253
1.2.1.	Qualité du modèle	253
1.2.2.	Influence de chaque paramètre	254
1.2.3.	Surfaces de réponse	255
1.3.	Conclusion.....	264
2.	Influence de la structure sur la perception sensorielle	266
2.1.1.	Résultats du profil sensoriel	266
2.2.	Effet des facteurs de structure	268
2.2.1.	Qualité du modèle	268
2.2.2.	Influence de chaque paramètre	269
2.2.3.	Surfaces de réponse	270
2.3.	Conclusion.....	277
3.	Prédiction de la perception sensorielle.....	278
3.1.	Modèle par régression linéaire multiple progressive.....	278
3.2.	Modèle par PLS.....	279
3.3.	Validation	280
3.4.	Conclusion.....	282
4.	Bilan sur l'étude des suspensions modèles	282
4.1.	Les similitudes avec les purées de fruits	283
4.2.	Les avantages par rapport aux purées de fruits	283
4.3.	Conclusions sur la mesure de rétro-extrusion	284
Conclusion générale et perspectives		287
Références		299
Annexes.....		313

Abréviations et acronymes

%pierreux :	pourcentage de cellules pierreuses
δ :	angle de perte
γ :	déformation
γ_{sl} :	déformation correspondant au seuil d'écoulement en sortie du domaine linéaire
γ_{ss} :	déformation correspondant au seuil d'écoulement statique
$\dot{\gamma}$:	vitesse de cisaillement
ϕ :	fraction volumique
ω :	pulsation ou vitesse angulaire
$\eta^*_{0,1}$:	viscosité complexe à 0,1 rad.s ⁻¹
η^*_1 :	viscosité complexe à 1 rad.s ⁻¹
η^*_{10} :	viscosité complexe à 10 rad.s ⁻¹
η_{300} :	viscosité apparente à 300s ⁻¹ lors du balayage en vitesse de cisaillement
η_{64} :	viscosité apparente à 64s ⁻¹ lors du balayage en vitesse de cisaillement
η_{64-10s} :	viscosité apparente à la vitesse imposée de 64s ⁻¹ au bout de 10s
$\eta_{64-120s}$:	viscosité apparente à la vitesse imposée de 64s ⁻¹ au bout de 120s
η_{app} :	viscosité apparente
η_{rel64} :	viscosité relative à 64s ⁻¹
$\eta_{sérum}$:	viscosité apparente du sérum à 64s ⁻¹
σ_{sl} :	contrainte seuil d'écoulement en sortie du domaine linéaire
σ_{ss} :	contrainte seuil d'écoulement statique
ACP :	Analyse en Composantes Principales
AFM :	Analyse Factorielle Multiple
ANOVA :	Analyse de la Variance
APG :	Analyse Procrustéenne Généralisée
Brix :	degré Brix
CAH :	Classification Ascendante Hiérarchique
d :	diamètre
$d_{0,5}$:	diamètre médian
d_{pic} :	diamètre au pic du granulogramme
G' :	module conservatif ou élastique
G'_1 :	module conservatif dans le domaine linéaire
G'' :	module dissipatif ou visqueux
G^* :	module complexe
K :	indice de consistance
K^* :	indice de consistance complexe
K_{aller} :	indice de consistance lors du balayage ascendant en vitesse de cisaillement
K_{retour} :	indice de consistance lors du balayage descendant en vitesse de cisaillement
$K_{sérum}$:	indice de consistance du sérum
$MS_{purée}$:	matière sèche de la purée de fruits
$MS_{sérum}$:	matière sèche du sérum
n :	indice de comportement
n^* :	indice de comportement complexe
n_{aller} :	indice de comportement lors du balayage ascendant en vitesse de cisaillement
n_{retour} :	indice de comportement lors du balayage descendant en vitesse de cisaillement
$n_{sérum}$:	indice de comportement du sérum
Pente G' :	pente du spectre du module conservatif G' en fonction de la fréquence
pic1 :	diamètre du premier pic du granulogramme
pic2 :	diamètre du deuxième pic du granulogramme

PLS :	régression Partial Least Square
proportion :	rapport des pourcentages volumiques du pic2 sur le pic1
pulpe :	pourcentage de pulpe expérimental (déterminé par centrifugation)
pulpe'	pourcentage de pulpe ajusté
RLM :	Régression Linéaire Multiple
RLMP :	Régression Linéaire Multiple Progressive
$\tan\delta_{0,1}$:	tangente de l'angle de perte à 0,1 rad.s ⁻¹
$\tan\delta_1$:	tangente de l'angle de perte à 1 rad.s ⁻¹
$\tan\delta_{10}$:	tangente de l'angle de perte à 10 rad.s ⁻¹
V :	volume
VD1 :	produit du pourcentage volumique au pic1 et du diamètre au pic1
VD2 :	produit du pourcentage volumique au pic2 et du diamètre au pic2
vol1 :	pourcentage volumique du premier pic du granulogramme
vol2 :	pourcentage volumique du deuxième pic du granulogramme
WIS :	pourcentage de fibres (« Water Insoluble Solids »)

Introduction générale

La texture est une propriété organoleptique majeure des produits alimentaires. Évaluée en analyse sensorielle mais également par des méthodes instrumentales, dont la rhéologie, elle dépend directement des propriétés mécaniques des aliments, elles-mêmes fonction de la structure du milieu. Pour l'Industriel, la connaissance des propriétés structurales des produits, ainsi que de leurs effets sur la texture, devient donc nécessaire pour créer, modifier et produire des aliments avec des propriétés de texture maîtrisées. Les études réalisées dans la perspective de comprendre l'influence de la structure sur la texture ont porté, pour la plupart, sur des produits solides ou des milieux liquides ou semi-liquides simples. Or, les produits alimentaires sont le plus souvent des produits plus complexes. Parmi eux, les suspensions sont considérées comme la dispersion dans une phase continue de particules de taille largement supérieure au nanomètre. Dans la majorité des suspensions alimentaires, la taille des éléments dispersés étant supérieure à $0,5\mu\text{m}$, les forces de gravité l'emportent sur l'agitation thermique (mouvements browniens) et des phénomènes de sédimentation ou de crémage peuvent se produire. De plus, les particules alimentaires ont généralement des formes complexes et une distribution en tailles large, voire multimodale. Elles sont déformables et plus ou moins gonflées de phase continue, avec laquelle elles se trouvent en équilibre.

Avec les soupes et les sauces, les purées de fruits ou de légumes sont parmi les suspensions alimentaires les plus répandues. Dans ce travail, nous avons choisi d'étudier plus particulièrement les purées de pommes et poires. Notre objectif a alors été de mieux comprendre l'influence de la structure sur les propriétés à la fois rhéologiques et sensorielles de ce type de produits, puis d'établir, dans un but prédictif, les relations existant entre la perception sensorielle et les mesures instrumentales, qu'elles soient structurales ou rhéologiques.

Les purées de pommes et poires, issues de fruits charnus très proches et souvent employés en mélange, ont permis de former un espace produits cohérent d'un point de vue textural,

colorimétrique et aromatique, tout en constituant un ensemble d'étude réaliste au plan des applications industrielles. Nous nous sommes alors attachés à faire varier un certain nombre de leurs caractéristiques structurales de façon maîtrisée, à partir de matières premières contrôlées. Par ailleurs, un second espace de produits modèles a été élaboré et étudié. Ces milieux ont été développés dans l'optique d'une fabrication aisée à l'échelle laboratoire et de façon à permettre une plus grande maîtrise des paramètres de structure, tout en restant proche du premier espace produits applicatif que sont les purées de fruits. Les deux espaces produits, réels et modèles, ont été étudiés en parallèle et comparés, l'une des questions étant de savoir s'il était possible de travailler sur les milieux fabriqués modèles pour comprendre les milieux réels.

Partie 1 : Bibliographie

Chapitre I : La structure des purées de pommes et poires.....	p24
Chapitre II : La rhéologie des purées de pommes et poires.....	p36
Chapitre III : La perception sensorielle de la texture.....	p54
Chapitre IV : Relations entre données sensorielles et rhéologiques.....	p69

Cette synthèse bibliographique, qui s'articule autour de quatre chapitres, a été réalisée dans le but de mieux comprendre les matériaux d'étude, les purées de pommes et poires. Le premier chapitre concerne leur structure, le deuxième concerne leurs propriétés rhéologiques, le troisième, les propriétés sensorielles et enfin le quatrième, les relations existant entre les propriétés rhéologiques et sensorielles. La description des propriétés rhéologiques et sensorielles (deuxième et troisième chapitres) a été abordée systématiquement en lien avec les propriétés structurales des produits, afin d'en comprendre les conséquences sur la texture. Très peu d'études ayant porté sur l'établissement des relations entre les propriétés rhéologiques et sensorielles des purées de pommes et poires, le dernier chapitre sera par conséquent plus succinct que les autres et reprendra les principales conclusions d'une étude réalisée récemment en relation avec notre laboratoire.

Tout au long de cette revue bibliographique, les différentes méthodes permettant de caractériser ce type de suspensions ont également été abordées.

Chapitre I : La structure des purées de pommes et poires

La structure d'un aliment renvoie à ses caractéristiques physiques. Elle est définie comme la manière dont sont agencés ses différents éléments constitutifs (Kilcast and Lewis, 1990). La structure moléculaire correspond à l'organisation des molécules composant l'aliment. La structure microscopique décrit leur assemblage. La structure macroscopique correspond aux niveaux d'organisation pouvant être perçus par les sens humains. Nous nous sommes intéressés plus particulièrement à ce dernier niveau de structure, directement perceptible lors de l'observation du produit puis lors de son évaluation en bouche.

1. Qu'est ce qu'une purée de fruits ?

Une purée de fruits peut être considérée comme de la pulpe en suspension dans du sérum (Rao *et al*, 1986). La pulpe est constituée de parois végétales gonflées, en équilibre avec la phase continue. Ces parois végétales sont des squelettes rigides dont la fonction biologique dans le fruit est de maintenir constante la pression statique interne des cellules végétales, appelée turgescence. A l'état de pulpe, ces parois végétales ont perdu leur fonction turgescence car elles ont été fortement endommagées par le procédé de transformation des fruits en purées.

1.1. Un produit issu des fruits

Les purées de fruits sont issues de la partie charnue des fruits, dont la fonction est de protéger le développement des pépins. Cette partie du fruit est constituée de cellules de parenchyme turgescents, caractérisées par la présence d'une paroi végétale rigide. Elle possède également, dans le cas de la poire, de petits amas de cellules pierreuses, appelés sclérites (Figure 1).

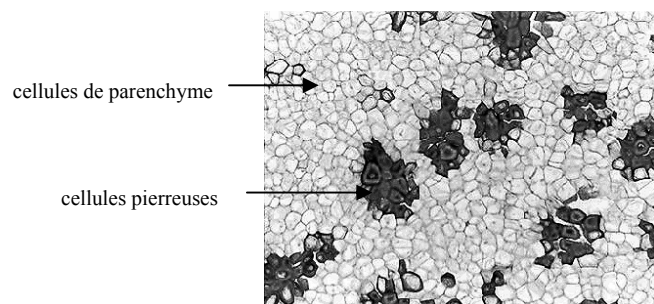


Figure 1 : Photo de coupe dans la partie charnue d'une poire (Bourbonnais, non daté). La coupe dans la partie charnue d'une pomme ne présenterait que les cellules de parenchyme

Les fruits n'étant qu'une étape du cycle de reproduction des plantes, leur structure évolue constamment au cours du temps. La plupart des cellules matures de parenchyme ont un diamètre allant de 50 à 300 μm . Certaines peuvent même atteindre le millimètre.

1.1.1. La paroi végétale

La paroi végétale des cellules de parenchyme est une matrice constituée de fibres insolubles : l'hémicellulose et la protopectine (complexe de pectine et de microfibrilles de cellulose) (Figure 2).

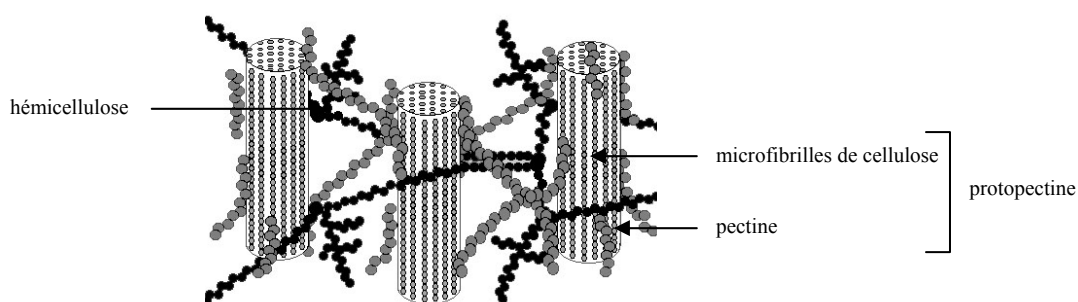


Figure 2 : Architecture de la paroi végétale (Prat, et al., 2002)

Le pourcentage de fibres insolubles est faible par rapport au poids total du fruit. Elles représenteraient de 0,6 à 2,4%P/P pour la pomme et 0,9 à 2,9%P/P pour la poire (Duckworth, 1966).

La paroi végétale des cellules pierreuses de poires a, quant à elle, subi un important épaissement par imprégnation de lignine.

1.1.1.1. La cellulose

La cellulose est un polymère linéaire insoluble, constitué de résidus de glucose reliés par des liaisons β 1-4 (Figure 3).

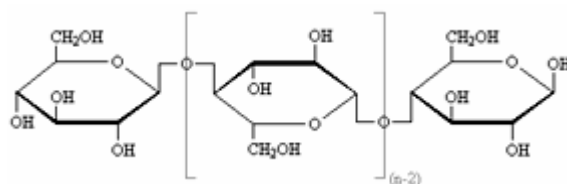


Figure 3 : Cellulose

Les chaînes voisines de cellulose peuvent interagir par l'intermédiaire de nombreuses liaisons hydrogène, grâce à la régularité de la disposition de leurs groupements hydroxyles. Elles constituent ainsi une charpente rigide de microfibrilles cristallines. Ces microfibrilles, qui représentent au moins 25%P/P de l'extrait sec, sont organisées en couches adjacentes dont les différentes orientations confèrent une grande rigidité à la paroi. La fermeté des fruits dépendrait du niveau de cristallinité de la cellulose.

1.1.1.2. La pectine

La pectine est un polysaccharide linéaire, formé de courtes chaînes de résidus galacturonate liés par des liaisons α 1-4 (Figure 4), interrompues par des résidus rhamnose (liaison α 1-2). Insoluble lorsqu'elle est associée à la cellulose sous forme de protopectine, elle devient soluble lorsqu'elle se trouve seule.

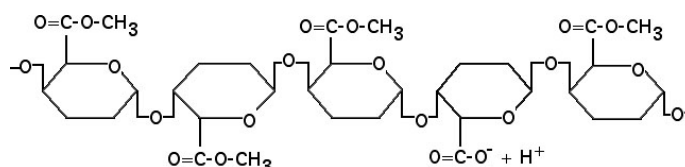


Figure 4 : Chaîne galacturonique de la pectine

Une partie des groupements carboxyles de la pectine sont estérifiés par des radicaux méthyles et acétyles. On définit le degré d'estérification comme la somme des degrés de méthylation et d'acétylation. Les pectines naturelles des fruits sont hautement estérifiées avec un degré de méthylation supérieur à 70% et d'acétylation proche de 10% (Voragen, *et al.*, 1995). La pectine possède également des chaînes latérales constituées de résidus neutres de galactose, arabinose, xylose, glucose, mannose et fructose. Elle se trouve dans les parois cellulaires mais constitue aussi le ciment entre deux parois voisines, appelé lamelle moyenne.

Les pommes seraient plus riches en pectines que les poires. Elles peuvent en contenir entre 0,5 et 1,6%P/P alors que les poires en contiendraient entre 0,5 et 0,7%P/P (Mac Cready, 1970).

1.1.1.3. L'hémicellulose

L'hémicellulose est un polysaccharide insoluble, à nombreuses ramifications (Figure 5). Son squelette, semblable à la cellulose, est constitué de résidus glucosidiques, liés par des liaisons β 1-4. Ses nombreuses ramifications sont constituées de résidus xylose, galactose et fructose.

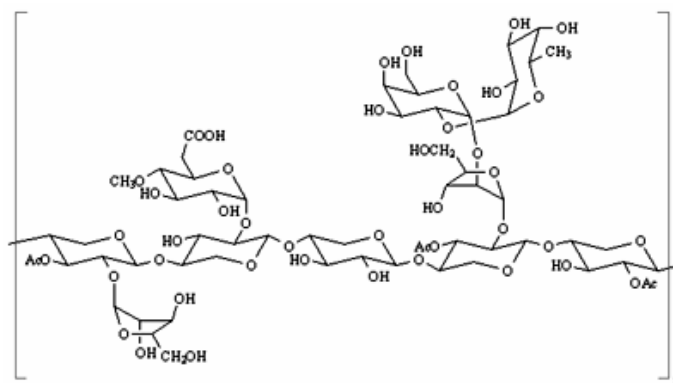


Figure 5 : Hémicellulose

L'hémicellulose est liée à la cellulose grâce à des liaisons hydrogène, et à la pectine grâce à ses nombreuses ramifications.

1.1.1.4. La lignine

La lignine est un polymère non glucidique insoluble, formé de radicaux phénoliques (alcool coumarique, alcool coniférylique et alcool sinapylique) (Figure 6).

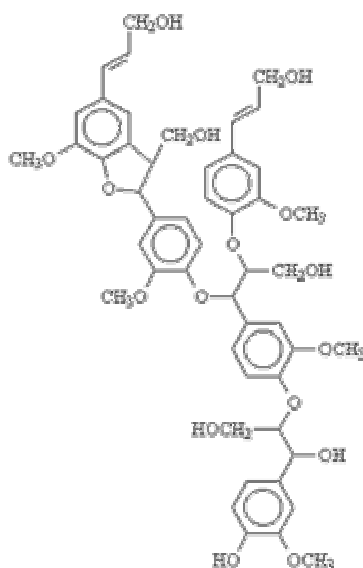


Figure 6 : Lignine

Sa structure organique imprègne la paroi végétale des cellules pierreuses, ce qui les rend imperméables, inextensibles et rigides.

1.1.2. Evolution au cours du temps

La structure de la paroi végétale évolue avec l'âge des cellules. Les cellules jeunes possèdent une paroi primaire souple et extensible. Chez les cellules plus âgées, une paroi secondaire, rigide et épaisse, vient s'y ajouter. Lorsque la maturation des fruits avance, les substances pectiques sont profondément modifiées. La protopectine, insoluble, est transformée en pectine, soluble. La pectine est elle-même partiellement déméthoxylée et dépolymérisée par suite d'une synthèse accrue d'enzymes. Ces changements affectent alors la paroi cellulaire et la lamelle moyenne en entraînant un ramollissement des fruits. Au cours de la maturation, l'amidon et l'hémicellulose sont également convertis en sucres simples (glucose et fructose) par hydrolyse.

1.2. Un produit transformé

Le procédé de transformation des fruits en purée consiste en des traitements thermiques et mécaniques (Figure 7) qui ont pour but de briser la cohésion entre les différentes cellules végétales, en rompant les liaisons impliquées dans la stabilisation des réseaux de la paroi végétale. Ils ont également pour conséquence de diminuer la cristallinité des fibres de

cellulose et de solubiliser les substances pectiques. Les parois végétales sont ainsi altérées et la phase continue épaissie.

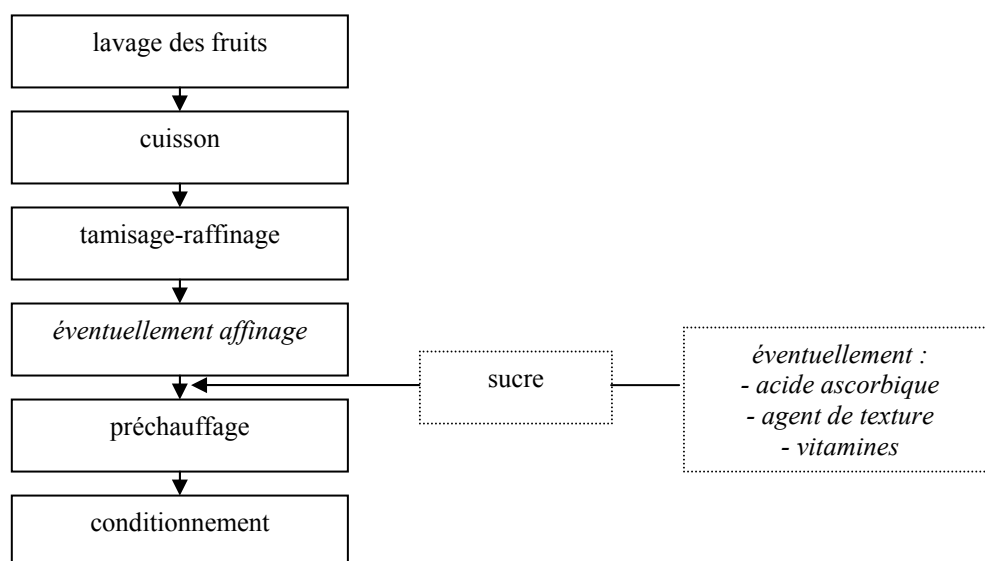


Figure 7 : Diagramme de fabrication des purées de fruits (Albagnac, *et al.*, 2002)

L'étape de raffinage permet de débarrasser les purées des pépins et de la peau des fruits, afin de ne conserver que les cellules de parenchyme, ainsi que les cellules pierreuses pour la poire. Du sucre et de l'acide ascorbique peuvent être ajoutés pour les purées destinées au rayon épicerie. Les purées de pommes et poires peuvent ainsi contenir entre 9 et 12 mg d'acide ascorbique et de 15 g de sucres (purées allégées en sucres) à 22 g (purées enrichies en sucres) par 100g de produit (Ireland-Ripert, *et al.*, 1997). Les purées destinées à l'alimentation infantile subissent un affinage (ou broyage) supplémentaire de façon à réduire la granulométrie des particules. Elles peuvent également être enrichies en vitamines et en agents de texture (farines de guar ou de caroube), dans le but d'obtenir des produits à valeur nutritive sûre et dont la texture est adaptée à l'ingestion par les bébés.

1.3. La structure des purées de fruits

Les purées de pommes et poires sont des suspensions dont la phase dispersée est appelée pulpe et la phase continue sérum. Leurs caractéristiques structurales sont dépendantes de la variété des fruits, de leur degré de maturité (Lee, *et al.*, 1965; Lanza and Kramer, 1967; Mohr

and Adair, 1970; Mohr, 1973, 1989) ainsi que des conditions de transformation des fruits en purées (Mohr, 1973; Schijvens, *et al.*, 1998).

1.3.1. La pulpe

La pulpe est constituée des fines parois végétales des cellules de parenchyme, gonflées de sérum. Dans le cas de la poire, elle comprend également les petits amas de cellules pierreuses dures, les sclérites. La pulpe des purées de pommes et poires présente le plus souvent une répartition en taille bimodale, avec un pic principal autour de 200 μm et un pic secondaire de particules plus grosses, entre 1000 et 1200 μm (Lorenzo, 2001) (Figure 8). Les purées affinées ne présenteraient qu'une seule population de particules, dont le pic de répartition serait systématiquement centré aux alentours de 200 μm .

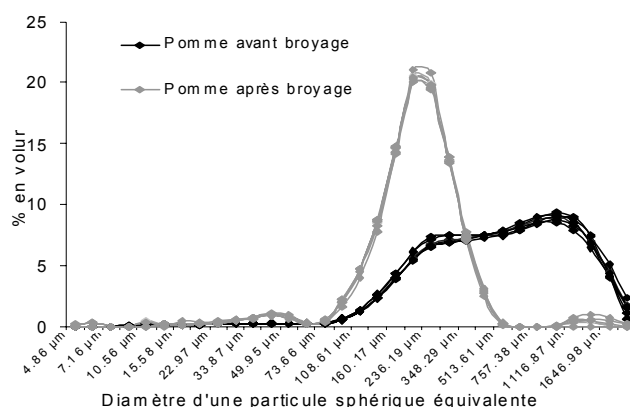


Figure 8 : Granulogramme d'une purée de pommes avant et après affinage (broyage) (Lorenzo, 2001)

Les particules de fruits les plus grosses correspondraient à des amas de cellules alors que les particules les plus fines correspondraient à des cellules individualisées (Figure 9).

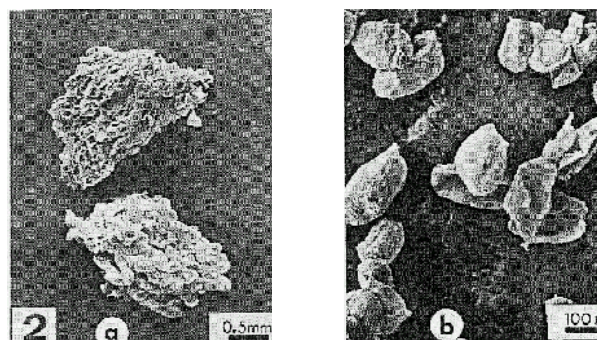


Figure 9 : Observation microscopique de purées de pommes. A gauche, une purée aux particules grossières. A droite, une purée aux particules fines (Mohr, 1973)

La distribution en taille serait affectée par la structure de la paroi ainsi que la diversité des substances pectiques, et donc par la variété des fruits ainsi que leur degré de maturité (Mohr, 1989). La formation de la paroi cellulaire secondaire rigide au cours de la croissance des fruits induirait une résistance aux traitements du procédé de transformation et par conséquent aboutirait à des amas de cellules plus gros que les cellules jeunes. En revanche, au cours de la maturation, la paroi des cellules se ramollit et les particules des purées issues des fruits les plus mûrs seraient plus petites (Nogueira, *et al.*, 1985).

1.3.2. Le sérum

Le sérum des purées de pommes et poires est une solution aqueuse de sucres (15 à 22%P/P) (Ireland-Ripert, *et al.*, 1997), de substances pectiques solubles (0,8 à 1,5% P/P) (Lorenzo, 2001), d'acides organiques et de sels. La pectine est présente en faible quantité mais sa présence est déterminante pour les propriétés rhéologiques du sérum. Le sérum serait ainsi un fluide rhéofluidifiant (p43) (indice de comportement de l'ordre n de 0,75 à 0,86), avec un indice de consistance K pouvant varier de 0,02 à 0,14 Pa.sⁿ (Rao, 1977; Rao, *et al.*, 1986).

Ces propriétés rhéologiques seraient liées à la quantité de pectines solubles, mais également à leur nature ainsi qu'à leur interaction avec le sucre (Saravacos, 1968; Michel, *et al.*, 1984; Rollin, 1993; Voragen, *et al.*, 1995). La présence de sucre, diminuant la solubilité des pectines par une diminution des répulsions entre chaînes, provoquerait une augmentation de la consistance des sérums ainsi que de leur caractère rhéofluidifiant. Des fruits très mûrs fourniraient donc des sérums plus visqueux et au caractère rhéofluidifiant plus marqué que les

fruits jeunes, grâce à une plus grande richesse en pectines solubles (issues de l'hydrolyse des parois végétales) et en sucres (issus de la transformation de l'amidon).

De même, les étapes de cuisson et d'affinage lors du procédé de transformation des fruits en purées entraîneraient des changements importants dans la composition des parois végétales, en induisant une solubilisation des composés pectiques et par conséquent une augmentation de la viscosité.

2. Les méthodes de caractérisation

La caractérisation structurale des suspensions comme les purées de fruits permet d'accéder aux propriétés physiques des particules (concentration et taille), mais également aux propriétés rhéologiques de la phase continue (étroitement dépendantes de sa composition).

2.1. La concentration en particules

Une des principales caractéristiques physiques d'une suspension est sa concentration en particules. Elle s'exprime théoriquement par la fraction volumique, qui est le rapport du volume occupé par les particules sur le volume total considéré. Il semble toutefois difficile d'estimer la fraction volumique d'une purée de fruits. En effet, les particules étant des parois végétales fines, gonflées de sérum et compressibles, aucune technique ne permet de différencier la quantité de sérum à l'intérieur et à l'extérieur des particules. En pratique, les auteurs déterminent deux grandeurs caractéristiques : la quantité de pulpe et le pourcentage de fibres insolubles.

2.1.1. La quantité de pulpe

La quantité de pulpe est déterminée par centrifugation dans des conditions déterminées de durée et d'accélération. La pulpe est donc constituée de particules sédimentées mais toujours plus ou moins gonflées de sérum. Le pourcentage de pulpe est ainsi étroitement lié aux conditions expérimentales adoptées. Il peut varier avec l'accélération ainsi que la durée de la centrifugation. Pour des purées de pommes, il peut varier de 90 à 30% pour des accélérations allant de 360g à 3600g pendant 10 min (Rao, *et al.*, 1986; Qiu and Rao, 1988). Pour une purée de pommes, il peut varier de 45 à 35% pour une durée de centrifugation (à 5000g) allant de 15 à 120 min (Lorenzo, 2001). Dans ces mêmes conditions de centrifugation, les purées de poires

auraient un pourcentage de pulpe inférieur aux purées de pommes avec des valeurs allant de 35 à 25% (Lorenzo, 2001).

2.1.2. La quantité de fibres insolubles

Les fibres insolubles représentent seulement les parois végétales, vidées de leur sérum. Le pourcentage de fibres ou WIS (Water Insoluble Solids) peut être déterminé par la méthode officielle (AOAC, 1984). A partir du culot obtenu par centrifugation, plusieurs lavages sont effectués sur filtre afin d'éliminer les sucres et les pectines solubles. Un séchage permet alors de récupérer les fibres insolubles résiduelles. Pour des purées de pommes et poires, le pourcentage de WIS pourrait varier de 0,75 à 2,1% (Missaire, *et al.*, 1990; Ireland-Ripert, *et al.*, 1997; Schijvens, *et al.*, 1998; Lorenzo, 2001).

2.2. La taille des particules

Une particule de ce type de suspensions est difficilement caractérisable car sa surface, ses contours et ses dimensions sont souvent très irréguliers. La mesure de taille est alors exprimée par le diamètre qu'aurait la sphère théorique se comportant de la même manière que la particule considérée. Elle est appelée sphère équivalente et ses dimensions dépendent de la méthode de mesure employée (Baudet, *et al.*, 1988). La méthode la plus utilisée pour la caractérisation des purées de fruits est le tamisage (Mohr, 1973; Nogueira and Mac Lellan, 1984; Nogueira, *et al.*, 1985; Cantù-Lozano, *et al.*, 2000). La diffraction de la lumière, encore peu employée (Frith and Lips, 1995; Lorenzo, 2001), semblerait pourtant être une méthode plus appropriée.

2.2.1. Le tamisage

Lors du tamisage (Kimball and Kertesz, 1952), le diamètre de la sphère équivalente correspond au diamètre de la sphère qui passe juste à travers la même dimension de maille que la particule réelle. La répartition en taille de la population en particules peut être déterminée grâce à l'utilisation de différents niveaux de tamis. Les résultats obtenus sont alors exprimés en masse de matière sèche pour une taille de maille donnée. Cette technique est peu précise car les résultats dépendent du tamis lui-même (irrégularités, rugosité), du produit (humidité, forme des particules, quantité et cohésions entre particules) et des vibrations transmises aux tamis (Melcion, 2000).

2.2.2. La diffraction de la lumière

La technique de diffraction par la lumière, plus moderne, plus précise et plus répétable que le tamisage (Melcion, 2000), utilise la projection d'un rayon lumineux sur les particules. L'intensité du rayonnement diffracté étant alors fonction du rayon de chaque particule, cette technique permet de fournir une distribution granulométrique d'une population de particules. La mesure se fait habituellement grâce à un granulomètre laser.

Certains paramètres de dispersion permettent d'exprimer la variabilité en taille d'une population : les fractiles, qui sont les dimensions des particules correspondant à des pourcentages volumiques cumulatifs déterminés, les intervalles inter-fractiles, qui évaluent la dispersion de la distribution, ou bien l'écart-type de la distribution.

2.3. Autres propriétés physiques des particules

D'autres propriétés physiques des particules alimentaires peuvent être étudiées comme la densité, la capacité d'absorption en eau, la vitesse de sédimentation, la forme ou degré de circularité, la compressibilité et les interactions entre particules (Imai, *et al.*, 1999). A notre connaissance, aucune de ces techniques n'a été appliquée pour l'étude des purées de fruits. Cependant, elles pourraient fournir des données complémentaires pour enrichir la connaissance des particules de fruits.

2.4. La mesure des propriétés du sérum

Les propriétés rhéologiques de la phase continue d'une suspension alimentaire sont dépendantes des constituants solubilisés. Le sucre (dont la quantité peut être déterminée par une mesure de degré Brix) et les pectines (dont la quantité et la nature peuvent être déterminées par des méthodes de colorimétrie, de titrage, de spectroscopie, d'HPLC et de mesure des propriétés optiques) (Rollin, 1993) sont les deux principaux constituants solubles du sérum des purées de pommes et poires.

Les principes rhéologiques et les méthodes de mesure ont été détaillés dans le Chapitre 2 (p36). La viscosité du sérum ou son indice de consistance peuvent être déterminés par le même type mesure que pour les purées, à l'aide de viscosimètres capillaires (Saravacos, 1968; Schijvens, *et al.*, 1998; Cantù-Lozano, *et al.*, 2000) et de viscosimètres à cylindres coaxiaux (Rao, *et al.*, 1986), éventuellement à double entrefer (Ibarz, *et al.*, 1987; Ibarz, *et al.*, 1989).

Ce dernier type de corps de mesure présente l'avantage d'être plus sensible aux faibles niveaux de viscosité, du fait de sa double surface de contact avec le produit.

3. Conclusion

Les purées de fruits sont des matériaux alimentaires complexes, dont la structure est difficilement caractérisable. Leur complexité réside dans la nature même de leurs particules, issues de la paroi végétale des cellules des fruits, endommagées par le procédé de transformation, gonflées de sérum et compressibles. Certaines grandeurs caractéristiques, telles la fraction volumique en particules, sont par conséquent difficiles à déterminer en pratique. Certains paramètres, comme le pourcentage de pulpe ou le pourcentage de fibres insolubles, ont été développés en remplacement. Cependant, les résultats restent très dépendants du protocole de détermination. D'autre part, aucune technique instrumentale ne permet, à notre connaissance, de déterminer la fermeté des particules de fruit en suspension. Enfin, la taille des particules est également un paramètre difficile à déterminer avec précision, les particules étant de forme complexe. Les techniques employées, se basant sur la mesure d'un diamètre équivalent, devraient en plus être complétées par des mesures de forme, comme la circularité, la convexité, la compacité (Aguilera, 1992). L'utilisation de milieux fabriqués pourrait s'avérer donc d'un réel intérêt afin de mieux maîtriser ces divers paramètres de structure.

Chapitre II : La rhéologie des purées de pommes et poires

La rhéologie traite des déformations des matériaux sous l'action de contraintes. Les purées de pommes et poires ont fait l'objet de nombreuses études rhéologiques.

1. Mesure des propriétés rhéologiques

Les mesures rhéologiques peuvent être réalisées aux grandes déformations pour caractériser les propriétés d'écoulement des matériaux, ou bien aux faibles déformations pour caractériser leurs propriétés au repos. Les grandeurs rhéologiques caractéristiques sont propres à chaque domaine d'étude mais elles peuvent être mesurées grâce aux mêmes géométries.

1.1. Grandeurs caractéristiques

1.1.1. Aux grandes déformations

Aux grandes déformations, les purées de fruits s'écoulent. Sous l'action du cisaillement, les couches successives du matériau se déplacent les unes par rapport aux autres. Il apparaît alors à l'interface des forces de frottement tangentielles, appelées forces de cisaillement. Les grandeurs utilisées en rhéologie pour caractériser les propriétés d'écoulement des matériaux sont :

- La contrainte σ (en Pa), définie comme la force de cisaillement rapportée à l'unité de surface de la couche considérée.
- La déformation γ , sans dimension, définie comme la variation du déplacement lorsqu'on passe d'une couche à une autre.
- La vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (en s^{-1}), dérivée de la déformation par rapport au temps.
- La viscosité η (en Pa.s) définie comme le rapport de la contrainte de cisaillement sur la vitesse de cisaillement correspondante :

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$$

1.1.2. Aux faibles déformations

Aux faibles déformations, du fait de l'organisation des particules, les purées de fruits possèdent, en plus de la composante visqueuse, une composante élastique, caractéristique des solides. La détermination des propriétés dites viscoélastiques passe par la mise en place de cisaillements oscillatoires de faible amplitude et de fréquence (ou pulsation) ω . Lors de ces tests, la contrainte σ et la déformation γ évoluent de façon sinusoïdale. Le domaine linéaire correspond à la zone de déformation dans laquelle le produit peut être déformé sans modification de sa structure microscopique. Dans ce domaine, qui correspond aux plus petites déformations, l'amplitude de la contrainte et celle de la déformation restent proportionnelles. La déformation et la contrainte sont alors deux fonctions sinusoïdales du temps, de même fréquence ω , mais avec un décalage de phase δ , appelé angle de perte, compris entre 0 et $\pi/2$:

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

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

Le formalisme des nombres complexes permet de déterminer les composantes du module complexe :

$$G^* = G' + iG''$$

où le module conservatif G' (en Pa) traduit la composante élastique du milieu : $G' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cdot \cos \delta$,

et où le module dissipatif G'' (en Pa) traduit le caractère visqueux du milieu : $G'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cdot \sin \delta$

La tangente de l'angle de perte δ , sans dimension, est définie comme le rapport : $\tan \delta = \frac{G''}{G'}$

La variation de la fréquence ω permet d'obtenir des spectres en fréquence G' , $G''(\omega)$ caractéristiques de la structure du produit. La variation de l'amplitude de la contrainte ou de la déformation permet de déterminer les limites du domaine de linéarité.

1.2. Les méthodes de caractérisation

Il existe un très grand nombre de méthodes pour mesurer les propriétés rhéologiques des produits alimentaires. Les mêmes géométries peuvent être utilisées pour déterminer les propriétés aux faibles et aux grandes déformations. Pour évaluer la texture des purées de fruits, deux principaux types de méthodes ont été utilisés : les méthodes empiriques et les méthodes fondamentales.

1.2.1. Les méthodes empiriques

Les méthodes empiriques sont très nombreuses, rapides et simples à mettre en place. Cependant, leur relative facilité de détermination expérimentale s'accompagne souvent d'une difficulté d'interprétation au niveau rhéologique.

1.2.1.1. Consistomètres

Deux types de consistomètres ont été utilisés pour évaluer la consistance d'une purée de pommes (Bourne, 2002) (Figure 10).

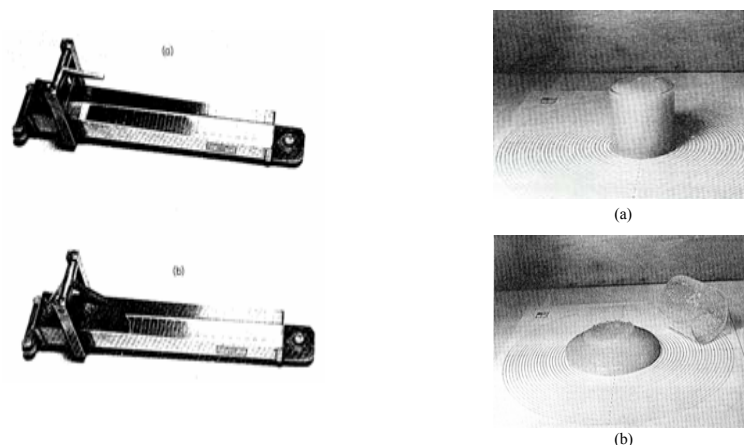


Figure 10 : Exemples de consistomètres (Bourne, 2002). A gauche : consistomètre de Brunswick

Ils consistent tous deux à mesurer la distance parcourue en un temps donné par le produit s'écoulant grâce à la gravité (Mac Carthy and Seymour, 1993).

1.2.1.2. Rétro-extrusion

Les mesures de rétro-extrusion consistent à faire pénétrer un cylindre dans un autre cylindre de diamètre supérieur, contenant le produit. Elles fournissent des courbes de force (en N) en fonction de la distance d'enfoncement du cylindre intérieur dans le produit (Figure 11).

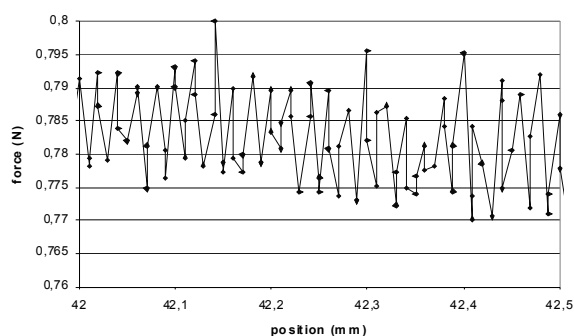


Figure 11 : Exemple de courbe obtenue lors de l'expérience de rétro-extrusion sur une purée de pommes (Loescher, 2003)

La force au plateau moyen des courbes pourrait dépendre de l'ensemble des caractéristiques rhéologiques du produit : viscosité, viscoélasticité et plasticité (Bourne, 2002). Les irrégularités des courbes pourraient également permettre de quantifier la taille des particules des purées de fruits (Lanza and Kramer, 1967; Mohr, 1989; Loescher, 2003).

1.2.2. Les méthodes fondamentales

Les méthodes dites fondamentales font intervenir des conditions standardisées et permettent ainsi d'accéder à des propriétés rhéologiques bien définies. Toutefois, nous verrons que l'apparition de différents phénomènes perturbateurs lors des mesures sur des suspensions telles que les purées de fruits en font des méthodes plutôt semi-empiriques que réellement fondamentales.

1.2.2.1. Rhéomètres capillaires sous pression

Les rhéomètres capillaires imposent au produit une différence de pression entre les deux extrémités d'un tube pour la faire s'écouler (Figure 12). La vitesse de cisaillement est maximale au centre du tube et minimale à la paroi.

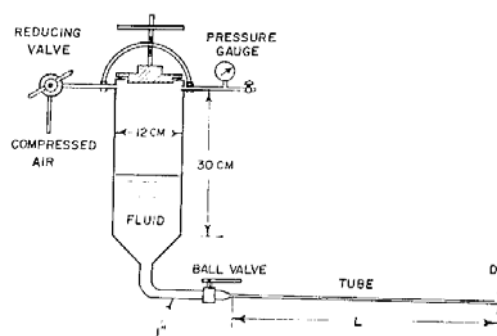


Figure 12 : Rhéomètre capillaire sous pression (Saravacos, 1968)

Lorsque ce type de rhéomètre est utilisé pour les purées de pommes et poires (Charm, 1960; Saravacos, 1968), les mesures peuvent aboutir à une surestimation de l'indice de consistance (p44) par comparaison aux géométries coaxiales, avec des valeurs de l'ordre de 130 Pa.s^n pour les purées de pommes et de 50 Pa.s^n pour les purées de poires (valeurs inférieures à 40 Pa.s^n pour les géométries coaxiales). Outre la présence de glissements à la paroi, un phénomène de ségrégation spécifique à la géométrie capillaire pourrait se produire à l'entrée du tube (Coussot and Ancely, 1999). Une migration des particules interviendrait naturellement du fait de l'hétérogénéité du profil de vitesses près de l'entrée, formant ainsi une suspension de plus en plus visqueuse et pouvant même aller jusqu'à la formation de zones mortes. Ce phénomène peut donner alors l'impression que la viscosité du fluide augmente avec le temps. Cette méthode est actuellement peu utilisée.

1.2.2.2. Rhéomètres à cylindres coaxiaux

Les géométries coaxiales sont les plus couramment utilisées pour l'étude des purées de pommes et poires (Harper and Lebermann, 1962; Saravacos, 1970; Rao, 1975; Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Rao, *et al.*, 1986; Schijvens, *et al.*, 1998; Lorenzo, 2001). Elles sont constituées de deux cylindres dont l'un est fixe (le plus souvent, le cylindre extérieur) et l'autre est mobile (le plus souvent, le cylindre intérieur) (Figure 13).

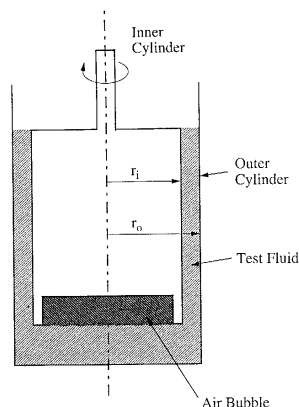


Figure 13 : Rhéomètre à cylindres coaxiaux (Rao, 1999)

Ce type de géométrie coaxiale peut cependant présenter divers inconvénients : l'apparition de glissements à la paroi, la réorganisation de particules et enfin la déstructuration du produit lors de la mise en place du cylindre intérieur.

Les glissements à la paroi résulteraient d'une diminution de la concentration en particules aux abords de la paroi, avec l'apparition d'une fine couche de sérum au contact de celle-ci (Higgs and Norrington, 1971; Kokini and Plutchok, 1987; Qiu and Rao, 1989b). Ce phénomène serait d'autant plus important que le caractère rhéofluidifiant des purées serait marqué (valeur de l'indice de comportement (p44) faible) et que la teneur en pulpe serait forte (viscosité plus élevée) (Qiu and Rao, 1989a). Certains auteurs utilisent des parois rugueuses pour permettre de diminuer ce phénomène, avec, par exemple, l'application de papier de verre contre les parois du corps de mesure (Schijvens, *et al.*, 1998). Or, pour que le phénomène de glissement disparaisse entièrement, la rugosité de la surface devrait être supérieure à la taille maximale des particules, ce qui est peu probable dans le cas des purées de fruits dont les particules sont souvent supérieures au millimètre. Compte tenu de ces difficultés, certains auteurs proposent d'utiliser des surfaces lisses, tout en quantifiant les phénomènes de glissement à l'aide de géométries complémentaires (Mooney, 1931; Yoshimura and Prud'homme, 1988b, a; Qiu and Rao, 1989a).

Sous l'effet du cisaillement, les particules peuvent également s'éloigner de la paroi pour se concentrer à une certaine distance (Roudot, 2002). Pour une suspension dont les particules ont la même masse volumique que la phase continue, comme les purées de fruits, cette distance d'équilibre correspondrait au centre de l'entrefer (Cox and Mason, 1971).

La taille des particules devient également un problème lorsqu'elle est du même ordre de grandeur que celle de l'entrefer, induisant des erreurs dans les mesures (Schijvens, *et al.*, 1998). On admet généralement que les dimensions de l'appareil doivent être supérieures à 5 à 10 fois la taille des plus grosses particules. La taille des particules de fruits étudiées pouvant être supérieure au millimètre, il faudrait par conséquent utiliser un entrefer large, supérieur à 5mm. Cependant, il semblerait que l'utilisation d'entrefers larges accentuerait le phénomène de migration des particules dans une géométrie coaxiale, empêchant ainsi la vérification de l'hypothèse de continuité (gradient de vitesse homogène dans tout l'entrefer) (Coussot and Ancy, 1999). A ce jour, aucune méthode ne permet de palier les différents phénomènes perturbateurs aux grandes déformations, on parle de méthodes semi-empiriques plutôt que de méthodes fondamentales. L'utilisation d'un entrefer large semblerait donc plus adaptée pour des mesures aux faibles déformations ou des mesures statiques de détermination de seuil (Coussot and Ancy, 1999).

Un autre inconvénient lié aux géométries coaxiales est, lors de l'introduction du cylindre intérieur dans le cylindre extérieur, la déstructuration du produit accompagné d'une incorporation de bulles d'air.

Il reste cependant que l'essentiel des résultats obtenus en ce qui concerne les propriétés d'écoulement des purées de fruits l'ont été avec ce type de géométrie.

1.2.2.3. Rhéomètres à ailettes

Le système à ailette est comparable à la géométrie à cylindres coaxiaux (Barnes and Carnali, 1990), avec un cylindre intérieur remplacé par une ailette, entre 4 et 8 branches (Figure 14).

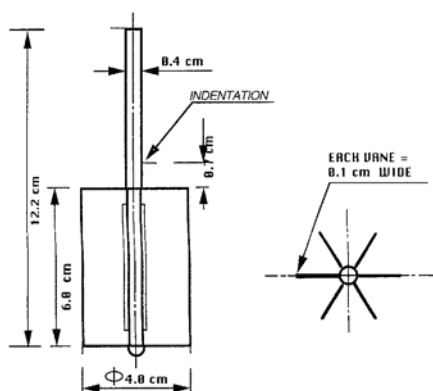


Figure 14 : Rhéomètre à ailette (Qiu and Rao, 1988)

Ce système est de plus en plus utilisé (Rao, 1975, 1977; Qiu and Rao, 1988, 1989a; Missaire, *et al.*, 1990; Godfrey Usiak, *et al.*, 1995; Yoo, *et al.*, 1995; Cantù-Lozano, *et al.*, 2000) car il permet de limiter certains phénomènes perturbateurs liés à la géométrie cylindrique, comme les glissements à la paroi et la déstructuration du produit lors de l'introduction du cylindre intérieur. Il est particulièrement adapté à la détermination du seuil d'écoulement (Dzuy, 1985).

2. Les propriétés rhéologiques des purées de fruits

2.1. Fluides rhéofluidifiants

Les purées de fruits et leur sérum, comme la plupart des fluides alimentaires, présentent un comportement non newtonien rhéofluidifiant. L'étude de leur comportement en écoulement nécessite des mesures à plusieurs vitesses de cisaillement. La vitesse de cisaillement et la contrainte résultante sont reliées par la viscosité apparente, qui décroît progressivement avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement du fait d'un alignement progressif des particules :

$$\eta_{app} = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$$

Plus le domaine de vitesses de cisaillement couvert est grand et plus la description des propriétés d'écoulement des suspensions est détaillée. Un comportement newtonien de viscosité η_0 peut être observé à des vitesses de cisaillement suffisamment basses, dans la mesure où le milieu ne présente pas de seuil d'écoulement (Figure 15). Ce plateau newtonien, rarement atteint pour les purées, est en revanche visible pour leur sérum et serait le plus souvent inférieur à 30 mPa.s (Rao, *et al.*, 1986; Schijvens, *et al.*, 1998; Lorenzo, 2001).

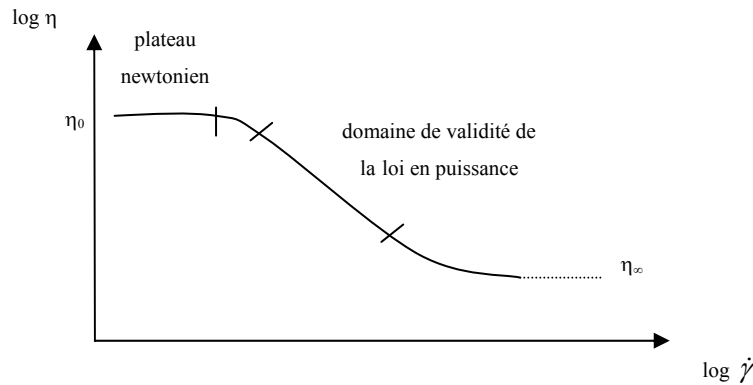


Figure 15 : Courbe d'écoulement complète d'un fluide non newtonien

De même, à des vitesses de cisaillement élevées, on admet qu'il existe une viscosité newtonienne limite η_∞ . La zone intermédiaire peut être modélisée par l'équation en puissance d'Ostwald de Waele :

$$\sigma = K \cdot \dot{\gamma}^n \quad \text{ou} \quad \eta_{app} = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$$

où K est l'indice de consistance du fluide, exprimé en Pa.s^n et n l'indice de comportement.

Pour les purées de pommes et poires, n peut varier de 0,25 à 0,40 et K de 7 à 40 Pa.s^n (Harper and Lebermann, 1962; Saravacos and Moyer, 1967; Saravacos, 1968, 1970; Rao, 1977; Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Rao, *et al.*, 1986; Qiu and Rao, 1989a; Mac Carthy and Seymour, 1993; Loescher, 2003).

2.2. Fluides à seuil d'écoulement

Dans la mesure où les particules peuvent s'organiser au repos, les purées de fruits ne s'écoulent qu'au-delà d'une certaine contrainte σ_s . Ce sont des matériaux dits à seuil d'écoulement dont le comportement est qualifié de viscoplastique. Au-delà du seuil, la viscosité apparente se calcule selon l'équation :

$$\eta_{app} = \frac{\sigma - \sigma_s}{\dot{\gamma}}$$

Le seuil peut être déterminé de plusieurs façons. On différencie alors le seuil dynamique, le seuil statique, le seuil résiduel et le seuil en sortie de linéarité.

2.2.1. Seuils statique et dynamique

Les seuils statique et dynamique ont été les plus étudiés pour les purées de pommes et poires (Harper and Lebermann, 1962; Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Qiu and Rao, 1989a; Missaire, *et al.*, 1990).

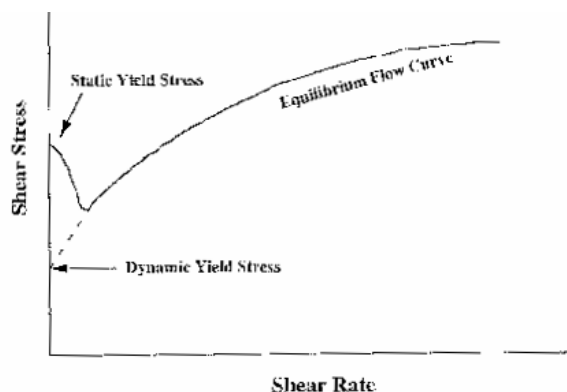


Figure 16 : Exemple de courbe d'écoulement de fluides présentant un seuil d'écoulement (Rao and Steffe, 1997)

Le seuil dit statique, systématiquement plus élevé que le seuil dynamique (Figure 16), correspond à la rupture du réseau formé au sein du produit. Il est évalué à partir de la mesure de la contrainte maximale atteinte lors de la mise en rotation, à vitesse faible, d'un mobile (méthode dite Vane), ou par l'augmentation progressive de la contrainte jusqu'à l'observation d'une augmentation brutale de la déformation (début de l'écoulement).

Le seuil dit dynamique correspond à une extrapolation de la courbe d'écoulement. Il est calculé à partir de modèles d'écoulement (Tableau 1).

Tableau 1 : Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à seuil d'écoulement

Modèle	Loi rhéologique
Bingham	$\sigma = \sigma_B + K \cdot \dot{\gamma}$
Herschel-Bulkley	$\sigma = \sigma_H + K \cdot \dot{\gamma}^n$
Casson	$\sigma^{1/2} = \sigma_C^{1/2} + (\eta_C \cdot \dot{\gamma})^{1/2}$

Les différents modèles ne semblent pas avoir la même qualité d'ajustement avec les courbes expérimentales des purées de pommes (Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Vitali and Rao, 1984; Qiu and Rao, 1989a). Le modèle d'Herschel-Bulkley fournirait le meilleur ajustement, à l'inverse du modèle de Casson (Rao, *et al.*, 1981; Rao and Cooley, 1983).

Le seuil dynamique des purées de pommes et poires varierait entre 30 et 50 Pa. Le seuil statique se situerait plutôt entre 50 et 80 Pa (Harper and Lebermann, 1962; Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Qiu and Rao, 1988; Missaire, *et al.*, 1990; Yoo and Rao, 1994). Ces valeurs sont élevées et la présence d'un seuil d'écoulement devrait systématiquement être prise en compte dans la modélisation des propriétés d'écoulement des purées de pommes et poires.

2.2.2. Le seuil résiduel

Le seuil résiduel représente la contrainte minimale atteinte par la suspension après une relaxation suivant une phase de cisaillement (Barbosa-Canova and Peleg, 1983) (Figure 17).

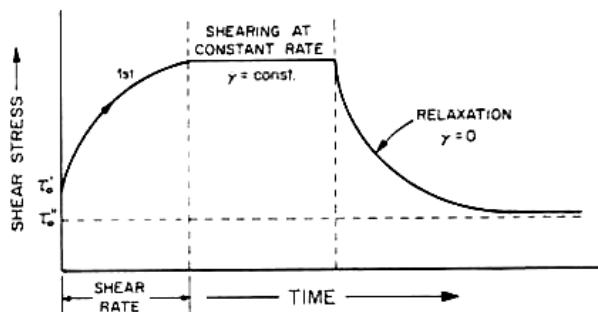


Figure 17 : Exemple de courbe d'écoulement avec relaxation pour la détermination du seuil résiduel (Barbosa-Canova and Peleg, 1983)

Le seuil résiduel est toujours inférieur aux seuils dynamique et statique à cause de l'histoire rhéologique des produits, qui influencerait l'état de structure du matériau (Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Lorenzo, 2001). Il serait inférieur à 15 Pa pour les purées de pommes et poires (Lorenzo, 2001).

2.2.3. Le seuil en sortie de linéarité

Il est également possible de déterminer un seuil d'écoulement lors des expériences en régime harmonique. Le seuil correspondrait à la contrainte en sortie du domaine linéaire du module conservatif G' (Figure 18).

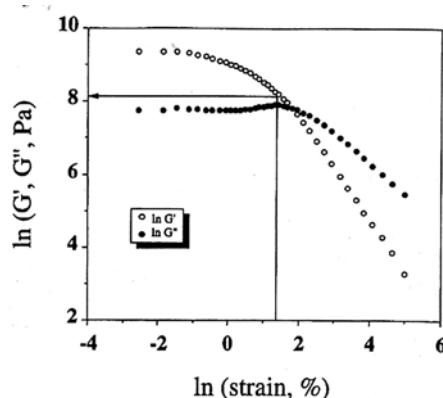


Figure 18 : Exemple de courbe de linéarité en régime harmonique pour la détermination du seuil d'écoulement en sortie de linéarité (Yoo and Rao, 1995)

A notre connaissance, aucune étude concernant les purées de pommes et poires n'a utilisé cette méthode. Toutefois, elle a déjà été appliquée pour étudier de la pulpe de tomate et donnerait des résultats inférieurs aux valeurs de seuil dynamique (Yoo and Rao, 1995).

2.2.4. Conclusion

Il existe plusieurs méthodes pour caractériser le seuil d'écoulement des purées de fruits, mais les résultats obtenus sont étroitement liés à la méthode utilisée. Certaines méthodes, qui aboutissent aux seuils dynamique et résiduel, correspondent à une extrapolation des courbes d'écoulement alors que d'autres, qui aboutissent aux seuils statiques et en sortie de linéarité, correspondent à une approche directe des limites de rupture du réseau formé par les particules. Ces dernières méthodes reflèteraient probablement mieux l'état de cohésion du produit au repos (Rao and Steffe, 1997). Toutefois, les niveaux de rupture sont très différents, la méthode dite Vane donnerait les valeurs de seuil (statique) les plus élevées tandis que la sortie du domaine linéaire donnerait les valeurs les plus faibles. Les expériences en régime harmonique permettraient en fait de mesurer les premiers moments de fragilité du système aux très faibles déformations alors que la méthode dite Vane mesurerait la rupture plus globale du réseau, entraînant de véritables plans de glissement entre les couches de suspensions mises en mouvement.

2.3. Fluides peu thixotropes

La thixotropie correspond à une déstructuration réversible du produit au cours du temps lors de l'application d'un cisaillement. La consistance de fluides thixotropes dépend aussi bien de la vitesse de cisaillement que de la durée du cisaillement. La méthodologie employée pour déterminer le caractère thixotrope des fluides consiste le plus souvent en l'application d'un cycle de cisaillement croissant-décroissant. Le cisaillement induisant une déstructuration du produit conduit à l'obtention de courbes aller-retour asymétriques, en dessinant une boucle d'hystérésis. Des expériences de cisaillement à vitesse constante montrent, quant à elles, une diminution de la viscosité apparente en fonction du temps.

Pour certains auteurs, la thixotropie des purées de pommes et poires peut être marquée (Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Rao, *et al.*, 1986) alors que pour d'autres, ce phénomène est presque inexistant (Harper and Lebermann, 1962; Lorenzo, 2001; Loescher, 2003) (Figure 19).

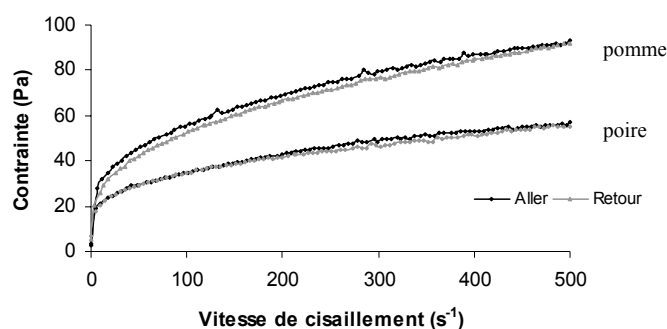


Figure 19 : Courbe d'écoulement d'une purée de pommes et d'une purée de poires selon une expérience de thixotropie (Lorenzo, 2001).

Quand il est observé, le phénomène d'hystérésis serait d'autant plus important que la taille des particules et le pourcentage de pulpe augmenteraient. Ce phénomène pourrait être la conséquence d'un problème de taille d'entrefer face à la taille des particules (Schijvens, *et al.*, 1998). Plus les particules seraient grosses, et plus l'entrefer, devenant trop petit pour mesurer les propriétés d'écoulement, provoquerait des artefacts de mesure, interprétés à tort comme de la thixotropie.

2.4. Fluides viscoélastiques

Les propriétés viscoélastiques des purées de fruits ont été très peu étudiées. La structure des purées de pommes est pourtant celle d'un système compacté, qui lui confère des propriétés de solide pour les sollicitations inférieures au seuil d'écoulement. Dans le domaine linéaire (jusqu'à 1% de déformation), le module élastique G' est supérieur à G'' et peut atteindre des valeurs de 500 à 800 Pa pour les purées de pommes et de 100 Pa pour les purées de poires (Lorenzo, 2001).

3. Influence de la structure sur les propriétés rhéologiques

La rhéologie des suspensions est gouvernée par les caractéristiques de la phase continue (viscosité, composition chimique, ...) ainsi que celles de la phase solide (taille des particules, leur forme, leur distribution, leur concentration, leur rigidité, ...).

3.1. Influence de la phase continue

La viscosité d'une suspension est liée à la viscosité de la phase continue. On définit ainsi habituellement la viscosité relative d'une suspension comme le rapport de la viscosité de la suspension $\eta_{\text{suspension}}$ sur la viscosité de la phase continue $\eta_{\text{sérum}}$:

$$\eta_{\text{rel}} = \frac{\eta_{\text{suspension}}}{\eta_{\text{sérum}}}$$

La viscosité de la suspension augmenterait avec la viscosité du sérum. Toutefois, la viscosité du sérum n'aurait pas un effet de premier ordre sur la viscosité de la suspension. Elle aurait ainsi moins d'importance que la concentration en particules (Rao, *et al.*, 1986; Lorenzo, 2001).

3.2. Influence de la concentration en particules

Les propriétés rhéologiques des suspensions sont étroitement liées à leur concentration en particules. L'augmentation de la quantité de particules provoquerait une forte augmentation de la viscosité des purées de fruits ainsi que de leur seuil d'écoulement (Harper and

Lebermann, 1962; Qiu and Rao, 1988; Missaire, *et al.*, 1990; Cantù-Lozano, *et al.*, 2000). Leur caractère rhéofluidifiant deviendrait également plus marqué, avec une diminution de l'indice de comportement n (Qiu and Rao, 1988; Missaire, *et al.*, 1990; Cantù-Lozano, *et al.*, 2000).

De nombreux modèles empiriques ont été proposés pour établir une relation entre la viscosité relative et la concentration en particules des suspensions (Tableau 2), avec des modèles, comme ceux de Frankel et Quemada, spécifiques aux suspensions concentrées.

Tableau 2 : Modèles reliant la viscosité relative η_{rel} à la fraction volumique ϕ et à l'entassement maximal des particules dans un volume donné ϕ_m

	modèles
(Krieger and Dougherty, 1959)	$\eta_{rel} = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-[\eta]_\phi \phi}$
Frankel et Acrivos (Metzner, 1985)	$\eta_{rel} = \frac{9}{8} \cdot \left[\frac{(\phi/\phi_m)^{1/3}}{1 - (\phi/\phi_m)^{1/3}} \right]$
(Quemada, 1985)	$\eta_{rel} = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-2}$

Pour les suspensions de particules dures, la fraction ϕ_m d'entassement maximal des particules dans un volume donné correspond à une valeur finie. Quand la fraction volumique ϕ tend vers ϕ_m , la viscosité relative deviendrait infinie. Les particules de fruits étant déformables et fortement compressibles, ces modèles sont difficilement applicables aux purées de fruits (Rao, 1992; Schijvens, *et al.*, 1998; Lorenzo, 2001).

La déformabilité des particules influencerait également le comportement rhéologique des purées de fruits. On pourrait ainsi s'attendre à de plus fortes valeurs de viscosité et de seuil d'écoulement pour des purées avec des particules moins déformables (Schijvens, *et al.*, 1998).

Par analogie aux modèles du Tableau 2, une relation empirique a été proposée par Rao, pour relier la viscosité apparente des purées de fruits à la quantité de pulpe (Rao, 1987) :

$$\eta_{app\ suspension} = \eta_{app\ serum} + A \cdot (quantité\ de\ pulpe)^B$$

Ce modèle est simple et permet de retrouver la viscosité du sérum quand la quantité de pulpe est nulle. La viscosité apparente du sérum étant faible par rapport à la viscosité de la suspension (rapport de 50 à 100 pour une mesure de viscosité apparente à $64s^{-1}$ d'après

Lorenzo (2001)), Rao propose de la négliger. La viscosité apparente des purées de fruits dépendrait donc principalement de la quantité de pulpe. Les valeurs de B seraient alors proches de 2 et celles de A serait comprise entre 0,30 et 1,40 (Rao, *et al.*, 1986; Lorenzo, 2001).

Schijvens propose une relation similaire à celle de Rao pour le seuil d'écoulement en fonction du pourcentage de fibres insolubles (WIS) (Schijvens, *et al.*, 1998).

Si la quantité de particules, exprimée en pourcentage de pulpe ou en pourcentage de fibres insolubles, est un facteur de premier ordre pour expliquer les variations des différents paramètres rhéologiques aux grandes déformations (écoulement), elle le serait aussi aux petites déformations. G' augmenterait avec le pourcentage de pulpe, ce qui correspondrait à une augmentation du niveau de densité du réseau formé par les particules des purées de pommes et poires (Lorenzo, 2001).

3.3. Influence de la taille des particules

La taille des particules peut également influencer la rhéologie des purées de pommes et poires. Toutefois, les conclusions des divers auteurs divergent (Tableau 3). La taille des particules pourrait, dans certains cas, avoir une influence positive sur la viscosité apparente, le seuil d'écoulement ainsi que l'indice de consistance des purées, et, dans d'autres cas, une influence négative.

Tableau 3 : Synthèse des études concernant l'influence de la taille des particules sur la rhéologie des purées de pommes. σ_s : seuil d'écoulement. K : indice de consistance. η_{app} : viscosité apparente. d : diamètre. $d_{0,5}$: diamètre médian.

d_{pic} : diamètre au pic.

Etudes	Phase continue	Moyen d'ajustement de la taille	Taille des particules	Effet de l'augmentation de la taille des particules
(Missaire, <i>et al.</i> , 1990)	eau	tamissage		$\sigma_s \uparrow$
(Cantù-Lozano, <i>et al.</i> , 2000)	sérum	tamissage	$d=1,21\text{mm}$ $d=0,71\text{mm}$	$K \downarrow$ et $\sigma_s \downarrow$
(Schijvens, <i>et al.</i> , 1998)	sérum	tamissage	$0,63\text{mm} < d$ $0,35\text{mm} < d < 0,63\text{mm}$ $d < 0,35\text{mm}$	$\eta_{app} \downarrow$ et $\sigma_s \downarrow$ $\eta_{app} \uparrow$ et $\sigma_s \uparrow$
(Lorenzo, 2001)	sérum	broyage	Répartition avec $d_{0,5}=0,48\text{mm}$, $0,24\text{mm}$ et $0,22\text{mm}$ $d_{0,5}=0,18\text{mm}$ et $0,19\text{mm}$	$\eta_{app} \uparrow$
(Qiu and Rao, 1988)	sérum	broyage	Répartition avec $d_{pic}=1,26\text{mm}$ $d_{pic}=0,63\text{mm}$	$\sigma_s \downarrow$

La quantification de l'effet de la taille des particules sur les propriétés rhéologiques des purées de fruits semble donc délicate car elle dépendrait de nombreux facteurs expérimentaux, qui pourraient masquer leur effet réel.

D'une part, les conditions d'étude pourraient être déterminantes. Certains auteurs reconstituent les produits après tamisage et d'autres se contentent de les broyer. Certains auteurs reconstituent les produits dans le sérum natif et d'autres dans de l'eau, ce qui modifie la force ionique du milieu, dont le pH est initialement proche de 3,5. Enfin certains auteurs étudient la répartition entière des tailles alors que d'autres limitent leur étude à un diamètre donné.

D'autre part, la taille de l'entrefer pourrait perturber les mesures lorsque la taille des particules deviendrait trop importante. A notre connaissance, aucune étude ne s'est intéressée à l'influence de la taille de l'entrefer sur les mesures rhéologiques des purées de fruits et la plupart des auteurs utilisent des géométries dont l'entrefer est inférieur à 4 mm (Harper and Lebermann, 1962; Qiu and Rao, 1988, 1989a; Schijvens, *et al.*, 1998; Lorenzo, 2001; Loescher, 2003). Les tailles de particules de fruits étudiées pouvant être supérieures au millimètre, il faudrait par conséquent utiliser un entrefer large, supérieur à 5 mm.

4. Conclusion

Quelle que soit la méthode d'étude, les purées de pommes et poires présentent un caractère rhéofluidifiant marqué, avec un indice de comportement largement inférieur à 1. Elles présentent également un seuil d'écoulement ainsi qu'un caractère thixotrope peu marqué. Ce sont également des produits viscoélastiques dont les propriétés ont encore été très peu étudiées. Elles mériteraient cependant d'être considérées avec intérêt et le caractère non destructif des essais aux petites déformations en fait une technique de choix pour étudier la structure du produit au repos.

Ces propriétés rhéologiques sont influencées par la structure des produits mais chaque facteur structural n'a pas le même niveau d'influence. Le pourcentage de pulpe serait le facteur de premier ordre. La taille des particules aurait également une importance mais son influence reste difficile à quantifier à cause des problèmes expérimentaux générés par la taille de

l'entrefer. Enfin, la viscosité du sérum n'est pas décrite comme ayant une influence de premier ordre sur les propriétés rhéologiques des purées de fruits. Par ailleurs, on peut noter que jusqu'à présent, aucune étude ne s'est intéressée à la variation simultanée de l'ensemble de ces facteurs structuraux, afin d'en vérifier les interactions éventuelles.

Chapitre III : La perception sensorielle de la texture

Peu d'auteurs se sont intéressés à la perception sensorielle de la texture des purées de pommes et poires (Mohr, 1973; Mac Lellan, *et al.*, 1984a; Mac Lellan, *et al.*, 1984b; Mac Lellan and Massey, 1984; Mohr, 1989; Loescher, 2003). La perception de la texture occupe pourtant une place importante dans la perception globale de ce type de produits (Mac Lellan, *et al.*, 1984b).

La texture est une notion complexe et de nombreuses définitions ont été proposées. Elle peut être considérée comme la réponse sensorielle à un ensemble de propriétés physiques, mécaniques ou rhéologiques, résultant de la structure de l'aliment (Szczeniak, 1963; AFNOR, 1995). Perçue lorsqu'un aliment est manipulé et qu'il subit des déformations mécaniques, avant la mise en bouche puis en bouche, jusqu'à la déglutition (Brandt, *et al.*, 1963; Sherman, 1970; Christensen, 1984; MacLeod and Sauvageot, 1986), elle est le résultat d'une intégration de plusieurs événements neurophysiologiques, les sensations (Bagot, 1999), issues de récepteurs sensoriels visuels, tactiles et kinesthésiques (Yoshikawa, *et al.*, 1970; Jowitt, 1974; Christensen, 1984; MacLeod and Sauvageot, 1986; AFNOR, 1995) (Figure 20).

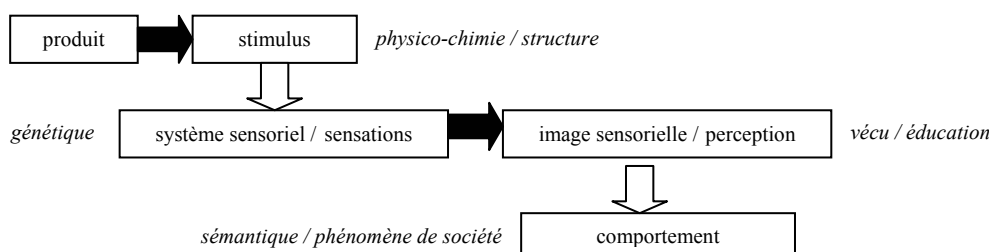


Figure 20 : Etapes physiologiques de la perception.

1. De la sensation à la perception

Des signaux électriques, prenant naissance au niveau des récepteurs stimulés, sont à l'origine de sensations. Ils sont acheminés par les voies nerveuses jusqu'au système nerveux central qui les intègre, les interprète sous forme de perceptions et les stocke en mémoire sous forme de souvenirs sensoriels.

1.1. Naissance des sensations et différents sens impliqués

Les sensations visuelles, tactiles et kinesthésiques semblent complémentaires et indissociables lors de la perception de la texture des suspensions telles les purées de fruits. La texture peut être évaluée soit par simple observation, soit par manipulation. La manipulation peut s'effectuer avec ou sans dégustation, directement, entre les doigts, ou bien indirectement à l'aide d'instruments, comme les couverts, ce qui est le plus probable avec les purées de fruits. Le dégustateur s'assimile alors à un capteur de forces en faisant appel aussi bien aux sensations somesthésiques et kinesthésiques.

1.1.1. La vue

La vue est le sens le plus immédiat. Lors de l'observation d'un produit, les caractéristiques physiques visibles peuvent donner des indications quant à la couleur, la forme, la viscosité, la rugosité, la taille et la concentration en particules de l'aliment. Ce sens permet ainsi d'anticiper la texture des produits avant leur mise en bouche, en faisant appel à la mémoire sensorielle. Par exemple, la couleur d'un fruit traduit son état de maturité et par conséquent donne des indications relatives à sa fermeté, avant sa dégustation (Lawless and Heymann, 1998)

1.1.2. Le toucher

Le sens du toucher possède le rôle le plus important dans la perception de la texture. Les récepteurs tactiles, ou mécanorécepteurs, sont localisés dans l'épiderme, le derme et l'hypoderme de la peau et des muqueuses (cavité buccale, langue, lèvres, membrane parodontale) (Figure 21). Ces récepteurs correspondent à une large diversité de terminaisons nerveuses libres ou organisées. Les structures les plus organisées se trouvent les plus en profondeur.

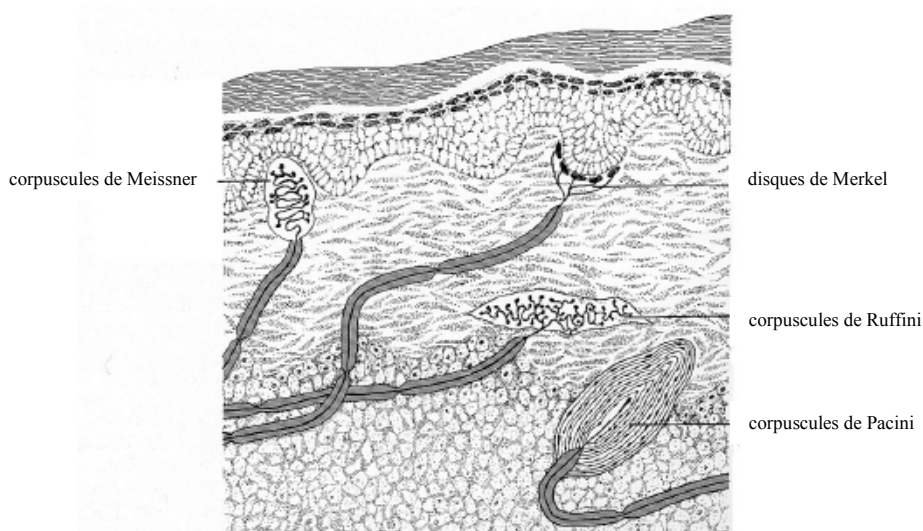


Figure 21 : Les mécanorécepteurs de la peau glabre (Kandel and Schwartz, 1991)

Les corpuscules de Meissner, en plus des terminaisons nerveuses libres, participent à la sensibilité superficielle dite toucher. Ils détectent le glissement léger d'un objet (Richard and Orsal, 1994) en transmettant des informations directionnelles (Mac Leod and Sauvageot, 1986). Ce type de récepteurs est cependant peu sensible aux détails fins des objets (Johnson, 2001).

Les disques de Merkel (ou disques tactiles) et les corpuscules de Ruffini interviennent dans la sensibilité à la pression. De structure en grappe très simple, les disques de Merkel sont localisés dans les couches les plus profondes de l'épiderme, notamment des lèvres et du bout des doigts (Calas, *et al.*, 1997). Ils sont sensibles à un enfoncement d'au moins 1500 μm et leur sensibilité est spécifique aux angles, aux coins et aux courbes. Ils sont ainsi responsables de la perception de la forme des objets. Les corpuscules de Ruffini, situés dans le derme et proches du tissu conjonctif, sont plus larges mais moins sensibles à la pression que les disques de Merkel (Johnson, 2001). Ils peuvent répondre à des stimuli de pression exercée perpendiculairement mais surtout à des étirements de la peau. Cette sensibilité est directionnelle et ces récepteurs informent le système nerveux central sur les forces et les directions de cisaillement qui affectent la peau.

Enfin, les corpuscules de Pacini, profondément enfouis dans le tissu sous-cutané, répondent à des variations rapides d'intensité de la stimulation (fréquences situées entre 30 et 1500 Hz). Les couches concentriques de leur capsule, constituée d'éléments conjonctifs, leur confèrent une fonction amplificatrice importante, mais accompagnée d'une perte de l'information

directionnelle (MacLeod and Sauvageot, 1986). Ces corpuscules sont totalement absents de la cavité buccale, mais sont remplacés par des corpuscules en lamelles plus petits (Barlow, 1987).

Chaque mécanorécepteur est ainsi spécialisé dans un type d'information. Certains sont sensibles à des stimuli statiques et d'autres à des stimuli dynamiques. La perception globale de la texture étant la somme de toutes ces informations, l'objet ou l'aliment doit être manipulé pour stimuler le maximum de mécanorécepteurs différents et aboutir à une image sensorielle complète et précise.

1.1.3. La kinesthésie

Les sensations kinesthésiques sont engendrées par la contraction et la relaxation des muscles. Elles fournissent une connaissance de l'état mécanique du système musculo-squelettique et des interactions entre ce système et l'environnement. Les trois principaux récepteurs impliqués dans cette sensibilité sont les fuseaux neuro-musculaires, les organes tendineux de Golgi et les mécanorécepteurs situés au niveau de articulations.

Les fuseaux neuro-musculaires sont formés par un groupe de fibres musculaires spécialisées (intrafusales) de courte longueur. Disposés parallèlement aux fibres musculaires striées (extrafusales), ils détectent l'étirement des muscles.

Les organes tendineux de Golgi se situent dans le prolongement des fibres musculaires extrafusales. Ils fournissent une information complémentaire à celles des fuseaux neuro-musculaires (Kandel and Schwartz, 1991), en renseignant sur les forces statiques et dynamiques mises en jeu lors de la contraction des muscles. Ces informations contribuent au sens de la position et du mouvement.

Enfin, les récepteurs articulaires se situent dans les structures intra-articulaires telles que les ligaments. Leur participation à l'élaboration du sens de la position et du mouvement est encore largement débattue (Burgess, *et al.*, 1982; Burke, *et al.*, 1988). Cependant, leur rôle dans la détection des positions extrêmes demeure admis (Ferrell, 1980; Clark, *et al.*, 1989).

L'ensemble de ces récepteurs renseignent sur l'intensité des forces générées par la résistance de l'aliment face à la déformation qu'il subit au cours de la manipulation (avec ou sans couverts) et de la mastication.

1.2. Perception orale des suspensions

La perception en bouche de la texture des purées de pommes et poires s'effectue au cours d'une procédure orale. C'est un phénomène dynamique au cours duquel la langue comprimerait le produit contre le palais dur lors de différents mouvements (Loescher, 2003). La perception des cellules pierreuses dures, contenues dans les purées de poires, s'effectuerait, quant à elle, entre les dents.

1.2.1. Entre la langue et le palais

Les aliments semi-liquides ou peu rigides, comme les purées de pommes et poires, sont systématiquement pressés entre la langue et le palais (Lee III and Camps, 1991). La présence de particules provoque alors l'indentation de la muqueuse buccale et par conséquent la stimulation de ses différents mécanorécepteurs. Comme le bout des doigts, le bout de la langue et le palais dur sont des zones très riches en mécanorécepteurs. Leur sensibilité accrue permet de détecter de faibles différences de forces ou de taille de particules, et par conséquent d'apprécier très finement les propriétés géométriques des aliments (Yamamoto, *et al.*, 1981; Richard and Orsal, 1994).

La perception des particules d'une suspension dépend d'abord du contraste de fermeté entre les particules et la phase continue. Si le contraste est important (particules dures et phase continue peu visqueuse), l'indentation de la muqueuse sera spécifique des particules et, par conséquent, la sensation perçue sera claire et précise. Ainsi, les mêmes particules seront moins bien détectées en suspension dans un gel que dans de l'eau (Imai, *et al.*, 1995; Imai, *et al.*, 1999). Elle semble également dépendre des propriétés physiques des particules (taille, fermeté et géométrie). Des particules rondes et molles ou bien plates et dures seront ainsi moins bien détectées que des particules anguleuses et dures (Tyle, *et al.*, 1990). La taille minimale des particules perçues varie par conséquent en fonction des produits alimentaires : 12 à 15 μm pour des cristaux de sucre dans un lait concentré sucré, 13 à 20 μm pour du chocolat, 22 μm pour des cristaux lipidiques dans une margarine et 55 μm pour une crème glacée (Bourne, 2002). Les particules des purées de pommes et poires, en suspension dans un sérum faiblement consistant (indice de consistance inférieur à 0,14 Pa.sⁿ selon Rao, *et al.*, 1986), ont une taille supérieure à 100 μm et sont bien perçues par les sujets (Mohr, 1973).

1.2.2. Entre les dents

Les dents peuvent être utilisées pour apprécier la taille, le nombre et la fermeté (Manly, *et al.*, 1952; Ravasini, *et al.*, 1984) des particules pierreuses plus dures. Celles-ci sont compressées entre les dents qui sont alors soumises à de petits déplacements verticaux. La membrane parodontale, située entre la racine des dents et l'os de la mâchoire, et riche en mécanorécepteurs, est alors stimulée. La perception de la taille et de la fermeté serait alors fonction de la pression appliquée.

La perception de particules pleines et dures fait donc appel à des mécanismes de perception différents de ceux adoptés pour les particules molles. La présence de cellules pierreuses serait donc susceptible de générer une dimension sensorielle supplémentaire lors de la perception de la texture d'un espace produits mixte, constitué de purées de pommes et poires.

1.3. Transformation des sensations en perception

Lorsque le stimulus interagit avec le récepteur sensoriel, il s'opère un transfert d'énergie, qui provoque une excitation. Si l'excitation est suffisante, elle provoque un influx nerveux, ou potentiel d'action, qui se propage le long des fibres nerveuses jusqu'au système nerveux central. On parle alors de sensation, qui est une dimension inconsciente. La projection sur le champ de la conscience d'une partie des sensations provoque l'apparition d'une image dite sensorielle, qui constitue la perception. La perception compose ainsi l'étape finale de reconnaissance et d'identification initiée par le stimulus (Changeux, 1983).

2. Construction de la réponse sensorielle

La réponse sensorielle est la réponse restituée par le sujet lorsqu'il décrit et quantifie ses perceptions. Une perception se manifeste sous trois aspects : l'aspect quantitatif qui correspond à l'intensité perçue, l'aspect qualitatif qui permet d'identifier la perception et de la décrire et enfin l'aspect hédonique qui correspond au plaisir qui accompagne la perception. Notre étude ne s'étant intéressée qu'à l'aspect analytique de la perception, qui correspond aux deux premiers aspects, nous ne traiterons pas du caractère hédonique.

2.1. Aspects quantitatifs

L'intensité de la perception dépend de l'intensité du stimulus. Toutefois, la relation n'est pas linéaire (Figure 22). Dans le domaine infraliminaire, la perception est instable. Le sujet ne peut l'extraire du bruit de fond du système sensoriel. Dans le domaine liminaire, la perception est perçue de façon aléatoire, parfois nette et parfois confuse, avec une intensité très faible. Le seuil de perception se situe dans cette zone. Dans le domaine supraliminaire, la perception est nette, son intensité augmente avec le stimulus. Enfin, dans le domaine de saturation, la sensation ne varie pratiquement plus quand le stimulus augmente.

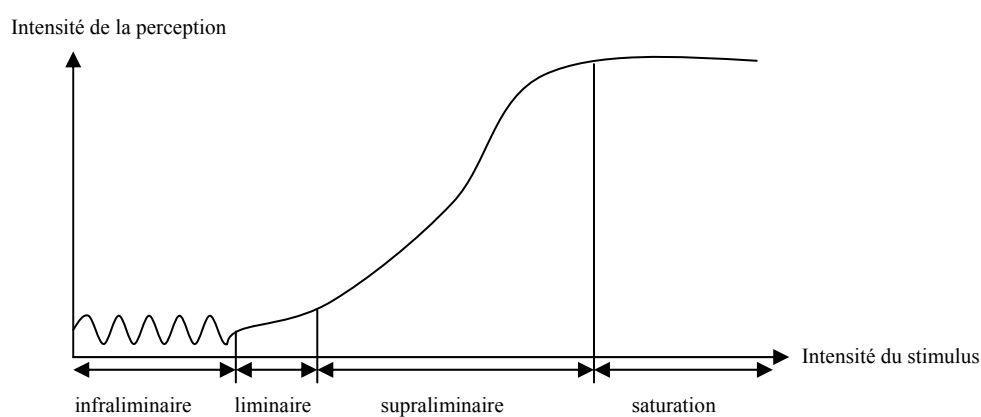


Figure 22 : Relation entre l'intensité de la perception et l'intensité du stimulus (Mac Leod, et al., 1998)

La zone supraliminaire est la zone d'intérêt pour les mesures sensorielles visant à quantifier l'intensité de la perception. Dans cette zone, la relation entre l'intensité de la perception et l'intensité du stimulus peut être logarithmique (Fechner, 1860) ou bien en puissance (Stevens, 1957).

Les sujets sont effectivement capables de percevoir et de discriminer différentes tailles de particules de purées de pommes et poires (Mohr, 1973; Loescher, 2003). Les études ne fournissent toutefois pas le type de relation (logarithmique ou en puissance).

2.2. Aspects qualitatifs et sémantique

La transformation de l'image sensorielle d'un produit en langage permet la communication. Le problème majeur est que le langage ne permet pas de retranscrire fidèlement la perception. La réponse verbale dépend à la fois de la perception mais aussi du vécu de chaque sujet, de

son éducation et de la société dans laquelle il s'inscrit (Chamberlain, 1903; Gazano, 1990). Ainsi, les individus, bien que partageant le même vocabulaire, ne donnent pas la même signification aux mots.

2.3. Les différences intra- et inter-individuelles

La réponse sensorielle d'un sujet humain à une stimulation peut varier d'une réponse à l'autre (différences intra-individuelles) et selon les individus (différences inter-individuelles).

Les différences intra-individuelles sont caractérisées par des différences de réponse d'un même individu pour un même stimulus. Naturellement, les voies nerveuses d'un sujet sont parcourues par des impulsions spontanées qui constituent un bruit de fond. Lors d'une stimulation, le sujet doit identifier la sensation et la distinguer de ce bruit de fond. La probabilité de ses réponses (probabilité de détection du stimulus) en fonction de l'intensité perçue présente alors une dispersion gaussienne autour d'une moyenne (Mac Leod, *et al.*, 1998).

Les différences inter-individuelles sont caractérisées par des différences de réponse d'un individu à l'autre pour un même stimulus. Chaque individu étant unique, le nombre de récepteurs sensoriels impliqués, leur efficacité à transformer le stimulus en perception ainsi que le vécu seraient donc différents d'un individu à l'autre (Mac Leod, *et al.*, 1998). La dispersion inter-individuelle serait plus importante que la variabilité intra-individuelle (Pangborn, 1981; Powers, 1984).

L'être humain est donc un instrument de mesure complexe, dont la réponse est influencée par plusieurs facteurs. La recherche d'une réponse consensuelle pour un même stimulus ne peut donc traduire une réalité sensorielle.

3. Analyse de la réponse sensorielle

L'analyse sensorielle est définie comme l'ensemble des techniques qui visent à mesurer et interpréter de façon systématique les perceptions de l'homme par des mesures descriptives et discriminatives (Urdapilleta, *et al.*, 2001). Elle prend aussi en compte les mesures comportementales qui font aujourd'hui l'objet d'un grand développement. Parmi ces 3 types de mesure, nous n'avons utilisé que les méthodes descriptives, aussi appelées profils

sensoriels, et que nous développerons dans ce paragraphe. Ces épreuves visent à quantifier et à décrire la nature des différences perçues entre les produits à l'aide d'un petit groupe de sujets humains, appelé panel.

3.1. Les outils du profil

Afin de retranscrire l'information qualitative et quantitative des perceptions, les profils sensoriels utilisent deux outils principaux : les descripteurs et les échelles de réponse.

3.1.1. Les descripteurs

Les perceptions sont décrites par des termes sensoriels, appelés descripteurs. Mais la restitution qualitative d'une perception étant soumise à une subjectivité importante, la communication à travers les mots reste difficile. C'est pourquoi, dans un souci de clarté et de consensualité pour communiquer sur les propriétés de texture des aliments, certains auteurs anglophones se sont concentrés sur l'établissement de listes de termes (Szczesniak, 1963; Sherman, 1969; Civille and Szczesniak, 1973; Jowitt, 1974) dont la norme AFNOR en donne la traduction française (AFNOR, 2002). A notre connaissance, seuls Mioche et Touraille ont fait un travail similaire en langue française (Mioche and Touraille, 1990).

Toutefois, chaque concept lié à chaque mot n'est pas universel. Chacun de ces termes ne peut par conséquent être compréhensible et utilisable par tous que lorsqu'il est associé à une définition et un mode opératoire précis. Or, la norme AFNOR se restreint aux définitions et modes opératoires des termes liés aux propriétés mécaniques des produits tandis que Mioche et Touraille n'abordent que les définitions.

Une autre limite à l'utilisation de telles listes préétablies est leur caractère trop global : l'ensemble des termes répertoriés ne s'applique pas systématiquement à tous les types de produits. C'est pourquoi, Loescher a élaboré, en collaboration avec un panel sensoriel, une liste de quatorze termes, associés à une définition et un mode opératoire, pour décrire spécifiquement la texture en bouche des purées de pommes et poires (Loescher, *et al.*, 2001; Loescher, 2003) (Tableau 4).

Tableau 4 : Liste des 14 descripteurs relatifs à la texture en bouche des purées de pommes et poires (Loescher, et al., 2001; Loescher, 2003)

Descripteur	Définition	Mode opératoire
DENSE	Evaluation du poids du produit sur la langue (<i>pas dense / très dense</i>)	Poser 1 unité de produit à l'extrémité de la langue et évaluer son poids, sans contact avec le reste de la bouche.
LISSE	Evaluation de la présence d'aspérités à la surface du produit (<i>pas lisse / très lisse</i>)	Prélever du produit à la cuillère, et introduire la cuillère en bouche, dos en haut. Balayer la surface du produit avec l'extrémité de la langue. (sans appliquer de pression). Evaluer la présence ou non d'aspérités. Attention à l'échelle : aspérités nombreuses = peu lisse. Absence d'aspérité = très lisse
FLUIDE	Evaluation de la facilité du produit à s'écouler au repos (sans action mécanique) (<i>pas fluide / très fluide</i>)	Poser 1 unité de produit au centre de la langue et évaluer sa capacité à s'étaler de lui-même. La langue reste à l'horizontale (n'exercer aucune pression sur le produit).
TAILLE DES PARTICULES (particules molles)	Evaluation de la taille des particules entre la langue et le palais (<i>petites particules / grosses particules</i>)	Placer 1 unité de produit au centre de la langue et laisser la matrice s'écouler par de légers mouvements de la langue d'avant en arrière (l'extrémité de la langue reste collée au palais). Evaluer la taille des particules entre langue et palais.
NOMBRE DE PARTICULES (particules molles)	Evaluation du nombre de particules entre la langue et le palais (<i>peu de particules / beaucoup de particules</i>)	Placer 1 unité de produit au centre de la langue et laisser la matrice s'écouler par de légers mouvements de la langue d'avant en arrière (l'extrémité de la langue reste collée au palais). Evaluer le nombre des particules présentes entre langue et palais.
S'ECOULE	Evaluation du temps mis par le produit pour atteindre la glotte (<i>s'écoule lentement / rapidement</i>)	Placer 1 unité de produit sur la langue horizontale. Relever la langue (son extrémité doit toucher le palais et les incisives de la mâchoire supérieure) et incliner la tête en arrière de 45°. Mesurer le temps mis par le produit pour atteindre la glotte. (temps long = s'écoule lentement)
QUANTITE D'EAU EXSUDEE	Evaluation de la quantité de liquide exsudée lorsque le produit est écrasé entre la langue et le palais (<i>pas humide / très humide</i>)	Poser 1 unité de produit au centre de la langue et écraser la en une seule pression entre langue et palais. Mesure la quantité de liquide rejetée.
FERME	Evaluation de la résistance du produit à la compression entre langue et palais (<i>pas ferme / très ferme</i>)	Placer 1 unité de produit sur la langue et presser le à vitesse lente entre la langue et le palais. Mesurer la résistance du produit à l'écrasement.
ADHERENT	Evaluation de l'adhésion du produit au palais (<i>pas adhérent / très adhérent</i>)	Placer 1 unité de produit 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.
SE FLUIDIFIE	Evaluation de la facilité du produit à s'écouler après une action mécanique (<i>pas fluide / très fluide</i>)	Placer 1 unité de produit sur la langue et remuer la langue pendant 10 s d'avant en arrière (ou de gauche à droite). Mesurer alors la fluidité du produit (cf. FLUIDE)
QUANTITE DE GRAINS RESIDUELS (petits grains durs)	Evaluation du nombre de grains restant entre les molaires après déglutition (<i>pas de grains / beaucoup de grains</i>)	Mâcher 1 unité de produit, évaluer le nombre de grains restant entre les molaires après déglutition (en serrant les dents par petits à coups).
APRE	Evaluation de la sensation de râpeux au palais (<i>pas âpre / très âpre</i>)	Passer la langue à la surface du palais immédiatement après la déglutition d'1 unité de produit et évaluer la sensation de rugosité au palais et sur la langue.
GRAS	Evaluation de la pellicule grasse après déglutition (<i>pas gras / très gras</i>)	Après déglutition d'une unité de produit, évaluer la présence ou non d'une pellicule grasse au niveau du palais ou des dents en balayant leur surface avec la langue.
ASSECHANT	Evaluation de la quantité de salive sécrétée après déglutition du produit (<i>pas asséchant / très asséchant</i>)	Evaluer la quantité de salive sécrétée pendant les 10s qui suivent la déglutition du produit.

Certains descripteurs se rapportent aux propriétés mécaniques des produits : *quantité d'eau exsudée, fluide, se fluidifie, ferme, asséchant, adhérent, s'écoule* et *gras*, et d'autres à leurs propriétés géométriques : *lisse, taille des particules, nombre de particules* et *quantité de grains résiduels*. La richesse de vocabulaire de 14 descripteurs peut néanmoins paraître inutile pour décrire la texture des purées de fruits car chaque terme n'apporte pas forcément d'information nouvelle. En effet, l'application de cette liste de termes pour décrire l'espace considéré par Loescher lors d'un profil conventionnel (8 purées de pommes et poires) (p65) a montré que la plupart des descripteurs étaient corrélés, aboutissant alors à une carte sensorielle dont le premier plan expliquait plus de 90% de l'information (Figure 23).

Théoriquement, seules deux dimensions sémantiques sont nécessaires pour aboutir à de tels résultats.

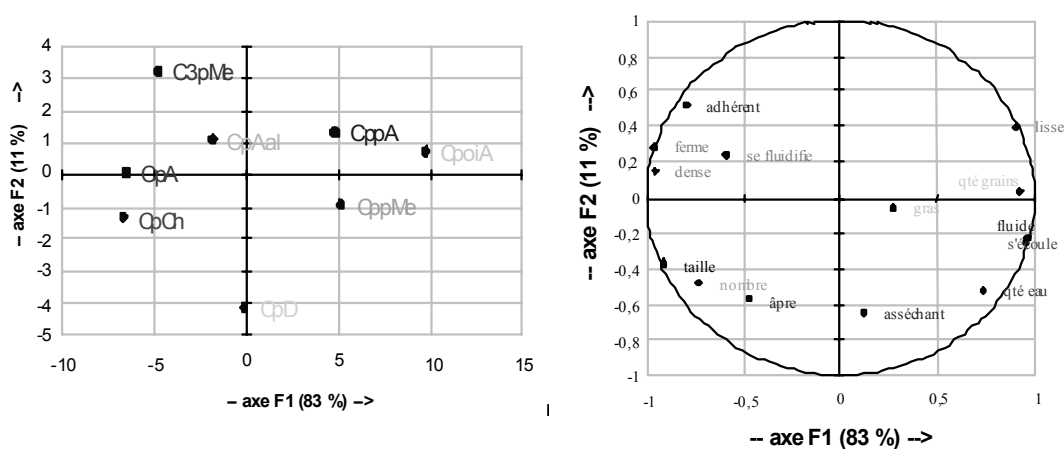


Figure 23 : Résultats de l'ACP concernant l'évaluation de 8 purées de pommes et poires par les 14 descripteurs de texture en bouche proposés par Loescher (Loescher, 2003)

Les études de la texture de divers autres espaces produits (fromages, fromages blancs, soupes, pains, pulpe de tomate) aboutissent à des résultats similaires, avec des cartes sensorielles dont plus de 80% de l'information peuvent être expliqués par le premier plan (Giboreau, 1993; Jack, *et al.*, 1994; Henry, 1995; Wium and Qvist, 1998; Drake, *et al.*, 1999; Lee, *et al.*, 1999; Gambaro, *et al.*, 2002; Loescher, 2003). Les listes de termes peuvent ainsi rendre complexe la communication sur une perception apparemment simple, comme la texture. Seuls, quelques descripteurs pertinents pourraient ainsi suffire à prédire l'ensemble des autres descripteurs grâce à des combinaisons linéaires (Kokini, *et al.*, 1977; Kokini, *et al.*, 1984).

3.1.2. Les échelles de réponse

Pour rendre explicite l'intensité des perceptions, les sujets utilisent des échelles dites de réponse, qui permettent de passer de l'image sensorielle à un nombre concret et communicable. Il existe plusieurs types d'échelle, structurées ou non. Une échelle structurée peut être divisée en 3 à 9 catégories. Chaque catégorie est définie soit par un nombre, soit par un mot, l'ensemble formant une échelle ordonnée. Une échelle non structurée ou linéaire est un segment de droite mesurant entre 6 et 17 cm, dont les extrémités peuvent être définies par une expression verbale. L'intensité de la perception correspond dans ce cas à la longueur entre l'extrémité gauche de l'échelle et la marque du sujet. Les échelles linéaires sont de loin les

plus utilisées en analyse sensorielle (Jocteur Monrozier, 2001). Elles laissent une plus grande liberté aux sujets et permettent d'éviter le biais dû à l'utilisation de chiffres ronds. La notation sur ce type d'échelle permet généralement de vérifier la relation logarithmique de Fechner entre l'intensité du stimulus et l'intensité perçue.

3.2. Les différents profils

Les premières méthodes de description sensorielle datent des années 1950 avec le profil de Flaveur (Cairncross and Sjöström, 1950) puis le profil de Texture dans les années 1960 (Brandt, *et al.*, 1963). Elles semblent plus rarement utilisées aujourd'hui, au profit de méthodes plus modernes comme le profil conventionnel et les techniques de profil libre. Le profil conventionnel vise à compenser les niveaux d'expérience et à améliorer la reproductibilité des réponses des sujets grâce à l'entraînement. Au contraire, les techniques de profil libre, plus proches de la réalité, permettent de prendre en compte toute la diversité individuelle, en n'imposant aucune uniformisation des réponses.

3.2.1. Le profil conventionnel

La méthode QDA (Quantitative Descriptive Analysis) (Stone, *et al.*, 1974), devenue la méthode standard de description quantitative, est référencée sous les noms de profil conventionnel ou profil classique (AFNOR, 1995).

La première particularité du profil conventionnel est l'utilisation d'un lexique sensoriel commun, élaboré à partir d'une liste de descripteurs consensuels. Au cours de plusieurs séances successives, les sujets du panel, sélectionnés pour leur capacité à décrire leurs sensations, verbalisent la perception qu'ils ont de l'espace produits. Les termes sont alors accompagnés de définitions, de protocoles d'évaluation et de références susceptibles d'aider à la compréhension et à la mémorisation des perceptions, le plus souvent bornant les extrémités de l'échelle d'évaluation.

La deuxième particularité du profil conventionnel est la présence d'une phase longue (plusieurs séances) d'entraînement du panel, dans le but d'obtenir des réponses répétables et discriminantes sur chacun des termes.

Lors de l'évaluation finale, les produits sont présentés de façon monadique séquentielle, c'est-à-dire un par un. La notation se fait sur une échelle de notation, le plus souvent linéaire.

L'analyse et l'interprétation des résultats font appel à des traitements statistiques multidimensionnels tels que l'Analyse en Composantes Principales (ACP). L'ACP permet de visualiser les positions relatives des produits sur une carte sensorielle et de les interpréter grâce au cercle des corrélations représentant les descripteurs sous forme de vecteurs.

Au cours des différentes étapes, le rôle de l'animateur se limite à organiser matériellement le bon déroulement des séances et ne doit influencer en aucun cas la génération des termes, le choix des termes et l'évaluation finale.

3.2.2. Les méthodes de profil libre

Les méthodes de profil libre proposent une stratégie d'évaluation plus rapide et moins coûteuse à mettre en œuvre que le profil conventionnel. L'originalité de ces méthodes repose sur l'absence de consensus dans le vocabulaire utilisé : chaque sujet définit les termes qui lui semblent les plus appropriés pour décrire les différences entre les produits. Les méthodes de profil libre permettent ainsi de préserver les différentes sensibilités individuelles (Quarmby and Ratkowsky, 1988), mais au détriment de la compréhension sémantique. L'interprétation statistique se fait grâce à l'Analyse Procustéenne Généralisée (APG) (Gower, 1975). Cette méthode recherche l'existence d'un consensus entre les différentes configurations individuelles des espaces produits perçus. Elle consiste en une série de transformations géométriques simples (translations, rotations et homothéties) des cartes individuelles ne modifiant ainsi pas la position relative des produits.

3.2.2.1. Le Free Choice Profiling

Le Free Choice Profiling (FCP) a été la première méthode de profil libre (Williams and Langron, 1984). Chaque sujet définit ses propres termes pour décrire l'espace produits. La phase d'entraînement, présente lors du profil conventionnel, est conservée mais elle devient, dans ce cas, personnalisée. La notation des produits se fait au cours d'une présentation en monadique séquentielle.

3.2.2.2. Le profil flash

Le profil Flash (Sieffermann, 2000, 2002) découle directement du Free Choice Profiling. La force de ce profil est sa grande rapidité due à un mode comparatif de présentation des produits. Réalisable en une seule séance d'une demi-journée, ce profil ne possède aucune

phase d'entraînement spécifique. Les sujets recrutés doivent donc être expérimentés en analyse sensorielle et déjà habitués à décrire leurs sensations. Face à l'ensemble des produits présentés simultanément, les sujets génèrent les descripteurs les plus discriminants pour décrire spécifiquement l'espace produits. Les produits ne sont pas notés mais classés sur chacun des descripteurs. Le profil Flash permet ainsi de confronter divers points de vue sur un même espace produits et de vérifier s'il existe un consensus. L'objectif de cette méthode est alors de pouvoir interpréter rapidement la position relative des produits, en apportant des éléments d'explication sémantique.

4. Conclusion

La perception de la texture est issue de l'intégration complexe de sensations et il paraît difficile d'en standardiser les informations qualitative et quantitative. Ce phénomène est abordé et exploité de façon différente selon les deux principaux types de méthodes sensorielles analytiques. Le profil conventionnel propose un apprentissage dirigé et contrôlé dans le but d'uniformiser les réponses. Au contraire, les méthodes de profil libre proposent de conserver et d'exploiter toute la diversité individuelle. Le choix d'une méthode plutôt que d'une autre doit alors se faire en fonction des objectifs de l'étude ainsi que des contraintes expérimentales.

Si des études comparatives ont montré de grandes similitudes concernant le positionnement relatif des produits obtenu par profil conventionnel et Free Choice Profiling (Williams and Arnold, 1985; Elmore and Heymann, 1999) ou bien par profil conventionnel et profil Flash (Dairou and Sieffermann, 2002; Delarue and Sieffermann, 2004), le profil conventionnel semble cependant la méthode la plus pertinente pour interpréter et communiquer les résultats grâce à l'efficacité du lexique sensoriel. L'interprétation sémantique des méthodes de profil libre peut être rendue complexe en raison de la grande diversité des termes et de l'absence de définitions. Cependant, elles ont l'avantage de fournir une grande liberté aux juges. Elles sont rapides, simples et aboutissent à une grande richesse descriptive en combinant des points de vue souvent complémentaires.

Lors de la mise en place d'une étude sensorielle, profil conventionnel et méthodes de profil libre peuvent être utilisés de façon complémentaire. Les méthodes de profil libre peuvent être utilisées dans le but de valider l'exhaustivité de la liste de descripteurs générés au cours d'un profil conventionnel (Loescher, *et al.*, 2001; Loescher, 2003). Elles peuvent également être

utilisées comme étape préliminaire pour la mise en place du lexique commun de profil sensoriel (Williams and Langron, 1984; Jones, *et al.*, 1989; Dairou, *et al.*, 2001; Dairou, *et al.*, 2003). Le profil Flash, utilisé lors de l'étape de génération de termes, semble être un outil performant, d'une part pour sa rapidité, et d'autre part pour sa capacité à identifier les notions les plus pertinentes pour décrire l'espace produits, la méthodologie incitant les panélistes à ne se concentrer que sur les termes réellement discriminants.

Chapitre IV : Relations entre données sensorielles et rhéologiques

Lors de l'évaluation sensorielle de la texture, le sujet applique des forces de cisaillement au produit, par inclinaison du contenant, par agitation à la cuillère, ou bien directement en bouche grâce aux mouvements de la langue contre le palais. Il peut ainsi être assimilé à un appareil de mesure rhéologique et l'étude des relations entre la perception humaine et les données rhéologiques pourrait permettre d'établir des modèles de prédiction. Cette démarche a déjà largement été adoptée sur divers types de produits, tels des pains grillés, des soupes et sauces, des systèmes épaississants, des confitures, des fromages et des dés de tomates (Shama and Sherman, 1973; Culter, *et al.*, 1983; Frost, *et al.*, 1984; Daget and Joerg, 1991; Issanchou, *et al.*, 1991; Giboreau, 1993; Henry, 1995; Lee, *et al.*, 1999). A notre connaissance, seuls Loescher et Lanza se sont consacrés à l'étude de telles relations pour les purées de pommes et poires (Lanza and Kramer, 1967; Loescher, 2003; Loescher, *et al.*, 2003).

1. Les différentes méthodes de corrélation

Différentes techniques de corrélation permettent de mettre en relation les descripteurs sensoriels et les variables instrumentales prédictives.

1.1. Les corrélations simples

Les corrélations simples permettent de prédire une variable sensorielle Y en fonction d'une variable instrumentale X , grâce à une relation affine de type :

$$Y = a_0 + a_1 \cdot X + \varepsilon$$

ε est la variable résiduelle traduisant la non coïncidence entre le modèle ajusté et les données expérimentales. Trouver la droite qui s'ajuste le mieux aux données consiste à trouver la valeur des paramètres a_0 et a_1 qui minimise la somme des carrés des résidus, correspondant à

la distance entre l'ensemble des valeurs données par le modèle et l'ensemble des données expérimentales. Le coefficient de détermination R^2 (ou le coefficient de corrélation R) peut être utilisé pour juger de la qualité de l'ajustement. Il est égal au rapport de la variance expliquée par la variance totale.

Ce genre d'étude conduit à la construction de corrélogrammes, croisant chaque variable sensorielle avec chaque variable instrumentale. L'utilisation de variables transformées (logarithme, carré, racine carrée) est parfois mieux appropriée pour augmenter l'ajustement du modèle (Giboreau, 2001).

1.2. Les corrélations multiples

La régression multiple généralise la régression simple en étudiant les corrélations entre une variable sensorielle Y et plusieurs variables instrumentales X_i :

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + \dots + a_pX_p + \varepsilon$$

L'interprétation de telles corrélations peut s'avérer difficile si le nombre de variables prédictrices est trop important. Dans ce cas, des méthodes d'introduction progressive des variables peuvent être utilisées. Ce type de régression permet de sélectionner un groupe de sous-ensemble de variables donnant une bonne corrélation. Le principe consiste, dans une première étape, à prendre la variable dont la valeur absolue du coefficient de corrélation avec Y est la plus forte. Dans les étapes suivantes, l'apport au modèle d'une variable supplémentaire est systématiquement testé. Elle doit être porteuse d'une information nouvelle par rapport aux variables précédemment introduites. Ce type de régression permet ainsi de tenir compte non seulement de la corrélation entre la nouvelle variable X et la variable Y , mais aussi des corrélations avec les autres variables X_i déjà introduites.

1.3. Les corrélations factorielles

Compte tenu de la multidimensionnalité de la perception de la texture, les corrélations factorielles peuvent donner de meilleurs résultats que les corrélations simples ou multiples (Giboreau, 2001). Ces méthodes utilisent de nouvelles variables prédictives, issues de la combinaison de l'ensemble des paramètres instrumentaux. On trouve, parmi elles, la régression sur les composantes principales (Principal Component Regression ou PCR) (Hawkins, 1973) ou bien la régression PLS (Partial Least Square) (Wold, 1975).

La PCR consiste à réaliser une ACP sur les variables instrumentales. Les composantes principales, indépendantes et résumant la majeure partie de l'information, sont alors utilisées comme variables explicatives pour la régression. La relation obtenue est alors de type :

$$Y = a_0 + a_1 F_1 + \dots + a_p F_p$$

où F_j sont les coordonnées factorielles des produits.

La PLS consiste à rechercher les combinaisons linéaires des variables X_i expliquant au mieux les variables dépendantes Y_i , tout en tenant compte de la structure des données. C'est une méthode itérative où le calcul des composantes est effectué en même temps que l'étape de régression. Elle présente l'avantage d'établir des relations directes entre les deux jeux de variables (et non sur les composantes comme la PCR).

2. Les différentes corrélations

2.1. Perception des propriétés mécaniques et mesures d'écoulement

Les corrélations entre les descripteurs relatifs aux propriétés mécaniques des produits (*consistance, viscosité, caractère épais*) et les mesures de viscosité, aux vitesses de cisaillement comprises entre 10 et 100s⁻¹ ont largement été mises en évidence pour différents produits semi-liquides (comme les sauces, les soupes, les confitures et des solutions modèles épaissies) (Wood, 1968; Shama and Sherman, 1973; Culter, *et al.*, 1983; Morris, *et al.*, 1984; Daget and Joerg, 1991; Issanchou, *et al.*, 1991; Giboreau, 1993; Houska, *et al.*, 1998; Skriver, *et al.*, 1999).

Concernant les purées de pommes et poires, l'étude récente de Loescher a montré que les descripteurs en bouche *dense, fluide, s'écoule, quantité d'eau, ferme, adhérent, se fluidifie* étaient corrélés aux contraintes mesurées à de faibles vitesses de cisaillement (entre 10 et 32s⁻¹) (Loescher, 2003). Il paraît donc possible de prédire les propriétés mécaniques des purées de fruits perçues en bouche par des mesures instrumentales simples.

2.2. Perception des propriétés géométriques et rétro-extrusion

Les propriétés sensorielles liées aux particules des purées de pommes et poires semblent plus difficiles à prédire par des mesures rhéologiques que les propriétés mécaniques (Loescher, 2003). Une première étude avait montré une bonne corrélation entre la perception de la taille des particules et les données de rétro-extrusion (Lanza and Kramer, 1967), ce qui n'a pas été confirmé par l'étude plus récente de Loescher (Loescher, 2003). Dans cette dernière étude, le périmètre des courbes de force de pénétration du piston en fonction de la distance d'enfoncement dans le produit ne permettait pas de discriminer les produits de l'espace étudié (8 purées de pommes et poires). Seul le paramètre *périmètre/surface* permettrait l'établissement de corrélations avec la perception de la *taille* ou du *nombre de particules*. Toutefois, ces corrélations étant négatives, ce paramètre varierait plus avec l'inverse de la surface des courbes qu'avec le périmètre réel des courbes. Un effet de tassement des particules prédominerait et il deviendrait donc difficile de quantifier les irrégularités des courbes liées au passage des particules dans l'entrefer (Loescher, 2003).

2.3. Intérêt des mesures en régime harmonique ?

Les mesures en régime harmonique, contrairement aux mesures d'écoulement et de rétro-extrusion, permettent d'étudier les propriétés rhéologiques des produits au repos, sans les déstructurer. Les conclusions des différents auteurs concernant les relations de ce type de mesure avec les propriétés sensorielles divergent selon les produits. Pour certains, ces mesures ne présenteraient pas de bonnes corrélations avec la perception sensorielle de la texture des fromages (Wium and Qvist, 1998; Drake, *et al.*, 1999). Pour d'autres, elles présenteraient de bonnes corrélations avec la perception, mais uniquement non orale, des yaourts (Skriver, *et al.*, 1999). Enfin, pour d'autres, elles présenteraient de bonnes corrélations avec la perception orale de dispersions hydrocolloïdales (Richardson, *et al.*, 1989) ou de soupes et sauces (Giboreau, 1993).

A notre connaissance, aucune étude ne s'est intéressée spécifiquement à l'étude des purées de fruits. Il paraît pourtant intéressant d'explorer ce domaine afin de pouvoir clarifier la présence d'éventuelles relations avec la perception de la texture.

3. Conclusion

Il paraît plus facile de trouver des relations entre les paramètres rhéologiques et les descripteurs relatifs aux propriétés mécaniques des purées de fruits qu'avec les descripteurs relatifs aux propriétés géométriques (particules). C'est pourquoi, dans le but de pouvoir prédire l'ensemble de la perception sensorielle de la texture par des mesures instrumentales, l'étude complémentaire de paramètres physico-chimiques et structuraux semble nécessaire, avec notamment des mesures directes de taille de particules ou bien de pourcentage de pulpe.

La plupart des études concernant la texture des produits alimentaires se limite à une simple observation des corrélations entre paramètres instrumentaux et descripteurs sensoriels. Or, les propriétés rhéologiques et sensorielles des purées de pommes et poires semblent indissociables de leurs propriétés structurales. Il nous paraît ainsi intéressant de pouvoir maîtriser la structure de tels produits afin d'en comprendre l'influence à la fois sur les propriétés rhéologiques et sensorielles ainsi que sur les diverses relations entre structure, rhéologie et perception sensorielle.

On peut également remarquer qu'un nombre limité de produits (inférieur à 15) constitue généralement les espaces produits étudiés, aboutissant ainsi à des corrélations locales et qui peuvent être instables. Une faible variation de la valeur d'un paramètre au cours d'une autre campagne de mesure peut ainsi avoir des répercussions sur les coefficients de corrélations (Loescher, 2003). L'augmentation du nombre de produits pourrait aboutir à une plus grande robustesse des résultats et une plus grande stabilité des corrélations observées.

Partie 2 : Objectifs et démarche

1. Les objectifs

Deux objectifs ont guidé notre travail.

Le premier objectif a été d'étudier et comprendre l'influence d'un certain nombre de facteurs de structure sur la rhéologie et la perception sensorielle des suspensions concentrées de particules molles.

Le deuxième objectif a été de proposer des mesures instrumentales simples et rapides à mettre en œuvre dans le but de prédire la perception de la texture des milieux étudiés. Cet objectif a permis par ailleurs de répondre à une problématique industrielle forte.

2. L'originalité

L'originalité de notre étude a été, d'une part, d'identifier les leviers de structure influant sur la texture des suspensions et, d'autre part, de les maîtriser afin d'étudier le triptyque structure / rhéologie / perception sensorielle.

Pour cela, deux types de milieux ont été étudiés : les milieux dits réels, les purées de pommes et poires, et les milieux dits modèles, fabriqués à partir de gel d'alginate broyé. Parmi les milieux réels, on distingue les produits commerciaux et les produits reconstitués, dont la structure a été maîtrisée. Les milieux modèles ont été synthétisés dans le but d'avoir une plus grande maîtrise des paramètres de structure que pour les milieux réels, afin d'aller plus loin dans la compréhension de l'influence de la structure sur les propriétés rhéologiques et sensorielles des suspensions. Ces milieux ont été développés avec le souci de rester proche, instrumentalement et sensoriellement, des milieux réels. Tout au long de l'étude, ils ont ainsi été confrontés aux purées de fruits afin d'en établir les avantages et les limites.

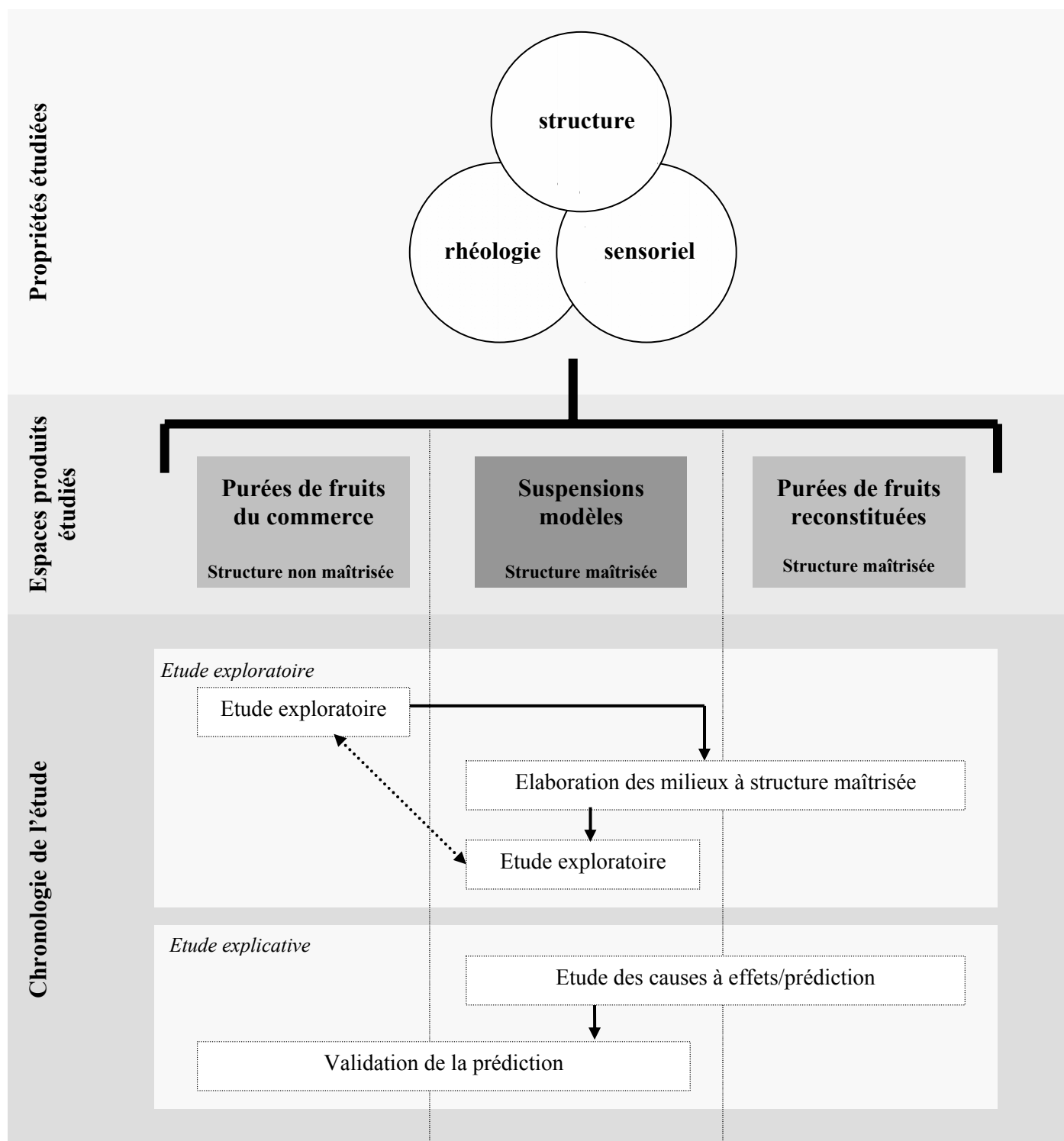


Figure 24 : Schéma de la stratégie de notre étude

3. La démarche

Notre travail s'est articulé autour de deux parties principales (Figure 24). La première a consisté en une étude exploratoire. Elle a eu pour but la mise en place de la partie suivante avec le choix des différents paramètres d'étude ainsi que l'élaboration des milieux. La deuxième a ensuite consisté en une étude explicative des causes à effets des différents paramètres de structure sur les propriétés rhéologiques et sensorielles. Elle a également permis de fournir un modèle de prédiction de la perception sensorielle des différents milieux par des mesures instrumentales.

3.1. L'étude exploratoire et la mise en place de l'étude explicative

La première partie de notre étude a été de type exploratoire. Elle a permis de mettre en place les différents milieux d'étude, d'observer les corrélations éventuelles entre facteurs, instrumentaux et sensoriels, et enfin de sélectionner les paramètres structuraux, rhéologiques et sensoriels les plus pertinents.

La première étape de cette étude a été la caractérisation de produits proposés sur le marché. Elle s'est basée sur la caractérisation d'un espace produits large de façon à accéder à une très grande diversité de textures. Un éventail large de paramètres instrumentaux, à la fois structuraux, physico-chimiques et rhéologiques, issus de mesures directes ou de modèles ajustés, a été mis en oeuvre dans le but de pouvoir décrire de la façon la plus exhaustive possible cet espace produits. Les corrélations entre variables ont alors été interprétées afin d'aboutir à une sélection de paramètres instrumentaux pertinents pour la suite de l'étude, dans le sens où chaque paramètre devait apporter de l'information. La technique d'analyse sensorielle adoptée a été le profil Flash afin d'aboutir à une vision synthétique de l'ensemble des différences existant sur cet espace produits.

A partir des résultats précédents, deux espaces produits à structure maîtrisée, les purées de fruits reconstituées et les suspensions modèles, ont été élaborés. Notre objectif a été de faire varier indépendamment les différents facteurs de structure sélectionnés et ainsi de pouvoir construire les produits selon un plan d'expériences, tout en restant cohérents avec la structure des produits commerciaux.

A l'issue de cette mise au point, la rhéologie et la perception sensorielle des milieux modèles ont été confrontées à l'espace produits du commerce. Une démarche de caractérisation similaire aux purées de fruits du commerce a ainsi été adoptée. Cette étude a aussi permis de sélectionner, pour cet espace produits, les paramètres et descripteurs rhéologiques les plus pertinents pour la suite de l'étude, de la même façon que pour les purées de fruits du commerce.

3.2. Une étude explicative des causes à effets et de prédiction

La deuxième partie de notre étude a permis d'approfondir les observations de l'étude précédente et d'établir des relations de causes à effets. Elle a également abouti à l'établissement de modèles de prédiction de la perception sensorielle des deux types de milieux par des mesures instrumentales simples.

En se basant sur les résultats de la première partie, cette étude ne s'est consacrée qu'aux facteurs de structure identifiés comme influents sur la texture, ainsi qu'aux paramètres rhéologiques et aux descripteurs sensoriels identifiés comme les plus pertinents. Les expériences concernant aussi bien les purées de fruits reconstituées que les suspensions modèles, ont été construites selon un plan d'expériences central composite. Le niveau d'influence de chaque facteur de structure en présence des autres a ainsi pu être évalué, et les interactions entre facteurs ont pu être mises en évidence. Les variations des différents paramètres rhéologiques et descripteurs sensoriels en fonction des facteurs de structure ont été établies à l'aide de la méthode des surfaces de réponses. L'évaluation sensorielle a été réalisée, cette fois, avec un panel entraîné sur des notions descriptives consensuelles de façon à pouvoir interpréter sans équivoque les résultats.

Partie 3 : Produits et méthodes de caractérisation

Chapitre I : Les produits	p84
Chapitre II : Méthodes de caractérisation structurale et physico-chimique	p90
Chapitre III : Méthodes de caractérisation rhéologique	p102
Chapitre IV : Méthodes de caractérisation sensorielle	p114
Chapitre V : Méthodes statistiques	p121

L'objectif de cette partie est de décrire les produits, le matériel ainsi que les différentes méthodes utilisées lors de notre étude. Elle présente donc les produits commerciaux et les matières premières ayant servi à l'élaboration des milieux à structure maîtrisée. Elle décrit également l'ensemble des méthodes de caractérisation structurale, rhéologique et sensorielle ainsi que les différents outils statistiques utilisés.

La dicriminabilité et la répétabilité de chacune des méthodes appliquées à un espace produits restreint (5 produits réels et 5 suspensions modèles) ont systématiquement été vérifiées, grâce à 5 répétitions par mesure instrumentale (structurale et rhéologique) et 3 répétitions par mesure sensorielle (pour le profil classique uniquement). Le détail des résultats ne sera pas présenté.

Chapitre I : Les produits

Deux types de suspensions ont été étudiés : des milieux réels (les purées de fruits) et des milieux fabriqués (les suspensions dites modèles). L'étude des milieux réels a été abordée de deux façons différentes. La première façon consiste en une simple caractérisation des produits du commerce. Pour cela, un espace produits très large et représentatif de la diversité du marché a été constitué. La deuxième façon consiste en la compréhension des conséquences des facteurs de structure sur la texture et donc par la manipulation et la reconstitution des produits. Dans ce cas, des purées de fruits ont été reconstituées avec des paramètres de structure maîtrisés dans du sérum standardisé : du jus de pommes. Ce même sérum a pu alors être utilisé pour la fabrication des suspensions modèles. Ce dernier espace produits a été fabriqué à partir de particules de gel d'alginate broyé.

1. Présentation des produits

1.1. Les purées de fruits du commerce

Un espace produits très large, composé de 49 purées de fruits dont 32 purées de pommes, 5 purées de poires et 12 purées de pommes et poires (Tableau 5), a été constitué dans le but d'accéder à des structures et des textures très diversifiées. 36 compotes du rayon épicerie, 10 petits pots pour bébés et 3 compotes à boire (snacks conditionnés dans des gourdes) ont été achetés dans divers supermarchés. Certains de ces produits ont été enrichis par les fabricants en sucre, sirop de glucose, agent de texture (farines de guar et de caroube) ou bien en jus de pommes.

Tableau 5: Liste des 49 purées de pommes et poires du commerce et codes adoptés lors de l'étude. ¹ compotes achetées au rayon épicerie, ² petits pots pour bébés et ³ compotes à boire conditionnées dans des gourdes.

Blanc : purées de pommes. Gris clair : purées de pommes/poires. Gris foncé : purées de poires

	CODES
poires Andros ¹	1
poires Auchan ¹	2
poires bébé P'tits Fruits ²	3
poires Blédina ²	4
poires Nestlé ²	5
pommes 100% fruit Materne ¹	6
pommes 1er prix ¹	7
pommes Andros allégée ¹	8
pommes Andros ¹	9
pommes Auchan ¹	10
pommes Baby Food ²	11
pommes Blédina ²	12
pommes Carrefour ¹	13
pommes Cora ¹	14
pommes Corpom ¹	15
pommes Corrèze Conserves ¹	16
pommes Délia ¹	17
pommes Delvert ¹	18
pommes Dia ¹	19
pommes ED ¹	20
pommes Favorit ¹	21
pommes groupe Auchan ¹	22
pommes Jam's ¹	23
pommes Jonker Fris ¹	24
pommes Le Cabanon ¹	25
pommes Leader Price ¹	26
pommes Materne à boire ³	27
pommes Materne allégée ¹	28
pommes Materne ¹	29
pommes Nestlé ²	30
pommes poires Andros ¹	31
pommes poires Blédina ²	32
pommes poires Carrefour ¹	33
pommes poires Champion ¹	34
pommes poires Compotine Blédina ²	35
pommes poires Cora ¹	36
pommes poires Cora ²	37
pommes poires Leader Price ¹	38
pommes poires Materne ¹	39
pommes poires miel Nestlé ²	40
pommes poires Solaya ¹	41
pommes poires Tante Jeanne ¹	42
pommes pom'pote Materne ³	43
pommes Pommes du Verger ¹	44
pommes SCATV ¹	45
pommes Solaya ¹	46
pommes St Mamet ³	47
pommes Tante Jeanne ¹	48
pommes Valade ¹	49

1.2. Les purées de fruits reconstituées

Ce deuxième espace produits est composé de purées reconstituées à partir de particules de fruits lavées et remises en suspension dans du jus de pommes.

Les particules de fruits sont issues de quatre purées de fruits, deux purées de pommes (pom 1 et pom 2) et deux purées de poires (poi 1 et poi 2), fournies en grande quantité par la société Blédina (Brive La Gaillarde), pour permettre de travailler toujours sur le même lot. Les purées pom 1, pom 2 et poi 2 ont été prélevées directement sur la ligne de production de l'usine. La purée poi 1 a été produite sur pilote, à partir de fruits riches en cellules pierreuses. Toutes les purées ont été conditionnées dans des barquettes en plastique de 500 g avant d'être congelées à -25°C pour la livraison.

Le jus de pommes utilisé pour constituer le sérum des purées reconstituées est un jus de pommes commercial dépectinisé (Réa), acheté sous forme de briques d'1L. Des contrôles réguliers à chaque changement de numéro de lot ont permis de vérifier la constance des valeurs du degré Brix (égal à 11). Du guar a également été utilisé dans certaines formulations pour épaissir le sérum reconstitué (gomme guar purifiée, Rhodia, matière sèche : 90% P/P). La dissolution de celui-ci a été réalisée sous agitation magnétique à 50°C pendant 30min, après avoir remis les particules en suspension dans le jus de pommes.

Le schéma général de reconstitution des purées de fruits est présenté en p172, après l'étude approfondie de l'ajustement des différents facteurs de structure dans le chapitre II de la partie 4.

1.3. Les suspensions modèles

Les suspensions dites modèles ont été fabriquées à partir de particules de gel d'alginate broyé, en suspension dans du jus de pommes.

1.3.1. Fabrication du gel d'alginate

Les alginates sont des macromolécules linéaires formées d'acide α L-guluronique (G) et d'acide β D-mannuronique (M), capables de gélifier en présence de l'ion calcium pour former un réseau dont la structure peut être modélisée par le schéma de la boîte à œufs. Ce polymère a été utilisé pour notre étude car il présente l'avantage de former des gels stables dans le temps et résistants à la température.

Les gels d'alginate ont été formés à partir d'une gélification calcique interne (Figure 25), avec de l'alginate de sodium (Algogel[®] 6021, Dégussa, matière sèche : 88,8% P/P), du dioxyde de titane (Eurovit[®] white 6, Warner Jenkinson Europe, matière sèche : 99,6% P/P) pour opacifier

légèrement la solution, du carbonate de calcium (Rectapur[®], Prolabo, matière sèche 100% P/P) et de l'acide acétique pur (Normapur[®], Prolabo).

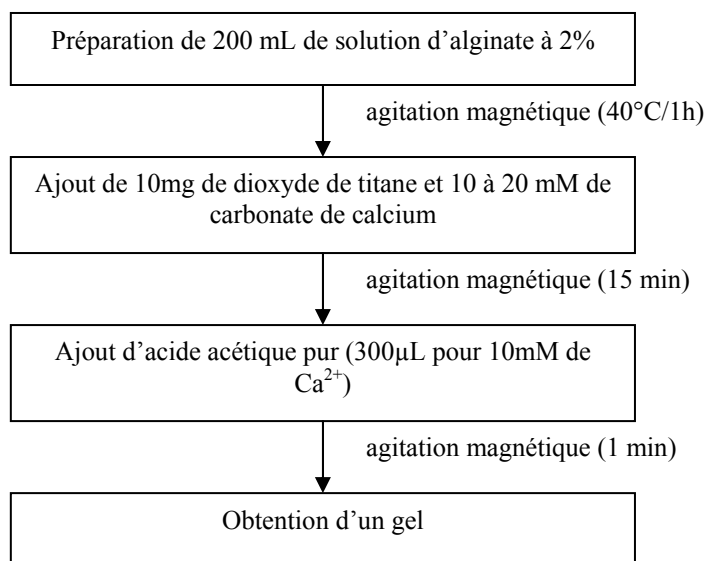


Figure 25 : Protocole de fabrication des gels d'alginate

1.3.2. Fabrication de la suspension

Le même jus de pommes commercial dépectinisé (Réa, 11°Brix) que pour les purées reconstituées a été utilisé pour la mise en suspension des particules de gel d'alginate. Après une nuit de repos, le gel d'alginate (200mL) a été cassé en morceaux dans 500 mL du jus de pommes enrichi en colorants alimentaires (Vahiné, E102, E122 et E131), puis broyé au mixeur de cuisine (Multiquick professional MR5550 CA, 600 Watts turbo, Braun). La suspension a été enfin centrifugée afin de récupérer les particules dans leur sérum et d'éliminer le surplus de jus de pommes. Comme pour les purées reconstituées, la phase continue a alors pu être épaissie en guar (gomme guar purifiée, Rhodia, matière sèche : 90% P/P), sous agitation magnétique à 50°C pendant 30 min.

Le schéma général de fabrication des suspensions modèles est présenté en p178, après l'étude approfondie de l'ajustement des différents facteurs de structure dans le chapitre II de la partie 4.

2. Conservation des produits

2.1. Les purées de fruits

Les purées de fruits du commerce, issues du rayon épicerie, ont pu être stockées à température ambiante. Les produits destinés à l'étude sensorielle ont été évalués dès l'ouverture de l'emballage. Les produits destinés à l'étude instrumentale ont été conservés, après ouverture de l'emballage, au congélateur (-25°C) dans des barquettes de 250 g de façon à pouvoir être réutilisés selon les besoins de l'étude.

Les quatre purées de fruits industrielles ont été livrées et donc conservées également congelées (-25°C).

La stabilité rhéologique après 4 congélations successives (nombre maximal de congélations ayant subi les produits lors de l'étude) de trois purées du commerce (codées 5, 12 et 16) a été contrôlée grâce à des mesures de viscosité apparente à 64 s^{-1} au bout de 10s η_{64-10s} (état du produit en écoulement) (p109), des mesures du module conservatif dans le domaine linéaire G'_l (état du produit au repos) (p104) ainsi que des mesures de la contrainte seuil en sortie de linéarité σ_{sl} (état intermédiaire) (p106). Les résultats de deux répétitions par mesure ont été traités par Analyse de la Variance, au seuil de 5 % (p123). Le Tableau 6 présente les probabilités associées au F de Fisher.

Tableau 6: Résultats de l'ANOVA sur les produits codés 5, 12 et 16. On teste l'effet produits et l'effet congélations (4 congélations successives) sur 3 paramètres rhéologiques. Le tableau indique les probabilités (p) associées au F de Fischer.

Paramètres	Effet produits	Effet congélations
η_{64-10s} (mPa.s)	<0,0001	0,42
G'_l (Pa)	<0,0001	0,31
σ_{sl} (Pa)	<0,0001	0,18

L'effet produits est significatif ($p < 0,05$), ce qui signifie que les produits sont différents. En revanche, aucun effet significatif n'est observé concernant le facteur congélation. Les congélations successives n'ont donc pas d'incidence mesurable sur les paramètres rhéologiques mesurés. Les produits ont été décongelés (p89) et recongelés selon les besoins de l'étude.

2.2. Les suspensions modèles

Des essais de congélation et de séchage ont été réalisés de façon à vérifier s'il était possible de stocker les suspensions fabriquées le temps de notre étude. Or de tels traitements abîment irrémédiablement les particules de gel. Les suspensions modèles ont donc été fabriquées au fur et à mesure de leur étude et conservées au réfrigérateur (3°C) au maximum une semaine.

3. Utilisation des produits

Les échantillons ont été étudiés à température ambiante ($23^{\circ}\text{C}\pm 1$) afin d'éviter tout biais lié à la température, et notamment au problème de maintien des échantillons à une température basse lors de l'évaluation sensorielle. Les produits congelés (purées de fruits uniquement) ont donc été décongelés une nuit au réfrigérateur (3°C). Les produits réfrigérés (suspensions modèles comprises) ont ensuite été sortis à température ambiante au moins une demi-heure avant leur utilisation.

Lors d'un temps de repos assez long, une séparation de phase peut se produire pour les suspensions à grosses particules (supérieures à $100\mu\text{m}$), avec une sédimentation des particules et l'apparition d'une fine couche de sérum à la surface. Tous les échantillons ont donc été systématiquement homogénéisés avant chaque expérimentation, par agitation douce à la cuillère.

Chapitre II : Méthodes de caractérisation structurale et physico-chimique

Des mesures instrumentales simples ont été mises en place pour caractériser la structure et la physico-chimie des suspensions étudiées. Elles concernent le produit dans sa globalité, ou bien sont spécifiques de chacune des phases qui le constituent : les particules ainsi que le sérum.

18 paramètres ont ainsi été sélectionnés pour caractériser la structure, non maîtrisée, des purées de fruits du commerce (Tableau 7). La séparation des particules de fruits (la pulpe) de leur sérum s'est effectuée par centrifugation (p91). Pour les purées de fruits reconstituées, seulement quatre paramètres de structure parmi la liste initiale ont été étudiés : le pourcentage de pulpe (*pulpe*), le pourcentage de cellules pierreuses (*%pierreux*), la proportion des plus grosses particules sur les plus petites (*proportion*) ainsi que la viscosité apparente du sérum à 64s^{-1} ($\eta_{\text{sérum}}$).

Les suspensions modèles ont permis d'accéder à deux grandeurs structurales importantes dans la caractérisation des suspensions : la fraction volumique (ϕ) et la fermeté des particules (*fermeté*), en plus de la proportion des plus grosses particules sur les plus petites (*proportion*) et de la viscosité apparente du sérum à 64s^{-1} ($\eta_{\text{sérum}}$).

Tableau 7 : Liste des 20 paramètres structuraux et physico-chimiques sélectionnés pour caractériser la structure des suspensions étudiées. PC : purées du commerce, PR : purées reconstituées, SM : suspensions modèles

	Description	Codes	PC	PR	SM
Mesures liées à la composition	Fraction volumique	ϕ			x
	Pourcentage de pulpe (% P/P)	pulpe	x	x	
	Pourcentage de cellules pierreuses (% P/P)	%pierreux	x	x	
	Pourcentage d'insolubles secs (% P/P)	WIS	x		
	Matière sèche de la purée (% P/P)	MS _{purée}	x		
	Matière sèche du sérum (% P/P)	MS _{sérum}	x		
	Densité de la purée	densité	x		
	Degré Brix	Brix	x		
Mesures granulométriques	Diamètre au pic 1 (μm)	pic1	x		
	Diamètre au pic 2 (μm)	pic2	x		
	$D_{0,9} - D_{0,1}$ (μm)	étalement	x		
	Pourcentage volumique au pic 1 (%V/V)	vol1	x		
	Pourcentage volumique au pic 2 (%V/V)	vol2	x		
	% volumique.diamètre au pic 1	VD1	x		
	% volumique.diamètre au pic 2	VD2	x		
	Proportion du pic 2/ pic1	proportion	x	x	x
Mesures rhéologiques	Fermeté du gel (Pa)	fermeté			x
	Viscosité apparente du sérum à 64 s^{-1} (mPa.s)	$\eta_{\text{sérum}}$	x	x	x
	Indice de comportement du sérum	$n_{\text{sérum}}$	x		
	Indice de consistance du sérum (mPa.s ⁿ)	$K_{\text{sérum}}$	x		

1. Mesures propres aux purées de fruits

1.1. Pourcentage de pulpe

180 g de purée de fruits ont été centrifugés avec la centrifugeuse SIGMA 3K 12 (Bioblock Scientific) à 5000g pendant 1h30. La centrifugation a permis de tasser les particules de fruits et ainsi de séparer la pulpe du sérum (Figure 26).

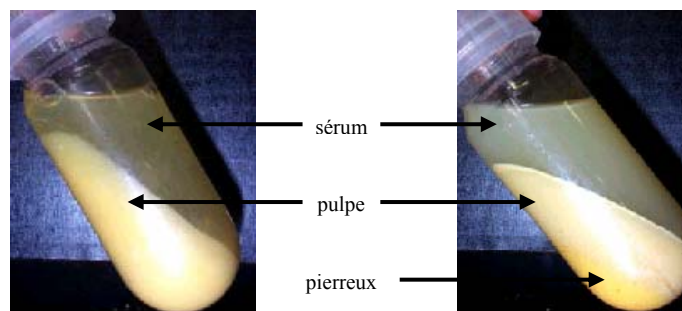


Figure 26: Photo d'une purée de pommes (à gauche) et d'une purée de poires (à droite) après centrifugation (5000 g pendant 1h30).

Le pourcentage de pulpe a été calculé selon l'équation :

$$\text{pulpe} = \frac{\text{masse du culot}}{\text{masse de purée initiale}} \cdot 100$$

L'étude antérieure qui a mis au point ce protocole (Lorenzo, 2001) a également montré qu'à 5000g, un tassement limite des particules était atteint au bout d'1h30 (Figure 27), sans endommagement des particules.

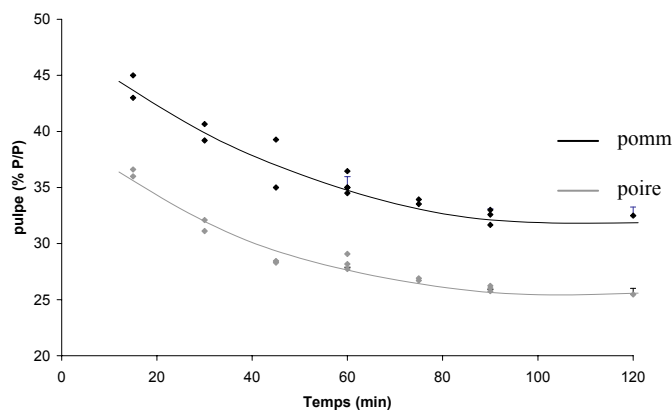


Figure 27 : Influence du temps de centrifugation (à 5000g) sur la valeur du pourcentage de pulpe pour deux purées de pommes et poires (Lorenzo, 2001)

Ces résultats ont été confirmés avec nos produits.

1.2. Pourcentage de pierreux

Les purées de poires contiennent des cellules pierreuses qui sont des amas de cellules scléreuses, enrobées de cellules de parenchyme (Figure 28).

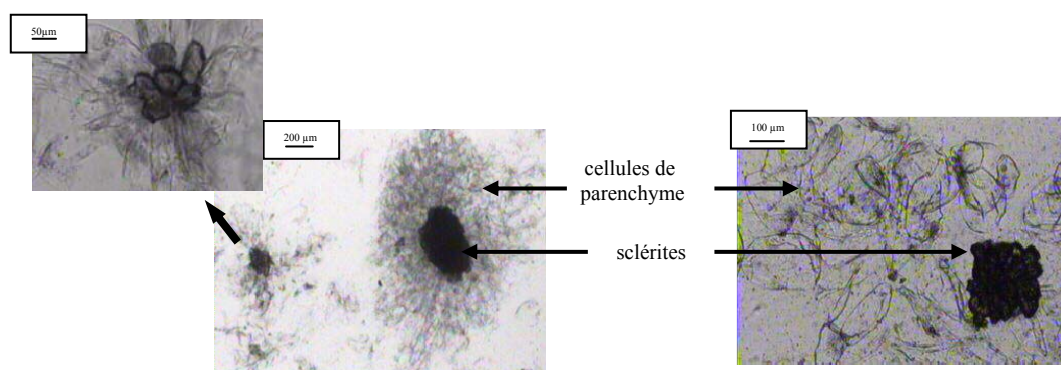


Figure 28 : Photos prises au microscope optique d'une purée de poires. A gauche, poi 1 native avec un zoom effectué sur un amas de cellules pierreuses. A droite, poi 1 broyée (5 min)

Le broyage des purées de poires a permis d'isoler, sans les abîmer, les cellules pierreuses, en les débarrassant des cellules de parenchyme. Le Thermomix (Vorwerk) (vitesse 7 pendant 5 min) a été utilisé pour broyer de gros volumes de produits (1kg pour les purées industrielles) et l'ultraturax (Polytron pT 3000) (10000 rpm pendant 1 min) pour les petits volumes de produits (180g pour les purées du commerce). Lors de la centrifugation à 5000g pendant 1h30, les cellules pierreuses, plus denses que les cellules de parenchyme, forment une couche jaunâtre au fond du culot (Figure 26).

On calcule ainsi le pourcentage de pierreux pour les purées de poires :

$$\% \text{ pierreux} = \frac{\text{masse de couche jaunâtre}}{\text{masse de purée initiale}} \cdot 100$$

1.3. Matière sèche

La matière sèche (MS) est déterminée de la même manière pour les purées et pour leur sérum. 2 à 3 g de produit sont placés à l'étuve (103°C) pendant 24h. Le pourcentage de matière sèche est obtenu par le rapport des masses de l'échantillon avant et après passage à l'étuve :

$$MS_{\text{purée}} = \frac{\text{masse de produit après passage à l'étuve}}{\text{masse de purée avant passage à l'étuve}} \cdot 100$$

$$MS_{\text{sérum}} = \frac{\text{masse de sérum après passage à l'étuve}}{\text{masse de sérum avant passage à l'étuve}} \cdot 100$$

1.4. Pourcentage d'insolubles secs

Le pourcentage de WIS (Water Insoluble Solids) correspond au pourcentage de fibres insolubles, constitutives des parois végétales des particules de fruits. Si on suppose que le volume de ces parois est négligeable, on peut calculer le pourcentage de WIS par la différence des pourcentages de matière sèche de la purée et du sérum :

$$WIS = MS_{\text{purée}} - MS_{\text{sérum}}$$

Cette méthode de calcul donne des résultats comparables à ceux de la méthode officielle AOAC 911.02 (Lorenzo, 2001) mais présente l'avantage d'être plus rapide. La méthode officielle consiste à laver plusieurs fois sur filtre le culot de centrifugation des purées de fruits afin d'éliminer les particules solubles, entraînaables par l'eau, et à effectuer un séchage à 100°C pendant 2h.

1.5. La densité

La densité des purées est évaluée par le rapport de la masse d'un certain volume de purée sur la masse d'un volume d'eau équivalent. La mesure est réalisée dans des pots en plastique d'environ 40 mL remplis à ras bord.

$$\text{densité} = \frac{\text{masse de purée}}{\text{masse d'eau contenue dans un volume équivalent}}$$

1.6. Le degré Brix

Le degré Brix des purées est mesuré au réfractomètre (Atago 3T, Japon). Il indique la concentration équivalente en saccharose et varie avec la teneur en matière soluble du milieu.

2. Mesures propres aux suspensions

modèles

2.1. La fraction volumique

Un gel de 200 mL a systématiquement été utilisé pour la fabrication des suspensions. On a vérifié que son volume restait constant, même après une nuit dans du jus de pommes, autorisant ainsi les calculs de fraction volumique. Le gel a été broyé dans 500 mL de jus de pommes. La suspension obtenue, soit 700mL mis en œuvre, a été centrifugée à 5000g avec la centrifugeuse Sorvall (superT21) pour éliminer le surplus de jus de pommes. Les culots de centrifugation ainsi récupérés sont composés à la fois de particules de gel tassées et de jus de pommes. Le schéma de fabrication des suspensions est présenté p178.

Un bilan de matière a montré, que le volume de la suspension réellement centrifugée ($V_{\text{suspension centrifugée}}$) pouvait varier de 684 à 698 mL (au lieu de 700mL), correspondant ainsi à une perte moyenne de $1,3\%V/V \pm 0,7$. Ce volume réel a alors été pris en compte dans le calcul de fraction volumique des culots :

$$\phi = \frac{V_{\text{particules}}}{V_{\text{culot}}} = \frac{200 \cdot V_{\text{suspension centrifugée}}}{700}$$

Un culot dont le volume est plus important correspondra donc à une valeur de fraction volumique de gel broyé plus faible. La Figure 29 permet d'illustrer cette observation, à partir de deux gels de fermeté différente (gel 2 plus ferme que gel 1).

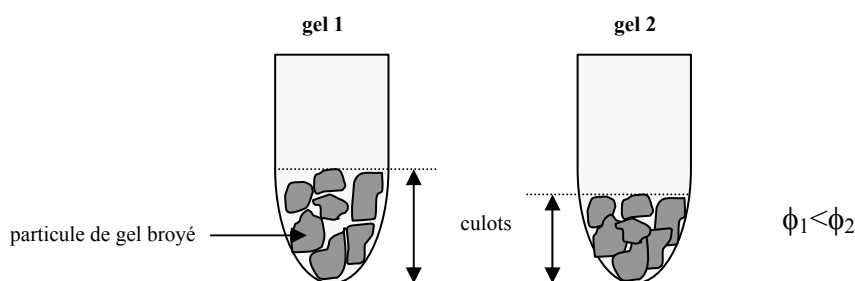


Figure 29 : Illustration de culots issus de la centrifugation de deux suspensions (même volume de phase continue et de phase dispersée) fabriquées à partir de 2 gels de fermeté différente (gel2 plus ferme que gel1)

Pour le même volume de gel, le volume du sérum interstitiel étant plus faible dans le culot du deuxième pot que dans le culot du premier pot, la valeur de la fraction volumique 2 est plus élevée que celle de la fraction volumique 1.

Le culot de centrifugation a alors servi de base à la fabrication des suspensions modèles par ajout de surnageant pour atteindre la fraction volumique souhaitée.

2.2. La fermeté du gel d'alginate

La fermeté des gels d'alginate utilisés pour la fabrication des suspensions modèles a été mesurée de deux façons différentes. La première a consisté en un test de compression. Cette technique a pu être appliquée sur des gels assez fermes car elle nécessite une certaine tenue des échantillons. La deuxième technique a consisté à mesurer le module conservatif G' au cours de la formation du gel. Cette technique a présenté l'avantage de pouvoir être appliquée sur les gels les moins fermes (qui avaient tendance à s'affaisser).

2.2.1. Les mesures de compression

Les essais de compression au TA-XT2i ont été réalisés en conditions lubrifiées (avec de l'huile de paraffine) sur des cylindres de gel de 10mm de diamètre et 10mm de hauteur. Le corps de mesure utilisé est un cylindre en plexi de 24 mm de diamètre, descendant à la vitesse de $0,5 \text{ mm.s}^{-1}$ sur une distance d'1mm. Le module d'Young apparent E (en Pa) a été calculé selon l'équation :

$$E = \frac{\frac{F}{S}}{\frac{\Delta L}{L_0}}$$

où F est la force (en N), S est la section (en m^2), L_0 est la hauteur initiale du cylindre de gel et ΔL la distance de la compression.

2.2.2. Les mesures du module conservatif G'

Les mesures du module G' ont été réalisées en fonction du temps, au rhéomètre RFSII équipé de deux cylindres coaxiaux ($R_e = 38,6\text{mm}$, $R_i = 32\text{mm}$, entrefer $1,6\text{mm}$, $h = 33,4\text{mm}$) (Figure 30).

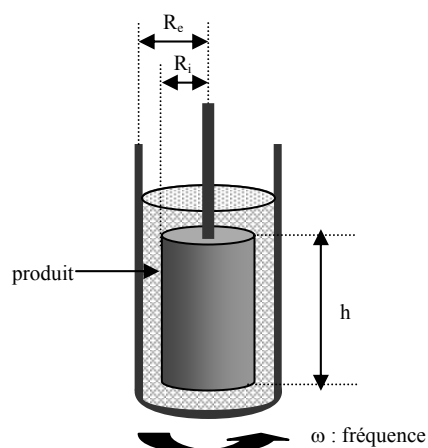


Figure 30 : Corps de mesure à cylindres coaxiaux utilisé pour la mesure de la fermeté des gels d'alginate au RFSII

Elles ont été réalisées à la fréquence de 1rad.s^{-1} , à la déformation de 0,5% et à 25°C (système thermostaté). L'acide acétique a été ajouté à la solution d'alginate juste avant la mesure et le mélange a directement été coulé dans le cylindre extérieur du corps de mesure. Les mesures ont démarré une fois le cylindre intérieur installé et la solution recouverte d'huile de paraffine, afin d'éviter toute évaporation. Les mesures ont duré 15h, temps de repos minimum du gel avant son broyage dans le jus de pommes. Pour chacune des courbes tracées, il a été vérifié qu'un plateau était atteint et qu'aucune évolution sensible de rigidité des gels n'était mesurable (Figure 31).

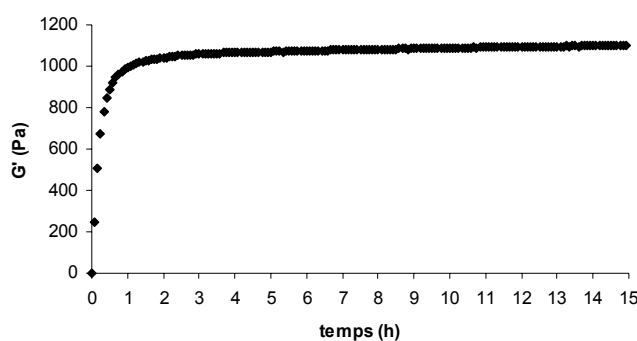


Figure 31 : Exemple de courbe de G' en fonction du temps pour un gel d'alginate de concentration en calcium égale à 15mM

3. Mesures communes aux purées de fruits et aux suspensions modèles

3.1. Les mesures granulométriques

Les mesures ont été réalisées au granulomètre laser (MasterSizer Malvern Instruments X) dans de l'eau distillée avec une focale (1m) permettant de mesurer des particules de diamètre compris entre 0 et 2000 μm . La mesure a été réalisée dans de l'eau. Des essais n'ont montré aucune différence avec les résultats obtenus dans une solution sucrée à 11%P/P. La taille des particules étant importante (supérieure à 10 μm), l'indice de réfraction utilisé n'influence pas non plus le résultat de la mesure.

Toutes les purées de fruits étudiées présentent le même profil de granulogramme (Figure 32), avec un pic dans les faibles diamètres (pic 1) et un autre dans les plus gros diamètres (pic 2). La première population de particules correspondrait à des cellules végétales individualisées et la deuxième à des amas de cellules.

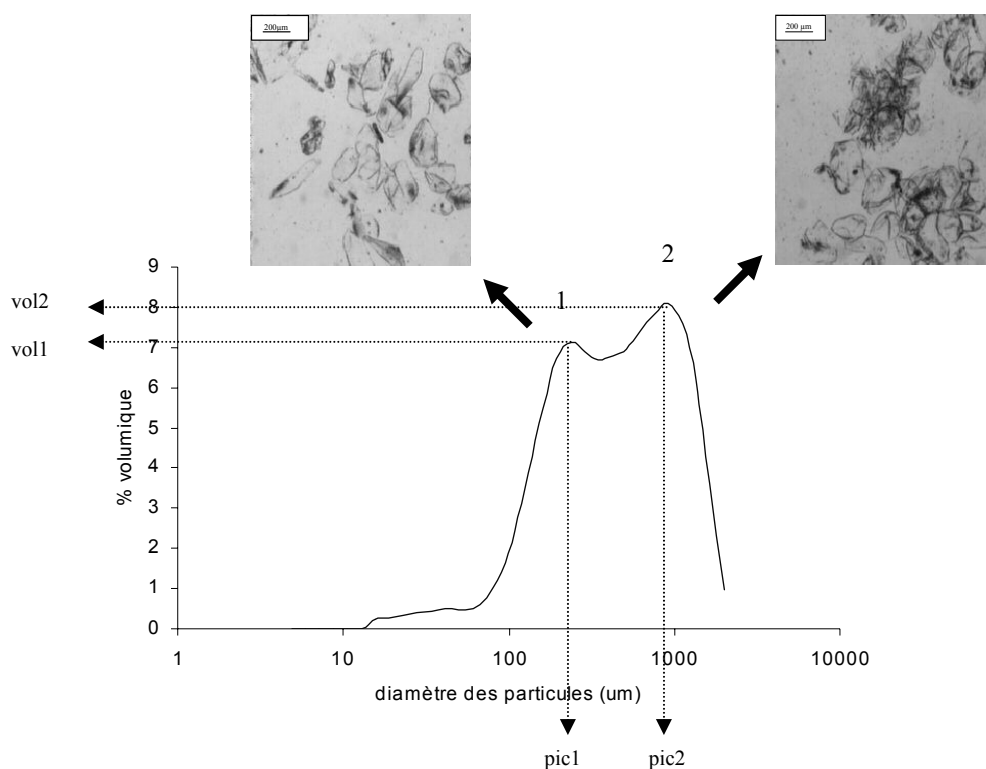


Figure 32: Exemple de granulogramme type obtenu pour une purée de pommes. Présence systématique de deux populations de particules (1 et 2).

Plusieurs paramètres ont été sélectionnés pour caractériser la granulométrie de ces suspensions :

- le diamètre au pic 1 (*pic1*)
- le diamètre au pic 2 (*pic2*)
- le pourcentage volumique au pic 1 (*vol1*)
- le pourcentage volumique au pic 2 (*vol2*)
- le diamètre au pic 1 pondéré de son pourcentage volumique ($VD1 = vol1 \cdot pic1$)
- le diamètre au pic 2 pondéré de son pourcentage volumique ($VD2 = vol2 \cdot pic2$)
- la proportion du pic 2 sur pic 1, qui correspond au rapport des pourcentages volumiques ($proportion = vol2 / vol1$)
- l'étalement de la distribution en taille, qui correspond à la différence interfractile $D_{0,9} - D_{0,1}$ (*étalement*). 10% des particules ont un diamètre inférieur au diamètre appelé $D_{0,1}$ et 90% des particules ont un diamètre inférieur au diamètre appelé $D_{0,9}$.

Certaines purées, très fines, n'ont qu'un seul pic, dans les faibles diamètres. Lors du traitement des données, pour éviter toute donnée manquante, la même valeur de diamètre et de pourcentage volumique a été attribuée aux variables concernant le pic 2 et le pic 1. La proportion du pic 2/ pic 1 est alors égale à 0.

L'étude granulométrique des suspensions modèles a été reportée en p174. Les suspensions broyées 30s présentent un seul pic centré autour de 1200 μ m, et celles broyées 3 min autour de 180 μ m. Les formules bimodales ont alors pu être constituées grâce au mélange de ces deux suspensions. Seul, le paramètre *proportion* a été étudié pour ce type de milieu.

3.2. La viscosité du sérum

Le sérum des purées de fruits est constitué d'eau, de sucre et de pectines solubles. La viscosité du sérum est fonction à la fois de la quantité des pectines, de leur nature et du taux de sucre. Un travail d'analyse direct sur les pectines du sérum n'ayant pu être mené par manque de temps, seules des mesures de viscosité ont été réalisées, permettant de prendre en compte les

effets des différents constituants. Les mesures ont été réalisées au viscosimètre Rheomat 30, avec le corps de mesure MS0 dont le double entrefer ($R_2/R_1=R_4/R_3=1,2$) permet d'accroître la sensibilité de la mesure (Figure 33). Toutes les mesures ont été réalisées à 25°C, le corps de mesure étant immergé dans un bain thermostaté.

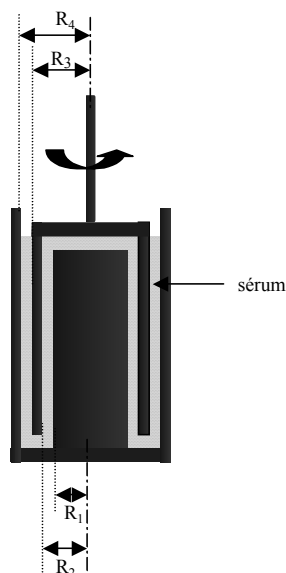


Figure 33 : Corps de mesure à double entrefer utilisé pour la mesure de la viscosité du sérum des purées de fruits au Rhéomat 30

Un gradient de vitesses a été imposé manuellement point par point. La vitesse initiale a varié de 1,5 à 60 s^{-1} selon la sensibilité de lecture de l'appareil pour chacun des sérums. La vitesse finale a été de 680 s^{-1} . Les courbes d'écoulement (viscosité apparente (η_{app}) en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$) ont alors été représentées en échelle logarithmique (Figure 34).

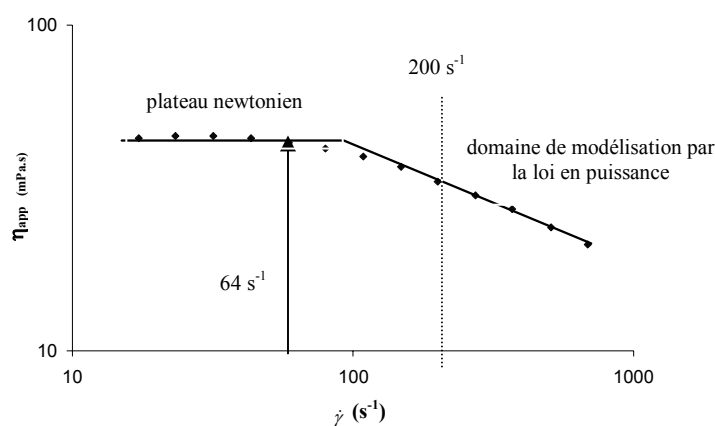


Figure 34 : Exemple de représentation de la viscosité apparente du sérum des purées de fruits en fonction de la vitesse de cisaillement

La valeur de la viscosité à 64 s^{-1} a permis de caractériser le niveau de viscosité dans la zone newtonienne. Cette vitesse, qui correspond dans certains cas à l'entrée du plateau newtonien (Figure 34), a néanmoins été choisie pour des raisons de commodité. D'une part, pour certains sérums très fluides, la mesure ne devenait sensible qu'à partir de 60 s^{-1} et d'autre part, cette vitesse de cisaillement a également été choisie pour caractériser les purées (p109). La valeur de la viscosité apparente correspondante a alors pu permettre le calcul de la viscosité relative.

La partie linéaire descendante de la courbe (de 200 à 680 s^{-1}) a été modélisée par l'équation empirique dite loi en puissance (ou relation d'Ostwald de Waele) :

$$\eta_{app} = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$$

où K est l'indice de consistance (mPa.s^n) et n l'indice de comportement. $K_{sérum}$ et $n_{sérum}$ ont ainsi permis de caractériser le comportement rhéofluidifiant du sérum.

La viscosité des suspensions modèles a été maîtrisée grâce à l'ajout de guar directement dans la suspension dont la fraction volumique a été ajustée (p177). Les particules de gels étant très peu compressibles, le sérum n'a pu être séparé des particules de gel par centrifugation. La valeur de la viscosité réelle du sérum n'a pu être par conséquent mesurée. La viscosité du jus de pommes seul, enrichi en guar, a servi de référence.

Chapitre III : Méthodes de caractérisation rhéologique des suspensions

Les mesures rhéologiques, appliquées à la fois aux purées de fruits et aux suspensions modèles, ont été réalisées aux faibles déformations pour caractériser l'état des produits au repos (viscoélasticimétrie) puis aux grandes déformations, pour caractériser leurs propriétés d'écoulement (viscosimétrie). Le seuil d'écoulement marque la limite entre ces deux domaines. Ces méthodes rhéologiques fondamentales ont également été complétées par une approche empirique de rétro-extrusion. Au total, 25 paramètres rhéologiques ont été extraits (Tableau 8).

Tableau 8: Liste des 25 paramètres rhéologiques

	description	codes
Viscoélasticité	G' dans le domaine linéaire à 1 rad.s^{-1} (Pa)	G'_1
	Pente du spectre de G' en fonction de la fréquence (Pa.s)	Pente G'
	$\tan \delta = G''/G'$ à $0,1 \text{ rad.s}^{-1}$	$\tan \delta_{0,1}$
	$\tan \delta = G''/G'$ à 1 rad.s^{-1}	$\tan \delta_1$
	$\tan \delta = G''/G'$ à 10 rad.s^{-1}	$\tan \delta_{10}$
	Viscosité complexe à $0,1 \text{ rad.s}^{-1} = \sqrt{G''^2 + G'^2}/0,1$ (Pa.s)	$\eta^*_{0,1}$
	Viscosité complexe à $1 \text{ rad.s}^{-1} = \sqrt{G''^2 + G'^2}/1$ (Pa.s)	η^*_1
	Viscosité complexe à $10 \text{ rad.s}^{-1} = \sqrt{G''^2 + G'^2}/10$ (Pa.s)	η^*_{10}
	Indice de comportement complexe	n^*
	Indice de consistance complexe (Pa.s ⁿ)	K^*
Seuil d'écoulement	Contrainte seuil en sortie du domaine linéaire de G' (Pa)	σ_{sl}
	Déformation seuil en sortie du domaine linéaire de G' (%)	γ_{sl}
	Contrainte seuil à la rupture du réseau en statique (Pa)	σ_{ss}
	Déformation seuil à la rupture du réseau en statique	γ_{ss}
Ecoulement	Viscosité apparente à 64 s^{-1} au bout de 10 s (mPa.s)	η_{64-10s}
	Viscosité apparente à 64 s^{-1} au bout de 120 s (mPa.s) (<i>suspensions modèles uniquement</i>)	$\eta_{64-120s}$
	Viscosité apparente à 64 s^{-1} au cours du balayage en vitesses de cisaillement (mPa.s)	η_{64}
	Viscosité apparente à 300 s^{-1} au cours du balayage en vitesses de cisaillement (mPa.s)	η_{300}
	Indice de comportement lors de l'augmentation de la vitesse de cisaillement	n_{aller}
	Indice de consistance lors de l'augmentation de la vitesse de cisaillement (mPa.s ⁿ)	K_{aller}
	Indice de comportement lors de la diminution de la vitesse de cisaillement	n_{retour}
	Indice de consistance lors de la diminution de la vitesse de cisaillement (mPa.s ⁿ)	K_{retour}
Rétro-extrusion	Viscosité relative à 64 s^{-1}	$\eta_{\text{rel}64}$
	Valeur de la force au plateau moyen (N)	Plateau
	Périmètre de la courbe	Périmètre

1. Viscoélasticimétrie et seuil d'écoulement

Le caractère viscoélastique des produits a été mesuré par un test non destructif d'oscillations de faible amplitude.

1.1. Le matériel

Le matériel utilisé est le rhéomètre Rheometrics RFSII, équipé d'un système à ailette 4 pales, et à entrefer large ($R_i=6\text{mm}$, $R_e=16,8\text{mm}$, entrefer= $10,2\text{ mm}$, $h=20\text{mm}$) (Figure 35).

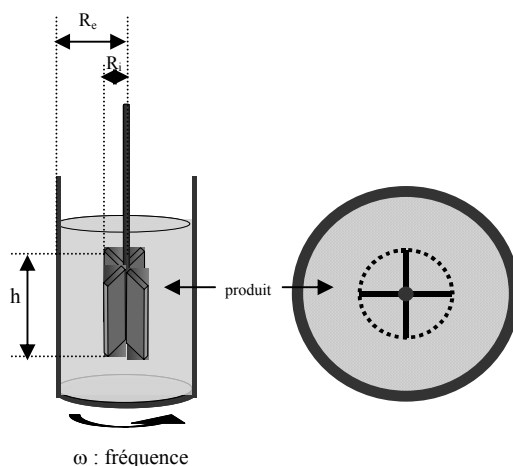


Figure 35 : Schéma du système à ailette. À gauche : vue d'ensemble. À droite : vue de dessus.

La géométrie à ailette présente l'avantage de peu perturber la structure du produit lors de l'installation de l'ailette. Lors de la mesure, elle est assimilée à une géométrie à cylindres coaxiaux et des essais sur d'autres types de produits de même niveau de consistance (gels cosmétiques) ont montré une bonne correspondance des résultats issus d'une telle géométrie avec ceux issus d'une géométrie standard cône-plan. De plus, l'utilisation d'un entrefer large ($R_e/R_i > 1,1$) pour l'étude au repos des suspensions à grosses particules semblait approprié car elle a permis de s'affranchir des problèmes liés à la taille des particules relativement à la taille de l'entrefer (p40).

La température a été maintenue à 25°C grâce à une circulation d'eau, régulée par un bain thermostaté.

1.2. La mesure de linéarité

La mesure de linéarité a consisté à mesurer le module conservatif G' en fonction de la déformation. Un balayage a donc été effectué de 0,1 à 150% de déformation, à la fréquence de 1 rad.s^{-1} , après une première étape de mise en température du produit (25°C) pendant 3 min sans cisaillement. Cette mesure a permis de fournir la valeur de G'_l dans le domaine linéaire (Figure 36).

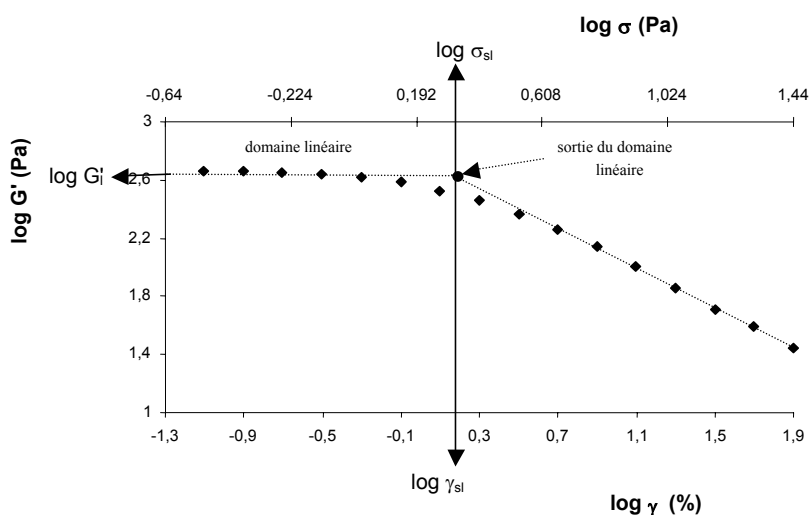


Figure 36 : Exemple de représentation de G' en fonction de la déformation γ et de la contrainte σ , à la vitesse d'oscillation de 1 rad.s^{-1}

Cette expérience a également permis de calculer le seuil d'écoulement en sortie du domaine linéaire (σ_{sl}) (p106).

1.3. La mesure du spectre

Après une première étape de mise en température du produit (25°C) pendant 3 min sans cisaillement, le module conservatif G' et le module de perte G'' ont été mesurés au cours d'un balayage en fréquence (ω), réalisé de 10 à $0,1 \text{ rad.s}^{-1}$, à la déformation de 0,1% (appartenant au domaine linéaire pour tous les produits) (Figure 37).

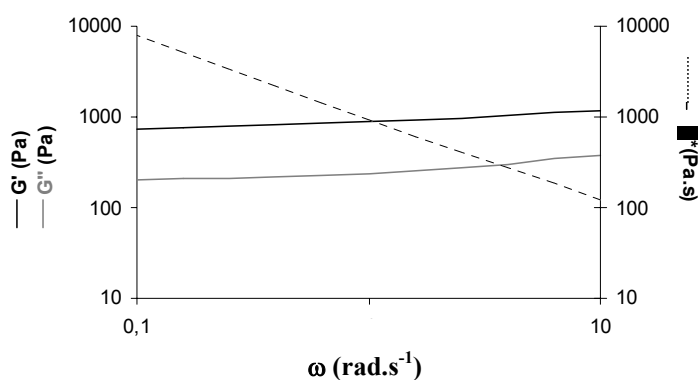


Figure 37 : Exemple de spectre de G' et G'' et de la viscosité complexe η^* en fonction de la fréquence d'oscillation, à la déformation de 0,1%

Plusieurs paramètres ont été extraits des résultats de cette expérience :

- La pente de la droite de G' en fonction de la fréquence (*pente* G')
- La tangente de l'angle de perte, à 10, 1 et 0,1 rad.s⁻¹ :

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

- La viscosité complexe, à 10, 1 et 0,1 rad.s⁻¹ :

$$\eta^* = \frac{\sqrt{G''^2 + G'^2}}{\omega}$$

- Les indices de consistance K^* et de comportement n^* complexes, issus de la modélisation de la viscosité complexe en fonction de la fréquence ω par la loi en puissance, entre 0,1 et 10 rad.s⁻¹ :

$$\eta^* = K^* \cdot \omega^{n^*-1}$$

1.4. Les mesures de seuil

Le seuil d'écoulement σ_s est la contrainte minimale à appliquer au produit pour observer son écoulement. Il a été déterminé par deux méthodes différentes : une mesure en régime harmonique, qui aboutit au seuil en sortie de linéarité, et la méthode dite Vane, qui aboutit à l'évaluation d'une valeur du seuil qualifié de statique.

1.4.1. Le seuil en sortie de linéarité

Le seuil en sortie de linéarité est issu de l'expérience de linéarité (Figure 36). Au cours du balayage en déformation, G' reste linéaire jusqu'à une certaine valeur de contrainte. Au-delà, le module devient dépendant de la déformation. Ce phénomène peut être interprété comme la conséquence de premières ruptures au sein du produit et la valeur de la contrainte seuil peut être assimilée à un seuil d'écoulement σ_{sl} . On la calcule à l'intersection des deux droites et on relève à la fois la valeur de la contrainte σ_{sl} et celle de la déformation correspondante, notée γ_{sl} .

1.4.2. Le seuil statique

Le seuil statique est issu d'une mesure de cisaillement à l'aide de la géométrie à ailette, à vitesse constante faible ($0,05 \text{ s}^{-1}$). Le corps de mesure opère une mise en tension du produit jusqu'à la rupture, qui correspond au maximum sur la courbe de la contrainte en fonction de la déformation (Figure 38). La contrainte au pic est notée σ_{ss} et la déformation correspondante γ_{ss} .

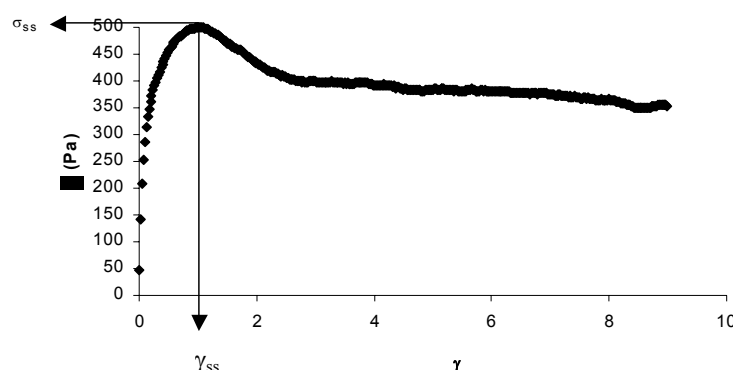


Figure 38 : Exemple de représentation de contrainte en fonction de la durée de rotation du système Vane à $0,05 \text{ s}^{-1}$

A titre de comparaison, on peut noter que les valeurs de σ_{ss} sont toujours supérieures aux valeurs de σ_{sl} , comme le rapportent les différents auteurs (p45).

2. Viscosimétrie

2.1. Le matériel

Les mesures des propriétés d'écoulement (aux grandes déformations) ont été réalisées à l'aide d'un viscosimètre à vitesse de cisaillement imposée.

Les suspensions étudiées contiennent des particules dont la taille peut atteindre pour certaines d'entre elles le millimètre. L'utilisation d'un entrefer large (jusqu'à 9 mm) a été envisagée. Une étude annexe sur l'effet de la taille de l'entrefer sur l'organisation des particules a montré l'établissement de plans de glissements internes au produit dans l'entrefer et l'existence de phénomènes de réorganisation de particules, variant avec la vitesse (Figure 39). Ceci rejoint les observations de Roudot (Roudot, 2002) et Cox (Cox and Mason, 1971) (p41).

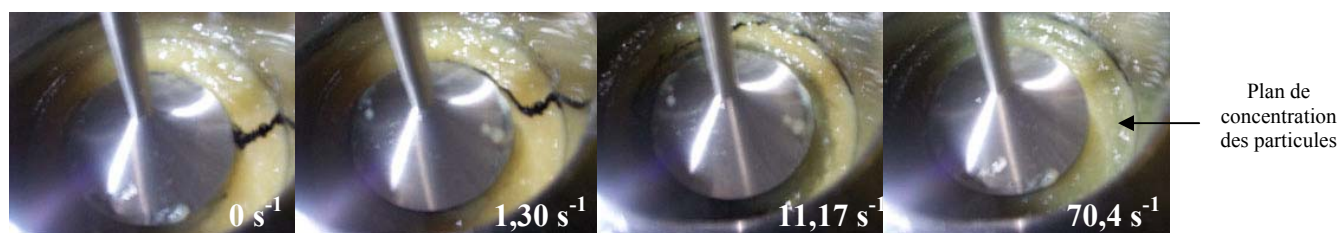


Figure 39 : Photos d'une purée de pommes dans le corps de mesure d'entrefer 9 mm au cours du balayage en vitesse. En noir, trait d'encre.

L'utilisation d'un entrefer large dans ces conditions aboutirait à une surestimation de la viscosité apparente des suspensions. Nous avons donc préféré utiliser un entrefer DIN de 1,6 mm, qui apparaît comme étroit au regard de la taille des particules les plus grosses. Ce corps de mesure nous a néanmoins permis d'obtenir des mesures répétables et cohérentes en fonction des différentes vitesses de cisaillement utilisées. On peut faire l'hypothèse de phénomènes de mélange dans l'entrefer. La mesure doit toutefois être qualifiée de semi-empirique.

En conclusion, le matériel retenu pour les mesures est le viscosimètre Haake VT550, équipé d'un corps de mesure MV DIN à cylindres coaxiaux ($R_i=19,4\text{mm}$, $R_e=21,0\text{mm}$, entrefer=1,6 mm, $h=58,1\text{mm}$) (Figure 40).

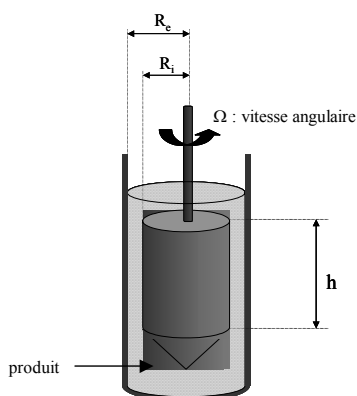


Figure 40: Schéma du corps de mesure à cylindres coaxiaux

2.2. Le test de cisaillement à vitesse constante

Ce premier test permet d'accéder à la viscosité apparente des produits pour une vitesse de cisaillement donnée. La mesure a été réalisée à la vitesse de 64 s^{-1} , préalablement utilisée pour ce type de produits (Lorenzo, 2001) et classiquement utilisée en contrôle industriel.

Une première étape de mise en température du produit (25°C) pendant 5 min sans cisaillement a été suivie d'une seconde étape de cisaillement imposé à 64 s^{-1} pendant 2 min. L'allure des courbes obtenues est représentée en Figure 41.

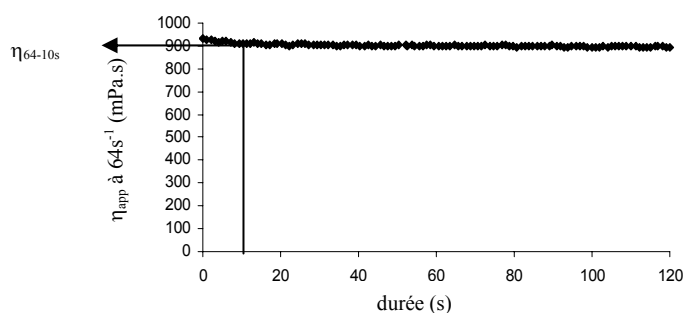


Figure 41 : Exemple de représentation de la viscosité apparente en fonction de la durée du cisaillement à 64 s^{-1} .

Parmi l'ensemble des purées de fruits étudiées, aucune n'a présenté un comportement thixotrope marqué, la viscosité apparente n'évoluant que très peu en fonction du temps. La valeur de la viscosité apparente est relevée à 10s (η_{64-10s}).

Certaines suspensions modèles ont pu présenter une diminution de la viscosité apparente en fonction du temps, témoignant ainsi d'un caractère thixotrope plus marqué. Pour ces derniers milieux, la valeur de la viscosité à 10 s a été complétée par celle à 2 min ($\eta_{64-120s}$).

La viscosité du sérum à 64 s^{-1} ($\eta_{sérum}$) ayant déjà été mesurée (p99), la viscosité relative des suspensions a pu être calculée, selon l'équation :

$$\eta_{rel64} = \frac{\eta_{64-10s}}{\eta_{sérum}}$$

2.3. L'obtention de la courbe d'écoulement

L'expérience d'écoulement se divise en 3 étapes. Une première étape de mise en température (25°C) a consisté à laisser le produit dans le corps de mesure pendant 5 min sans cisaillement. Une deuxième étape a permis de cisailier le produit avec un accroissement linéaire de la vitesse de cisaillement de 10 s⁻¹ à 500 s⁻¹ en 5 min (accélération de 1,63 s⁻²). La courbe de la contrainte résultante en fonction de la vitesse de cisaillement est appelée courbe « aller ». Enfin, une dernière étape a permis de cisailier le produit avec une diminution linéaire de la vitesse, de 500 s⁻¹ à 10 s⁻¹ en 5 min (décélération de 1,63 s⁻²). La courbe de la contrainte résultante en fonction de la vitesse de cisaillement est appelée courbe « retour ».

La partie linéaire des courbes « aller » et « retour » (Figure 42) a été modélisée par la loi en puissance :

$$\eta_{app} = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$$

On a vérifié que pour tous les produits, ce domaine correspond à des vitesses de cisaillement supérieures à 55 s⁻¹ pour les purées de fruits et 130 s⁻¹ pour les suspensions modèles.

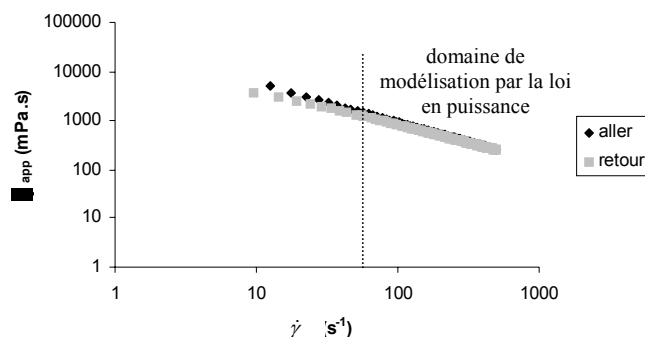


Figure 42 : Exemple de représentation de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement au cours d'une boucle aller-retour pour une purée de fruits.

La courbe aller et la courbe retour sont très proches pour les purées de fruits. Une différence liée au caractère thixotrope du produit peut être observée pour certaines suspensions modèles.

Les paramètres retenus lors de cette expérience sont :

- K_{aller} et K_{retour} (Pa.sⁿ), les indices de consistance issus de la loi en puissance appliquée aux courbes « aller » et « retour ».

- n_{aller} et n_{retour} , les indices de comportement issus de la loi en puissance appliquée aux courbes « aller » et « retour ».
- η_{64} et η_{300} (mPa.s), les viscosités apparentes à 64 s^{-1} et à 300 s^{-1} issues de la courbe « retour ».

A titre d'information, si on compare les profils de viscosités apparente (η_{app}) et complexe (η^*) en fonction de, respectivement, la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) et la fréquence d'oscillation (ω) convertie en s^{-1} , la loi de superposition de Cox-Merz ne s'applique pas du tout à ce type de milieu (Figure 43).

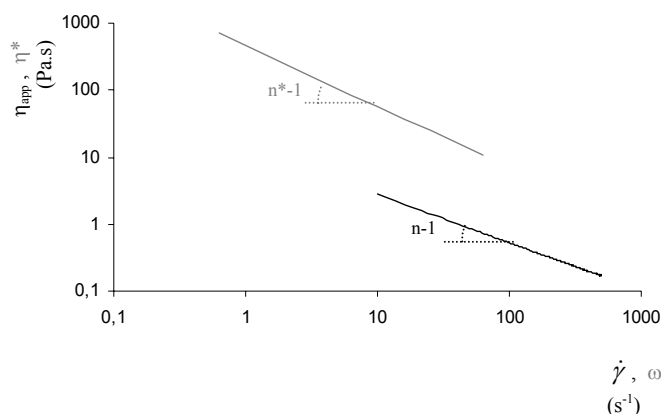


Figure 43 : Comparaison des courbes de viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement et de viscosité complexe en fonction de la fréquence d'oscillation

3. Les mesures de rétro-extrusion

La rétro-extrusion est une méthode empirique simple, complémentaire des mesures rhéologiques fondamentales et semi-empiriques. Elle consiste à forcer le passage du produit dans l'espace annulaire entre un piston mobile et la paroi d'un récipient cylindrique.

3.1. Le matériel

Les mesures ont été réalisées avec le texturomètre TAX-T2, à compression uniaxiale. Une sonde piston, de diamètre (R_i) égal à 45 mm et d'épaisseur (h) égale à 6 mm, est fixée sur une traverse mobile, reliée au capteur de force (Figure 44). Le produit est contenu dans un

réceptacle cylindre de 53 mm de diamètre (R_e) et rempli sur une hauteur de 70 mm. L'entrefer entre le piston et le cylindre extérieur est de 4 mm.

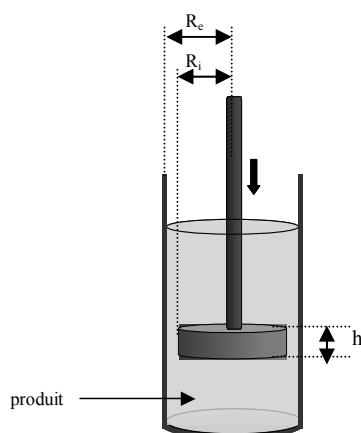


Figure 44 : Schéma du corps de mesure de rétro-extrusion

L'appareil ne possède pas de système de thermostatisation.

3.2. Le protocole

Les essais ont été réalisés à 20°C (pièce thermostatée). Le piston descend dans environ 160 g de produit à une vitesse constante de $0,5 \text{ mm.s}^{-1}$, sur une distance de 65 mm. Les courbes obtenues (force en fonction de la distance de pénétration) présentent une phase de mise en contact puis une zone de pseudo-plateau correspondant à la rétro-extrusion du produit dans l'espace annulaire (Figure 45).

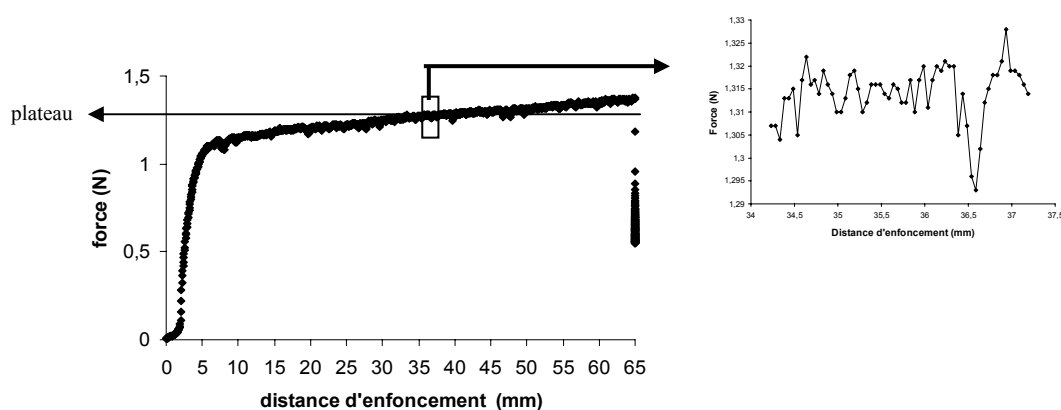


Figure 45 : Exemple de représentation de la force en fonction de la distance de pénétration du piston dans le produit lors de l'expérience de rétro-extrusion

Deux paramètres ont été sélectionnés : la force (N) correspondant au plateau moyen (*plateau*) et le périmètre de la courbe (*périmètre*), de 5 mm à 65 mm d'enfoncement. La force au plateau moyen pourrait dépendre de l'ensemble des caractéristiques rhéologiques du produit. Le périmètre permettrait de quantifier les irrégularités des courbes, liées au passage des particules dans l'entrefer lors de la descente du piston dans le produit.

Chapitre IV : Méthodes de caractérisation sensorielle des suspensions

La caractérisation sensorielle des deux types de suspensions (purées de fruits et suspensions modèles) est restée analytique. Notre objectif était d'obtenir des données descriptives quantifiées sur l'ensemble de nos produits. Deux méthodes ont été utilisées : le profil Flash et un profil de type conventionnel. Le profil Flash a été employé pour obtenir rapidement des informations sensorielles concernant la position relative des produits ainsi que les notions descriptives les plus discriminantes pour expliquer les principales différences sensorielles. Il a été appliqué lors de l'étude exploratoire sur les purées de fruits du commerce ainsi que sur les suspensions modèles issues d'un plan d'expériences complet. Le profil de type conventionnel a permis d'obtenir une interprétation sémantique sans équivoque ainsi que des notes pour chacun des produits sur chacun des termes consensuels, afin d'établir de façon claire des équations reliant les descripteurs sensoriels et les paramètres instrumentaux. Il a été appliqué sur les purées de fruits reconstituées et les suspensions modèles dont les espaces produits ont été construits selon un plan d'expériences central composite.

1. Le profil Flash

Au total, quatre profils Flash ont été réalisés au cours de notre étude.

Le premier a été réalisé sur l'ensemble des 49 produits du commerce (Figure 46). Les sujets ont été avertis dès le départ de la difficulté potentielle de la tâche, due au nombre important de produits.



Figure 46 : Photo de l'espace produits présenté aux sujets lors du profil Flash sur les 49 purées du commerce

Un profil Flash complémentaire a été réalisé dans le but de vérifier si, malgré la charge de travail imposée lors du premier profil Flash, les résultats obtenus pouvaient être considérés comme fiables. Il a été réalisé sur un espace produits similaire mais plus restreint. On a ainsi choisi de travailler sur un espace à 10 produits seulement. Ce profil Flash a permis de fournir des éléments de comparaison concernant la position relative des produits ainsi que les principales notions descriptives.

Un troisième profil Flash a été réalisé sur les 16 formules de suspensions modèles issues du plan d'expériences complet à 4 facteurs et 2 niveaux (p179).

Enfin, un dernier profil Flash a été réalisé sur un espace produits mixte, composé à la fois de purées du commerce et de suspensions modèles. Les produits ont été choisis pour être représentatifs de la diversité sensorielle de chacun des deux espaces initiaux. Ce dernier profil Flash a eu pour objectif de pouvoir comparer la proximité sensorielle des deux types de suspensions.

1.1. Produits

Tous les produits ont été présentés simultanément aux sujets (Figure 46). 25 mL par produit ont été servis à température ambiante ($23^{\circ}\text{C} \pm 1$) dans des godets en plastique transparent, codés selon un nombre à trois chiffres. Les sujets n'étaient pas limités en quantité de produit et pouvaient en redemander autant qu'ils jugeaient nécessaire.

1.2. Sujets

Pour chaque profil, un panel différent de 6 sujets, âgés entre 20 et 50 ans, a été constitué, de façon à éviter tout phénomène d'entraînement d'une séance à l'autre. Les sujets ont été recrutés dans le département Science de l'Aliment de l'ENSIA pour leur expérience en analyse sensorielle et leur capacité à décrire leurs sensations ainsi que, pour certains, leur qualité d'experts en rhéologie et en analyse sensorielle.

1.3. Procédure

Pour chaque profil, une seule session d'évaluation individuelle a été organisée, dans les boxes standard d'analyse sensorielle. Seul le profil sur l'espace produits constitué des 49 purées du commerce a été réalisé dans des espaces plus vastes, spécialement aménagés avec des tables pour permettre aux sujets de pouvoir étendre correctement les produits. Les sujets avaient pour consigne de se limiter à l'évaluation de la texture, visuelle et en bouche, des produits. Ils avaient à leur disposition des cuillères, des serviettes et de l'eau pour se rincer la bouche.

Chaque sujet a établi sa propre liste de termes et a classé les produits sur chacun d'eux. Les produits classés ex-æquos étaient autorisés. Aucune limite de temps n'était imposée et chaque sujet pouvait faire autant de pauses qu'il le désirait.

La méthode étant construite sur des séances longues, et ce surtout lorsque le nombre de produits est important, la stabilité des 49 produits du commerce, après 5h à température ambiante et à l'air libre, a été vérifiée. L'étude a révélé une perte en poids de $1,6\% \pm 0,4$ par évaporation. Un test de deux sur cinq (Touraille, 1998) réalisé avec 20 sujets sur l'une des purées de pommes (codée 16) n'a révélé aucune différence perceptible entre le produit avant et après 5 h à l'air libre (risque de 5%). Les produits ne semblent donc pas avoir évolué de façon perceptible pour les sujets entre le début et la fin des séances d'évaluation.

Pour le premier profil Flash, réalisé sur les 49 purées du commerce, une séance de groupe a été organisée à l'issue des séances individuelles. L'objectif était de pouvoir évaluer les difficultés réelles (ou bien l'absence de difficulté dans certains cas) auxquelles ont été confrontés les sujets au cours d'un tel test. Ils ont ainsi pu échanger leurs impressions sur une telle charge de travail, par rapport à leurs précédentes expériences en analyse sensorielle.

2. Le profil de type conventionnel

Le profil sensoriel adopté pour décrire les espaces produits à structure maîtrisée (purées de fruits reconstituées et suspensions modèles) est issu du profil conventionnel. L'étape de génération de termes n'a pas été réalisée comme le décrit la norme AFNOR (AFNOR, 2002). Les termes ont été sélectionnés à l'issue des différents profils Flash, pour leur pertinence et leur pouvoir discriminant.

2.1. Sujets

Un panel de 6 personnes, 5 femmes et 1 homme, âgés entre 20 et 50 ans a été constitué. La sélection des sujets s'est basée uniquement sur leur motivation à participer au test. Ils ont été entraînés à évaluer les deux espaces produits simultanément.

2.2. Conditions expérimentales

Les produits ont été servis à température ambiante ($23^{\circ}\text{C} \pm 1$) dans des godets en plastique de 25mL, codés selon des nombres à 3 chiffres. Les sujets avaient systématiquement à leur disposition des cuillères et de l'eau pour se rincer la bouche. Les notations ont été réalisées sur des échelles linéaires d'une longueur de 15 cm, bornées par – et +.

2.3. Organisation des séances

La réalisation du profil a duré 1 mois et demi et s'est réparti au total sur 15 séances de 30min à 1h. Des séances de groupe, réalisées dans une salle de réunion, et des séances individuelles, réalisées dans les boxes standard d'analyse sensorielle, se sont succédées.

Les deux premières séances ont été consacrées à l'établissement du glossaire sensoriel (définitions, modes opératoires et références pour chacun des termes). Les neuf séances suivantes ont servi à entraîner les sujets sur chacun des termes consensuels. Lors des trois dernières séances de cette phase d'entraînement, la performance du panel a été testée. Enfin, les quatre dernières séances ont été des séances individuelles d'évaluation.

2.3.1. Etablissement du glossaire sensoriel

Les termes, retenus à l'issue des profils Flash pour leur pertinence et leur pouvoir discriminant, ont été validés par discussion avec le panel lors d'une première séance de groupe :

- *granulosité, viscosité, humidité et pierreux* pour les purées de fruits
- *granulosité, viscosité et humidité* pour les suspensions modèles

Les notions de *granulosité* et *viscosité* regroupent à la fois les caractéristiques visuelles et en bouche des produits, fortement corrélées sur le cercle des corrélations de l'APG des deux profils Flash (Figure 54 et Figure 77). Pour ce profil, nous avons choisi pourtant d'évaluer chacune des deux notions par deux protocoles différents, l'un à l'aspect ou à la cuillère et l'autre en bouche. L'objectif était de vérifier si l'utilisation de définitions et modes opératoires précis et contrôlés, avec une phase d'entraînement spécifique, pouvait fournir une information sensorielle plus riche que le profil Flash en différenciant les sensations en bouche et au visuel. Six termes ont ainsi été retenus pour les purées de fruits et cinq termes pour les suspensions modèles (Tableau 9). Une définition et un mode opératoire ont alors été élaborés pour chacun des termes par l'ensemble du panel.

Tableau 9 : Définitions et modes opératoires des 6 descripteurs adoptés pour le profil sensoriel des deux espaces produits

Descripteurs	Définitions	Modes opératoires
Humidité	Evaluation visuelle du film de sérum sur les bords du produit	Prendre le godet et le faire tourner. Observer la surface du produit
Granulosité visuelle	Evaluation de l'impression globale du nombre et de la taille des particules visibles	Laisser le godet posé sur la surface blanche. Observer la surface du produit
Consistance visuelle	Evaluation de la difficulté à faire tourner la cuillère dans le produit	Faire tourner doucement la cuillère dans le produit
Consistance en bouche	Evaluation entre la langue et le palais de la viscosité du produit	Placer une unité de produit sur la langue et presser le produit entre la langue et le palais. Evaluer la résistance à l'écoulement du produit en faisant des mouvements de va et vient avec la langue
Granulosité en bouche	Evaluation de l'impression globale du nombre et de la taille des particules perçues entre la langue et le palais	Placer une unité de produit sur la langue. Ecraser le produit entre la langue et le palais
Pierreux (pour les purées de fruits uniquement)	Evaluation de la quantité de particules dures	Mettre en bouche 1 unité de produit. Evaluer le nombre de grains restant entre les molaires

Des références ont ensuite été choisies pour représenter les bornes de l'échelle de chaque descripteur. Elles ont été choisies parmi les purées reconstituées et les suspensions modèles issues du plan d'expériences complet (4 facteurs, 2 niveaux). Communes à tous les sujets, elles ont servi de points d'encrage de l'échelle.

2.3.2. Entraînement du panel

L'entraînement a eu pour objectif de familiariser les sujets aux deux espaces produits (purées reconstituées et suspensions modèles) ainsi qu'à l'échelle de notation (échelle linéaire de 15cm). Il s'est déroulé sur 9 séances (Tableau 10).

Tableau 10 : Déroulement des 9 séances de la phase d'entraînement du profil conventionnel

Séance 1	Séance 2	Séance 3	Séance 4	Séance 5	Séance 6	Séance 7	Séance 8	Séance 9
individuelle	individuelle	individuelle	en groupe	individuelle	individuelle	individuelle	individuelle	individuelle
comparatif	comparatif	monadique séquentiel	monadique séquentiel	monadique séquentiel	monadique séquentiel	monadique séquentiel	monadique séquentiel	monadique séquentiel
avec références	avec références	avec références	avec références	sans références	sans références	sans références	sans références	sans références

Les produits utilisés lors de la phase d'entraînement sont issus des deux espaces à évaluer, construits selon un plan central composite (p180). Treize produits ont été présentés à chaque séance, avec systématiquement la présence d'un doublon, le produit central du plan d'expérience. Les onze autres produits ont varié selon les séances, de façon à permettre aux sujets de voir la totalité des deux espaces produits à évaluer au moins une fois.

Les références ont été utilisées lors des quatre premières séances afin de permettre aux sujets de s'habituer à l'échelle de notation.

Au cours des deux premières séances, les sujets ont évalué les produits en comparatif car l'appréciation relative des différences entre produits est le mode d'évaluation le plus facile. Au cours des séances suivantes, les produits ont été présentés en monadique séquentiel (servis un par un) de façon à entraîner les sujets à l'évaluation finale.

Une séance de groupe a entrecoupé les séances individuelles. Elle a eu pour objectif de permettre aux sujets de pouvoir échanger sur les produits et de vérifier s'ils étaient en accord concernant les rangs attribués aux produits présentés.

Enfin, au cours des trois dernières séances, la répétabilité des sujets a été testée sur 6 produits issus de chacun des deux espaces produits (12 produits évalués au total). Une à deux séances d'entraînement supplémentaires ont alors été nécessaires pour deux des sujets afin d'améliorer leur répétabilité.

2.3.3. Evaluation

L'évaluation finale s'est déroulée en quatre séances. Les sujets ont eu à évaluer 52 produits (26 purées reconstituées et 26 suspensions modèles), issus de deux plans centraux composites (p180), soient 13 produits par séance. Les produits ont été présentés en mode monadique séquentiel, dans un ordre aléatoire, en alternant purées reconstituées et suspensions modèles.

Chapitre V : Méthodes statistiques

Plusieurs types de méthodes statistiques ont été utilisés afin de mettre en forme et interpréter les résultats : des méthodes statistiques descriptives, des méthodes de comparaison de produits et des méthodes de modélisation statistique.

1. Outils statistiques descriptifs

Les techniques d'analyse descriptive visent à représenter l'information contenue dans un ensemble de données de façon compréhensible. Certaines méthodes permettent de travailler sur un seul jeu de données (Analyse en Composante Principale et Classification Ascendante Hiérarchique) alors que d'autres permettent de travailler sur plusieurs jeux de données différents (Analyse Procustéenne Généralisée et Analyse Factorielle Multiple).

1.1. Analyse en Composantes Principales

L'Analyse en Composantes Principales (ACP) est la méthode de base d'analyse factorielle lorsque les variables étudiées sont quantitatives (Danzart, 1998). Elle permet une représentation multidimensionnelle de l'ensemble des variables. Basée sur le calcul de distances euclidiennes, elle permet de réduire la dimension d'un nuage de points à une dimension plus faible tout en conservant le plus d'information (variance) possible. De nouvelles variables indépendantes, appelées composantes principales, sont calculées comme des combinaisons linéaires des variables initiales. Cette étape permet ainsi une représentation graphique des individus et illustre les corrélations entre variables sur le cercle des corrélations associé.

L'ACP a été appliquée sur des tableaux de données constitués de n lignes et p colonnes. Chaque ligne représente un produit tandis que chaque colonne représente une variable quantitative (données instrumentales ou bien descripteurs sensoriels).

Certaines données ont pu être ajoutées en variables supplémentaires. Ces variables subissent le même traitement que celui subi par les variables actives (centrage, réduction) mais ne participent pas au calcul des composantes principales.

1.2. Analyse Procrustéenne Généralisée

L'Analyse Procrustéenne Généralisée (APG) (Gower, 1975) permet d'analyser plusieurs descriptions d'un même espace produit en visant à faire coïncider les positions relatives des produits évalués. Elle a été utilisée dans le traitement des données de profil Flash. Plusieurs étapes itératives se succèdent pour minimiser les distances entre les différentes configurations : le centrage par translation, la rotation et l'homothétie. Une ACP sur la configuration moyenne permet une représentation graphique des résultats. Il en résulte également un positionnement de tous les descripteurs individuels sur le cercle des corrélations.

La variabilité individuelle peut être représentée grâce à des ellipses de confiance (intervalle à 95%) autour des points moyens afin d'évaluer la qualité du consensus entre les différentes données. L'ellipse correspond à l'ensemble des points tels que (Saporta, 1990):

$$\frac{n-p}{p}(x-\mu)'V^{-1}.(x-\mu) = F_{(p;n-p)}$$

n : nombre d'évaluations individuelles

p : dimensions de l'ellipse (=2)

x : coordonnées des n notations sur les p axes

μ : moyenne de x sur chaque axe de l'ellipse

V : matrice de covariance calculée sur x

$F_{(p;n-p)}$: valeur de la loi de Fisher avec p et $n-p$ degré de liberté

1.3. Analyse Factorielle Multiple

L'Analyse Factorielle Multiple (AFM) permet d'analyser conjointement plusieurs groupes de variables concernant un même ensemble d'individus (Escofier and Pagès, 1988). C'est une analyse factorielle globale où les groupes sont pondérés de façon à en équilibrer l'influence. La première étape d'une AFM consiste à réaliser des analyses factorielles (ACP) par groupe de variables. Chaque variable est ensuite pondérée par l'inverse de la première valeur propre issue de chaque analyse factorielle. Le poids des variables d'un même groupe étant identique, la structure interne de chaque groupe n'est par conséquent pas modifiée. En revanche, le biais dû à un nombre plus grand de variables ou à des variances plus importantes dans un groupe est écarté. Le principe de l'AFM repose ensuite sur une ACP du tableau des variables pondérées, qui permet de fournir une représentation graphique des individus et des variables.

L'indice RV fournit une mesure quantifiée de la ressemblance entre les différentes cartes. Il permet de comparer deux à deux les cartes individuelles entre elles mais aussi avec la carte

finale. Il varie entre 0 et 1, la valeur 1 signifiant que 100% de l'information est commune aux deux cartes considérées.

L'AFM a été utilisée pour représenter simultanément les données de profil Flash et les données instrumentales. Elle a permis ainsi d'équilibrer le poids des variables instrumentales (42) face à celui des descripteurs générés par chaque sujet (inférieur ou égal à 8).

1.4. Classification Ascendante Hiérarchique

La Classification Ascendante Hiérarchique (CAH) est une analyse typologique, qui consiste à calculer les distances entre produits et à regrouper les individus en un nombre restreint de classes homogènes (Danzart, 1998). Les couples d'individus les plus proches sont agrégés sur les bases d'un calcul de distances euclidiennes, puis progressivement les autres individus ou groupes d'individus, jusqu'à ce que la totalité des individus ne forme plus qu'un seul groupe. Les distances entre individus sont alors représentées sur un arbre, le dendrogramme, dont la distance des traits (ou dissimilarité) représente les distances entre produits ou groupes de produits.

La CAH a été utilisée pour visualiser facilement la proximité des produits mais également les corrélations entre variables sur le cercle des corrélations.

2. Comparaison de produits : Analyse de Variance

L'Analyse de Variance (ANOVA) permet de comparer plusieurs populations se distinguant par différents niveaux du même facteur et de vérifier l'effet de ces niveaux sur la réponse. Plusieurs facteurs peuvent varier en même temps. Chaque population se caractérise par une dispersion autour d'une moyenne (intra-population) et une dispersion entre moyennes (inter-population). L'objectif de l'ANOVA consiste à déterminer si la dispersion autour de chaque moyenne est significativement petite face à la dispersion entre les moyennes. 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 α de se tromper en rejetant

l'hypothèse H_0 , selon laquelle les moyennes sont identiques, est faible. Le facteur est considéré comme influent lorsque cette probabilité est inférieure à 5%.

Si l'effet du facteur A est différent selon les niveaux du facteur B, il faut ajouter au modèle l'effet d'interaction entre les deux facteurs.

3. Outils de modélisation statistique

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.

3.1. Régressions Linéaires

La régression linéaire consiste à calculer les coefficients a_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).

La qualité de l'ajustement peut être caractérisée par le coefficient de détermination R^2 , égal au rapport de la variance expliquée sur la variance totale. Un test de Fischer permet également d'évaluer si les variables X_i sélectionnées apportent au modèle proposé une quantité d'information suffisante pour expliquer la variable Y (variance inexpliquée ε petite). Plus la probabilité associée au F de Fisher est faible, plus les variables sont explicatives. En revanche, le coût de l'ajout d'une variable est pris en compte contrairement au R^2 . Ainsi, l'ajout d'une variable qui contribue peu à l'explication de la variable Y risque d'entraîner une diminution de la probabilité associée.

Deux types de régressions linéaires ont été utilisés lors de notre étude : la régression linéaire multiple et la régression progressive.

3.1.1. Régression linéaire multiple

La méthode de régression linéaire multiple a été utilisée pour exploiter les résultats concernant les purées reconstituées et les suspensions modèles dont les expériences ont été construites selon un plan d'expériences central composite (4 facteurs, 5 niveaux). Le but était de rechercher les effets des différents paramètres structuraux sur les paramètres instrumentaux

d'une part et les descripteurs sensoriels d'autre part, puis de calculer le modèle polynomial du second degré, incluant les effets quadratiques des facteurs ainsi que leurs interactions :

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + \dots + a_k X_k + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + \dots + a_{kk} X_k^2 + \varepsilon$$

où ε est la variance inexpliquée par le modèle.

Le modèle est dit linéaire car la réponse peut être écrite comme le produit des matrices des coefficients et du plan d'expériences. Un test de Student est réalisé pour chaque variable explicative et la valeur de la probabilité associée est interprétée. Plus elle est faible et plus la variable X_i a de l'importance dans le modèle. Si seul l'effet du premier degré de la variable X est significatif, la variable Y augmente linéairement avec celle-ci. Si l'effet quadratique est également significatif, la surface de réponse est parabolique. Si l'effet de l'interaction entre deux variables X_A et X_B est significatif, l'allure de la courbe de Y en fonction de X_A (droite ou parabole) est modifiée en fonction de la variation de la deuxième variable X_B .

Les surfaces de réponse ont ainsi pu être tracées à partir des modèles polynomiaux obtenus (Figure 47).

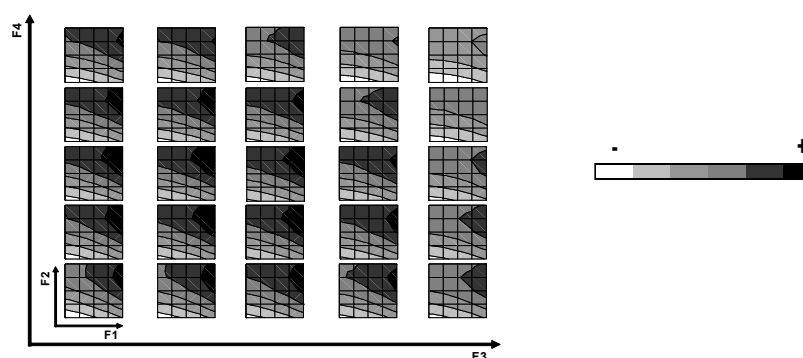


Figure 47 : Exemple de surface de réponse en fonction des 4 facteurs de structure F1 à F4, variant selon 5 niveaux

Elles ont été présentées sous forme de graphiques à 5 dimensions. Les quatre premières dimensions sont les quatre facteurs de structure (F1, F2, F3 et F4) variant selon les 5 niveaux du plan d'expériences. La cinquième dimension est la réponse Y qui varie selon un code couleur : de blanc, pour les valeurs les plus basses, à noir, pour les valeurs les plus élevées. De tels graphiques ont ainsi permis de visualiser les variations de la réponse Y en fonction de celle des 4 facteurs simultanément.

3.1.2. Régression linéaire progressive

La régression linéaire progressive permet de sélectionner les variables explicatives qui donnent le meilleur modèle en introduisant et en enlevant les variables pas à pas. La première variable introduite est celle qui a le coefficient de détermination le plus élevé avec la variable à prédire. Chaque nouvelle variable est ensuite introduite pour augmenter le coefficient de détermination, compte tenu de l'information apportée par la variable précédente. L'effet de la nouvelle variable est testé pour savoir si l'apport est significatif ou non grâce à un test de Student. Si la variable possède une probabilité associée supérieure au seuil de 5%, son impact sur le modèle n'est pas significatif et elle n'est pas prise en compte. La méthode procède ainsi par l'ajout et le retrait progressif des variables. Si deux variables explicatives sont fortement corrélées, une seule d'entre elles sera choisie. L'intérêt de cette méthode est d'éviter l'utilisation redondante de variables explicatives corrélées et ainsi de relever les variables explicatives les plus intéressantes pour décrire la variable Y. Cette méthode peut cependant amener à supprimer des variables réellement significatives (Urdapilleta, *et al.*, 2001).

Cette méthode a été utilisée dans le but de sélectionner les mesures instrumentales les plus pertinentes pour prédire la perception sensorielle.

3.2. Partial Least Square

La méthode Partial Least Square (PLS) (Wold, *et al.*, 1984) est une méthode itérative qui permet de relier deux groupes de variables X et Y. Ce type de modélisation calcule d'abord des composantes PLS indépendantes et sur lesquelles est réalisée la régression. Ces axes sont des combinaisons linéaires des variables initiales, calculées de manière à décrire les plus grandes variations des données. Le nombre de variables Y à expliquer peut être supérieur ou égal à 1. On appelle PLS 1 l'analyse permettant d'expliquer une seule variable Y et PLS 2 l'analyse permettant d'expliquer au moins deux variables Y. Une réponse Y est considérée comme bien modélisée si le coefficient Q^2_{cum} est supérieur à 0,5 (Tenenhaus, 1998). Cette méthode peut être utilisée comme une alternative de la régression linéaire multiple lorsque le nombre d'observations est faible par rapport au nombre de variables explicatives ou bien en cas de multi-colinéarité des variables explicatives.

La PLS a été utilisée pour établir une prédiction des descripteurs sensoriels à partir des données instrumentales. Les résultats ont pu ainsi être comparés à ceux issus de la régression linéaire multiple progressive.

Partie 4 : Etude exploratoire et mise en place de l'étude explicative

Chapitre I : Etude des produits du commerce	p131
Chapitre II : Mise au point des milieux à structure maîtrisée	p164
Chapitre III : Etude des suspensions modèles et confrontation aux produits du commerce	p183

Cette quatrième partie a servi à poser les bases de l'étude explicative, traitée dans la partie 5 suivante et destinée à répondre aux deux objectifs généraux de notre travail. L'objectif de cette étude a été, d'une part, la caractérisation des purées de pommes et poires du commerce, et, d'autre part, la mise au point de milieux à structure maîtrisée (purées de fruits reconstituées et suspensions modèles). Elle a également eu pour but la sélection des paramètres structuraux, rhéologiques et sensoriels les plus pertinents et étudiés spécifiquement dans la partie 5. Elle s'articule autour de trois chapitres (Figure 48).

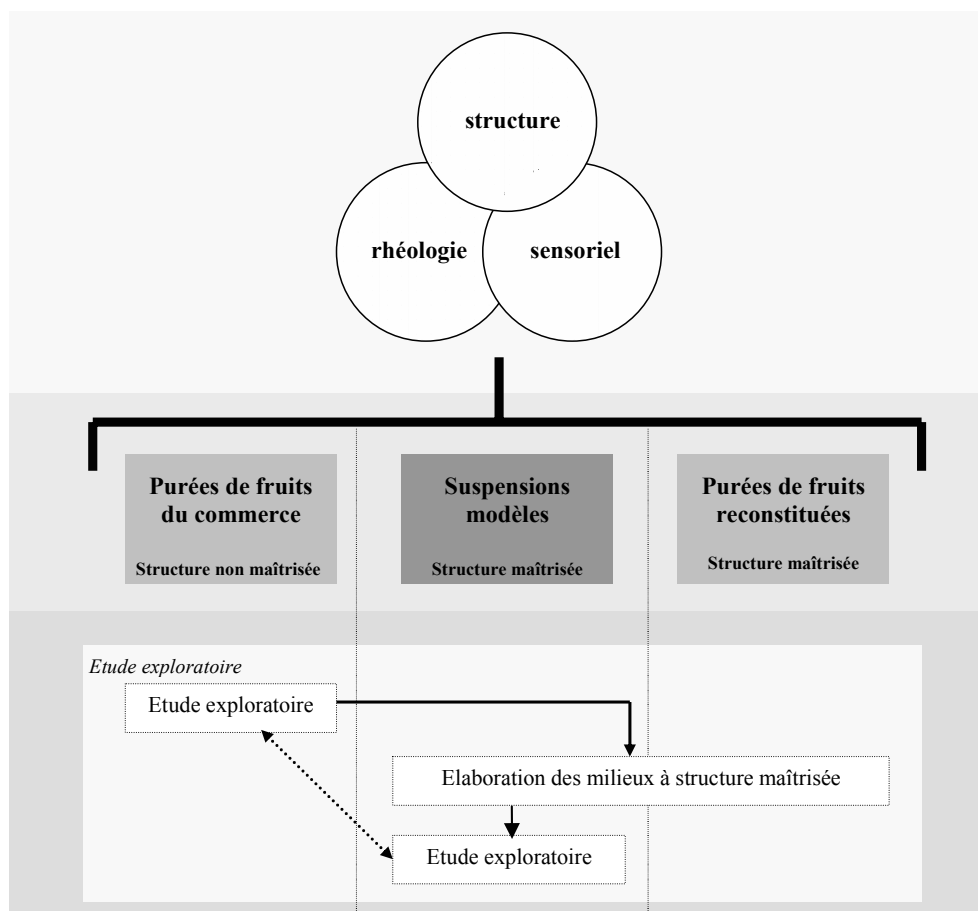


Figure 48 : Schéma de la stratégie de la partie 4

Le premier chapitre consiste en une étude exploratoire de purées de pommes et poires du commerce, avec la caractérisation structurale, rhéologique et sensorielle, la plus complète possible, grâce à l'étude d'un nombre important de paramètres. Ce chapitre a alors permis d'observer les corrélations existant entre les divers paramètres étudiés (instrumentaux et sensoriels) et de choisir les paramètres les plus riches en information pour ce type de suspension. Le deuxième chapitre décrit l'élaboration des deux milieux à structure maîtrisée : les purées de fruits reconstituées et les suspensions modèles, étudiés lors de la partie 5 suivante. Enfin, le dernier chapitre a été consacré à l'étude des suspensions modèles, selon la même démarche adoptée dans le chapitre 1 pour les purées de fruits du commerce, ainsi qu'à la confrontation de ces deux types de milieux, dans le but de vérifier leur proximité rhéologique et sensorielle.

Chapitre I : Etude des produits du commerce

49 purées de pommes et poires du commerce ont été caractérisées par des mesures structurales, physico-chimiques, rhéologiques et sensorielles, de façon à observer toute la diversité texturale de ce type de produits. Le premier objectif a été de déterminer, à partir d'un éventail large de mesures, les paramètres structuraux qui posséderaient une influence de premier ordre sur le comportement rhéologique et la perception sensorielle des purées de fruits. Le deuxième objectif a été de déterminer les paramètres rhéologiques qui apporteraient de l'information tout en permettant de décrire les différents états des produits (au repos ou en écoulement). Enfin, le troisième objectif de cette étude a été d'identifier, à partir d'une méthode de profil libre, le profil Flash, les termes les plus discriminants pour décrire l'espace produits considéré.

1. Caractérisation structurale et physico-chimique

La structure et la physico-chimie des purées de fruits du commerce ont été caractérisées grâce à 18 paramètres, relatifs à la fois à la composition des produits, à leur granulométrie ainsi qu'à la rhéologie de la phase continue.

1.1. Bilan des valeurs

L'ensemble des valeurs des différents paramètres a été reporté en Annexe 1. Seules les valeurs bornes sont présentées dans le Tableau 11.

Tableau 11 : Intervalles de valeurs pour chaque paramètre structural et physico-chimique des 49 purées du commerce

	minimum	maximum
pulpe (% P/P)	27,4	55,5
MS _{purée} (% P/P)	13,8	27,5
MS _{sérum} (% P/P)	12,8	26,2
WIS (% P/P)	0,1	3,1
densité	1,054	1,121
Brix	12,9	28,1
%pierreux (% P/P)	0	8,6
pic1 (μm)	170	280
pic2 (μm)	170	1160
étalement (μm)	243	1418
vol1 (% V/V)	3	19,2
vol2 (% V/V)	0	12
VD1	7,1	44
VD2	0	126
proportion	0	4,0
η _{sérum} (mPa.s)	7,6	240
n _{sérum}	0,50	0,85
K _{sérum} (mPa.s ⁿ)	17	1985

Les différents paramètres peuvent varier selon des gammes de valeurs importantes. Certains varient selon un facteur 2 (*pulpe*, *MS_{purée}*, *MS_{sérum}*, et *Brix*) et d'autres selon un facteur supérieur à 5 (*pic2*, *étalement*, *vol1* et *VD1* et *K_{sérum}*), voire égal à 30 (*WIS* et *η_{sérum}*). Seuls les deux paramètres *densité* et *pic1* varient peu (facteurs égaux à 1,1 et 1,6 respectivement). Certaines valeurs, comme celles du *%pierreux*, *vol2*, *VD2* et *proportion*, peuvent être égales à 0, ce qui témoigne de l'absence des paramètres considérés pour certains produits. Les purées de pommes sont effectivement exemptes de cellules pierreuses et les purées broyées finement ne présentent qu'une seule population de particules, dans les faibles diamètres (*pic 2* absent).

1.2. Etude multidimensionnelle

Le nombre de paramètres structuraux (18) étant inférieur au nombre de produits (49), l'étude factorielle sur la totalité des paramètres est pertinente. Les données structurales et physico-chimiques de l'espace produits (Annexe 1) ont donc été traitées par ACP (Figure 49). Seuls

les 3 premières composantes sont présentées. Elles apportent chacune plus de 10% de l'information (42,7%, 22,4% et 13,1% respectivement), 78% au total. Les informations concernant la composition des produits, mentionnées sur l'emballage, ont également été ajoutées en variables supplémentaires afin de visualiser leurs effets sur les paramètres structuraux. Elles concernent le type de produits (*compote* ou *petit pot bébé*), le type de fruits (pourcentages de *pommes* et de *poires*) ainsi que leur composition en *glucides* et en *agents de texture*.

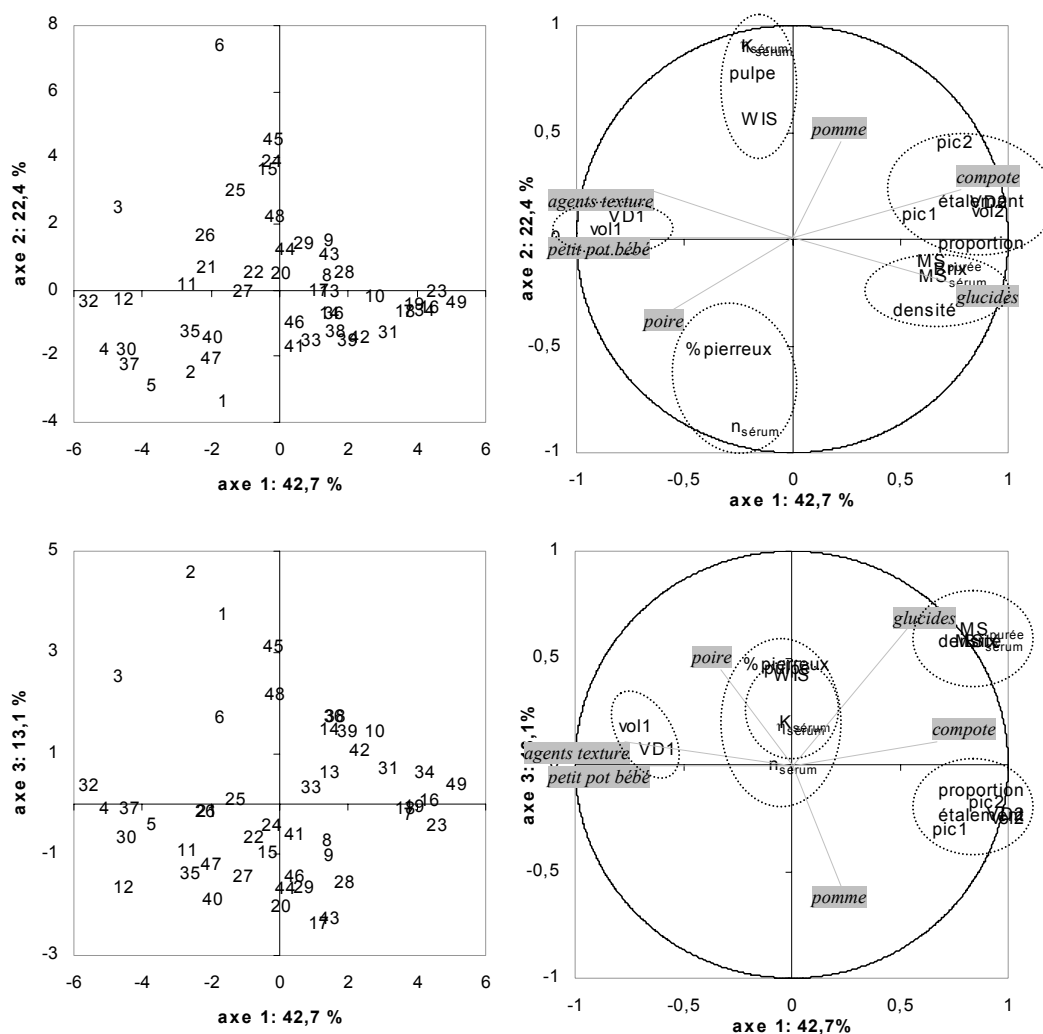


Figure 49 : Trois premières dimensions de l'ACP sur les données structurales et physico-chimiques des 49 purées du commerce. En grisé : variables supplémentaires liées à la composition des produits

L'analyse factorielle a permis la visualisation rapide des corrélations entre les différents paramètres. Cinq groupes principaux ont ainsi pu être mis en évidence grâce à une CAH, réalisée sur les coordonnées des paramètres. Chaque paramètre appartenant à un même groupe apporte ainsi une information de même ordre quant au positionnement relatif des produits.

L'analyse des variables supplémentaires, conjointement à celle des corrélations, a permis d'apporter des éléments d'explications complémentaires.

- Deux premiers groupes s'opposent sur la première composante. Ils regroupent les paramètres relatifs à la granulométrie des particules (*pic2*, *étalement*, *vol2*, *VD2*, *pic1*, *proportion* d'une part, et *vol1* et *VD1* d'autre part). **L'ensemble des données granulométriques semble donc redondant et un seul paramètre parmi les 8 initiaux pourrait suffire pour expliquer la première composante structurale.** Le vecteur *compote* s'oppose au vecteur *petit pot bébé* selon cette même composante. Les données concernant la taille des particules permettraient donc de différencier les deux types de produits. Les purées pour bébés sont effectivement broyées plus finement que les compotes du rayon épicerie.
- Un troisième groupe, porté par la deuxième composante, regroupe les paramètres relatifs à la quantité des particules (*pulpe* et *WIS*) mais aussi à la rhéologie de la phase continue ($\eta_{\text{sérum}}$ et $K_{\text{sérum}}$). La dépendance entre ces deux types de paramètres pourrait être due aux protocoles de mesure adoptés. **La présence de pectines, responsable de la viscosité de la phase continue, pourrait influencer la compressibilité des particules lors de la centrifugation pour la détermination du pourcentage de pulpe.** Le vecteur *agent de texture* n'est pas corrélé au groupe de variables concernant la viscosité du sérum mais plutôt au vecteur *petit pot bébé*. En effet, seuls les petits pots pour bébés sont épaissis en farines de guar ou caroube. Aucun agent de texture n'étant ajouté dans les compotes du rayon épicerie, les différences de viscosité du sérum seraient donc principalement dues aux pectines naturellement présentes dans les fruits et solubilisées par le procédé de transformation des fruits en purées.
- Un quatrième groupe, qui s'oppose au troisième groupe sur la deuxième composante, regroupe les deux paramètres $n_{\text{sérum}}$ et $\% \text{pierreux}$, corrélés à la variable supplémentaire *poire*. **La quantité de pierreux est donc directement dépendante de la quantité de poire présente dans la purée.** D'autre part, l'indice de comportement est logiquement anti-corrélé à la viscosité du sérum : **plus un sérum est riche en pectines, plus il sera visqueux et possèdera un comportement rhéofluidifiant marqué avec un indice n faible.** La corrélation entre les deux paramètres $n_{\text{sérum}}$ et $\% \text{pierreux}$ s'expliquerait par conséquent par une plus grande pauvreté en pectines des purées de poires que les purées de pommes. Les purées de poires étant également des

purées broyées assez finement (*pic 1* uniquement compris entre 170 et 200 μm), le vecteur *poire* est corrélé avec le vecteur *petit pot bébé* sur la première composante. On peut noter que le vecteur relatif au pourcentage de *pomme*, en revanche, ne semble corrélé à aucune variable structurale. La quantité de pommes ne semble donc pas avoir d'effet direct sur un groupe particulier de paramètres.

- Enfin, un cinquième groupe, lié à la quantité de *glucides*, rassemble les données de matière sèche ($MS_{\text{purée}}$ et $MS_{\text{sérum}}$), de degré Brix (*Brix*) et de densité (*densité*) sur la bissectrice entre la première et la troisième composante. **Les purées de fruits ont donc les mêmes propriétés physico-chimiques que l'eau sucrée**, la quantité de fibres végétales étant très faible (*WIS* variant de 0,1 à 3,1%).

L'analyse factorielle a également permis d'interpréter la distance entre les produits. Les produits sont globalement bien discriminés sur les deux plans de l'ACP présentés. Seul, le produit 6 se détache des autres produits selon la deuxième composante. Il possède donc la phase continue la plus visqueuse et le pourcentage de pulpe le plus fort.

1.3. Choix des paramètres structuraux

Les 18 paramètres structuraux étudiés semblent pour la plupart fortement corrélés et seulement 5 grands groupes se dégagent, deux relatifs à la granulométrie des particules, un autre relatif à la quantité de particules et à la viscosité du sérum, un troisième relatif au pourcentage de pierreux et au comportement rhéofluidifiant des produits, et enfin un dernier groupe relatif aux paramètres physico-chimiques, liés au taux de sucre.

A l'issue de cette étude, 4 paramètres structuraux ont été sélectionnés. Ces paramètres serviront à l'élaboration des purées de fruits reconstituées (p164). Ce nombre de 4 a été choisi car il permet, lors de l'application d'un plan d'expériences central composite à 5 niveaux, d'aboutir à un nombre raisonnable de formules, soient 26 au total.

- Le premier paramètre choisi est lié à la granulométrie des particules. Cette information est sans doute une des plus importantes pour différencier les produits car elle est portée par la première composante de l'ACP. Le paramètre *proportion* (des plus grosses particules sur les plus fines) a été choisi plutôt que la mesure, plus simple, de diamètre au *pic2*, car l'étude sur les purées industrielles a montré qu'il était impossible de faire varier ce dernier paramètre selon 5 niveaux pour une même purée de fruits

(p165). Lors du broyage des purées, la deuxième population de particules disparaît au profit de la première. En revanche, le mélange des purées natives et broyées rend possible l'étude du paramètre *proportion*.

- Même si, d'après nos résultats, le pourcentage de pulpe (*pulpe*) et la viscosité apparente du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) seraient fortement corrélés, nous avons quand même fait le choix de les conserver tous les deux, car ils représentent les facteurs structuraux les plus étudiés dans la littérature. On peut noter pourtant qu'aucune étude antérieure n'avait montré cette corrélation.
- Enfin le pourcentage de pierreux (*%pierreux*) a également été retenu car, il peut être directement associé à la quantité de poire présente dans la purée.

Le nombre de 4 paramètres structuraux ayant déjà été atteint, aucun paramètre issu du groupe concernant les données physico-chimiques, liées à la quantité de sucre, n'a été retenu. L'étude des corrélations entre variables instrumentales et sensorielles n'a en plus montré aucune corrélation forte de ces paramètres avec les paramètres rhéologiques ni sensoriels (p153). Leur influence ne semble donc pas être de premier ordre.

Les quatre facteurs de structure choisis sont donc le pourcentage de pulpe (*pulpe*), la viscosité apparente du sérum à 64s^{-1} ($\eta_{\text{sérum}}$), la proportion du pic2 sur le pic1 (*proportion*) et le pourcentage de cellules pierreuses (*%pierreux*). Ces paramètres serviront à la mise au point des purées de fruits reconstituées, afin d'en étudier l'influence sur le comportement rhéologique et la perception sensorielle.

2. Les données rhéologiques

Le comportement rhéologique des purées de fruits du commerce a été caractérisé par 24 paramètres, mesurés directement ou calculés à partir de modèles, dont 22 sont issus de mesures fondamentales (ou semi-empiriques) et relatifs à l'état des produits au repos, en écoulement et à la limite entre les deux états (seuil d'écoulement), et 2 autres sont issus de l'expérience empirique de rétro-extrusion.

2.1. Bilan des valeurs

L'ensemble des valeurs est reporté en Annexe 2. Seules les valeurs bornes sont présentées dans le Tableau 12.

Tableau 12 : Intervalles de valeurs pour chaque paramètre rhéologique des 49 purées de fruits du commerce

	minimum	maximum
PenteG' (Pa.s)	0,065	0,116
$\tan\delta_{0,1}$	0,16	0,31
$\tan\delta_1$	0,21	0,35
$\tan\delta_{10}$	0,24	0,42
$\eta^*_{0,1}$ (Pa.s)	197	2552
η^*_1 (Pa.s)	23	310
η^*_{10} (Pa.s)	2,8	41
n^*	0,07	0,12
K^* (Pa.s ^{n*})	26,7	315
G'_1 (Pa)	158	2082
σ_{sl} (Pa)	3,3	32,7
γ_{sl} (°)	0,6	3,9
σ_{ss} (Pa)	18,2	137,3
γ_{ss}	1,2	2,9
η_{64-10s} (mPa.s)	422	2160
η_{64} (mPa.s)	410	2230
η_{300} (mPa.s)	131	639
n_{aller}	0,21	0,34
K_{aller} (Pa.s ⁿ)	6,2	44,3
n_{retour}	0,23	0,39
K_{retour} (Pa.s ⁿ)	6,2	50,0
η_{rel64}	6,6	101,7
Plateau (N)	0,2	2,7
Périmètre	58,5	62,7

Comme les paramètres structuraux, les paramètres rhéologiques peuvent varier selon des gammes de valeurs importantes. Certains varient selon un facteur 2 (*penetG'*, *tanδ*, *n**, *γ_{ss}*, *n_{aller}*, *n_{retour}*), d'autres selon un facteur supérieur à 5 (*γ_{sl}*, *σ_{ss}*, *η_{64-10s}*, *η₆₄*, *η₃₀₀*, *K_{aller}*, *K_{retour}*) voire supérieur à 10 (*η**, *K**, *G'₁*, *σ_{sl}*, *η_{rel64}*, *plateau*). Seul le périmètre de rétro-extrusion varie peu, avec un coefficient égal à 1,1.

Les valeurs d'indice de consistance K (6 à 50 Pa.sⁿ) et de comportement n (0,21 à 0,39) sont proches de celles fournies par la littérature (respectivement comprises entre 7 et 40 Pa.sⁿ et 0,25 à 0,40) (Harper and Lebermann, 1962; Saravacos, 1968, 1970; Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Rao, *et al.*, 1986; Qiu and Rao, 1989a). En revanche, certains paramètres varient selon des gammes plus larges. C'est le cas de η_{64-10s} (variation de 422 à 2160 mPa.s contre 600 à 1030 mPa.s (Lorenzo, 2001)), de G'_l (variation de 158 à 2082 Pa contre 100 à 800 Pa (Lorenzo, 2001)) et de σ_{ss} (variation de 18 à 137 Pa contre 50 à 80 Pa (Harper and Lebermann, 1962; Barbosa-Canova and Peleg, 1983; Qiu and Rao, 1988)). **L'espace produits étudié apparaît donc plus diversifié que les produits dont les caractéristiques sont rapportées par la littérature.** Il comporterait ainsi des purées moins visqueuses, ou au contraire plus visqueuses que les purées déjà étudiées, mais également plus cohésives et avec un comportement viscoélastique plus marqué. A notre connaissance, les autres paramètres rhéologiques n'ayant pas été étudiés antérieurement à nos travaux, aucune comparaison n'a pu être établie avec des données de la littérature.

2.2. Etude multidimensionnelle

Comme pour les données de structure, le nombre total des paramètres rhéologiques (24) étant inférieur au nombre de produits (49), l'étude factorielle de l'ensemble des paramètres est pertinente. Les 2 premières composantes de l'ACP sont représentées sur la Figure 50. Elles représentent respectivement 52,4% et 17,2% l'information, soient 70% au total. Au-delà, chaque composante apporte moins de 10% de l'information. Les trois groupes principaux de paramètres, repérés grâce à une CAH sur les coordonnées des variables, ont pu être reportés sur le cercle des corrélations.

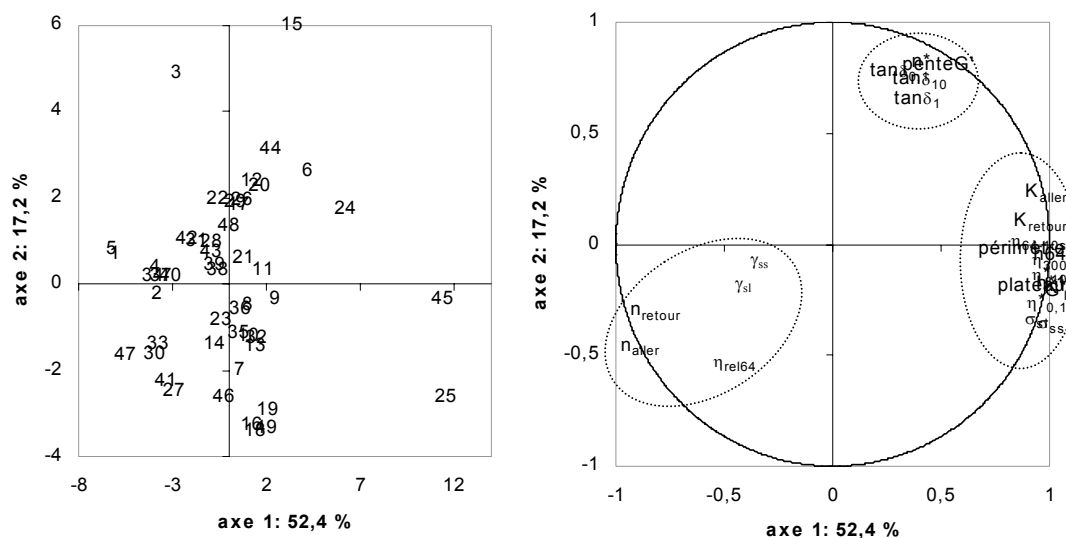


Figure 50 : Deux premières dimensions de l'ACP sur les données rhéologiques de l'espace produits 49 purées du commerce

- **La plupart des variables rhéologiques sont corrélées sur la première composante du cercle des corrélations.** Ce groupe de variables est composé des deux contraintes seuil (σ_{ss} et σ_{sl}), des viscosités complexes entre 0,1 et 10 rad.s^{-1} ($\eta_{0,1}^*$, $\eta_{1,1}^*$, $\eta_{10,1}^*$), des indices de consistance (K_{aller} , K_{retour} et K^*), des viscosités apparentes entre 64 et 300 s^{-1} (η_{64-10s} , η_{64} , η_{300}), de G' ainsi que du *périmètre* et du *plateau* moyen de rétro-extrusion. Ces paramètres, qui caractérisent les différents états rhéologiques des produits (au repos, en écoulement et à la limite entre les deux états), fournissent donc une information de même ordre quant au positionnement relatif des produits.
- La deuxième composante porte un groupe de données caractéristiques du comportement viscoélastique des produits : la pente du spectre de G' (*penteG'*), les tangentes de l'angle de perte entre 0,1 et 10 rad.s^{-1} ($\tan\delta_{0,1}$, $\tan\delta_{1,1}$, $\tan\delta_{10,1}$) et l'indice de comportement complexe (n^*).
- Enfin, une troisième groupe, porté par la bissectrice entre la première et la deuxième composante, regroupe la viscosité relative (η_{rel64}), les indices de comportement (n_{aller} et n_{retour}) ainsi que les déformations correspondant aux seuils d'écoulement (γ_{sl} et γ_{ss}).

L'analyse de la position relative des produits montre que quatre produits se détachent de l'ensemble des autres. Les produits 25 et 45 seraient des produits plus visqueux et cohésifs que les autres, tandis que les produits 15 et 3 seraient plus faiblement viscoélastiques (tangentes de perte élevées). Le produit 6, qui se détachait des autres produits selon des

critères structuraux, à cause d'une viscosité de sérum plus élevée (Figure 49), est ici rhéologiquement proche des autres. Les autres facteurs de structure sembleraient donc agir pour compenser le seul effet de la viscosité du sérum sur la rhéologie. **Le comportement rhéologique des produits serait donc le résultat des plusieurs effets conjugués des différents facteurs de structure.**

2.3. Choix des paramètres rhéologiques

Comme pour les données structurales, l'analyse multidimensionnelle des 24 paramètres rhéologiques a montré de fortes corrélations, avec trois groupes principaux. L'étude de chacun des paramètres semble donc redondante.

- **Un paramètre par groupe a ainsi pu être sélectionné pour décrire de façon indépendante la rhéologie de l'espace produits.** Parmi le groupe de paramètres les plus nombreux, la viscosité apparente, mesurée à 64s^{-1} au bout de 10s (η_{64-10s}), a été choisie car, facilement accessible. Les deux autres paramètres sélectionnés, représentatifs des deux autres groupes, sont la tangente de l'angle de perte à 1rad.s^{-1} ($\tan\delta_l$) et l'indice de comportement n_{aller} . La tangente de l'angle de perte a été choisie car elle permet de mesurer facilement le niveau de viscoélasticité des produits. L'indice n_{aller} a également été choisi car, plus proche de la réalité perçue lors de la consommation du produit que n_{retour} , il permet de caractériser le comportement rhéofluidifiant des produits.
- **Deux autres paramètres ont cependant été ajoutés à ces trois paramètres :** le module conservatif dans le domaine linéaire (G'_l) et la contrainte seuil en sortie de linéarité (σ_{sl}). Ces deux paramètres appartiennent au même groupe de paramètres corrélés que la viscosité apparente (η_{64-10s}) mais ils permettent de compléter la description du comportement rhéologique des purées de fruits, avec la caractérisation du matériau au repos et à la limite entre le repos et l'écoulement (seuil d'écoulement). Ils présentent également l'avantage d'être issus d'une même expérience en régime harmonique : l'expérience dite de linéarité (p104).

En conclusion, cinq paramètres ont été sélectionnés pour caractériser le comportement rhéologique des purées de fruits : la viscosité apparente à 64s^{-1} au bout de 10s (η_{64-10s}), le module conservatif dans le domaine linéaire (G'_l), le seuil d'écoulement en sortie de

linéarité (σ_{sl}), la tangente de perte à 1rad.s^{-1} ($\tan\delta_l$) et l'indice de comportement (n_{aller}). Ces paramètres seront alors utilisés pour mesurer l'influence des facteurs de structure sur le comportement rhéologique des purées reconstituées dans la partie 5 explicative.

3. La caractérisation sensorielle

La description sensorielle de l'espace produits du commerce (49 produits) a été réalisée par profil Flash. **Le nombre de produits évalués ne semble pas avoir été un obstacle et le panel a effectivement exécuté la tâche demandée.** Nous avons quand même vérifié si la charge de travail n'avait pas été trop importante et dans quelle mesure les résultats pouvaient être considérés comme fiables. Des éléments de validation ont ainsi été apportés grâce à un profil Flash complémentaire, mené sur un espace produits similaire mais plus restreint (10 produits).

3.1. Résultats du profil Flash sur l'espace produits complet

3.1.1. Les descripteurs sensoriels

Chaque sujet a généré entre 4 et 7 descripteurs de texture, soit un total de 32 termes, dont 23 termes sémantiquement différents (Tableau 13). Ils concernent 3 types de texture : la texture visuelle (les sujets se contentent d'observer les produits sans les manipuler), à la cuillère (ils manipulent les produits à l'aide d'une cuillère) et en bouche.

Tableau 13 : Liste des termes générés par les 6 sujets du profil Flash pour décrire l'espace produits 49 purées de fruits

Nature des termes	S1	S2	S3	S4	S5	S6
aspect	granuleux	lisse fluide	granuleux gélifié	humide lisse	grains humide	granuleux compact
à la cuillère	épais écoulement	visqueux	résistance écoulement	consistance consistance-versement	fluide	filant
en bouche	granuleux	granuleux épais	granuleux	consistance particules fuyant	épais grumeleux grains	granuleux dureté grains

Les termes concernant la texture à l'aspect et à la cuillère sont plus nombreux (3 à 4) que ceux concernant la texture en bouche (1 à 3) : les descripteurs en bouche représentent ainsi de 20 à 50% des termes totaux. Les sujets se sont donc consacrés à une évaluation visuelle plus détaillée que celle en bouche. **La quantité de produits a donc pu être limitante dans la description en bouche de l'espace produits.**

3.1.2. Les dimensions sensorielles

3.1.2.1. Dimensions des configurations individuelles

Des ACP individuelles ont été réalisées sur les résultats de chaque sujet (Annexe 3). Les différences dans les dimensions des espaces produits individuels traduisent des différences de perception entre les sujets. La Figure 51 montre les pourcentages d'information portés par les axes des ACP individuelles. Plus le nombre de dimensions est important et plus l'information sensorielle est riche.

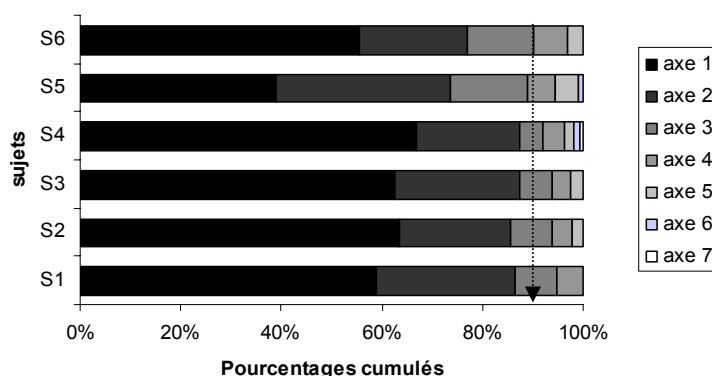


Figure 51 : Pourcentage d'information porté par les axes des ACP individuelles des 6 sujets du profil Flash sur l'espace produits 49 purées de fruits

90% de la variance est expliquée par 3 axes pour la plupart des sujets, sauf pour le sujet 5 qui utilise 4 dimensions. Ce sujet 5, spécialiste d'analyse sensorielle, est certainement plus habitué à identifier et décrire ses sensations. On peut remarquer également que le sujet 4, expert en rhéologie, a généré plus de descripteurs que les autres mais s'est plutôt concentré sur des termes de consistance, pour la plupart très corrélés. Pour ce sujet, l'information est concentrée sur l'axe 1 qui explique 67% de l'information.

3.1.2.2. Dimensions de la configuration moyenne

L'APG, réalisée sur les résultats individuels, a permis de réduire la statistique procustéenne résiduelle de 80% afin d'obtenir une carte sensorielle moyenne. La totalité de la variance de cette configuration est expliquée par les 6 premières dimensions de l'APG (Figure 52).

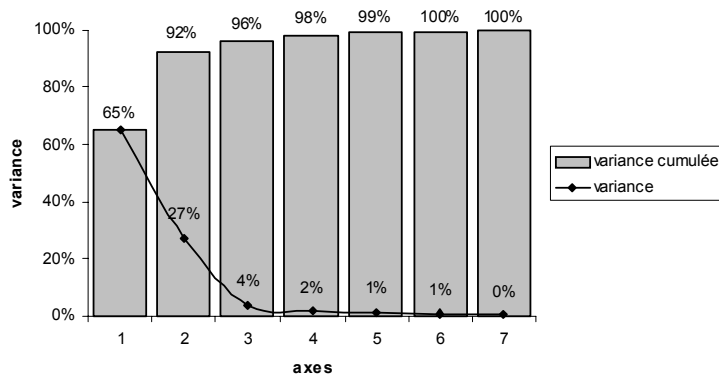


Figure 52 : Pourcentage d'information porté par les axes de l'APG du profil Flash sur l'espace produits 49 purées de fruits

Les deux premières dimensions expliquent ainsi déjà 92% de l'information (65 et 27% respectivement). **Peu de dimensions suffisent donc à décrire la texture des purées de pommes et poires.** L'information moyenne, apportée par l'ensemble du panel, serait moins riche que les informations individuelles, qui nécessitent au moins 3 axes pour expliquer 90% de l'information.

3.1.3. Analyse du consensus

Les ellipses de confiance (intervalle à 95%) autour de chaque point moyen ont été représentées sur le premier plan de la carte sensorielle (Figure 53). Elles permettent de visualiser la variabilité individuelle pour chaque produit.

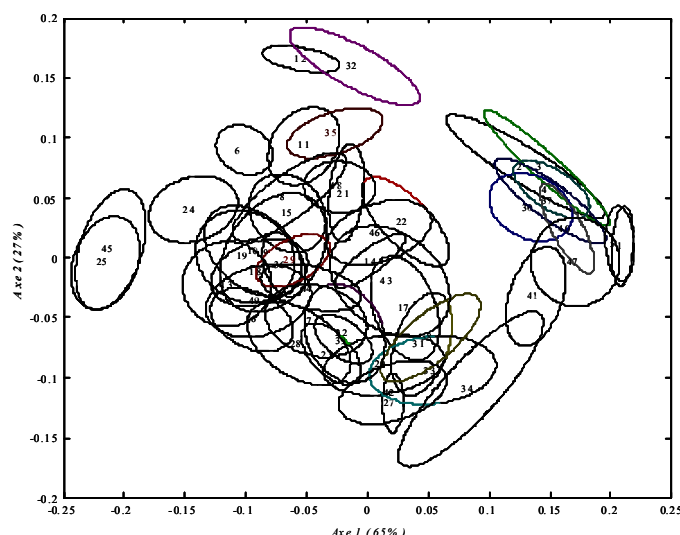


Figure 53 : Représentation des ellipses de confiance (95%) autour des points consensuels de l'APG

La taille de chaque ellipse est variable selon les produits mais globalement petite. Beaucoup d'entre elles se chevauchent, ce qui signifie que **la plupart des produits est sensoriellement proche**. Toutefois, les groupes de produits sensoriellement proches semblent bien discriminés des autres groupes plus éloignés. **Les sujets auraient donc une vision similaire des principales différences de l'espace produits.**

3.1.4. Carte sensorielle des produits

Les trois premières dimensions de la carte sensorielle ont été analysées (96% de l'information) (Figure 54). La troisième dimension, qui explique seulement 4% de l'information, se révèle importante pour différencier les purées de pommes et poires selon des descripteurs propres au pierreux.

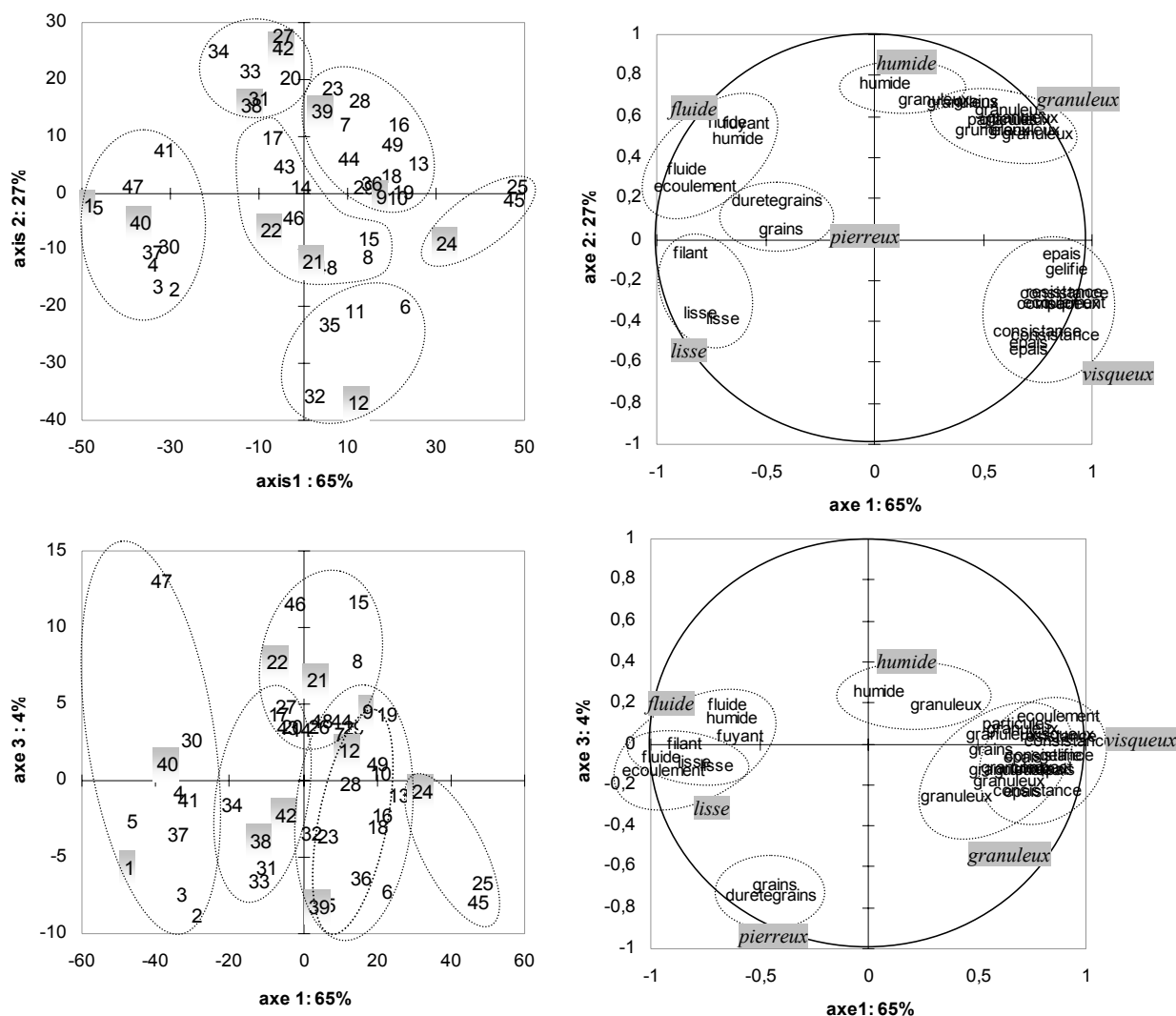


Figure 54 : Trois premières dimensions de l'APG du profil Flash sur l'espace produits 49 purées de fruits. En grisé sur la carte des produits, les produits choisis pour l'étude de validation des résultats. En grisé sur le cercle des corrélations, notions attribuées à chaque groupe de descripteurs.

Une CAH, réalisée sur les coordonnées des termes issues de l'APG, a mis en évidence 6 groupes principaux de descripteurs : *visqueux*, *humide*, *granuleux*, *fluide*, *lisse* et *pierreux*. Les termes *visqueux* et *fluide* d'une part, et *granuleux* et *lisse* d'autre part, s'opposent sur les deux bissectrices des deux premières composantes. Ces notions représentent les bornes de deux axes, l'un de *consistance* et l'autre de *granulosité*. Le terme *humide* est porté par la deuxième composante et le terme *pierreux* par la troisième. On peut également remarquer que les termes se rapportant à l'évaluation de la texture à l'aspect, à la cuillère et en bouche ne sont pas différenciés. **Les informations de ces deux types de perception convergent donc.**

Quatre notions descriptives sont alors retenues pour décrire l'espace produits purées de pommes et poires : *granulosité, viscosité, humidité et pierreux*.

Les produits sont globalement bien répartis sur la carte sensorielle. Une CAH réalisée sur les coordonnées des produits a permis de rassembler les produits sensoriellement proches en 6 groupes. Un premier groupe (25, 24, 45) regroupe des purées de pommes à consistance élevée. Un deuxième groupe (32, 12, 35, 11, 6) est un groupe de purées peu humides, enrichies en agents de texture (gomme de caroube ou gomme de guar). Deux autres groupes (26, 39, 23, 28, 7, 16, 49, 13, 10, 18, 19, 36, 9, 29, 44 d'une part, et 48, 21, 8, 15, 22, 46, 14, 17, 43 d'autre part) sont des purées de pommes sensoriellement peu différentes, aux caractéristiques peu marquées. Un autre groupe (42, 20, 27, 34, 33, 31, 38) est un groupe de purées de mélange pommes/poires. Enfin, un dernier groupe (1, 5, 47, 41, 2, 3, 4, 30, 40, 37) regroupe des purées de poires peu consistantes et des petits pots pour bébés.

La segmentation de l'espace en groupes de produits sensoriellement proches (Figure 54) a alors permis de pouvoir choisir les produits les plus représentatifs de la diversité sensorielle. Dix produits ont ainsi été sélectionnés pour l'étude complémentaire de validation, afin de constituer un espace produits cinq fois plus petit que l'espace initial : 1, 9, 12, 21, 22, 24, 38, 39, 40 et 42. Cet espace a également été évalué par profil Flash (p147).

3.1.5. Déclarations des sujets

Lors d'une séance de groupe organisée à la fin des séances individuelles d'évaluation, les sujets ont déclaré que **générer des termes discriminants ainsi que d'établir un classement des produits sur chacun d'eux était facile compte tenu de la diversité sensorielle de l'espace produits. Cependant, ils ont trouvé que la tâche était longue et fastidieuse et tous ont déclaré ne pas être prêts à réaliser une séance de répétition.** En effet, lors de l'évaluation, ils ont été confrontés à un phénomène de satiété. Pourtant, aucun n'a fait le choix de recracher les produits. La déglutition des produits semi-liquides, comme les purées de fruits, intervient très tôt après la mise en bouche, car ces produits n'ont pas besoin d'être mâchés (Bourne, 2004). Conserver ce type de produits en bouche pendant son évaluation avant de le recracher devient, dans ces conditions, un exercice plutôt difficile, ce qui permettrait d'expliquer le choix des sujets d'avaler les produits lors de l'évaluation de la texture en bouche.

3.2. Résultats du profil Flash sur l'espace produits restreint

Cette étude a été réalisée sur les 10 produits choisis lors de l'étude précédente (p144) pour leur représentativité sensorielle des purées de pommes et poires du marché. Cette étude a été menée selon une démarche similaire à celle sur l'espace complet, dans le but d'apporter des éléments de comparaison.

3.2.1. Descripteurs sensoriels

Chaque sujet a généré entre 5 et 8 termes, 36 au total dont 25 termes différents (Tableau 14). L'ensemble du panel a donc généré 4 termes de plus que le panel de l'expérience précédente, ce qui représente moins d'un terme par sujet. **On ne peut donc pas dire qu'il existe une différence concernant le nombre de descripteurs générés entre les deux expériences.**

Tableau 14 : Liste des termes générés par les 6 sujets du profil Flash pour l'espace produits 10 purées de fruits

Nature des termes	S1	S2	S3	S4	S5	S6
aspect	lisse	surface granulométrie	homogénéité granulosité	granuleux	granuleux	granuleux
à la cuillère	coulabilité résistant	épais écoulement	force fluide	fluidité-tourne fluidité-tombe paquets compact	collant équilibre	viscosité
en bouche	granuleux grains	granuleux épais	rugosité pâteux	granuleux grains pâteux	lisse granuleux filant	lisse épais onctuosité

Les descripteurs concernant la texture en bouche représentent entre 33 et 60% des termes selon les sujets, ce qui constitue un meilleur équilibre avec le nombre de termes de texture à l'aspect et à la cuillère que pour la première expérience. **Les sujets, face au nombre moins important de produits, ont donc plus détaillé la description en bouche.**

3.2.2. Les dimensions sensorielles

3.2.2.1. Dimensions des configurations individuelles

Comme dans l'expérience précédente, les ACP individuelles montrent que la majorité de l'information (90% de la variance) peut être expliquée par 3 à 4 axes pour l'ensemble des sujets (Figure 55).

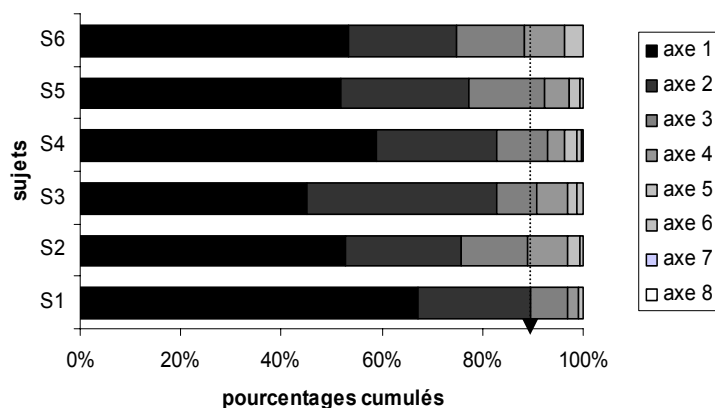


Figure 55: Pourcentage d'information porté par les axes des ACP individuelles des 6 sujets du profil Flash sur l'espace produits 10 purées de fruits

3.2.2.2. Dimensions de la configuration moyenne

L'APG sur les résultats individuels a permis de réduire la statistique procustéenne résiduelle de 87%. Les 6 premières composantes de la carte sensorielle consensuelle expliquent la totalité de la variance (Figure 56). Les trois premières apportent 92% de l'information (59, 24 et 10% respectivement). Ces résultats confirment ceux de l'expérience précédente : **seulement 3 dimensions sensorielles suffisent à expliquer la majorité de la texture des purées de pommes et poires.**

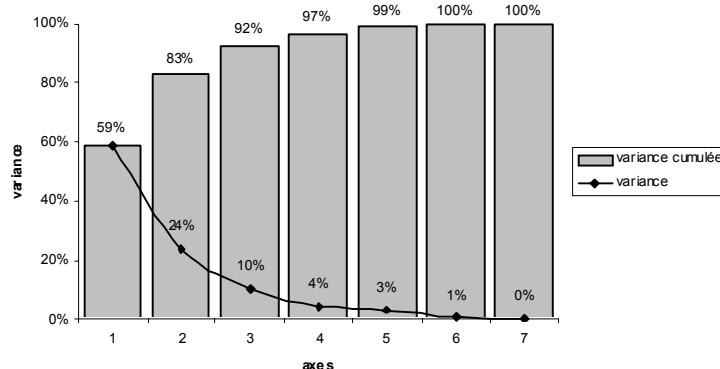


Figure 56 : Pourcentage d'information porté par les axes de l'APG du profil Flash sur l'espace produits 10 purées de fruits

La troisième composante, caractéristique du *pierreux*, possède un poids plus important que pour l'expérience précédente (10% au lieu de 4%). Le choix des 10 produits représentatifs pourrait être à l'origine de cette différence. En effet, la proportion de purées contenant de la poire est plus élevée dans cette expérience (50%) que dans l'expérience précédente (35%).

3.2.3. L'analyse du consensus

Les ellipses de confiance (intervalle à 95%) autour de chaque point moyen ont été représentées sur le premier plan de l'APG (Figure 57).

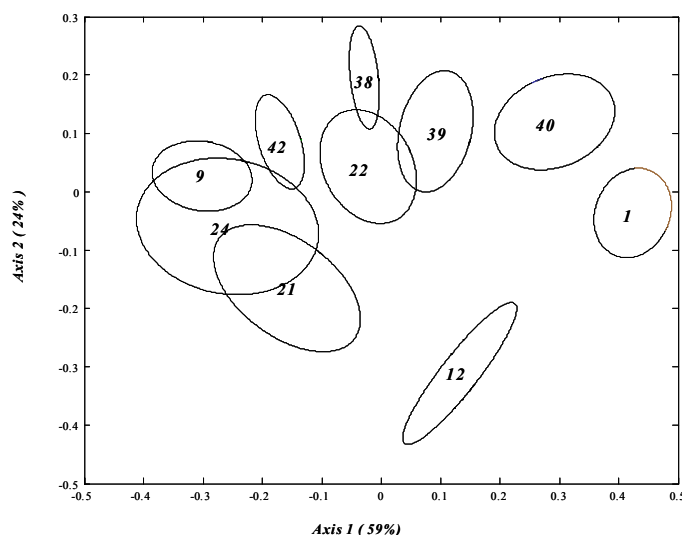


Figure 57 : Représentation des ellipses de confiance (95%) autour des points consensuels de l'APG sur l'espace produits 10 purées de fruits

La taille des ellipses de cette expérience est similaire, voire supérieure, à celles de l'expérience précédente. **La quantité de produits évaluée ne semble donc pas influencer la variabilité individuelle et le consensus est considéré comme efficace dans les deux cas.** Or, dans ce cas-là, les ellipses sont bien distinctes (sauf pour le produit 24), les produits sont donc bien discriminés. Choisis pour être représentatifs de la diversité sensorielle de l'espace initial, les produits ont effectivement été perçus comme différents par l'ensemble du panel.

3.2.4. Carte sensorielle des produits

3.2.4.1. Carte de l'espace produits restreint

Les trois premières dimensions de la carte sensorielle moyenne (92% de l'information) sont présentées en Figure 58.

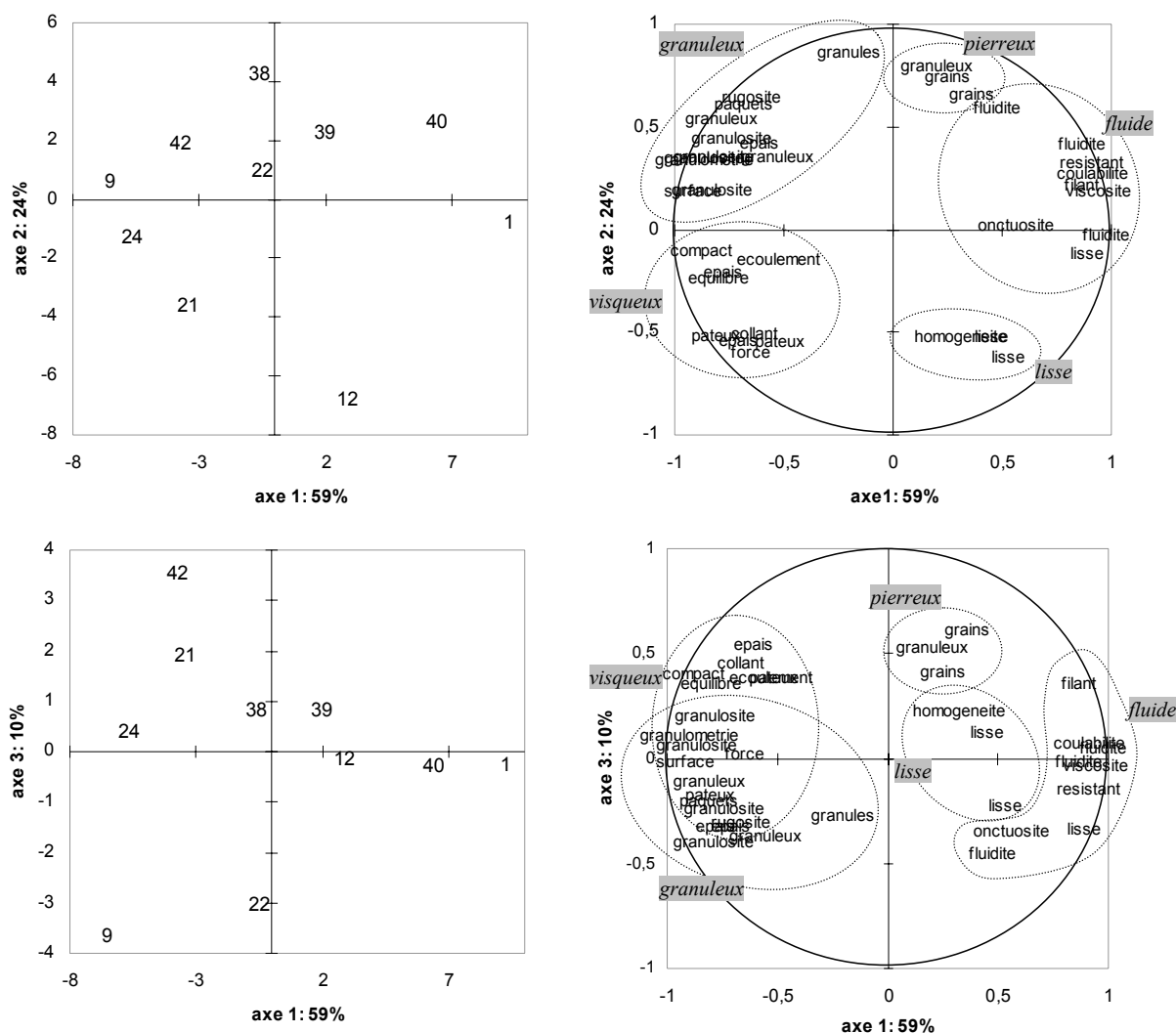


Figure 58 : Trois premières dimensions de l'APG du profil Flash sur 10 purées de fruits. En grisé sur le cercle des corrélations, notions attribuées à chaque groupe de descripteurs.

La CAH réalisée sur les coordonnées des descripteurs révèle la présence de 5 groupes que l'on résume par les étiquettes : *granuleux*, *visqueux*, *pierreux*, *lisse* et *fluide*. Comme dans l'expérience précédente, les notions de *visqueux* et *fluide* d'une part, ainsi que de *granuleux* et *lisse* d'autre part s'opposent sur le cercle des corrélations pour constituer un axe de *consistance* et un autre de *granulosité*. Le *pierreux* est également porté par la troisième composante. **Les principales notions descriptives exprimées semblent donc similaires à l'expérience précédente. Seule la notion d'humidité est manquante.** D'après les déclarations des sujets en p146, trouver des termes discriminants serait plus facile lorsque la quantité de produits est importante. D'autre part, le fait que les termes en bouche soient plus nombreux n'a pas eu d'influence et aucune notion descriptive nouvelle n'est apparue. Comme

dans l'expérience précédente, les termes en bouche et visuels sont également corrélés. **Les informations issues de ces deux modes d'évaluation convergent donc.**

3.2.4.2. Comparaison avec la carte de l'espace complet

La comparaison des deux configurations moyennes de l'espace à 10 produits, la première issue de l'étude de l'espace initial (10 produits étudiés avec les 39 autres) et la deuxième issue de l'espace produits restreint (10 produits étudiés seuls), a été réalisée par APG sur les coordonnées des produits (Figure 59).

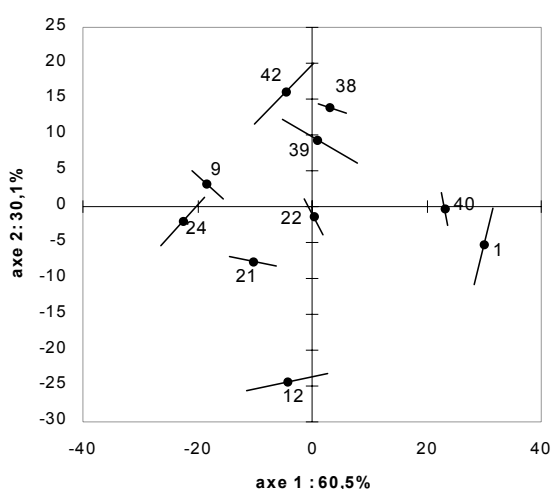


Figure 59 : Premier plan de l'APG pour la comparaison des configurations issues des profils Flash sur 10 purées de fruits et sur 49 purées de fruits..

Les 10 paires de produits semblent regroupées sur le premier plan, qui explique 90% de l'information. Les configurations issues des deux expériences sont proches. **Les deux panels perçoivent donc les principales différences de l'espace produits de la même façon, quel que soit le nombre de produits évalué.** La variance résiduelle est la plus élevée pour les produits 12, 42 et 39 (17,5%, 16,9% et 15,1% respectivement). Ces 3 produits sont caractérisés par le descripteur *humide* lors de la première expérience, qu'on ne retrouve pas lors de l'évaluation de l'espace produits restreint. L'absence de cette notion lors de la deuxième expérience pourrait être une explication aux distances entre produits.

3.3. Conclusion et choix des notions sensorielles

Les résultats issus du profil Flash sur l'espace produits restreint (10 produits) sont similaires à ceux issus du profil Flash sur l'espace produits complet (49 produits) (Tableau 15).

Tableau 15 : Comparaison des résultats de 2 profils Flash, l'un sur 49 purées de pommes et poires (espace complet) et l'autre sur 10 produits (espace restreint) représentatifs de la diversité sensorielle du premier

	profil Flash sur l'espace complet	Profil Flash sur l'espace restreint
Nombre de descripteurs générés	32	36
Proportion des termes en bouche	20 à 50%	33 à 60%
Configurations individuelles : nombre de dimensions pour 90% de l'information	3 à 4	3 à 4
Configuration moyenne : pourcentage d'information avec 3 axes	92%	96%
Niveau de consensus (analyse des ellipses de confiance)	proche	
Notions descriptives	<i>Granulosité, consistance, humidité et pierreux</i>	<i>Granulosité, consistance et humidité</i>
Position relative des produits (analyse des coordonnées par APG)	proche	

Le nombre important de produits a été un facteur limitant dans la génération des termes en bouche. Cependant, les résultats ne semblent pas en être affectés avec une position relative des produits très proches, et même la présence d'une notion descriptive supplémentaire par rapport à l'évaluation de l'espace restreint : l'*humidité*. **Les résultats de l'évaluation des 49 purées de pommes et poires sont donc considérés comme fiables.** La réussite d'un tel test a pu tenir à plusieurs conditions :

- le type de produits évalués (Pfaffman, *et al.*, 1954; Moskowitz, 1983; Land and Shepherd, 1984) : les purées de fruits sont des produits semi-liquides, sucrés et non 'écoeurants', donc faciles à évaluer.
- l'expérience et la motivation des sujets (Kramer, *et al.*, 1961; Moskowitz, 1983) : les sujets ont été recrutés parmi des personnes expérimentées dans le domaine sensoriel, ayant donc eu tout à fait conscience, avant leur engagement, de la difficulté de la tâche demandée. Ce sont également des personnes connaissant nos travaux, donc sensibilisées à l'importance du bon déroulement de l'épreuve pour obtenir des résultats fiables et exploitables.

- la nature de la tâche (Land and Shepherd, 1984) : la méthodologie même du profil Flash a permis d'imposer aux sujets peu de contraintes de temps. Les sujets se sont donc sentis libres d'organiser leur travail, à leur rythme, et sans pression.

Dans ces conditions, les sujets ont réalisé le test entièrement, malgré la charge de travail et la lassitude. **Le profil Flash est par conséquent une méthode sensorielle adaptée pour obtenir la position relative d'un grand nombre de produits et en interpréter les principales différences grâce aux notions descriptives les plus discriminantes.**

D'un point de vue analytique, la texture des purées de pommes et poires est une perception composée de peu de dimensions et seulement quatre notions permettent d'en faire la description : la *granulosité*, la *consistance*, l'*humidité* et le *pierreux*. **Cette étude a ainsi permis de montrer que les perceptions visuelles et en bouche aboutissaient à des informations convergentes.** Cependant, nous avons voulu vérifier si, lors de l'utilisation de termes consensuels, évalués selon des modes opératoires contrôlés et sur lesquels les sujets étaient entraînés, les informations visuelle et en bouche pouvaient être différentes et complémentaires. **Les notions descriptives alors retenues pour constituer le glossaire sensoriel de l'étude de la partie 5 sont : la *granulosité visuelle*, la *granulosité en bouche*, la *consistance visuelle*, la *consistance en bouche*, l'*humidité* et le *pierreux*.**

4. Relations entre données

L'ensemble des 18 paramètres structuraux, des 24 paramètres rhéologiques et des 32 descripteurs sensoriels caractérisant les 49 purées de pommes et poires ont été étudiés simultanément afin de mettre en évidence les différentes corrélations. Cette étude s'est, dans un premier temps, consacrée aux seuls paramètres instrumentaux, puis, dans un deuxième temps, aux paramètres instrumentaux et sensoriels ensemble.

4.1. L'étude instrumentale globale

L'étude instrumentale globale a été réalisée par ACP sur l'ensemble des paramètres structuraux et rhéologiques.

4.1.1. La dimensionnalité

La totalité de la variance de l'ACP est expliquée par les 24 premières composantes (Figure 60). La plupart des 42 données instrumentales sont donc corrélées.

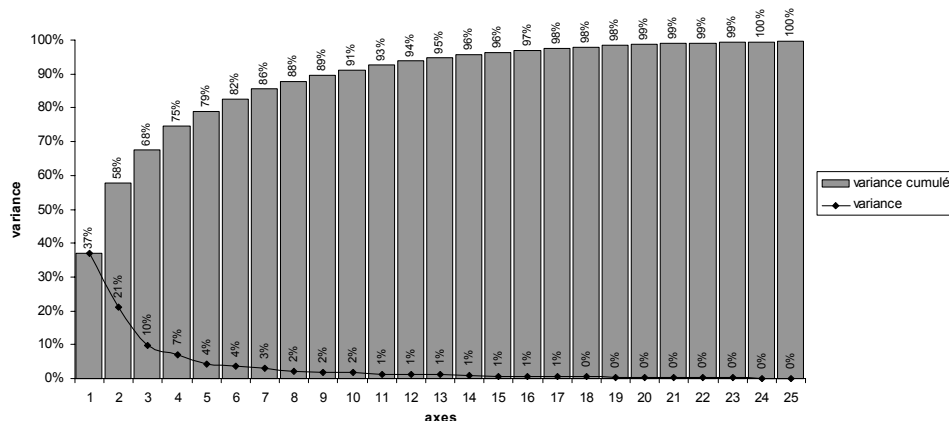


Figure 60 : Pourcentage d'information porté par les axes de l'ACP sur les données instrumentales (structurales et rhéologiques) de l'espace produits 49 purées du commerce

Les trois premières dimensions expliquent la majorité de l'information avec 67% (36%, 21% et 10% respectivement) et 10 axes sont nécessaires pour expliquer plus de 90% de l'information. **Les données issues d'appareils de mesure seraient plus riches dans leur description de la texture des purées de pommes et poires que le sujet humain** (2 axes seulement sont nécessaires au panel sensoriel pour décrire plus de 90% de l'information (Figure 52)).

4.1.2. La carte instrumentale

La Figure 61 présente les trois premières dimensions de la carte instrumentale. Les groupes de paramètres corrélés, repérés lors des études individuelles (Figure 49 et Figure 50), ont été reportés sur les cercles de corrélation.

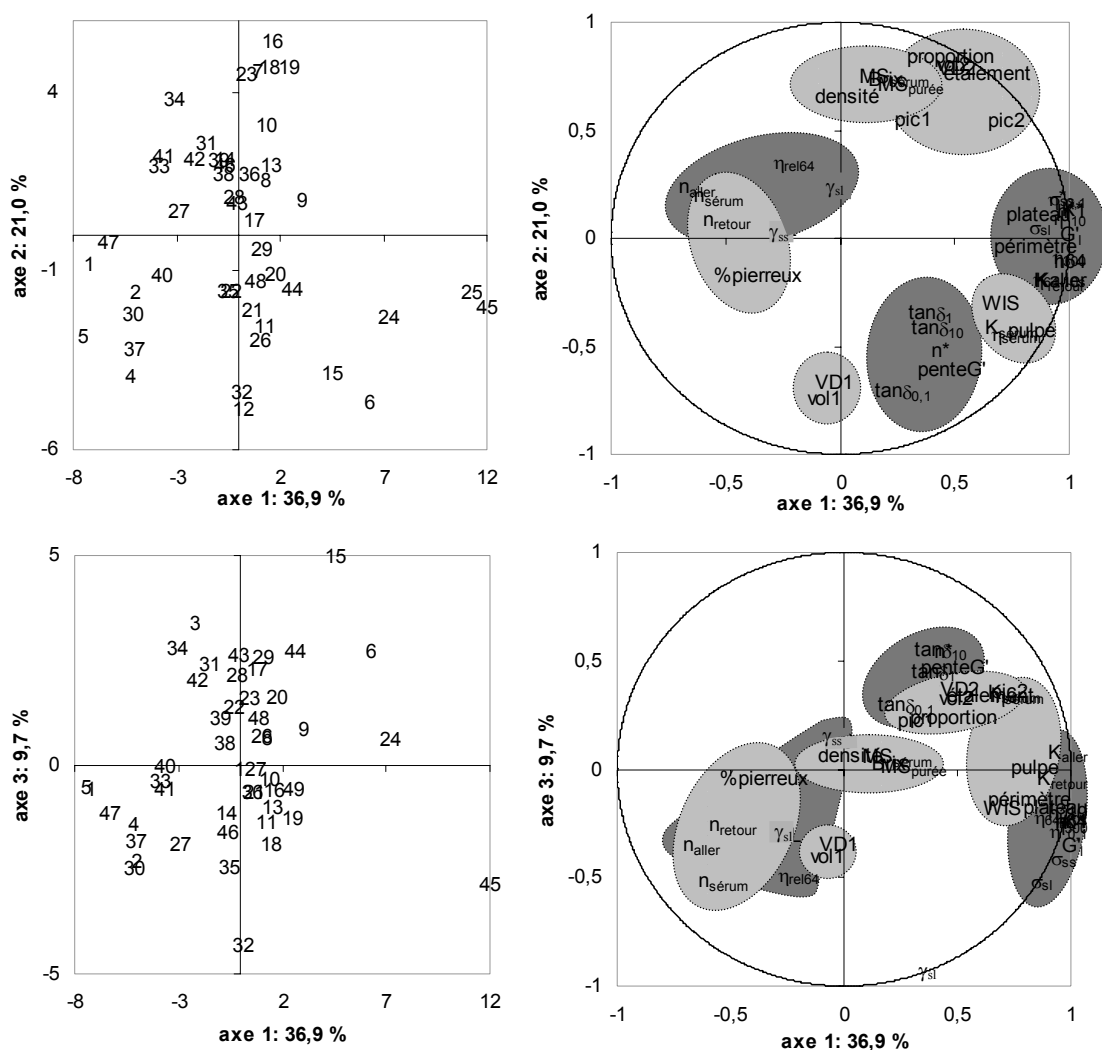


Figure 61 : Trois premières dimensions de l'ACP sur les données instrumentales (structurales, physico-chimiques et rhéologiques) de l'espace produits 49 purées de fruits. En gris clair : groupes de paramètres structuraux. En gris foncé : groupes de paramètres rhéologiques.

Certains groupes de paramètres semblent partiellement se recouvrir ce qui témoigne de la présence de corrélations entre groupes.

- Ainsi, le groupe structural WIS , $pulpe$, $\eta_{sérum}$ et $K_{sérum}$ semble corrélé au principal groupe rhéologique ($\eta^*_{0,1}$, η^*_1 , η^*_{10} , K_{aller} , K_{retour} , K^* , η_{64-10s} , η_{64} , η_{300} , G'), $périmètre$ et $plateau$ sur la première composante, et au deuxième groupe rhéologique ($penteG'$, $\tan\delta_{0,1}$, $\tan\delta_1$, $\tan\delta_{10}$ et n^*) sur la deuxième composante. **La quantité de pulpe et la viscosité du sérum paraissent ainsi avoir une influence de premier ordre sur les propriétés rhéologiques des purées en écoulement et au repos.**

- On peut également observer une corrélation entre les indices de comportement $n_{\text{sérum}}$, n_{aller} et n_{retour} . **Le comportement rhéofluidifiant du sérum pourrait donc directement influencer le comportement rhéofluidifiant de la purée.**
- Enfin, les deux groupes structuraux relatifs aux paramètres physico-chimiques liés au sucre ($MS_{\text{sérum}}$, $MS_{\text{purée}}$, *densité*, *Brix*) et à la granulométrie des particules (*proportion*, *étalement*, *pic2*, *pic1*, *vol2*, *VD2*) sont portés par la bissectrice entre la première et la deuxième composantes. Contrairement à ce qu'on aurait pu attendre, le *périmètre* de rétro-extrusion ne semble pas corrélé à cette dimension. **Aucune donnée rhéologique n'est ainsi directement corrélée à ce groupe de paramètres structuraux et physico-chimiques.**

Dans l'objectif de pouvoir prédire la perception sensorielle par des mesures instrumentales, il semble par conséquent nécessaire d'étudier à la fois des paramètres rhéologiques et des paramètres structuraux afin d'obtenir l'information instrumentale la plus riche possible.

4.2. Les relations instrumental / sensoriel

L'AFM a permis d'analyser conjointement l'ensemble des données sensorielles et instrumentales.

4.2.1. Analyse du degré de ressemblance

L'analyse des coefficients RV a permis de vérifier le niveau de concordance des différentes configurations individuelles entre elles (sujets 1 à 6 et *instrumental*) et avec la configuration finale (*AFM*) (Tableau 16).

Tableau 16 : Coefficients de liaison RV entre les configurations individuelles et la configuration finale de l'AFM pour l'espace produits 49 purées de fruits du commerce

	Sujet 1	Sujet 2	Sujet 3	Sujet 4	Sujet 5	Sujet 6	Instrumental
Sujet 2	0,687						
Sujet 3	0,642	0,746					
Sujet 4	0,679	0,734	0,741				
Sujet 5	0,648	0,685	0,774	0,727			
Sujet 6	0,617	0,639	0,584	0,635	0,672		
Instrumental	0,631	0,668	0,698	0,708	0,593	0,612	
AFM	0,830	0,867	0,865	0,875	0,855	0,818	0,825

Les valeurs des coefficients sont élevées malgré le nombre important de produits (supérieures à 0,580, voire supérieures à 0,800 par rapport à la configuration finale). Les différentes configurations individuelles, instrumentales et sensorielles, semblent donc proches et **les mesures instrumentales permettraient d'obtenir une position relative des produits proches de celles du panel sensoriel.**

4.2.2. Analyse des corrélations

Les 3 premiers axes de l'AFM ont été représentés en Figure 62 et Figure 63. Ils représentent 72% de l'information.

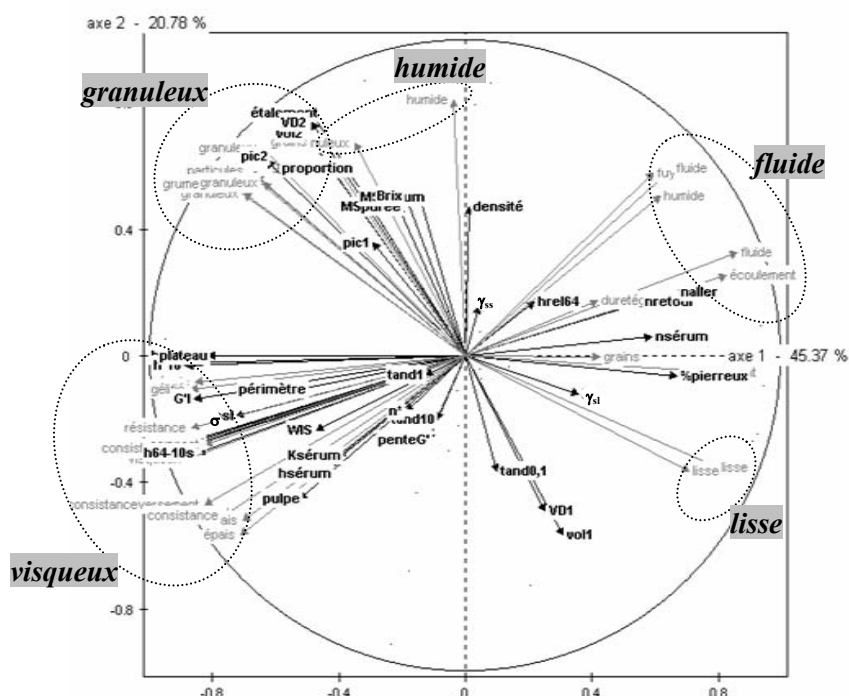


Figure 62 : Plan 1-2 de l'AFM réalisée sur les données sensorielles et instrumentales (structurales et rhéologiques) de l'espace produits 49 purées de fruits du commerce. En gris, descripteurs sensoriels. En noir, paramètres instrumentaux.

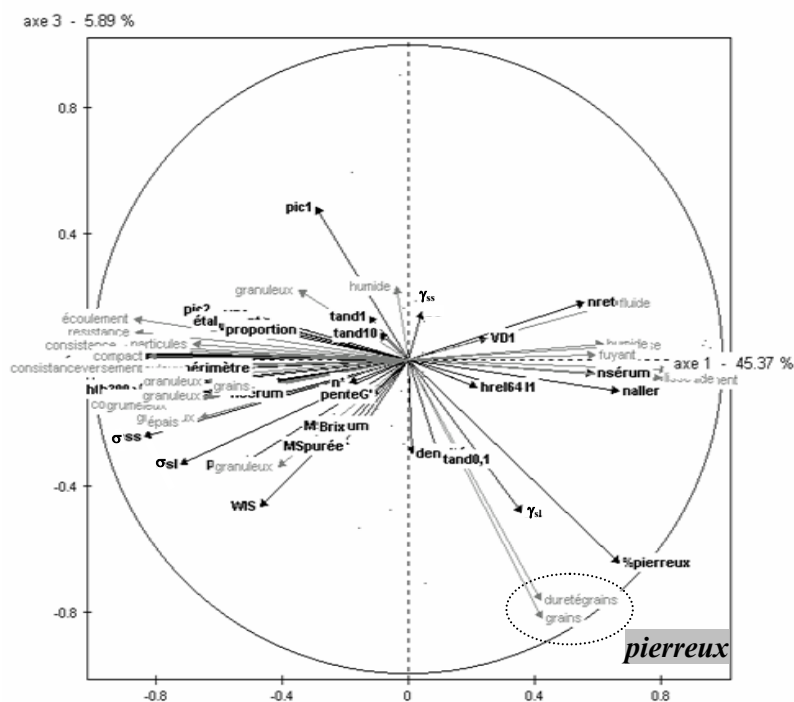


Figure 63 : Plan 1-3 de l'AFM réalisée sur les données sensorielles et instrumentales (structurales et rhéologiques) de l'espace produits 49 purées de fruits du commerce. Vecteurs en gris, descripteurs sensoriels. Vecteurs en noir, paramètres instrumentaux.

Les groupes de vecteurs sensoriels, repérés en gris, sont cohérents avec les groupes identifiés lors de l'étude sensorielle de l'espace produits initial (Figure 54). On retrouve effectivement 2 axes de *consistance* et *granulosité* portés par les bissectrices des deux premières composantes. On retrouve également les descripteurs d'*humidité* portés par la deuxième composante, et le caractère *pierreux* par la troisième composante. Les groupes de vecteurs instrumentaux, repérés en noir, semblent aussi cohérents avec les résultats fournis par l'étude instrumentale globale (Figure 61), avec les données granulométriques formant un axe complémentaire aux données rhéologiques.

4.2.2.1. Corrélations structure/sensoriel

Il existe des corrélations fortes entre les paramètres structuraux et les descripteurs sensoriels. Le groupe de paramètres structuraux relatifs à la granulométrie des particules (*pic2*, *étalement*, *vol2*, *VD2*, *pic1*, *proportion*) serait fortement corrélé au groupe de descripteurs de *granulosité*. De même, le groupe de paramètres structuraux *pulpe*, *WIS*, $\eta_{\text{sérum}}$ et $K_{\text{sérum}}$ serait corrélé aux descripteurs de *viscosité*. Le $\% \text{pierreux}$ serait également fortement corrélé à la perception du *pierreux*. On note ainsi que les 4 paramètres de structure

(*proportion*, *pulpe*, $\eta_{\text{sérum}}$ et $\% \text{pierreux}$) choisis pour en étudier, dans la partie 5, l'influence sur la rhéologie et le sensoriel (p135) sont impliqués dans ces différentes corrélations.

En revanche, aucun paramètre de structure ne semble dirigé vers les descripteurs d'humidité. Le vecteur *densité* est trop petit pour que la corrélation soit forte. Des essais au Turbiscan (Classic, MA 2000) ont été réalisés dans le but de pouvoir identifier un paramètre de structure supplémentaire qui permettrait d'accéder à l'éventuelle lyophorèse (ou séparation de phase) du sérum en surface des produits. Or, aucun résultat exploitable n'a pu en être extrait de cette expérience car la mesure n'était pas assez sensible. Une autre méthode aurait consisté à mesurer la quantité de sérum écoulee au bout de 10 min à travers une maille de tamis (Toldby and Wiley, 1962; Nogueira and Mac Lellan, 1984), mais elle n'a pu être appliquée par manque de temps.

Certains paramètres structuraux ne participent pas aux différentes corrélations. Bien que dirigés vers les descripteurs de *granulosité*, les vecteurs du groupe de paramètres physico-chimiques liés au taux de sucre ($MS_{\text{purée}}$, $MS_{\text{sérum}}$, *Brix*, *densité*) sont petits, ce qui signifie qu'ils contribuent peu aux corrélations. On ne peut pas affirmer que le taux de sucre n'a pas effet sur la perception de la texture. En revanche, il ne représenterait pas un facteur de premier ordre. D'autre part, on remarque un détachement du vecteur $n_{\text{sérum}}$ par rapport à celui du $\% \text{pierreux}$, pourtant corrélés sur la carte structurale (Figure 49). Il se trouverait ainsi plutôt dirigé vers les descripteurs de *fluidité* et non vers les descripteurs de *pierreux* sur la troisième composante.

4.2.2.2. Corrélations rhéologie/sensoriel

Contrairement aux données structurales, les paramètres rhéologiques présentent peu de corrélations avec les descripteurs sensoriels. Ainsi, seul le groupe réunissant le plus grand nombre de paramètres rhéologiques ($\eta^{*}_{0,1}$, η^{*}_1 , η^{*}_{10} , K_{aller} , K_{retour} , K^{*} , η_{64-10s} , η_{64} , η_{300} , G'_1 , *périmètre* et *plateau*) est corrélé aux descripteurs de *viscosité*. Les indices de comportement (n_{aller} et n_{retour}), anti-corrélés au premier groupe, présentent également une bonne corrélation avec les descripteurs opposés de *fluidité*.

Aucun paramètre rhéologique n'est corrélé à la granulosité. Des travaux antérieurs (Lanza and Kramer, 1967) avaient pourtant montré que le *périmètre* de la courbe de rétro-extrusion pouvait être corrélé à la *granulosité*. Dans les conditions employées lors de notre étude, les

mesures de rétro-extrusion n'apportent donc aucune information supplémentaire aux mesures fondamentales.

Enfin, aucun paramètre rhéologique n'est corrélé aux notions d'*humidité* et de *pierreux*.

Le vecteur γ_{sl} seul semble présenter une faible corrélation avec ce dernier descripteur.

On remarque enfin que le groupe de paramètres liés aux données de viscoélasticimétrie (*penetration*, $\tan\delta_{0,1}$, $\tan\delta_1$, $\tan\delta_{10}$ et n^*) n'est corrélé à aucun descripteur.

Les paramètres rhéologiques semblent donc pouvoir expliquer exclusivement la dimension sensorielle liée à la *consistance* des produits.

4.2.3. Conclusion et prédiction de la perception sensorielle

Quatre notions sensorielles (*granulosité*, *consistance*, *humidité* et *pierreux*) sont importantes et seraient ainsi à prédire. Il paraît difficile de pouvoir prédire toute la perception de la texture par les seules mesures rhéologiques, la plupart des mesures rhéologiques étant corrélées à la seule la notion de *consistance*. Le paramètre de viscosité apparente à $64s^{-1}$ au bout de 10s (η_{64-10s}), qui sera étudié dans la partie 5, pourrait permettre de prédire cette notion.

Les mesures dites structurales (granulométriques et de composition) sont donc indispensables pour compléter la prédiction de la perception de la texture des purées de pommes et poires. La *proportion* et le pourcentage de *pierreux*, qui seront étudiés dans la partie 5, pourraient permettre de prédire respectivement la perception de *granulosité* et celle du *pierreux*.

Aucune corrélation instrumentale directe n'ayant été mise en évidence avec le caractère *humide*, la prédiction de cette notion sera testée, lors de l'étude explicative, par des combinaisons linéaires des différents paramètres rhéologiques (η_{64-10s} , G'_1 , σ_{sl} , $\tan\delta_1$, n_{aller}) et structuraux (*pulpe*, $\eta_{sérum}$, *proportion*, *%pierreux*) déjà mesurés.

5. Bilan sur l'étude des produits du commerce

5.1. Les avantages d'un espace produit large

Les résultats issus de la caractérisation structurale, rhéologique et sensorielle des 49 purées de pommes et poires du commerce témoignent d'une grande diversité des produits proposés sur le marché. L'utilisation d'un nombre important de produits lors de notre étude a permis d'atteindre une plus grande robustesse des résultats, l'utilisation de peu de produits aboutissant le plus souvent à des corrélations locales avec des coefficients de corrélation instables (Loescher, 2003). **Les relations trouvées sont ainsi représentatives de l'ensemble d'un univers produits.** De plus, le nombre important de produits a permis de réaliser une étude factorielle pertinente tout en étudiant un nombre important de paramètres.

5.2. Perception sensorielle de la texture et conclusions méthodologiques

L'utilisation du profil Flash a permis de laisser une entière liberté descriptive aux experts recrutés. La confrontation de leurs divers points de vue a permis d'en extraire les 4 notions les plus discriminantes pour décrire l'espace produits : *granulosité*, *viscosité*, *humidité* et *pierreux*. **Cette étude a montré également que les informations issues des perceptions visuelle et en bouche convergeaient.** Nous avons voulu voir si l'utilisation par la suite de modes opératoires contrôlés pouvait aboutir à des informations plus spécifiques et différentes. **On retiendra alors 6 notions pour constituer le glossaire sensoriel: la *granulosité visuelle* et la *granulosité en bouche*, la *consistance à la cuillère* et la *consistance en bouche*, l'*humidité* et le *pierreux*.**

Cette étude a également permis de tirer des conclusions méthodologiques concernant l'application du profil Flash sur un nombre très important de produits (49). **Malgré la charge de travail très importante, le nombre de produits n'a pas semblé être un obstacle pour les sujets qui ont été capables de réaliser la tâche requise.** La fiabilité de l'étude a ainsi été validée par la comparaison de la richesse sémantique, du nombre de dimensions sensorielles, de l'efficacité du consensus issu de l'APG ainsi que la position relative des produits, avec les

résultats d'une étude similaire mais concernant un espace produits plus restreint. Le **profil Flash** a donc semblé une méthode de choix pour étudier rapidement et simultanément un grand nombre de produits, afin d'en obtenir une position relative ainsi que d'en décrire les principales différences.

5.3. Le choix des paramètres structuraux et rhéologiques

L'étude initiale d'un nombre important de paramètres structuraux a permis d'analyser les différentes corrélations, dans le but de pouvoir faire un choix pertinent de paramètres à étudier pour les purées de fruits reconstituées.

Quatre facteurs de structure et cinq paramètres rhéologiques ont ainsi été choisis (Tableau 17).

Tableau 17 : Bilan des paramètres instrumentaux choisis pour l'étude explicative et gammes de variation de leurs valeurs pour l'espace produits du commerce (49 purées de pommes et poires)

		minimum	maximum
Paramètres structuraux	<i>Pulpe</i>	27 %P/P	55 %P/P
	$\eta_{\text{sérum}}$	7,6 mPa.s	240 mPa.s
	<i>Proportion</i>	0	4
	<i>%pierreux</i>	0 %P/P	8,6 %P/P
Paramètres rhéologiques	η_{64-10s}	420 mPa.s	2160 mPa.s
	G'_l	160 Pa	2080 Pa
	σ_{sl}	3,3 Pa	33 Pa
	n_{aller}	0,21	0,34
	$\tan \delta_l$	0,21	0,35

La gamme de variation des paramètres structuraux servira de référence lors de la mise au point des milieux à structure maîtrisée.

Cette étude a montré le manque de pertinence des paramètres issus de l'expérience de rétro-extrusion et, au contraire, l'intérêt des mesures en régime harmonique pour apporter de l'information sur la rhéologie des produits étudiés. En revanche, la plupart des paramètres issus de ces dernières mesures ne participent pas de façon significative aux corrélations avec les descripteurs sensoriels.

Dans un but prédictif de la perception de l'ensemble de la texture, les seuls paramètres rhéologiques ne suffisent pas et doivent être complétés par des mesures structurales. Seul le paramètre de viscosité apparente à 64s^{-1} au bout de 10s (η_{64-10s}) pourrait suffire à prédire l'axe principal de la *consistance*. Cette étude a également montré que les dimensions sensorielles liées à la *granulosité* et au *pierreux* pouvaient être prédites par les deux paramètres structuraux de *proportion* et *%pierreux*. En revanche, la notion d'*humidité* ne présenterait aucune corrélation directe avec les mesures instrumentales. Pour prédire ce descripteur, des combinaisons des différents facteurs seront établies.

Chapitre II : Mise au point de milieux à structure maîtrisée

Deux types de milieux à structure maîtrisée ont été mis au point : les purées de fruits reconstituées et les suspensions modèles. L'espace produits de purées reconstituées a été développé de façon à pouvoir travailler sur des produits de même nature que les produits commerciaux. Les suspensions modèles ont été élaborées dans l'optique d'une fabrication rapide et d'une plus grande maîtrise des paramètres structuraux que les purées reconstituées. Cette étude a abouti à la construction des expériences selon des plans d'expériences (complet et central composite), grâce à la variation des différents paramètres de structure de façon maîtrisée et indépendante.

1. Mise au point des purées de fruits reconstituées

Les purées ont été reconstituées à partir de quatre purées industrielles (pom 1, pom 2, poi 1 et poi 2), dont les particules ont été remises en suspension dans du jus de pommes. Ces milieux ont permis d'étudier l'impact des quatre paramètres de structure : la taille des particules (*proportion*), le pourcentage de pulpe (*pulpe*'), le pourcentage de pierreux (*%pierreux*) et la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$), sur leur comportement rhéologique et leur perception sensorielle.

1.1. Ajustement des paramètres de structure

Les différents paramètres de structure ont été ajustés en fonction des résultats trouvés pour les produits du commerce (p131). L'une des difficultés lors de la mise au point de ces milieux a été de pouvoir faire varier indépendamment le pourcentage de pulpe (*pulpe*) et la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$), deux paramètres que l'étude des produits du commerce a fait ressortir comme fortement corrélés (Figure 49).

1.1.1. La taille des particules

1.1.1.1. Caractérisation des purées natives

Les valeurs de granulométrie de chacune des quatre purées natives sont présentées dans le Tableau 18. Chacun des granulogrammes présentent deux pics de populations, l'un dans les faibles diamètres (*pic1*) et l'autre dans les diamètres plus élevés (*pic2*).

Tableau 18 : Caractéristiques granulométriques des quatre purées industrielles natives

	<i>pic 1</i> (µm)	<i>pic 2</i> (µm)	<i>proportion</i>
pom 1	210	980	0,92
pom 2	190	1070	0,09
poi 1	230	950	2,61
poi 2	180	920	0,09

La pom 2 possède les plus grosses particules. En revanche, le pourcentage volumique de cette population est très faible face à la population des plus petites (*proportion* égale à 0,09). La pom 1 et la poi 1 possèdent, quant à elles, les plus forts pourcentages volumiques pour la deuxième population, avec un rapport volumique supérieur à 0,90 (0,92 et 2,61 respectivement), ce qui offre plus de possibilité concernant la gamme de variation du facteur *proportion*. **Les particules de la purée pom 1 ont donc été choisies pour fournir la pulpe des purées reconstituées.** La poi 1 aurait permis d'étudier une gamme de valeurs encore plus large mais il aurait fallu pouvoir débarrasser facilement les cellules de parenchyme des cellules pierreuses.

Les particules broyées des autres purées ont toutefois servi à la réalisation d'une brève étude comparative destinée à vérifier l'effet du type de fruit sur les mesures rhéologiques (p249).

1.1.1.2. Ajustement de la granulométrie

Afin de jouer sur la taille des particules, les purées de fruits natives ont été broyées au Thermomix (Vorwerk). Des essais ont montré que le broyage n'avait pas pour effet de déplacer le pic 2 vers le pic 1 mais de le faire disparaître au profit du pic 1. Le passage de la lame du broyeur désagrégerait ainsi les amas en cellules individualisées. 5 min de broyage ont suffi pour faire disparaître entièrement le pic 2 pour les quatre purées de fruits (Figure 64).

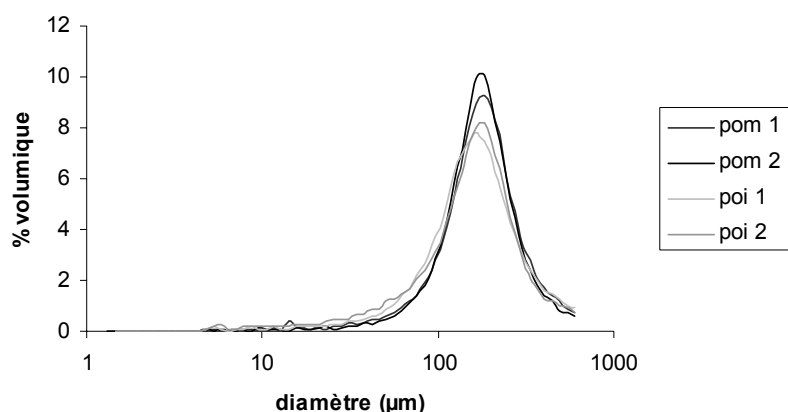


Figure 64 : Granulogrammes des quatre purées industrielles broyées au Thermomix pendant 5 min

Il est donc impossible de faire varier de façon continue le diamètre des particules d'une même purée de fruits selon une gamme de tailles imposée. **Le facteur de structure étudié *proportion* a été ajusté grâce au mélange de purée native et de purée broyée.**

Les bornes choisies pour la variation du paramètre *proportion* sont imposées par les purées natives. Elles varient de 0 (purées broyées) jusqu'à 0,92 pour la pom 1. La borne supérieure reste toutefois inférieure aux résultats trouvés pour les purées du commerce (maximum égal à 4), ce qui constitue une limite à notre étude.

1.1.2. Le pourcentage de pulpe

1.1.2.1. Caractérisation des purées natives

Les valeurs du pourcentage de pulpe des purées natives sont présentées dans le Tableau 19.

Tableau 19 : Pourcentage de pulpe (% P/P) des quatre purées industrielles natives

	non broyée	broyée
pom 1	39,6	40,2
pom 2	41,6	41,8
poi 1	31,3	41,6
poi 2	34,7	39,9

Les deux purées de pommes natives (non broyées) possèdent des pourcentages de pulpe très voisins, et plus élevés que ceux des deux purées de poires natives, également très proches entre eux. **Les particules des purées de poires auraient donc une plus grande capacité à**

se tasser que celles des purées de pommes. Les quatre purées broyées, en revanche, possèdent des pourcentages de pulpe très voisins de celui des purées de pommes non broyées.

Le niveau de viscosité du sérum ne pourrait pas, dans ce cas, expliquer ces différences de valeurs de pourcentage de pulpe (Tableau 20), contrairement aux observations faites en p132 où les valeurs de pourcentage de pulpe étaient fortement corrélées à la viscosité de la phase continue. On peut cependant remarquer que le niveau de viscosité reste faible par rapport aux résultats trouvés pour les produits du commerce (maximum égal à 240 mPa.s), ce qui pourrait expliquer l'absence de corrélations évidentes.

Tableau 20 : Viscosité apparente du sérum à $64s^{-1}$ (mPa.s) des quatre purées industrielles broyées ou non (au Thermomix, 5 min)

	non broyée	broyée
pom 1	71,7	82,1
pom 2	16,7	20,7
poi 1	20,6	31,3
poi 2	4,9	5,6

Il est probable que la capacité des particules de fruits à se tasser soit, en revanche, une conséquence de la présence de cellules pierreuses. Ces particules dures et denses, liées à une grande partie des cellules de parenchyme dans les purées natives, faciliteraient leur tassement. Les cellules de parenchyme de poires, détachées des cellules pierreuses par le broyage, auraient cette fois le même niveau de compressibilité que celles des purées de pommes.

1.1.2.2. Ajustement du pourcentage de pulpe

Afin d'éviter tout biais dû à la présence de pectines, les particules de fruits, broyées ou non, ont été lavées avec du jus de pommes. Pour cela, les purées ont été centrifugées une première fois à 5000g pendant 1h30. La pulpe récupérée a été remise en suspension dans du jus de pommes avec un rapport de 50%. La suspension obtenue a de nouveau été centrifugée à 5000g pendant 1h30. La pulpe ainsi lavée a été utilisée lors de la reconstitution des purées selon un pourcentage de pulpe ajusté (*pulpe*').

Les bornes de variation adoptées pour ce paramètre sont 30 et 50% P/P, en accord avec les résultats des produits commerciaux. En dessous de 30%, une sédimentation des particules de fruits en suspension dans le jus de pommes non épaissi a été observée.

1.1.3. Le pourcentage de pierreux

1.1.3.1. Caractérisation des purées natives

Les deux purées de poires ont été broyées au Thermomix (5 min) afin de débarrasser les cellules pierreuses des cellules de parenchyme puis centrifugées à 5000g pendant 1h30. Les valeurs du pourcentage de cellules pierreuses alors mesurées sont présentées dans le Tableau 21.

Tableau 21 : Pourcentage de cellules pierreuses (% P/P) pour les deux purées industrielles natives

	% pierreux
poi 1	8,4
poi 2	6,3

La poi 1 est une purée plus riche en pierreux. **Les cellules pierreuses de cette purée ont ainsi été utilisées pour la reconstitution des purées car elles ont pu être récupérées en plus grande quantité.**

1.1.3.2. Ajustement du pourcentage de pierreux

Les cellules pierreuses ont été ajoutées à la pulpe (cellules de parenchyme), dans des proportions allant de 0 à 6% P/P. La valeur maximale pour les produits du commerce était de 8,6%. Nous avons choisi de diminuer ce pourcentage car, lors de discussions avec le panel sensoriel, les sujets ont trouvé les purées reconstituées avec 8%P/P de cellules pierreuses trop éloignées de ce qu'ils avaient l'habitude de manger, car trop riches en grains résiduels. **Dans les purées natives, et contrairement aux purées reconstituées, les cellules pierreuses sont liées aux cellules de parenchyme, ce qui pourrait diminuer la perception de ces dernières.** Un test de comparaison avec une purée de poires du commerce aurait dû être réalisée afin de confirmer cette observation. Mais par manque de temps, aucune étude complémentaire n'a pu être menée. On a donc choisi de diminuer le niveau supérieur de %pierreux de 8 à 6%.

1.1.4. La viscosité du sérum

1.1.4.1. Caractérisation du jus de pommes

Le sérum des purées de fruits reconstituées est un jus commercial clarifié dépectinisé, au comportement newtonien. Sa viscosité est de 1,5 mPa.s. Toutefois, après mélange à la pulpe lavée (débarrassées des pectines du sérum natif) et séparation, une légère augmentation de la viscosité newtonienne a été mesurée, mais elle reste néanmoins faible car inférieure à 4,5 mPa.s (pour des purées reconstituées à 50%P/P de pulpe).

1.1.4.2. Ajustement de la viscosité

La viscosité du sérum des purées reconstituées a été modifiée grâce à l'ajout de guar, après la mise en suspension de la pulpe et des cellules pierreuses dans le jus de pommes, sous agitation magnétique à 50°C pendant 30 min. La concentration en guar a varié de 0 à 0,9% P/P. La viscosité du sérum des purées reconstituées, récupéré après centrifugation à 5000g pendant 1h30, a été comparée à la viscosité du jus de pommes directement enrichi en guar (Figure 65).

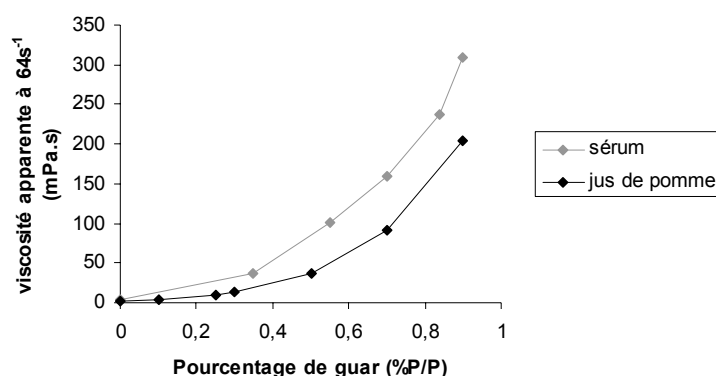


Figure 65 : Viscosité apparente du jus de pommes (11°Brix) mesurée à 64s⁻¹ à 25°C en fonction de la concentration en guar. En noir, jus de pommes seul. En gris, surnageant de la purée pom 1 reconstituée puis centrifugée (5000g/1h30).

La viscosité apparente à 64s⁻¹ du jus récupéré à l'issue du protocole de reconstitution est plus élevée que celle du jus initial, quel que soit la concentration en guar. **Le chauffage utilisé pour la solubilisation du guar induirait donc en même temps une solubilisation des pectines des parois végétales.**

Les niveaux de viscosité du sérum seraient donc plus élevés (jusqu'à 330 mPa.s) que ceux des produits du commerce, souhaités à l'origine (maximum égal à 240 mPa.s). Ils ont cependant été conservés car selon la littérature (Rao, *et al.*, 1986), la viscosité du sérum, face au pourcentage de pulpe, serait d'influence négligeable sur la perception des purées de fruits. Cette gamme de valeurs plus importante permettrait ainsi d'étudier des phénomènes amplifiés.

1.2. Effets de la reconstitution

La conséquence de la manipulation des particules de fruits sur leur état et leur stabilité dans le temps a été vérifiée. Le pourcentage de pulpe est également un point discuté dans ce paragraphe.

1.2.1. La reconstitution n'abîme pas les particules

L'effet de la reconstitution sur les particules de fruits natives a été vérifié grâce à des mesures granulométriques (Tableau 22).

Tableau 22 : Résultats de l'ANOVA sur la granulométrie. On teste l'effet reconstitution dans le jus de pommes après deux centrifugations (5000g/1h30). Le tableau indique les probabilités (p) associée au F de Fischer pour chaque facteur.

	Effet reconstitution
$pic\ 1\ (\mu m)$	1,0
$pic\ 2\ (\mu m)$	0,35
$proportion$	0,29

La granulométrie des particules de fruits reste stable avant et après la reconstitution ($p > 0,05$). Les particules ne semblent par conséquent pas être altérées par les différents traitements mécaniques et thermiques employés lors du protocole de reconstitution.

1.2.2. Les purées reconstituées sont stables dans le temps

Des mesures de viscosité apparente η_{64-10s} (produit en écoulement), des mesures du module G'_l (produit au repos) ainsi que des mesures de la contrainte seuil σ_{sl} (état intermédiaire) ont été réalisées sur la pom 1 reconstituée à différents pourcentages de pulpe. Aucune évolution

des données rhéologiques ($p > 0,05$) ne semble intervenir, même 3h après la reconstitution des produits, quelles que soient les concentrations en pulpe étudiées (30, 40 et 50%) (Tableau 23).

Tableau 23: Résultats de l'ANOVA sur trois données rhéologiques. Les purées ont été reconstituées à partir de la pom 1, à trois pourcentages de pulpe différents. On teste l'effet pourcentage de pulpe (30, 40 et 50%) et l'effet durée après la reconstitution (3h). Le tableau indique les probabilités (p) associée au F de Fischer

	Effet pourcentage de pulpe	Effet durée après reconstitution
η_{64-10s} (Pa.s)	0,007	0,784
σ_{sl} (Pa)	<0,0001	0,529
G'_l (Pa)	<0,0001	0,482

La reconstitution des purées est donc considérée comme rapide et aucun temps de mise en équilibre n'a été nécessaire.

1.2.3. Le pourcentage de pulpe ajusté ne correspond pas au pourcentage expérimental

L'un des points délicats lors de l'étude de la structure des purées de fruits est le pourcentage de pulpe. Les niveaux du plan d'expériences correspondent à une quantité de pulpe ajustée lors du protocole de reconstitution (*pulpe'*). Or, le protocole décrit en p91, qui permet de déterminer expérimentalement le pourcentage de pulpe (*pulpe*), grâce à une centrifugation des purées déjà reconstituées, ne permet pas de retrouver ces valeurs ajustées. Le pourcentage de pulpe, dit expérimental, est en fait lié à la quantité réelle de pulpe, ou pourcentage de pulpe ajusté, mais aussi à la viscosité du sérum ($p < 0,05$) (Tableau 24).

Tableau 24 : Résultats de l'ANOVA sur le pourcentage de pulpe expérimental. On teste l'effet de chacun des quatre facteurs de structure du plan d'expériences. Le tableau indique les probabilités (p) associée au F de Fischer

	<i>pulpe'</i>	$\eta_{\text{sérum}}$	% pierreux	proportion
<i>pulpe</i> (%P/P)	<0,0001	<0,0001	0,280	0,658

Une régression linéaire multiple sur ces deux seuls paramètres influents aboutit à l'équation : $pulpe = 0,127 + 0,89 \cdot pulpe' + 1,18 \cdot 10^{-3} \cdot \eta_{\text{sérum}}$ ($R^2 = 0,752$).

Le pourcentage de pulpe déterminé expérimentalement après reconstitution (*pulpe*) serait donc plus élevé que le pourcentage de pulpe ajusté (*pulpe'*) et ce d'autant plus que

la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) serait élevée. La présence de guar limiterait donc la compressibilité des particules. Le paramètre étudié lors de la construction des expériences a été le pourcentage de pulpe ajusté (*pulpe'*) car il est indépendant des autres facteurs de structure et donc plus pertinent pour étudier l'influence de la quantité réelle des particules. Il faut cependant prendre en considération que ce paramètre n'est pas directement comparable au pourcentage de pulpe mesuré pour les purées du commerce.

1.3. Conclusion

Les purées ont été reconstituées avec la pulpe de la purée industrielle pom 1, remise en suspension dans du jus de pommes commercial. Afin de simuler la présence de poire dans la purée de pommes, les cellules pierreuses issues de la poi 1 ont également été ajoutées. La Figure 66 rappelle schématiquement le protocole adopté lors de la fabrication des purées de fruits reconstituées.

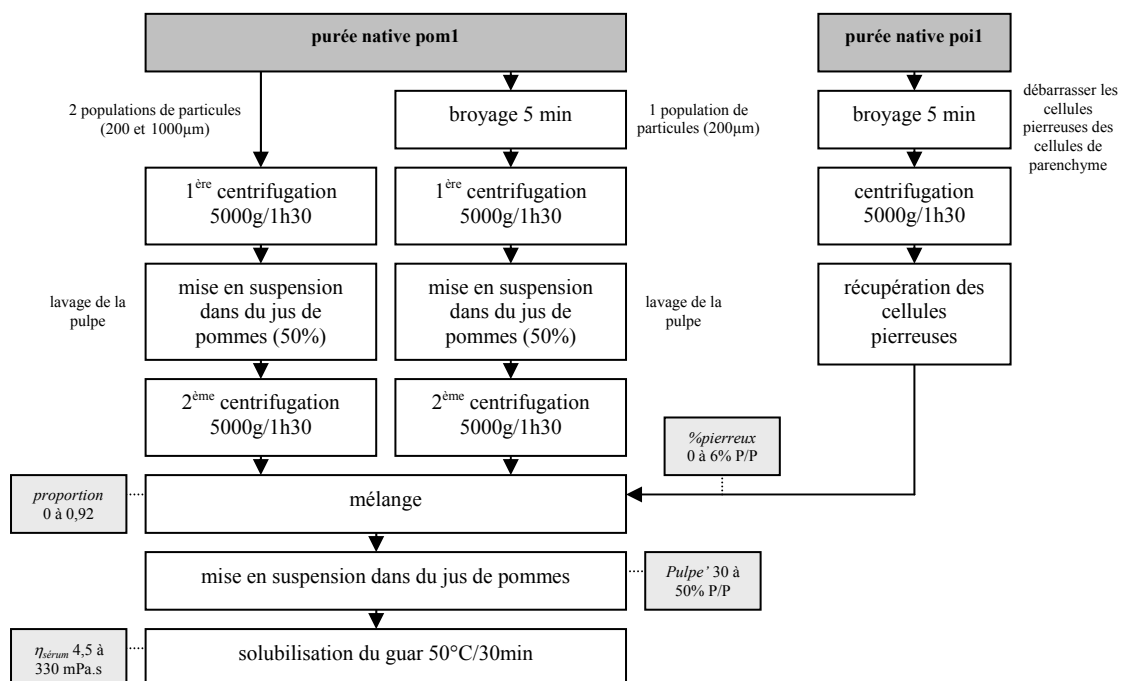


Figure 66 : Protocole adopté lors de la fabrication des purées de fruits reconstituées

2. Mise au point des suspensions modèles

Les suspensions modèles ont été élaborées en complément des purées de fruits reconstituées car elles permettent d'avoir accès à deux paramètres structuraux importants : la fraction

volumique (ϕ) et la *fermeté* des particules. Les deux paramètres relatifs à la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) ainsi qu'à la taille des particules (*proportion*), déjà étudiés pour les purées de fruits du commerce, ont été conservés.

2.1. Ajustement des paramètres de structure

Les deux paramètres de fermeté et fraction volumique n'ayant pu être étudiés pour les purées de fruits du commerce, aucune gamme de valeurs n'a pu servir de référence. Les valeurs bornes ont donc été imposées par les conditions expérimentales.

2.1.1. Fermeté des gels

Des tests préliminaires ont permis de montrer que la fermeté des gels d'alginate dépendait assez peu, dans notre mode de fabrication des gels, de l'alginate utilisé (rapport blocs M / blocs G), de sa concentration et de la quantité d'acide ajoutée, mais plutôt très fortement de la concentration en calcium.

La Figure 67 présente les valeurs du module G' , 15 h après l'ajout d'acide dans la solution d'alginate, en fonction de la concentration en calcium. **Une relation linéaire permet de relier la fermeté du gel et la concentration en calcium.**

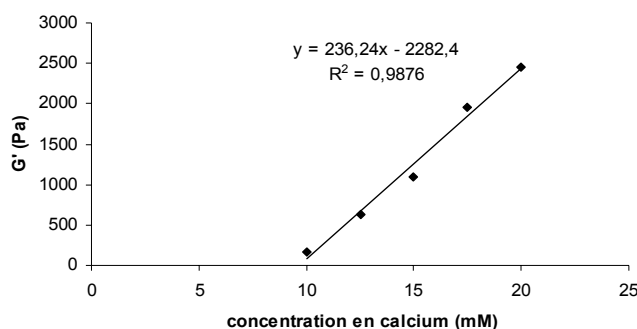


Figure 67 : Valeurs du module conservatif G' des gels d'alginate en fonction de la concentration en calcium

La gamme de concentration en calcium adoptée pour l'étude est de 10 à 20 mM, ce qui correspond à des modules élastiques G' compris entre 150 et 2500 Pa. Au-delà de 25 mM, les gels à 2% d'alginate présentent une synérèse.

L'homogénéité des gels formés par l'ajout direct d'acide dans la solution d'alginate a été vérifiée grâce à des mesures de compression au TA-XT2i sur des cylindres de gels prélevés à différents endroits du gel initial (Figure 68).

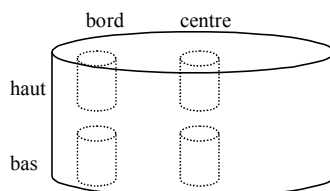


Figure 68 : Localisation des prélèvements de cylindres (10x10mm) de gel

Les résultats de trois répétitions par mesure ont été traités par ANOVA, au seuil de 5 %. Le tableau 3 présente les probabilités associées au F de Fisher, pour le cas d'un gel avec une concentration en calcium de 25 mM, le plus réactif.

Tableau 25 : Résultats de l'ANOVA sur la fermeté d'un gel d'alginate à 25 mM de calcium. On teste l'effet répétitions (3 répétitions), l'effet hauteur (prélèvement haut/bas du cylindre de gel) et l'effet distance au centre (prélèvement centre/bord du cylindre de gel). Le tableau indique les probabilités (p) associée au F de Fischer.

	Effet répétitions	Effet hauteur	Effet distance au centre
E (Pa)	0,77	0,86	0,47

Aucun effet significatif n'est observé concernant les deux facteurs de localisation des cylindres de mesure ($p > 0,05$). **Les gels obtenus par ajout direct d'acide sont donc considérés comme homogènes.**

2.1.2. Granulométrie

Les gels d'alginate sont broyés dans du jus de pommes. La taille des particules de gel d'alginate dépend de la durée du broyage (Figure 69).

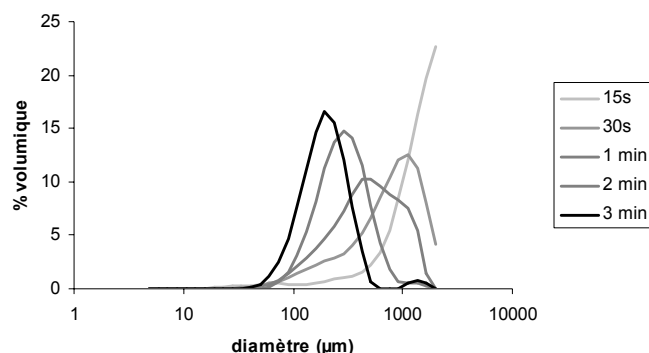


Figure 69 : Effet de la durée de broyage sur les granulogrammes de particules de gel d'alginate

Deux pics de population distincts peuvent être obtenus, l'un dans les plus gros diamètres (vers 1200 μm), par un broyage de 30s, et l'autre dans les faibles diamètres (vers 180 μm), par un broyage de 3 min. Entre ces temps de broyage, il n'apparaît pas un déplacement net du pic, mais plutôt l'élargissement de la répartition jusqu'à la formation du deuxième pic. Comme pour les purées de fruits reconstituées, on ne peut pas faire varier par broyage la taille des particules selon une gamme de valeurs précises. **Le paramètre structural étudié est donc également la proportion du pic 2 (30 s de broyage) par rapport au pic 1 (3 min de broyage) (*proportion*), obtenu par mélange.**

L'influence de la fermeté du gel sur la taille des particules après un broyage de 30 s et 3 min a été vérifiée (Tableau 26) avec deux gels contenant 10mM et 20mM de calcium ($G'=150$ et 2500 Pa). Les résultats de trois répétitions par mesure ont été traités par ANOVA, au seuil de 5 %.

Tableau 26: Résultats de l'ANOVA sur le diamètre au pic du granulogramme. On teste l'effet répétitions (3 répétitions), l'effet fermeté ($G'=150$ et 2500 Pa) et l'effet durée du broyage (30s et 3 min). Le tableau indique les probabilités (p) associée au F de Fischer.

	Effet répétitions	Effet fermeté	Effet durée du broyage
diamètre au pic (μm)	0,057	0,57	<0,0001

La fermeté n'influencerait donc pas la taille des particules pour une même durée de broyage ($p>0,05$).

Quelle que soit leur fermeté, les gels ont été broyés 30s pour obtenir une population de grosses particules (1200 μm) et 3 min pour obtenir une population de petites particules (180 μm). Les différents niveaux du facteur *proportion* ont alors été obtenus, entre 0 à 1, en mélangeant les deux populations de particules.

2.1.3. Fraction volumique

Contrairement aux purées de fruits, les suspensions modèles permettent d'accéder à la fraction volumique grâce à la connaissance du volume du gel broyé. Comme nous l'avons décrit p95, 200mL de gel ont été broyés dans 500mL de jus de pommes, puis centrifugés. La fraction volumique du culot est alors calculée selon l'équation :

$$\phi = \frac{V_{particules}}{V_{culot}} = \frac{200 \cdot V_{suspension\ centrifugée}}{700 V_{culot}}$$

L'influence de la fermeté du gel et de la taille des particules sur la capacité des particules à se tasser a été vérifiée (Figure 70). Trois gels de fermeté différente (avec des concentrations en calcium de 10, 15 et 20 mM) ont été broyés 30s (particules de 1200µm) et 3 min (particules de 180µm) puis centrifugés à 5000g pendant 2h (Figure 70).

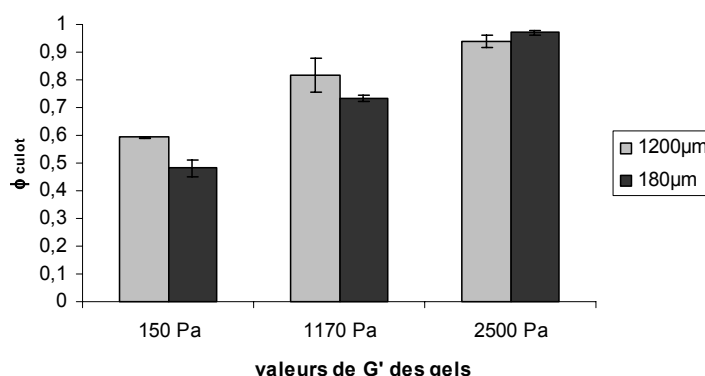


Figure 70: Influence de la fermeté des gels et de la taille des particules sur le tassement des particules après centrifugation (5000g pendant 2h)

La fraction volumique des culots de centrifugation augmente avec la fermeté des gels. En d'autres termes, plus les particules sont fermes, plus la quantité de jus de pommes interstitiel est faible et par conséquent plus elles occupent un volume important dans le culot récupéré. L'influence de la taille des particules devient visible lorsque le module G' est inférieur ou égal à 1170 Pa. A cette rigidité, la valeur de la fraction volumique du culot est plus petite pour les particules fines que pour les particules grosses. **Les particules fines et molles, plus difficiles à compresser, auraient un volume hydrodynamique plus important que les particules grosses et rigides.**

Le choix des valeurs de fraction volumique a donc pris en compte la difficulté à tasser les particules fines et molles (pour la valeur la plus haute). Il a également pris en compte la présence d'une sédimentation plus forte pour les particules grosses et fermes (pour la valeur la plus basse). Les deux valeurs bornes de fraction volumique réelle sont donc : 0,52 et 0,57.

Les gels dont G' est supérieur à 1000 Pa ont été centrifugés pendant 30 min afin d'atteindre les niveaux de fraction volumique souhaités. Les gels dont G' est égal à 660 Pa l'ont été

pendant 2h. Enfin, il a fallu jusqu'à 5h de centrifugation pour les gels dont la valeur de G' était égale à 150 Pa. La fraction volumique a ensuite été ajustée aux valeurs exactes grâce à l'ajout de surnageant récupéré.

2.1.4. Viscosité du sérum

Comme pour les purées de fruits, la viscosité de la phase continue a été contrôlée par l'ajout de guar, sous agitation magnétique à 50°C pendant 30 min et directement dans les suspensions dont la fraction volumique a été ajustée. Une étude préliminaire avait été réalisée afin de mesurer la viscosité apparente du jus de pommes en présence de guar (Figure 65).

Deux valeurs bornes de viscosité ont été choisies pour représenter les niveaux du plan d'expériences : 2 mPa.s et 200 mPa.s. La première valeur correspond au jus de pommes seul, la deuxième à l'ajout de 0,9% de guar. Le calcul a pris en compte le volume occupé par les particules.

Les particules de gel n'étant pas compressibles comme les particules de fruits, aucune vérification de la viscosité réelle de la phase continue n'a pu être réalisée.

2.2. Stabilité des suspensions

Au cours du protocole de fabrication, les particules de gel d'alginate subissent différents traitements thermiques et mécaniques. La stabilité de la granulométrie d'un gel mou (10mM de calcium, $G'=150$ Pa) a été vérifiée à l'issue de chaque étape (Figure 71) : après le broyage du gel initial dans du jus de pommes (pendant 3min), après la centrifugation du gel broyé (5000g/1h30), après le chauffage du culot de centrifugation pour y dissoudre le guar (50°C/30min) et enfin après le stockage (3°C/1 semaine).

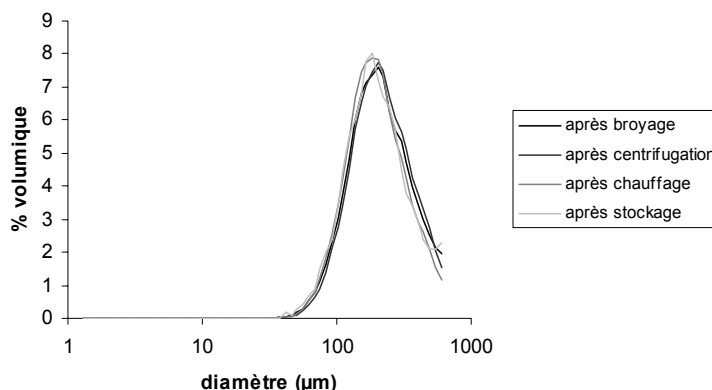


Figure 71 : Granulogramme d'un gel mou ($G'=150\text{Pa}$) broyé pendant 3 min à l'issue de chaque étape du protocole de fabrication des suspensions modèles.

Il semble que le chauffage provoque un léger décalage du granulogramme vers la gauche mais l'ensemble des courbes reste toutefois très proche de la courbe initiale (*après broyage du gel initial*). Les particules ne semblent donc pas affectées par le protocole de fabrication et elles sont par conséquent considérées comme stables au cours du temps.

2.3. Conclusion

Le protocole de fabrication des suspensions modèles est rappelé en Figure 72.

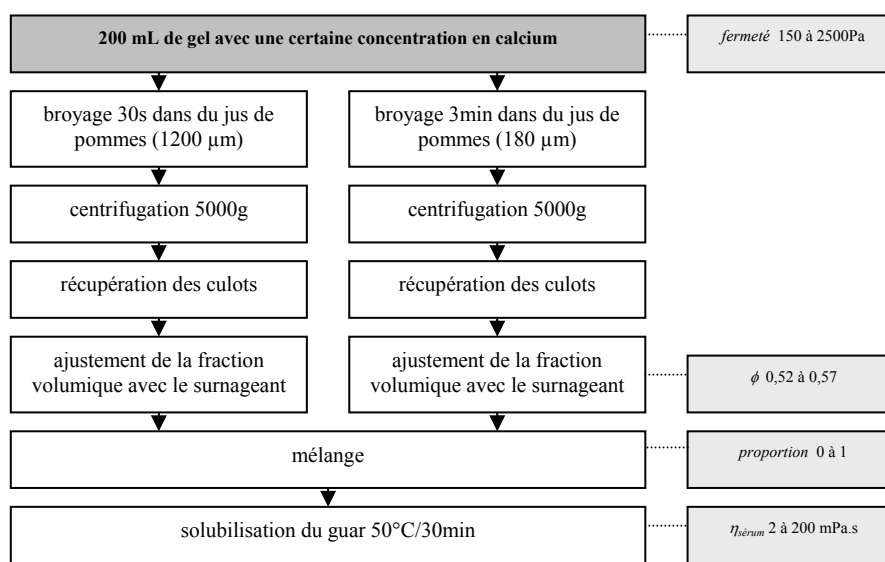


Figure 72 : Protocole adopté lors de la fabrication des suspensions modèles

3. Construction des expériences

La variation indépendante des quatre facteurs de structure (appelés F1 à F4) pour les purées reconstituées et les suspensions modèles a alors permis de planifier les expériences. Deux types de plan d'expériences ont été utilisés : un plan complet à 2 niveaux et un plan central composite à 5 niveaux.

3.1. Plan complet

Ce type de plan a été utilisé pour l'étude des suspensions modèles, dans le chapitre 3 de cette partie (p183).

Un plan complet à 4 facteurs et 2 niveaux (Tableau 27) a ainsi permis d'étudier toutes les combinaisons possibles entre les deux niveaux extrêmes des facteurs de structure. Il aboutit à 2^4 formules différentes, soient 16 formules qui représentent toute la diversité structurale des milieux.

Tableau 27 : Matrice du plan d'expériences complet à 4 facteurs, 2 niveaux

Formules	F1	F2	F3	F4
A	-	-	-	-
B	-	-	-	+
C	-	-	+	-
D	-	-	+	+
E	-	+	-	-
F	-	+	-	+
G	-	+	+	-
H	-	+	+	+
I	+	-	-	-
J	+	-	-	+
K	+	-	+	-
L	+	-	+	+
M	+	+	-	-
N	+	+	-	+
O	+	+	+	-
P	+	+	+	+

Les deux niveaux du plan employés pour chacun des facteurs de structure sont présentés dans le Tableau 28.

Tableau 28 : Niveaux du plan complet pour les quatre facteurs de structure des suspensions modèles

	F''1 : fermeté	F2 : proportion	F''3 : ϕ	F4 : $\eta_{\text{sérum}}$
Niveau -	150 Pa	0	0,52	2 mPa.s
Niveau +	2500 Pa	1	0,57	200 mPa.s

3.2. Plan central composite

Ce type de plan a été appliqué dans la partie 5 pour l'étude des deux types de suspensions à structure maîtrisée, les purées de fruits reconstituées et les suspensions modèles. Il a permis l'établissement de relations entre la réponse (paramètres rhéologiques ou descripteurs sensoriels) et les quatre facteurs de structure considérés.

Le Tableau 29 présente la matrice du plan d'expériences central composite à 5 niveaux. Il se compose de points centraux répétés (formules de 1 et 2), de points en étoiles nécessitant $2 \times 4 = 8$ produits (formules de 3 à 10) et d'un plan factoriel complet nécessitant $2^4 = 16$ produits (formules de 11 à 26).

Tableau 29 : Matrice du plan d'expériences central composite à 4 facteurs, 5 niveaux

Formules	F1	F2	F3	F4
1	3	3	3	3
2	3	3	3	3
3	3	3	3	1
4	3	3	3	5
5	3	3	1	3
6	3	3	5	3
7	3	1	3	3
8	3	5	3	3
9	1	3	3	3
10	5	3	3	3
11	2	2	2	2
12	2	2	2	4
13	2	2	4	2
14	2	2	4	4
15	2	4	2	2
16	2	4	2	4
17	2	4	4	2
18	2	4	4	4
19	4	2	2	2
20	4	2	2	4
21	4	2	4	2
22	4	2	4	4
23	4	4	2	2
24	4	4	2	4
25	4	4	4	2
26	4	4	4	4

Les cinq niveaux du plan sont présentés dans le Tableau 30 et le Tableau 31.

Tableau 30 : Niveaux du plan central composite pour les quatre facteurs de structure des purées reconstituées

	F'1 : % <i>pieux</i>	F2 : <i>proportion</i>	F'3 : <i>pulpe</i> '	F4 : $\eta_{\text{sérum}}$
Niveau 1	0%	0	30%	4,5 mPa.s
Niveau 2	1,5%	0,23	35%	100 mPa.s
Niveau 3	3%	0,46	40%	160 mPa.s
Niveau 4	4,5%	0,69	45%	240 mPa.s
Niveau 5	6%	0,92	50%	330 mPa.s

Tableau 31 : Niveaux du plan complet pour les quatre facteurs de structure des suspensions modèles

	F''1 : <i>fermeté</i>	F2 : <i>proportion</i>	F''3 : ϕ	F4 : $\eta_{\text{sérum}}$
Niveau 1	150 Pa	0	0,520	1,5 mPa.s
Niveau 2	660 Pa	0,25	0,532	50 mPa.s
Niveau 3	1170 Pa	0,5	0,545	100 mPa.s
Niveau 4	1840 Pa	0,75	0,557	150 mPa.s
Niveau 5	2500 Pa	1	0,570	200 mPa.s

4. Bilan sur la mise au point des milieux à structure maîtrisée

4.1. Les purées reconstituées

Les avantages principaux de la reconstitution des purées de fruits sont l'instantanéité de la reconstitution et la stabilité dans le temps des produits, mais surtout la possibilité de jouer sur les facteurs de structure tout en restant proche de la nature originelle des produits. En revanche, deux problèmes majeurs ont été rencontrés :

- la discordance entre le pourcentage de pulpe expérimental (*pulpe*), réellement mesuré sur les produits du commerce mais dépendant de la viscosité du sérum, et le pourcentage de pulpe ajusté (*pulpe*'), indépendant de la viscosité du sérum. La comparaison directe des résultats des deux types de produits ne pourra donc pas être effectuée.
- La dissolution des composés pectiques lors du chauffage des produits pour la dissolution du guar, ce qui a entraîné une modification de la composition de la

phase dispersée (particules) et de la phase continue (sérum) et par conséquent un épaissement de cette dernière.

La conséquence de ces deux points est que les milieux reconstitués étudiés dans la partie 5 présenteront des valeurs plus élevées de pourcentage de pulpe expérimental et de viscosité du sérum que les valeurs des produits du commerce (d'un facteur égal à respectivement 1,3 et 1,8).

4.2. Les suspensions modèles

L'avantage principal de l'utilisation des suspensions modèles est la maîtrise de deux grandeurs caractéristiques : la fraction volumique et la fermeté des particules.

En revanche, une limite peut, dès à présent, être mise en avant : les particules de gel ne sont pas de même nature que les purées de fruits. **Constituées d'un réseau de polymères, elles n'ont pas la même capacité à se tasser que les particules de fruits.** L'une des conséquences directes est l'impossibilité à vérifier le niveau réel de la viscosité du sérum.

Chapitre III : Etude des suspensions modèles et confrontation aux produits du commerce

Les suspensions modèles ont été développées afin de pouvoir maîtriser certains paramètres de structure (notamment la fraction volumique et la fermeté des particules) et ainsi mieux comprendre les milieux réels que sont les purées de fruits. Cependant, la nature des particules des suspensions modèles est différente de celle des purées de fruits (gel de polymère et non parois végétales gonflées de sérum), une confrontation des deux milieux a donc été effectuée, sur des critères rhéologiques et sensoriels, afin de pouvoir établir les similitudes et les limites à l'utilisation de milieux fabriqués à la place des milieux réels. La démarche adoptée a été la même que pour les purées de fruits du commerce (chapitre I), avec l'étude d'un large éventail de mesures rhéologiques et l'évaluation sensorielle par profil Flash. Cette étude a également permis, comme pour les purées de fruits du commerce, de sélectionner les paramètres rhéologiques ainsi que les descripteurs sensoriels les plus pertinents pour la suite de l'étude (partie 5).

16 formules de suspensions modèles ont été construites selon un plan d'expériences complet à quatre facteurs, deux niveaux (p179).

1. Les données rhéologiques

Le comportement rhéologique des 16 formules de suspensions modèles a été caractérisé par 25 paramètres, mesurés ou calculés. Les résultats ont d'abord été analysés seuls, comme pour les produits du commerce (p136), auxquels ils ont ensuite été confrontés.

1.1. Résultats rhéologiques

1.1.1. Bilan des valeurs

Toutes les valeurs sont reportées en Annexe 4. Seules les valeurs bornes sont présentées dans le Tableau 32.

Tableau 32 : Intervalles de valeurs pour chaque paramètre rhéologique des 16 formules de suspensions modèles

	minimum	maximum
PenteG' (Pa.s)	0,058	0,192
$\tan\delta_{0,1}$	0,06	0,22
$\tan\delta_1$	0,12	0,38
$\tan\delta_{10}$	0,13	0,64
$\eta^*_{0,1}$ (Pa.s)	70	493
η^*_1 (Pa.s)	10	59
η^*_{10} (Pa.s)	1,9	7,1
n^*	0,059	0,217
K^* (Pa.s $^{n^*}$)	10,5	59,4
G'_1 (Pa)	45	421
σ_{sl} (Pa)	0,5	21,4
γ_{sl} (%)	1,1	18,7
σ_{ss} (Pa)	2,6	46,4
γ_{ss}	0,4	5,3
η_{64-10s} (mPa.s)	213	1880
$\eta_{64-120s}$ (mPa.s)	152	1880
η_{64} (mPa.s)	148	1860
η_{300} (mPa.s)	70	622
n_{aller}	0,03	0,39
K_{aller} (Pa.s n)	2,5	40,9
n_{retour}	0,28	0,52
K_{retour} (Pa.s n)	1,3	37,6
η_{rel64}	5,6	740
Plateau (N)	0,34	2,2
Périmètre	56,0	63,7

Comme les purées de pommes et poires, les suspensions modèles sont des produits viscoélastiques présentant un comportement pseudolinéaire, avec un module élastique G'

quasi stable en fonction de la fréquence ($\text{pente}G'$ faible, comprise entre 0,058 et 0,192) et supérieur à G'' ($\tan\delta$ inférieures à 0,5). Les valeurs des paramètres $\text{pente}G'$, $\tan\delta_{0,1}$, $\tan\delta_1$ et $\tan\delta_{10}$ sont très proches des purées de fruits. En revanche, la valeur de G'_1 est largement inférieure : elle varie de 45 à 421 Pa pour les suspensions modèles et de 158 à 2082 Pa pour les purées de fruits. **La structure des suspensions modèles au repos serait donc moins cohésive que celle des purées de fruits.**

Les valeurs des seuils d'écoulement (σ_{sl} et σ_{ss}) sont également plus faibles que celles des purées de fruits du commerce. σ_{sl} varie de 0,5 à 21,4 Pa pour les suspensions modèles et de 3,3 à 32,7 Pa pour les purées de fruits. De même, σ_{ss} varie de 2,6 à 46,4 Pa pour les suspensions modèles et de 18,2 à 137,3 Pa pour les purées de fruits. **Les suspensions modèles s'écouleraient donc plus facilement que les purées de fruits du commerce, conséquence de la différence de cohésion au sein du produit.**

Comme les purées de fruits, les suspensions modèles sont des produits rhéofluidifiants. La gamme de valeurs couverte par l'indice de comportement n_{aller} (de 0,03 à 0,39) est plus large que celle des purées de fruits (de 0,21 à 0,34). L'analyse plus précise des résultats (Annexe 4) montre que seulement 2 produits (M et O) possèdent des valeurs d'indice de comportement très faibles (respectivement 0,03 et 0,10). **Le caractère thixotrope très marqué des produits M et O permettrait d'expliquer certaines valeurs très faibles de n_{aller} .** L'indice des autres formules serait, en revanche, supérieur à 0,27. **Leur caractère rhéofluidifiant serait donc moins marqué que celui des purées de fruits du commerce, avec des valeurs de n_{aller} plus élevées mais néanmoins proches.** De même, les valeurs de n_{retour} sont plus élevées pour les suspensions modèles (de 0,28 à 0,52) que pour les purées reconstituées (de 0,23 à 0,39).

Les suspensions modèles possèdent un niveau de viscosité inférieur à celui des purées de fruits du commerce, avec des valeurs de viscosité apparente entre 64 et 300 s⁻¹ (η_{64} , η_{300} , η_{64-10s} , $\eta_{64-120s}$), ainsi que des valeurs d'indice de consistance (K_{aller} , K_{retour}) plus faibles que celles des produits du commerce. L'analyse individuelle des résultats montre de nouveau la présence d'une thixotropie marquée pour les 2 produits M et O , pour lesquels la valeur de K_{retour} est largement inférieure à celle de K_{aller} (respectivement égales à 40 et 5,1 Pa.sⁿ pour M et 23,8 et 2,1 Pa.sⁿ pour O , pour des vitesses de cisaillement supérieures à 130 s⁻¹), et pour lesquels également $\eta_{64-120s}$ est inférieur à η_{64-10s} (respectivement égales à 980 et 740 mPa.s pour M et 425 et 270 mPa.s pour O).

On note également que les données complexes $\eta^*_{0,1}$, $\eta^*_{1,}$ $\eta^*_{10,}$ et K^* sont cinq fois plus faibles pour les suspensions modèles que pour les purées de fruits du commerce, alors que les valeurs de n^* couvrent une gamme de valeurs plus large (de 0,059 à 0,217 pour les suspensions modèles contre 0,07 à 0,12 pour les purées de fruits).

Les données $\text{pente}G'$, $\tan\delta_{0,1}$, $\tan\delta_l$ et $\tan\delta_{10}$, quant à elles, permettent de couvrir des gammes de valeurs plus larges que celles des purées de fruits du commerce.

Les suspensions modèles semblent donc présenter des similitudes rhéologiques avec les purées de fruits du commerce (étudiées dans le chapitre 1 de cette partie), avec des valeurs très proches pour certains paramètres. Cependant, elles sont moins cohésives, moins visqueuses et présenteraient, pour certaines, un comportement thixotrope plus marqué que les purées de fruits.

1.1.2. Etude multidimensionnelle

Les 3 premiers axes de l'ACP sur toutes les données rhéologiques sont représentés sur la Figure 73. Ils représentent 81,3% de l'information (46,7%, 22,7% et 11,9% respectivement).

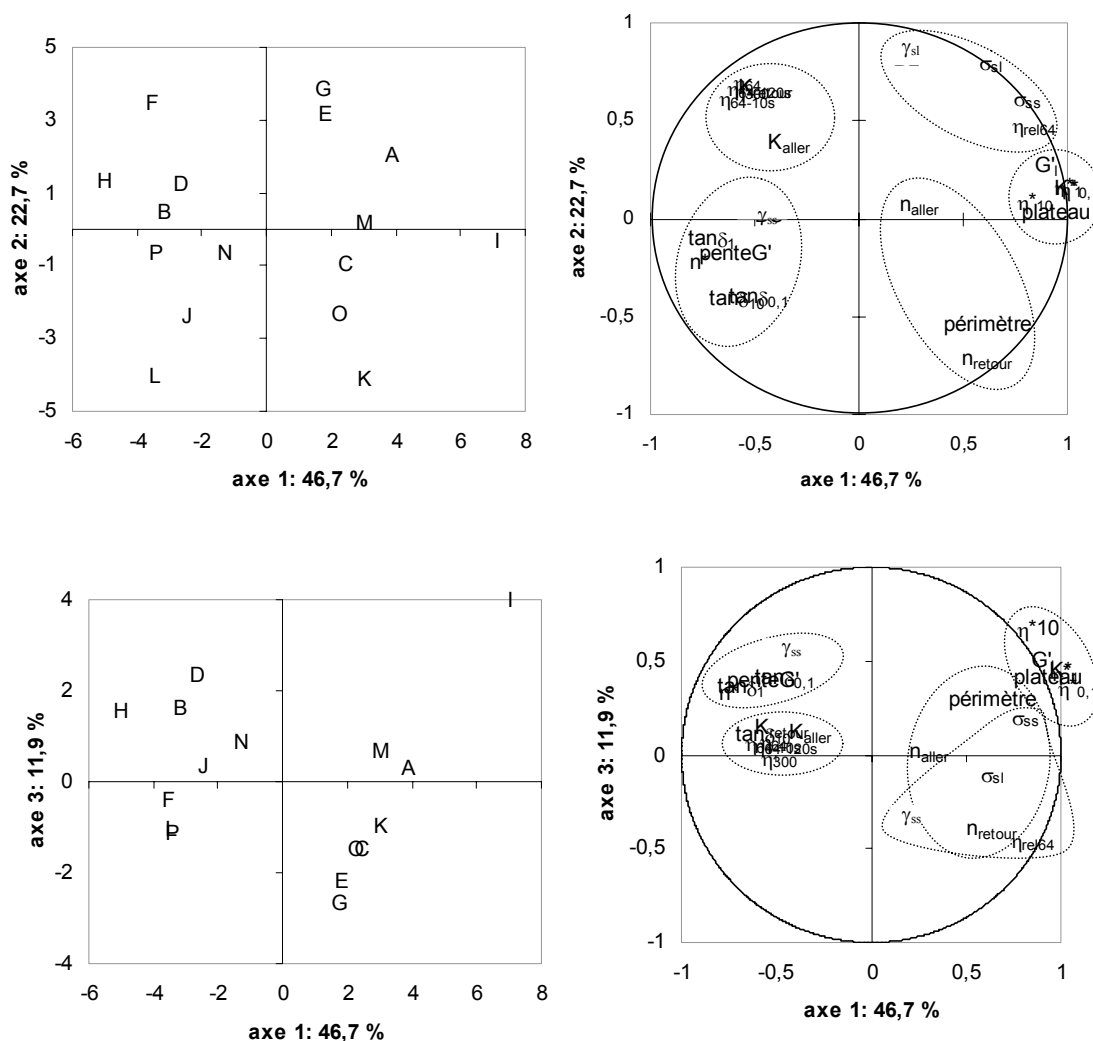


Figure 73 : Trois premières dimensions de l'ACP sur les données rhéologiques des 16 formules de suspensions modèles

Une CAH réalisée sur les coordonnées des variables a permis de visualiser 5 groupes principaux. **Les paramètres rhéologiques étudiés présentent donc moins de corrélations fortes pour les suspensions modèles que pour les purées de fruits**, où seulement 3 groupes principaux avaient été identifiés (Figure 50).

- **Le principal groupe de variables des purées de fruits du commerce, corrélées sur la première composante de la carte rhéologique, est ainsi scindé en 3 groupes pour les suspensions modèles.** Un premier groupe regroupe des variables issues de mesures en régime harmonique (G'_l , K^* , $\eta^*_{0,1}$, η^*_{10} et η^*_{100} , avec en plus *plateau*). Un deuxième groupe regroupe les variables de seuil d'écoulement et de viscosité relative (γ_{sl} , σ_{sl} , σ_{ss} et η_{rel64}). Et un troisième groupe regroupe les variables de consistance et viscosité (K_{aller} , K_{retour} , η_{64} , η_{300} , η_{64-10s} et $\eta_{64-120s}$). On peut constater que, malgré une

thixotropie marquée pour certaines suspensions modèles, les paramètres K_{aller} et K_{retour} d'une part, et η_{64-10s} et $\eta_{64-120s}$ d'autre part sont corrélés. Seul, le paramètre *périmètre* n'est corrélé à aucun de ces paramètres. **Pour les suspensions modèles, ce paramètre pourrait ainsi apporter une information différente des mesures fondamentales et donc pertinente, contrairement à ce qui a été observé pour les purées de fruits.**

- **Enfin, on retrouve deux autres groupes, communs aux produits modèles et aux purées de fruits du commerce.** Le premier regroupe les paramètres relatifs à la viscoélasticimétrie des produits : $\tan\delta_{0,1}$, $\tan\delta_I$, $\tan\delta_{10}$, $\text{pente}G'$ et n^* , avec en plus γ_{ss} . Le deuxième regroupe les paramètres relatifs au caractère rhéofluidifiant : n_{aller} et n_{retour} avec en plus le *périmètre*.

Les produits semblent bien répartis sur la carte. Le produit I se détache des autres produits selon la première composante de l'ACP, caractérisé ainsi par des valeurs fortes de G'_I . Selon le plan d'expériences complet, ce produit est caractérisé par un niveau + pour les facteurs *fermeté*, *proportion* et ϕ des particules ainsi qu'un niveau – pour le facteur $\eta_{sérum}$. Cette suspension est donc constituée de particules grosses et rigides qui ont tendance à plus sédimenter que les autres. De plus, ces particules sont en suspension dans peu de jus de pommes, non épaissi avec du guar, et donc peu lubrifiées. **Dans ces conditions, le produit I posséderait une rigidité au repos plus importante que pour les autres formules.**

1.1.3. Choix des paramètres rhéologiques

La démarche adoptée pour les suspensions modèles est la même que pour les purées de fruits du commerce. Une sélection des paramètres rhéologiques les plus pertinents a ainsi été réalisée pour l'étude de la partie 5. Un seul paramètre par groupe de variables corrélées paraît nécessaire pour donner une description exhaustive de la rhéologie de l'espace produits. **Les cinq paramètres, déjà choisis pour les purées de fruits du commerce (p140), ont été conservés car ils appartiennent à chacun des 5 groupes identifiés pour les suspensions modèles** : la viscosité apparente à $64s^{-1}$ au bout de 10s (η_{64-10s}), l'indice de comportement (n_{retour}), le seuil en sortie de linéarité (σ_{sl}), le module conservatif dans le domaine linéaire (G'_I) et la tangente de perte à 1 rad.s^{-1} ($\tan\delta_I$). L'indice de comportement adopté est celui de la courbe retour, plutôt que celui de la courbe aller car le caractère thixotrope marqué de certaines suspensions peut influencer les résultats de n_{aller} .

On a également choisi d'ajouter à ces 5 paramètres rhéologiques, le paramètre *périmètre*. En effet, pour cet espace produits spécifique, ce paramètre pourrait apporter une information différente des mesures fondamentales, contrairement aux purées de fruits du commerce. Cette étude pourra permettre de juger de la pertinence de la mesure de rétro-extrusion en complément des mesures plus fondamentales.

Même si les corrélations entre paramètres rhéologiques ne sont pas identiques à celles des purées de fruits, il a été possible de retenir les mêmes paramètres représentatifs: η_{64-10s} , n_{retour} , σ_{sl} , G'_l et $\tan\delta_l$, avec en plus le *périmètre*. Ces paramètres seront alors utilisés pour mesurer l'influence des facteurs de structure sur le comportement rhéologique des suspensions modèles.

1.2. Confrontation avec les produits du commerce

La confrontation des données rhéologiques des suspensions modèles à celles des purées de fruits a été réalisée par ACP (Figure 74). Les recouvrements entre les deux espaces produits ont pu ainsi être analysés.

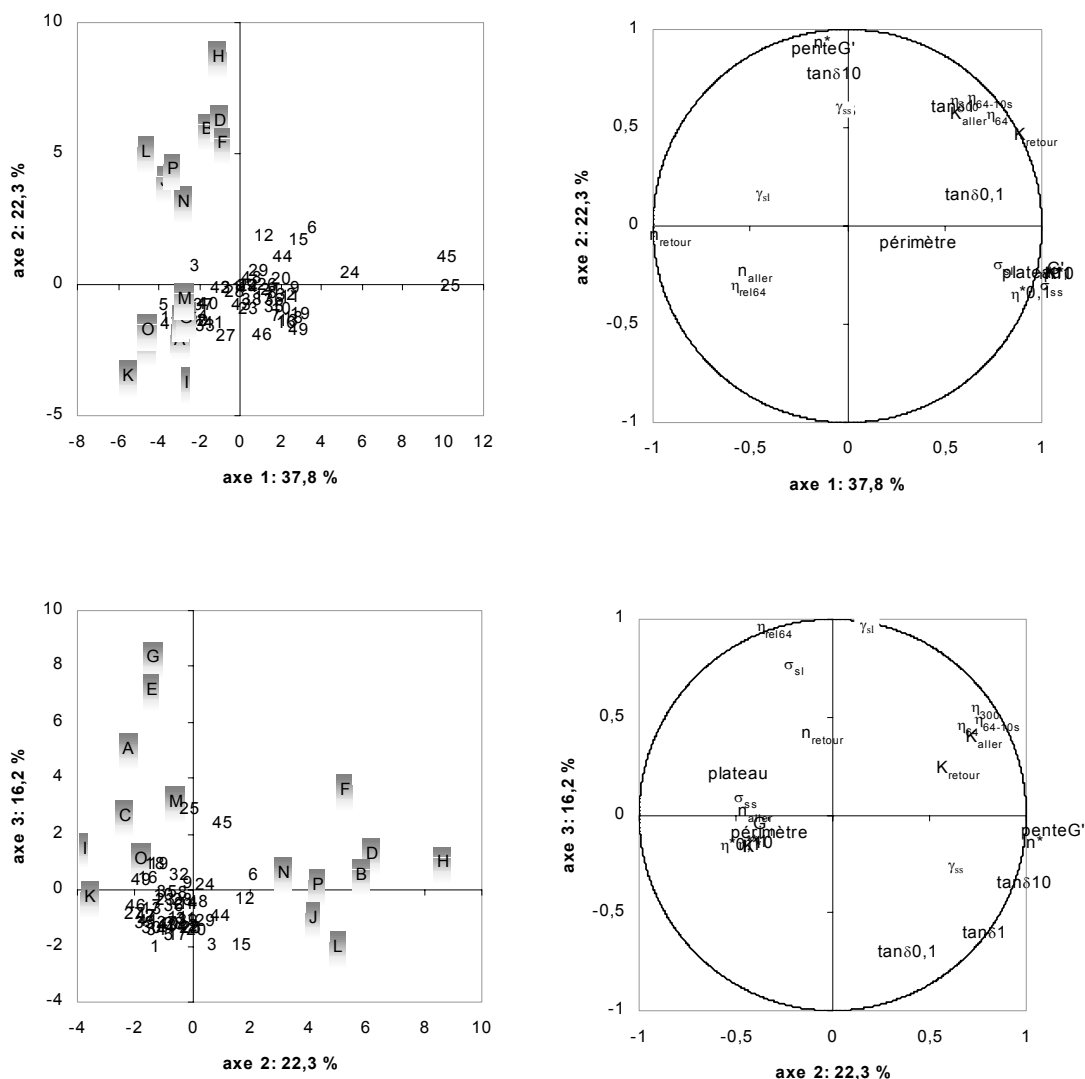


Figure 74 : ACP sur les données rhéologiques des suspensions modèles (en lettres) et des 49 purées de fruits du commerce (en chiffres)

Les deux espaces produits se recouvrent assez mal. Les purées du commerce semblent bien discriminées selon la première composante, caractérisée par le groupe de variables G'_l , σ_{sl} , σ_{ss} , $\eta^*_{0,l}$, $\eta^*_{l_1}$, η^*_{10} et *plateau*, alors que les suspensions modèles le sont par rapport à la deuxième composante, caractérisée par le groupe de variables *pente* G'_l , n^* , $\tan\delta_{l_0}$ et γ_{ss} .

- L'ensemble des suspensions modèles se situant plutôt vers la borne moins de la première composante, **elles permettent d'approcher la rhéologie au repos (jusqu'au seuil d'écoulement) d'un nombre limité de produits réels. Ces milieux semblent donc avoir une structure interne moins cohésive que les purées de fruits**, ce qui confirme les observations faites précédemment à partir du Tableau 32.

- En revanche, les suspensions modèles permettent de bien encadrer les produits réels selon la deuxième composante, grâce à deux groupes de produits, qui correspondent aux deux niveaux de viscosité du sérum. Les suspensions de niveau + se détachent vers la borne positive de l'axe alors que les suspensions de niveau – semblent plus proches des purées de fruits du commerce. On peut ainsi supposer que l'utilisation de niveaux intermédiaires, dans l'étude explicative suivante (partie 5), permettra d'obtenir des formules plus proches des purées de fruits. **Les suspensions modèles permettent donc d'élargir le champ d'étude concernant les propriétés viscoélastiques des suspensions.**
- La bissectrice entre les deux premières composantes correspond à un axe de viscosité (K_{aller} , K_{retour} , η_{64} , η_{300} , η_{64-10s} et $\eta_{64-120s}$). La projection des produits sur cet axe montre une bonne proximité entre milieux réels et fabriqués. **Les niveaux de viscosité et consistance sont donc cohérents entre suspensions modèles et purées du commerce.**
- Enfin, la troisième composante est représentée par la viscosité relative (η_{rel64}) et la déformation correspondant au seuil d'écoulement linéaire (γ_{sl}). Le recouvrement des purées de fruits par les suspensions modèles semble bon par rapport à cette dimension, avec une gamme de valeurs plus large.

L'analyse multidimensionnelle a permis de visualiser rapidement la proximité rhéologique des suspensions fabriquées avec les milieux réels. La principale limite des suspensions modèles est le manque de cohésion entre les particules tassées au sein du système qu'elles forment en suspension.

2. La caractérisation sensorielle

Un profil Flash a été réalisé sur l'espace constitué des 16 formules de suspensions modèles. Cette étape a permis de positionner les produits les uns par rapport aux autres, afin de choisir les produits les plus représentatifs de l'espace initial. Elle a également permis d'obtenir les termes les plus discriminants pour la description de ce type de suspensions. Un deuxième profil Flash a été réalisé dans le but de confronter les suspensions modèles aux purées de fruits du commerce. Les produits les plus représentatifs de chacun des deux univers produits ont été utilisés pour constituer l'espace produits mixte évalué.

2.1. Résultats du profil Flash sur l'espace initial

2.1.1. Les descripteurs sensoriels

Chaque sujet a généré entre 5 et 9 descripteurs de texture, soit un total de 39 termes, dont 22 différents (Tableau 33). Ils concernent la texture visuelle, à la cuillère, et la texture en bouche.

Tableau 33 : Liste des termes générés par les 6 sujets du profil Flash pour l'espace produits 16 suspensions modèles

Nature des termes	S1	S2	S3	S4	S5	S6
aspect	écoulement tassement granulosité	compact coulant	compact granuleux	lisse relief coule gélifié	granulométrie	granuleux compact surface
à la cuillère	tenue cuillère résistance	viscosité	résistance pénétration	cuillère plantée tombe de la cuillère	rigidité	résistance filant
en bouche	granulosité	granuleux fondant	collant granuleux	granuleux pâteux dureté grains	aqueux granulosité douceur colle au palais	collant lisse

Sauf pour le sujet 5, les termes de texture visuelle et à la cuillère (de 3 à 6) sont plus nombreux que les termes en bouche (1 à 3) : les descripteurs en bouche représentent ainsi de 17 à 40% des termes totaux (67% pour le sujet 5). **Les produits n'étant pas naturels et peu appétants, il est probable que les sujets aient préféré se consacrer à une évaluation visuelle plus détaillée plutôt qu'à l'évaluation en bouche.** Le sujet 5 s'est toutefois concentré essentiellement sur l'évaluation des produits en bouche.

2.1.2. Les dimensions sensorielles

Comme pour les purées de fruits, peu de dimensions suffisent à expliquer la texture des suspensions modèles.

Des ACP individuelles, réalisées sur les résultats de chaque sujet (Annexe 5) ont permis de montrer que 90% de l'information pouvait être expliquée par 3 à 4 axes selon les sujets (Figure 75).

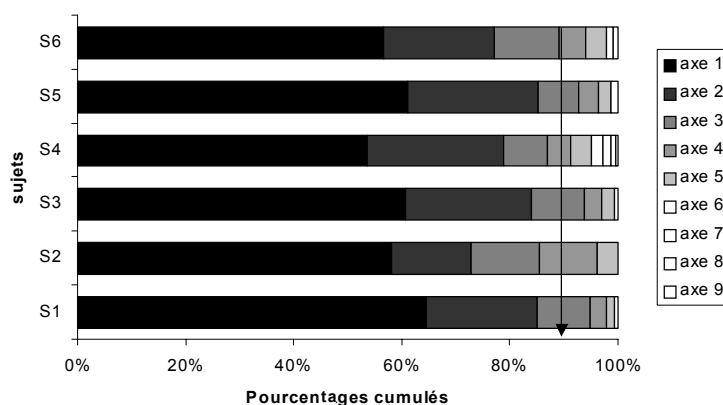


Figure 75 : Pourcentage d'information porté par les axes des ACP individuelles des 6 sujets du profil Flash sur les 16 suspensions modèles.

L'analyse des dimensions de l'APG (Figure 76) a également montré que les trois premières dimensions expliquaient 92% de l'information (64%, 20% et 9% respectivement) de la configuration moyenne.

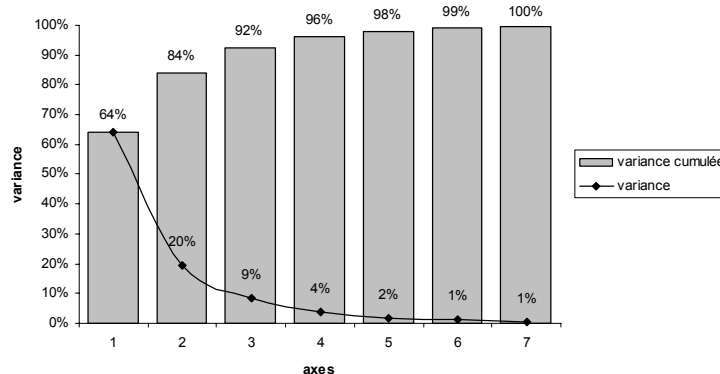


Figure 76 : Pourcentage d'information porté par les axes de l'APG du profil Flash sur les 16 suspensions modèles

2.1.3. Description de l'espace produits

Les trois premières dimensions de la carte sensorielle (92% de l'information) sont présentées en Figure 77.

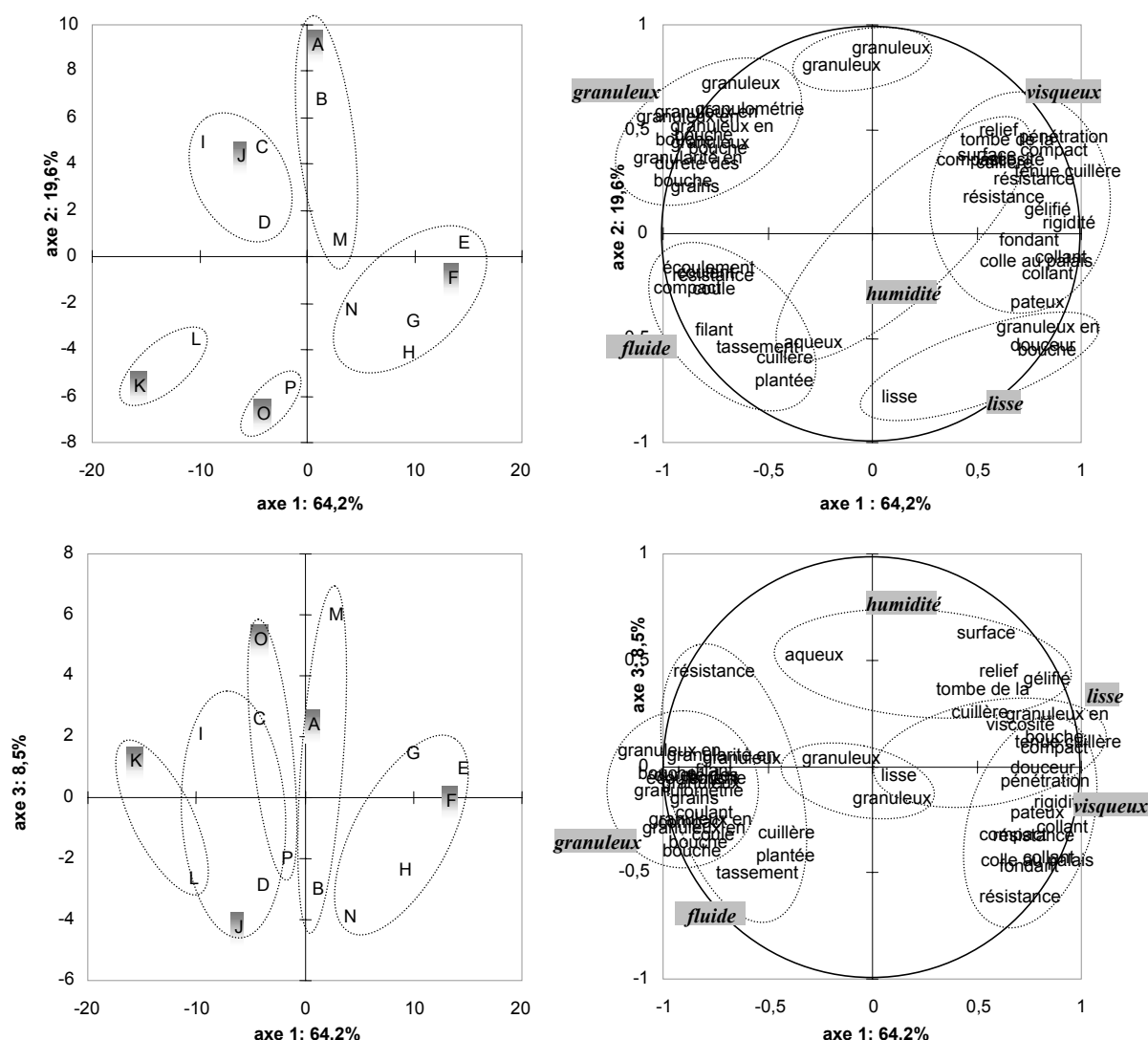


Figure 77 : Trois premières dimensions de l'APG du profil Flash sur les 16 formules issues du plan d'expériences. En grisé sur la carte des produits, les suspensions modèles choisies pour leur représentativité de l'espace. En grisé sur le cercle des corrélations, les notions attribuées pour chaque groupe de descripteurs

L'interprétation sémantique est plus difficile pour les suspensions modèles que pour les purées de fruits du commerce. Pour les purées de fruits du commerce, il semblait exister un consensus plus fort dans l'utilisation des termes, avec des corrélations plus marquées sur le cercle des corrélations (Figure 54). Cependant, une CAH réalisée sur les coordonnées des termes issues de l'APG a mis en évidence 6 groupes principaux de descripteurs : *granuleux* et *lisse* (qui constituent un axe de granulosité selon la bissectrice), *visqueux* et *fluide* (qui constituent un axe de consistance selon l'autre bissectrice), *humide* (sur la troisième composante) et enfin un sixième groupe composé de deux descripteurs *granuleux*

(sur la deuxième composante). Employés ainsi différemment par les sujets, la signification exacte de ces deux derniers descripteurs n'est toutefois pas connue.

Les principales notions, déjà utilisées pour décrire les purées du commerce, se retrouvent donc. De plus, comme pour les purées de fruits du commerce, les notions perçues en bouche et au visuel sont fortement corrélées. **Les informations apportées par ces deux types de perception convergent donc.**

Les 16 formules de suspensions dites modèles, issues d'un plan d'expériences complet, semblent bien réparties sur la carte sensorielle. Contrairement aux résultats rhéologiques (Figure 73), le produit *I* ne semble pas se détacher de l'ensemble des autres produits.

Une CAH sur les coordonnées des individus a permis de regrouper les produits les plus proches sensoriellement. Cinq groupes ont été identifiés. Le premier groupe (*I, J, C, D*) correspond aux produits les plus granuleux et moyennement consistants. Le deuxième groupe (*A, B, M*) correspond à des produits également granuleux mais plus consistants. Le troisième groupe (*E, F, G, H, N*) correspond à des produits lisses et consistants. Le quatrième groupe (*P, O*) correspond à des produits aussi lisses mais moins consistants. Enfin, le cinquième groupe (*K, L*) correspond aux produits les plus fluides et moyennement granuleux. **La segmentation de l'espace produits en groupes de produits sensoriellement proches a alors permis de choisir les produits les plus représentatifs de la diversité sensorielle de l'espace produits initial.** Un produit par groupe de CAH a été choisi : *A, F, J, K* et *O*, afin de constituer l'espace produits mixte évalué en p196.

2.1.4. Choix des descripteurs sensoriels

Les mêmes notions sensorielles que pour les purées de fruits du commerce sont ressorties comme pertinentes pour décrire l'espace des suspensions modèles : *granulosité, consistance* et *humidité*. Deux descripteurs *granuleux* se détachent sur la deuxième composante. Or, le profil Flash ne permet pas de savoir ce qui les différencie du groupe de descripteurs porté par la bissectrice entre les deux premières composantes.

Comme pour les purées de fruits du commerce, on a choisi de différencier les deux modes d'évaluation, à l'aspect et en bouche, pour le profil conventionnel réalisé dans la partie 5. Les termes retenus sont donc : *granulosité visuelle, granulosité en bouche, consistance visuelle, consistance en bouche* et *humidité*.

2.2. Confrontation entre suspensions modèles et purées du commerce

Lors d'un second profil Flash, les suspensions modèles les plus représentatives de la diversité de l'espace produits suspensions modèles ont été confrontées aux produits les plus représentatifs de l'espace produits constitué des 49 purées du commerce. Un produit par groupe de CAH a été sélectionné, selon les groupes principaux de produits identifiés pour chacun des deux espaces étudiés séparément (Figure 54 et Figure 77). Un espace produits mixte a donc été formé de 5 suspensions modèles (*A, F, J, K* et *O*) et 6 purées de fruits du commerce (*10, 46, 24, 34, 32*, et *I*).

2.2.1. Les descripteurs sensoriels

Les 6 sujets du panel ont générés entre 3 et 8 termes de texture chacun, 38 au total dont 23 différents (Tableau 34).

Tableau 34 : Liste des termes générés par les 6 sujets du profil Flash lors de la confrontation des deux espaces produits, suspensions modèles et purées de fruits

Nature des termes	S1	S2	S3	S4	S5	S6
aspect	aération gélification	granuleux sérum s'écoule	granuleux coulabilité	écoulement granuleux	granuleux	granuleux
à la cuillère	déformabilité dépôts	gel	mise en forme creusabilité	compacité viscosité	visqueux	surface s'écoule consistance
en bouche	granuleux liquide dispersibilité	granuleux épais	granuleux pâteux grains	fondant viscosité granuleux	onctueux	granuleux épais lié particules

Selon le sujet 5, seulement trois termes pourraient suffire pour décrire cet espace produits mixte. Le sujet 6, à l'inverse, en a utilisé presque 3 fois plus (8 au total).

2.2.2. Les dimensions sensorielles de la configuration moyenne

L'analyse des dimensions de l'APG montre que les 7 premières dimensions de la carte sensorielle permettent d'expliquer la totalité de la variance (Figure 78).

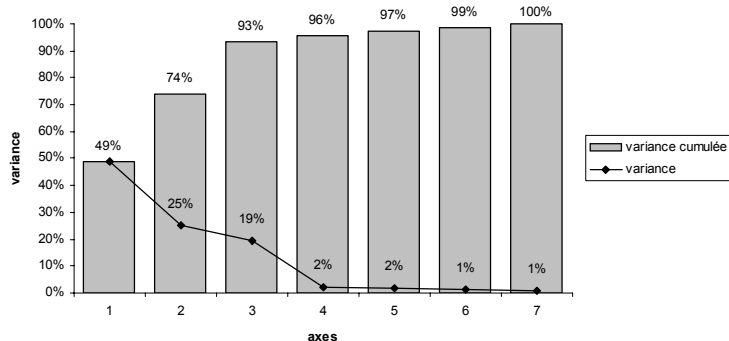


Figure 78 : Pourcentage d'information porté par les axes de l'APG du profil Flash sur l'espace produits mixte

Les trois premières dimensions expliquent 90% de l'information (49%, 25% et 19% respectivement). L'information est mieux répartie sur les 3 axes (plus de 15% pour l'axe 3) que pour les profils individuels (purées de fruits seules et suspensions modèles seules). L'axe 3 contribuerait donc de façon importante à la description sensorielle de l'espace produits mixte.

2.2.3. Description de l'espace produits

Les quatre premières dimensions de la carte sensorielle sont présentées en Figure 79.

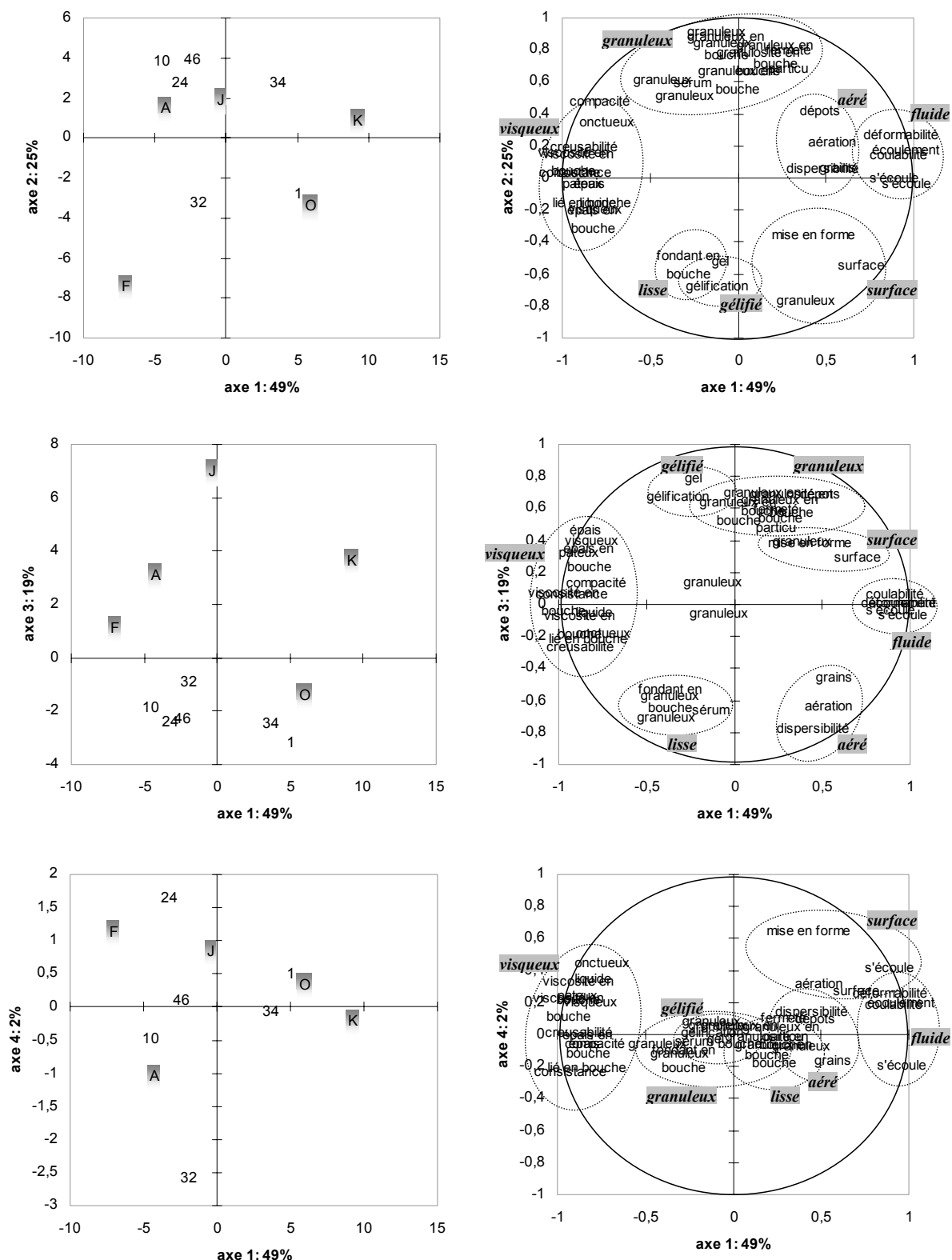


Figure 79 : Quatre premières dimensions de l'APG du profil Flash sur l'espace produits mixte. En lettres, les suspensions modèles. En chiffres, les purées de fruits du commerce. En grisé sur le cercle des corrélations, les notions attribuées à chaque groupe de descripteurs.

La position relative des produits, analysée grâce aux éléments d'explication sémantique apportés par le cercle des corrélations, a permis de valider la proximité sensorielle des deux types de suspensions.

- La première composante de l'APG serait un axe de *consistance* (*fluide* à *visqueux*) tandis que la deuxième serait un axe de *granulosité* (*lisse* à *granuleux*). La suspension codée *A* est sensoriellement proche du groupe des purées de fruits 10, 24 et 46, les plus granuleuses et les plus consistantes. Les suspensions *J* et *K* encadrent la purée 34, *K* étant une suspension perçue comme plus fluide que *J*. La suspension *O* et la purée *I*, fluides et peu granuleuses, sont également sensoriellement très proches. Enfin, la suspension *F* pourrait représenter la purée 32, visqueuse et peu granuleuse, mais avec des propriétés sensorielles plus marquées. **L'analyse de la position relative des produits sur ce premier plan indique qu'il est possible d'avoisiner la perception de la *granulosité* et de la *consistance* des produits réels par des produits fabriqués.**
- **En revanche, les deux types des produits semblent nettement séparés sur la troisième composante.** Or, cette composante est caractérisée par des descripteurs liés à la nature des particules (*aéré* à *gélifié*), dont on ne tiendra pas compte par la suite.
- **L'analyse de la quatrième composante permet de vérifier que les configurations des deux types de produits sur le plan 1-4 se recouvrent.** Cette composante serait caractérisée par des descripteurs relatifs à l'*état de surface* des produits, peut-être à rapprocher des descripteurs d'*humidité*.

En conclusion, il est possible de fabriquer des suspensions dont la texture sensorielle se rapproche de celle des purées de pommes et poires, en couvrant le champ de perception recherché (*granulosité, consistance et humidité*).

3. Relations entre données

L'objectif de ce chapitre a été d'explorer les relations existant entre les différentes données structurales, rhéologiques et sensorielles, de façon à pouvoir les comparer avec celles existant pour les purées de fruits du commerce. Comme pour les purées du commerce, nous nous

sommes consacrés dans un premier temps, aux seuls paramètres instrumentaux, puis, dans un deuxième temps, aux paramètres instrumentaux et sensoriels.

3.1. L'étude instrumentale globale

Une ACP a été réalisée sur l'ensemble des données instrumentales, en ajoutant aux données rhéologiques les quatre facteurs de structure, variant selon les deux niveaux du plan d'expériences complet.

3.1.1. La dimensionnalité

L'analyse de la dimensionnalité de l'ACP sur l'ensemble des 29 données instrumentales (structurales, physico-chimiques et rhéologiques) montre que la totalité de la variance peut être expliquée par les 12 premières composantes (Figure 80).

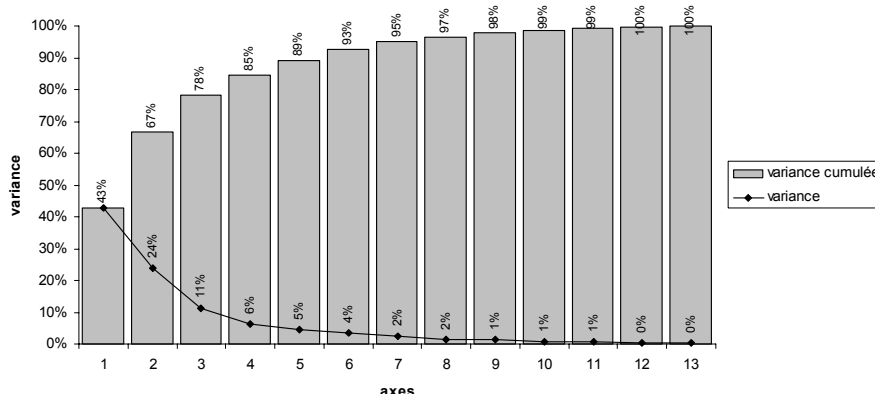


Figure 80 : Pourcentage d'information porté par les axes de l'ACP sur les données instrumentales (structurales et rhéologiques) de l'espace produits 16 suspensions modèles

Pour les purées de fruits, 24 composantes étaient nécessaires pour expliquer la totalité de la variance. Or l'étude portait sur 42 données instrumentales, dont 18 données structurales, ce qui a pu avoir l'effet de répartir l'information sur plusieurs autres dimensions. En revanche, comme pour les purées de fruits, les trois premières dimensions apportent plus de 10% de l'information chacune (43%, 26% et 11% respectivement), 78% au total (67% pour les purées de fruits).

3.1.2. La carte instrumentale

La Figure 81 présente les trois premières dimensions de la carte instrumentale. Les groupes de paramètres issus de l'étude rhéologique seule (Figure 74) ont été reportés sur le cercle des corrélations.

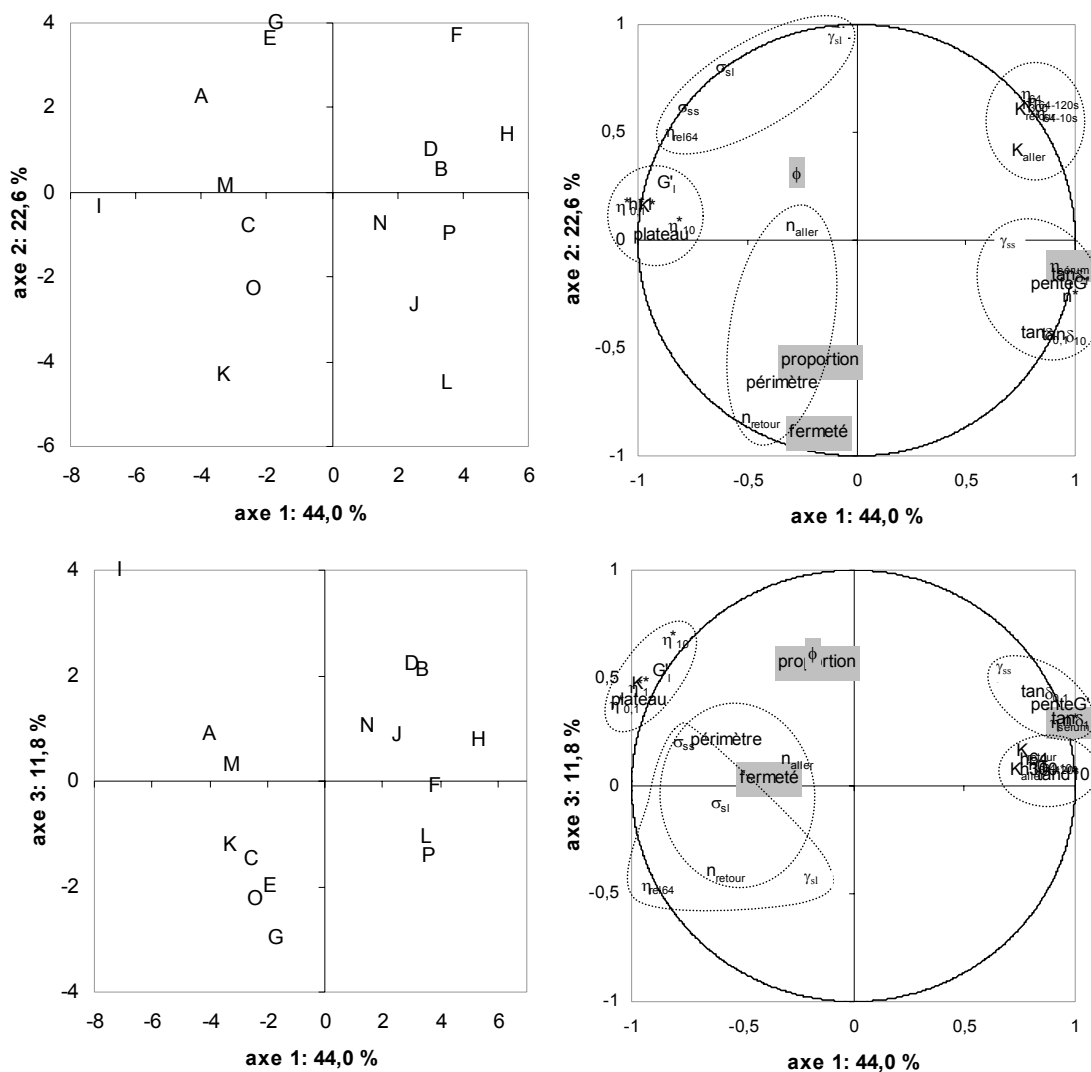


Figure 81 : Trois premières dimensions de l'ACP sur les données instrumentales (structurales et rhéologiques) de l'espace produits 16 suspensions modèles (issues du plan d'expériences complet)

- La viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) possède de fortes corrélations positives avec le groupe des paramètres viscoélastiques ($\tan\delta_{0,1}$, $\tan\delta_l$, $\tan\delta_{l0}$, $\text{pente}G'$ et n^*) et avec celui des données de consistance (K_{aller} , K_{retour} , η_{64} , η_{300} , η_{64-10s} et $\eta_{64-120s}$). Elle possède également de fortes corrélations négatives avec le groupe de G'_l , K^* , $\eta^{*}_{0,1}$, η^{*}_l , η^{*}_{l0} et plateau . Les deux derniers groupes de paramètres, pourtant fortement corrélés entre

eux pour les purées du commerce, se différencieraient dans ce cas-là, selon la deuxième composante, caractéristique du facteur de *fermeté*. **La fermeté des particules, non étudiée pour les purées de fruits, pourrait donc avoir une influence sur les propriétés rhéologiques des particules.**

- La *fermeté* serait également fortement corrélée aux paramètres liés aux propriétés rhéofluidifiantes des produits (n_{retour}) et anti-corrélé aux données de seuils (σ_{sl} , σ_{ss}).
- Le facteur *proportion*, quant à lui, présenterait une corrélation logique avec le *périmètre* de rétro-extrusion. **Pour cet espace produits modèles, l'expérience de rétro-extrusion fournirait des résultats pertinents.** La fraction volumique ϕ , en revanche, ne rentrerait dans aucune corrélation directe.

L'analyse des corrélations des quatre paramètres de structure avec les différents groupes de paramètres rhéologiques laisse entrevoir les effets de premier ordre : la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) influencerait le comportement en écoulement des produits, la *fermeté* influencerait les propriétés rhéofluidifiantes et la *proportion* influencerait surtout le *périmètre* de rétro-extrusion.

3.2. Les relations instrumental / sensoriel

L'AFM a été utilisée pour analyser conjointement l'ensemble des données sensorielles et instrumentales.

3.2.1. Analyse du degré de ressemblance

L'analyse des coefficients RV a montré, contrairement aux résultats des purées de fruits, un faible consensus entre la configuration des données instrumentales (*Instrumental*) et les configurations sensorielles individuelles (sujets 1 à 6), ou la configuration finale (*AFM*) (Tableau 35).

Tableau 35 : Coefficients de liaison RV entre les configurations individuelles et la configuration finale de l'AFM pour l'espace produits 16 suspensions modèles (issues du plan d'expériences complet)

	Sujet 1	Sujet 2	Sujet 3	Sujet 4	Sujet 5	Sujet 6	Instrumental
Sujet 2	0,718						
Sujet 3	0,613	0,842					
Sujet 4	0,635	0,780	0,818				
Sujet 5	0,778	0,751	0,736	0,846			
Sujet 6	0,831	0,849	0,826	0,737	0,916		
Instrumental	0,494	0,470	0,555	0,467	0,477	0,539	
AFM	0,936	0,895	0,897	0,852	0,838	0,941	0,671

Les données instrumentales aboutiraient donc à un positionnement relatif des produits éloigné de celui issu de l'évaluation sensorielle.

3.2.2. Analyse des corrélations

Les 3 premiers axes de l'AFM sont présentés en Figure 82 et Figure 83.

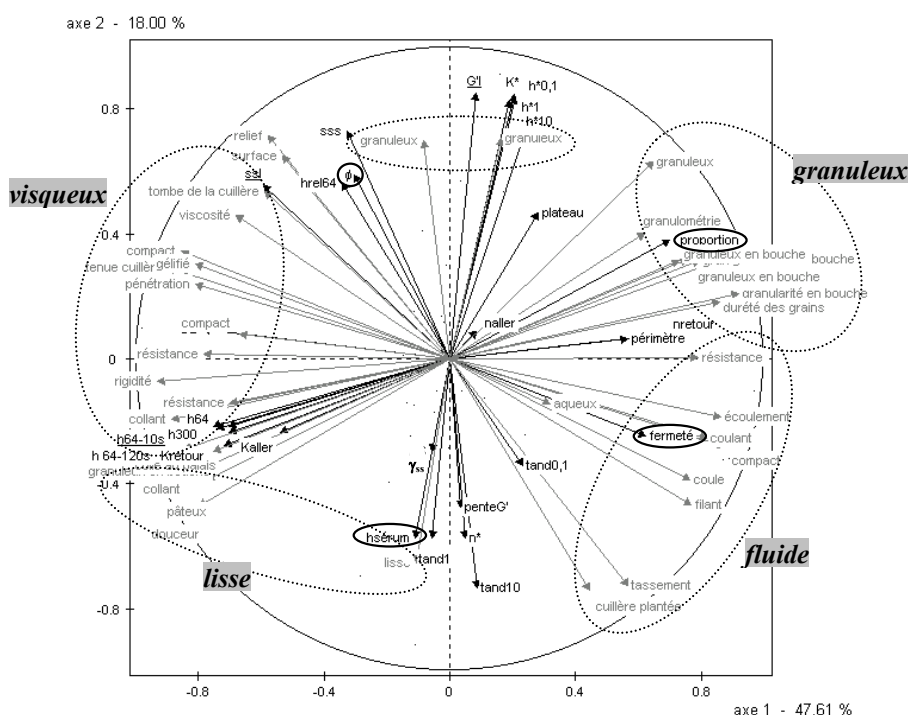


Figure 82 : Plan 1-2 de l'AFM réalisée sur les données sensorielles et instrumentales (structurales et rhéologiques) des 16 suspensions modèles (issues du plan d'expériences complet). Vecteurs en gris, descripteurs sensoriels. Vecteurs en noir, paramètres instrumentaux.

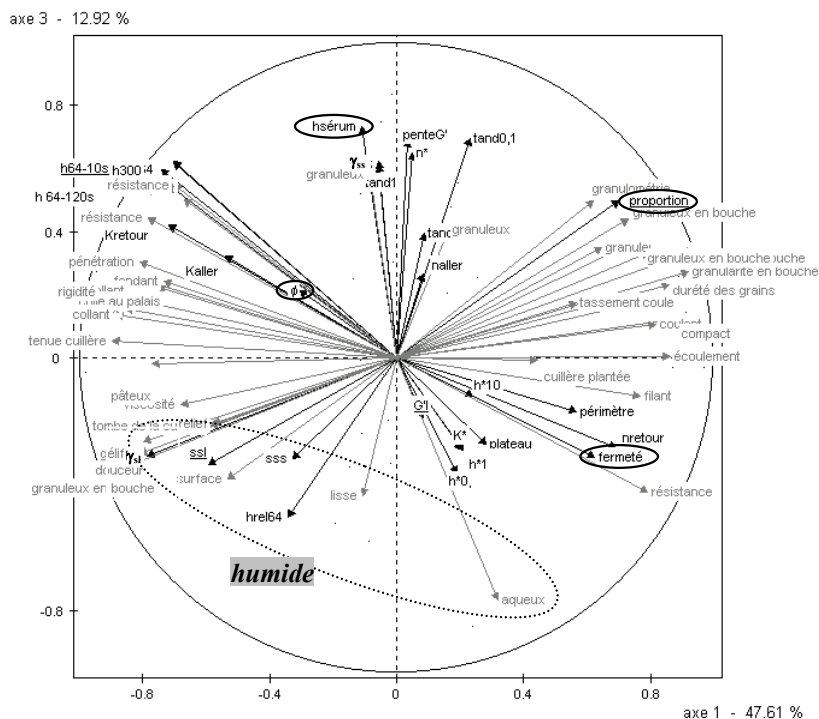


Figure 83 : Plan 1-3 de l'AFM réalisée sur les données sensorielles et instrumentales (structurales et rhéologiques) des 16 suspensions modèles (issues du plan d'expériences complet). Vecteurs en gris, descripteurs sensoriels. Vecteurs en noir, paramètres instrumentaux

Les groupes de vecteurs des descripteurs, repérés en gris, sont cohérents avec les groupes identifiés lors de l'étude sensorielle de l'espace produits initial (Figure 77). On retrouve effectivement 2 axes de *consistance* et *granulosité* portés par les bissectrices des composantes du premier plan, ainsi que les deux descripteurs *granuleux* isolés sur la deuxième composante. On retrouve également les descripteurs d'*humidité* portés par la troisième composante (surtout représenté par le descripteur *aqueux*).

3.2.2.1. Corrélations structure/sensoriel

Il existe des corrélations entre les descripteurs sensoriels et trois des facteurs de **structure**. La *proportion* serait corrélée au groupe de descripteurs de *granulosité*. La *fermeté* serait corrélée au groupe de descripteurs de *fluidité* (par conséquent anti-corrélée au groupe de viscosité). Enfin, la fraction volumique ϕ serait corrélée au groupe des deux descripteurs *granuleux*, portés par la deuxième composante.

$\eta_{\text{sérum}}$ serait corrélé au groupe de descripteurs *lisse* sur le premier plan mais cette corrélation ne serait pas vérifiée sur le plan 1-3. Il pourrait ainsi influencer plusieurs perceptions à la fois.

Enfin, aucun paramètre de structure n'est directement corrélé au descripteur *aqueux* sur la troisième composante.

3.2.2.2. Corrélations rhéologie/sensoriel

Contrairement aux purées de fruits, il semble possible de trouver des paramètres rhéologiques corrélés aux différents groupes de descripteurs sensoriels. Le groupe des descripteurs de *consistance* recouvre les paramètres rhéologiques liés aux seuils, avec notamment le seuil en sortie de linéarité (σ_{sl}) et à la viscosité (K_{aller} , K_{retour} , η_{64} , η_{300} , η_{64-10s} et $\eta_{64-120s}$). Les paramètres *périmètre* et n_{retour} seraient dirigés vers le groupe de descripteurs *granulosité*. Cependant, la taille des vecteurs étant relativement petite, les corrélations restent faibles. Le groupe de paramètres G'_l , K^* , $\eta^*_{0,1}$, η^*_l , η^*_{10} serait corrélé aux deux descripteurs de *granuleux* portés par la deuxième composante. Le groupe γ_{sl} , σ_{sl} , σ_{ss} et η_{rel64} serait corrélé aux descripteurs d'*humidité*.

3.2.3. Conclusion et prédiction de la perception sensorielle

Trois notions sensorielles principales (*granulosité*, *consistance* et *humidité*) sont importantes et seraient ainsi à prédire. Les trois paramètres rhéologiques de viscosité apparente à $64s^{-1}$ au bout de 10s (η_{64-10s}), de seuil d'écoulement en sortie de linéarité (σ_{sl}) et de module conservatif dans le domaine linéaire (G'_l), déjà choisis pour être étudiés en partie 5, pourraient permettre de prédire respectivement la *consistance*, l'*humidité* et la notion de *granulosité* (de la deuxième composante). Enfin, le facteur structural *proportion* pourrait permettre de prédire la notion de *granulosité* (portées par la bissectrice).

La plupart des corrélations semblent logiques. Toutefois, la corrélation du caractère *humide* avec le seuil d'écoulement ne semble pas explicative.

4. Bilan sur l'étude des suspensions modèles

4.1. Les avantages et les limites des suspensions modèles

4.1.1. Critères rhéologiques

Même si les propriétés rhéologiques des suspensions, observées pour les purées de fruits, sont également observées pour les milieux modèles (comportement rhéofluidifiant, présence d'un seuil d'écoulement et caractère viscoélastique), des différences concernant le comportement rhéologique de ces deux types de suspensions ont pu être observées, très certainement comme la conséquence de la différence de nature des particules. Les suspensions modèles semblent moins cohésives au repos, avec des morceaux de gel empilés les uns sur les autres et lubrifiées par la présence de guar, alors que les purées de fruits seraient plutôt des parois végétales imbriquées les unes avec les autres. En écoulement, les particules de fruits continueraient à s'imbriquer ce qui se traduirait par une corrélation entre les paramètres du produit au repos et ceux en écoulement. Pour les milieux fabriqués, les morceaux de gels pourraient glisser les uns sur les autres, et ce d'autant plus facilement que les particules sont petites et molles. L'agencement des particules au repos et en écoulement n'étant pas le même, ces milieux présenteraient une thixotropie plus marquée que les purées de fruits et une absence de corrélation entre les paramètres du produit au repos et ceux en écoulement.

Sur des critères rhéologiques, le pouvoir de modélisation rhéologique des purées par des suspensions modèles semble limité, très certainement à cause de la différence de nature des particules constitutives, plus rigides, non compressibles et non imbriquées.

4.1.2. Critères sensoriels

En revanche, sur des critères sensoriels, les suspensions modèles se rapprocheraient fortement des milieux réels, grâce à une grande proximité de perception sur les principales notions sensorielles (*granulosité, consistance et humidité*).

On peut noter que, lors de travaux préliminaires destinés à choisir les univers produits de notre étude (Tarea, *et al.*, 2003b), la sélection des purées de pommes et des suspensions de

particules de gel d'alginate dans du jus de pommes s'était effectuée sur des critères sensoriels. La proximité sensorielle de ces deux types de milieux nous avait conduit alors à rejeter les autres suspensions comme modèles potentiels, telles les suspensions de particules dures et pleines (silice et cellulose) ou d'Aquakeep® (particules fortement absorbantes utilisées dans les couches pour bébés).

4.2. Le choix des paramètres

4.2.1. Descripteurs sensoriels

Cinq notions sensorielles ont ainsi été retenues pour constituer le glossaire sensoriel : *granulosité visuelle et en bouche, consistance à la cuillère et en bouche et l'humidité*. Les notions sensorielles étant les mêmes pour les suspensions modèles et les purées de fruits d'une part, et la texture des deux types de suspensions étant perçue comme proche d'autre part, les sujets recrutés pour le profil conventionnel ont par conséquent été entraînés à l'évaluation simultanée des deux types de suspensions. Seule la notion de *pieux* est restée propre aux purées de fruits.

4.2.2. Paramètres rhéologiques

Même si les groupes de variables corrélées ne sont pas les mêmes que pour les purées de fruits du commerce, les cinq mêmes paramètres rhéologiques ont pu être choisis pour décrire de façon exhaustive le comportement rhéologique des suspensions (Tableau 36).

Tableau 36 : Bilan des paramètres rhéologiques choisis pour l'étude explicative et gammes de variation de leurs valeurs pour l'espace suspensions modèles (issues d'un plan complet à 2 niveaux)

	minimum	maximum
η_{64-10s}	210 mPa.s	1880 mPa.s
G'_l	45 Pa	421 Pa
σ_{sl}	0,5 Pa	21,4 Pa
n_{retour}	0,28	0,52
$\tan \delta_l$	0,12	0,38
<i>périmètre</i>	56	64

Le *périmètre* de rétro-extrusion a été ajouté à la liste des descripteurs étudiés afin de pouvoir discuter de l'intérêt de compléter les mesures fondamentales par des mesures

plus empiriques. Pour ce type de suspensions, et contrairement aux purées du commerce, ce paramètre présenterait une bonne corrélation avec le facteur *proportion*, lié à la taille des particules.

Dans un but prédictif, comme pour les purées de fruits, η_{64-10s} permettrait d'estimer la dimension liée à la *consistance* des produits et la *proportion* la dimension liée à la *granulosité*. G'_l et σ_{sl} seraient également pertinents pour prédire la notion de granulosité (porté par la deuxième composante) et le caractère *humide*.

Partie 5 : Etude des causes à effets et prédiction de la perception sensorielle

Chapitre I : Etude des purées de fruits reconstituées.....p213

Chapitre II : Etude des suspensions modèles.....p251

Cette cinquième partie a été consacrée à l'étude des effets spécifiques des paramètres structuraux, identifiés comme influents dans la partie 4 précédente, sur les paramètres rhéologiques et les descripteurs sensoriels, identifiés comme pertinents également dans la partie 4 précédente. L'objectif a été d'obtenir de vraies relations de causes à effets, en allant au-delà de la simple observation de corrélations, et ce grâce à la maîtrise des différents paramètres de structure. Cette partie s'est également consacrée à l'établissement de modèles de prédiction de la perception sensorielle par des mesures instrumentales simples.

Les deux types de suspensions à structure maîtrisée mis au point dans la partie 4 ont été étudiés : les purées de fruits reconstituées et les suspensions modèles. Ces milieux ont été développés dans le but de pouvoir faire varier de façon contrôlée divers paramètres de structure : la proportion des plus grosses particules sur les plus fines (*proportion*), le pourcentage de pulpe ajusté (*pulpe'*), le pourcentage de cellules pierreuses (*%pierreux*) et la viscosité apparente du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) pour les purées de fruits, ainsi que la proportion des plus grosses particules sur les plus fines (*proportion*), la fraction volumique (ϕ), la fermeté des particules (*fermeté*) et la viscosité apparente du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) pour les suspensions modèles. Grâce à la variation indépendante de ces paramètres de structure, les expériences ont été construites selon un plan central composite à 5 niveaux.

Les paramètres rhéologiques étudiés pour ces deux milieux sont : la tangente de l'angle de perte à 1rad.s^{-1} ($\tan\delta_l$), le seuil d'écoulement en sortie de linéarité (σ_{sl}), le module G' dans le domaine linéaire (G'_l) et l'indice de comportement (n). Le périmètre de rétro-extrusion (*périmètre*) a été étudié en plus pour les suspensions modèles de façon à pouvoir discuter de la pertinence de cette mesure rhéologique empirique en complément des mesures plus fondamentales.

Les descripteurs sensoriels étudiés pour les deux milieux sont : l'*humidité*, la *granulosité visuelle*, la *granulosité en bouche*, la *consistance visuelle* et la *consistance en bouche*. Pour les purées de fruits, le *pierreux* a été évalué en plus.

Cette partie a alors été construite selon 2 chapitres, l'un consacré aux purées de fruits reconstituées et l'autre aux suspensions modèles (Figure 84). Chacun de ces chapitres traite de l'influence des paramètres de structure sur la rhéologie d'une part et la perception sensorielle d'autre part et enfin, de l'établissement des modèles de prédiction de la perception sensorielle par des mesures instrumentales simples.

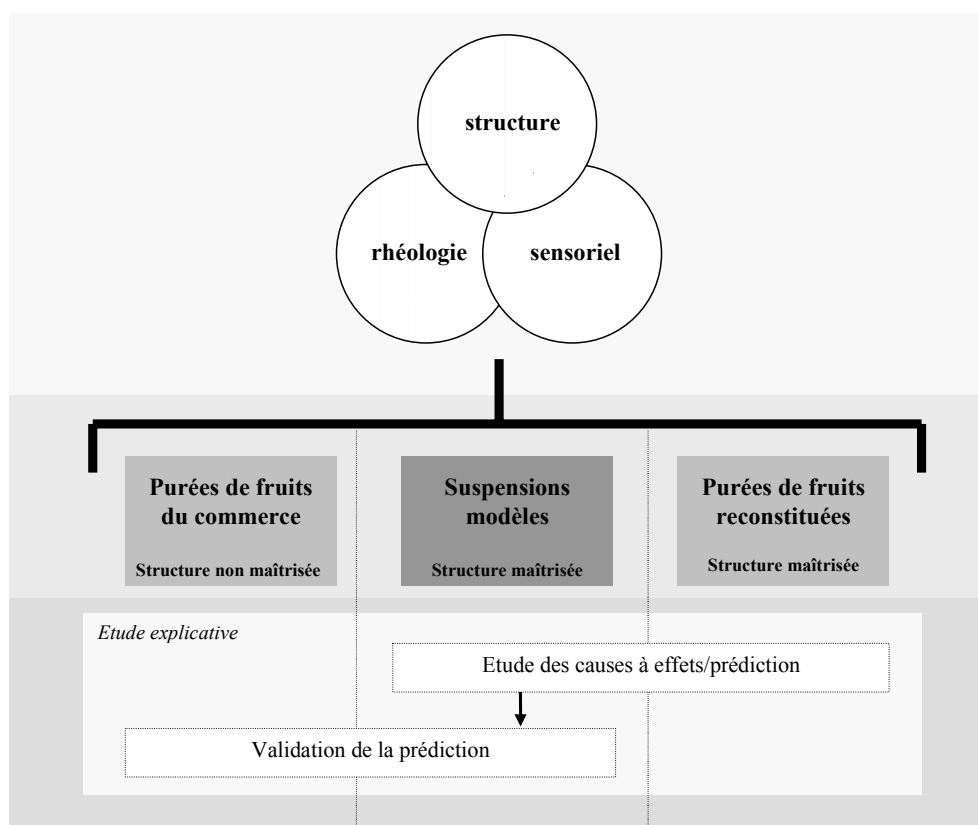


Figure 84 : Schéma de la stratégie de la partie 5

Chapitre I : Etude des purées de fruits reconstituées

Les purées de fruits ont été reconstituées à partir de pulpe de purée de pommes, lavée des pectines solubles et remise en suspension dans du jus de pommes commercial, en présence ou non de particules pierreuses de poires et de gomme guar pour épaissir la phase continue (p172). Quatre facteurs de structure ont ainsi été maîtrisés pour ce type de milieu : le pourcentage de pulpe ajusté (*pulpe'*), le pourcentage de cellules pierreuses (*%pierreux*), la proportion des plus grosses particules sur les plus fines (*proportion*) et la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$). Leur variation indépendante a permis de construire les expériences selon un plan d'expériences central composite à 5 niveaux, qui a abouti à l'étude de 26 formules (p180).

La caractérisation rhéologique et sensorielle des purées de fruits reconstituées a permis d'établir des relations de causes à effets de ces quatre facteurs de structure. Les relations entre les mesures instrumentales et la perception sensorielle ont également pu être établies, afin de prédire la perception sensorielle par des mesures instrumentales simples.

1. Influence de la structure sur la rhéologie

Cinq paramètres rhéologiques ont été étudiés : $\tan\delta_l$, n , η_{64-10s} , G'_l et σ_{sl} . Bien que l'étude rhéologique des purées de fruits du commerce ait montré une forte corrélation entre les trois paramètres G'_l , η_{64-10s} et σ_{sl} (Figure 50), ils ont quand même été étudiés tous les trois dans ce chapitre, pour leur capacité à décrire les différents états du produit : au repos (en dessous du seuil d'écoulement), en écoulement (au-delà du seuil), et à la limite entre les deux (au seuil d'écoulement).

1.1. Résultats rhéologiques

La Figure 85 présente les trois premières dimensions de l'ACP sur le tableau des valeurs des paramètres rhéologiques (Annexe 6). Les niveaux du plan d'expériences des quatre facteurs de structure ont été reportés en variables supplémentaires afin d'obtenir une première vision des effets des paramètres de structure sur la rhéologie de l'espace produits. Plus le vecteur est

long et plus le facteur est influent. De plus, un vecteur dans le même sens qu'un paramètre indique une influence positive.

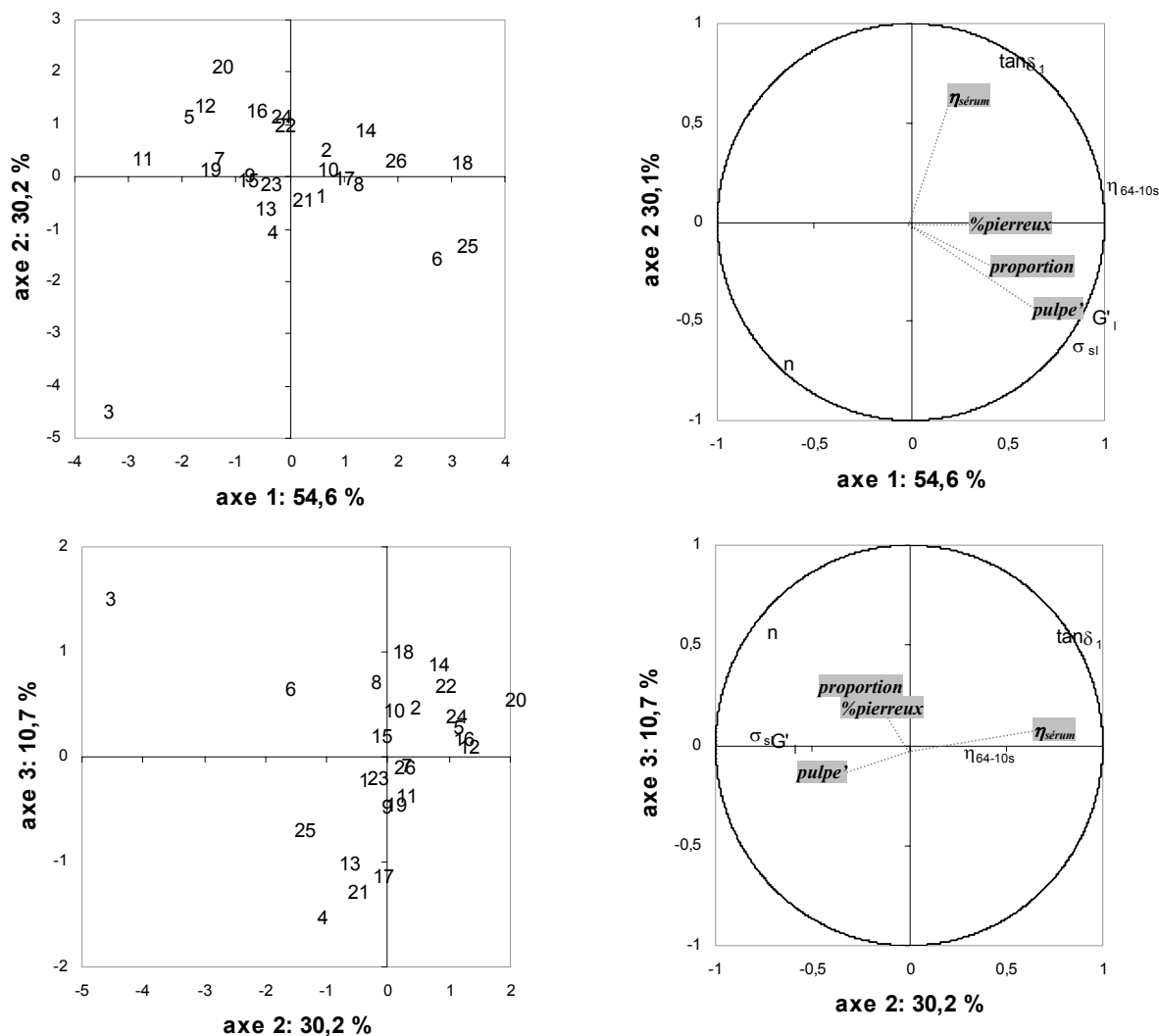


Figure 85 : Résultats de l'ACP sur les données rhéologiques de l'espace produits 26 purées reconstituées. En grisé, les niveaux des 4 facteurs de structure en variables supplémentaires

- Comme pour les purées du commerce, les deux paramètres rhéologiques σ_{sl} et G'_l sont fortement corrélés. Ce groupe de paramètres serait influencé principalement par les trois facteurs *pulpe'*, *proportion* et *%pierreux*, dont les influences seraient respectivement décroissantes.
- En revanche, contrairement aux purées de fruits du commerce, le paramètre η_{64-10s} ne possède pas de fortes corrélations avec les deux premiers paramètres rhéologiques. Une raison possible est **le fort détachement du produit 3 par rapport à l'ensemble**

des autres produits selon la deuxième composante, ce qui influencerait les corrélations entre les trois paramètres rhéologiques. Ce produit est caractérisé par une viscosité apparente η_{64-10s} plus faible (900 mPa.s) que les autres produits (entre 1520 et 2510 mPa.s) et un indice de comportement n plus élevé (0,37 et les autres $< 0,22$). La particularité de sa formulation est en fait l'absence de guar, et donc un sérum au comportement newtonien. **On peut noter que ce produit est éloigné des produits réels car le sérum des purées de fruits contient toujours des pectines solubilisées et présente une viscosité plus élevée ainsi qu'un caractère rhéofluidifiant.** La prise en compte de ce produit lors des calculs suivants pourrait influencer les résultats. Or, les expériences étant construites selon un plan d'expériences, il n'a pu être écarté. En revanche, il aurait fallu approfondir l'effet de l'absence de guar et celui du chauffage sur les propriétés rhéologiques des purées de fruits, ce qui n'a pu être réalisé par manque de temps.

- Les deux autres paramètres n et de $\tan\delta_l$ sont anti-corrélés sur l'une des bissectrices du premier plan de l'ACP, mais indépendants selon le deuxième plan. Ces paramètres seraient principalement influencés par $\eta_{sérums}$, de façon positive pour $\tan\delta_l$ et négative pour n .

1.2. Effet des facteurs structuraux

Une régression linéaire multiple entre les niveaux des facteurs structuraux et chacun des paramètres rhéologiques a permis de déterminer les équations permettant de modéliser les variations de chaque paramètre en fonction de chaque facteur de structure (X_i).

La construction des expériences selon un plan central composite a permis de prendre également en considération les effets quadratiques de chaque facteur (X_i^2) ainsi que leurs interactions ($X_i X_j$). Un effet quadratique signifie que le paramètre rhéologique évolue avec le facteur structural selon une parabole. Une interaction entre deux facteurs structuraux signifie que l'évolution du paramètre rhéologique en fonction du premier facteur n'est pas la même selon l'évolution du deuxième.

1.2.1. Qualité du modèle

L'analyse de la probabilité p associée au F de Fischer a permis d'évaluer la qualité du modèle proposé (Tableau 37). Des essais ont été réalisés sur les valeurs brutes et d'autres sur les valeurs exprimées en logarithme.

Tableau 37 : Probabilité associée au F de Fischer concernant la régression entre les valeurs expérimentales (brutes ou transformées en logarithme) et le modèle proposé à partir des niveaux du plan d'expériences des purées de fruits reconstituées

	$\tan\delta_l$	G'_l	σ_{sl}	η_{64-10s}	n
Valeurs brutes	0,087	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,461
Valeurs en log	0,047	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,572

Sauf pour l'indice de comportement n , les probabilités sont inférieures à 5%, les quatre facteurs de structure permettent donc d'expliquer la majorité de la variance des points expérimentaux. Le modèle trouve un meilleur ajustement lorsque les valeurs de $\tan\delta_l$, de G'_l et de σ_{sl} sont exprimées suivant leur logarithme. On a donc choisi, pour la suite, de travailler avec le logarithme de ces trois paramètres.

Pour le paramètre n , la probabilité est supérieure au seuil de 5%. Les 4 facteurs de structure sélectionnés ne permettent donc pas d'expliquer la majorité de la variance de l'indice de comportement des purées de fruits. Leur influence ne serait par conséquent pas de premier ordre. D'autres facteurs de structure, comme peut-être l'indice de comportement du sérum ($n_{sérum}$), auraient donc été indispensables pour diminuer la valeur de la probabilité et augmenter le pouvoir explicatif du modèle. Les conclusions concernant ce paramètre seront donc discutables.

1.2.2. Influence de chaque paramètre

Le niveau d'influence de chaque facteur sur chaque paramètre rhéologique a pu être évalué grâce à la probabilité associée au t de Student (Figure 86). Plus cette probabilité est faible et plus le facteur est influent.

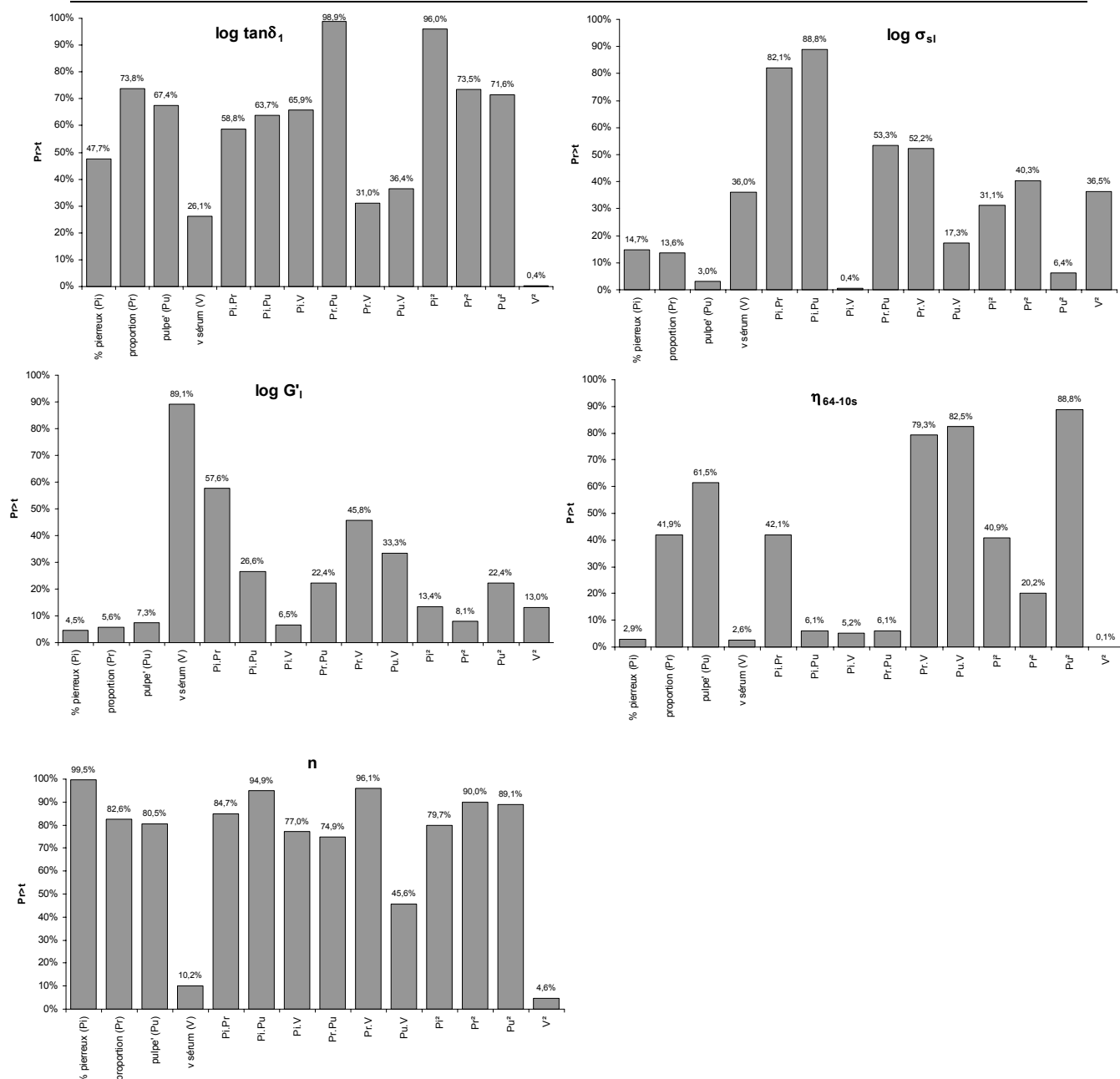


Figure 86 : Histogrammes des probabilités associées au t de Student de chaque facteur structural pour chaque paramètre rhéologique, pour les 26 purées reconstituées

La $\tan \delta_1$ et l'indice n sont deux paramètres influencés principalement par l'effet quadratique de $\eta_{\text{sérum}}$ (probabilités respectivement égales à 0,4% et 4,6%). Ces deux paramètres étaient effectivement corrélés sur le premier plan de l'ACP (Figure 85). L'indépendance de ces deux paramètres sur le deuxième plan de l'ACP pourrait s'expliquer par une influence différente des autres facteurs de structure. Par exemple, l'interaction de *proportion* et $\eta_{\text{sérum}}$ aurait une influence plus ou moins marquée sur $\tan \delta_1$ (probabilité de *Pr.V* égale à 31%) mais pas sur n (probabilité de *Pr.V* égale à 96,1%).

Les deux paramètres G'_l et σ_{sl} , semblent influencés principalement par les facteurs liés aux particules : *pulpe'*, *proportion* et *%pierreux*. L'effet quadratique de *pulpe'* serait plus important sur σ_{sl} (probabilité égale à 6,4%), alors que l'effet quadratique de *proportion* le serait sur G'_l (probabilité égale à 8,1%). Bien que la viscosité de la phase continue n'ait pas d'effet de premier ordre sur ces deux paramètres rhéologiques, elle modifierait toutefois l'effet de *%pierreux* (probabilité de l'interaction $Pi.V$ égale à 0,4% pour σ_{sl} et 6,5% pour G'_l).

La viscosité apparente η_{64-10s} serait influencée d'abord par les propriétés du sérum, puis par celles des particules. L'effet quadratique de $\eta_{sérum}$ est le plus important (probabilité égale à 0,1%). L'effet de *%pierreux* (probabilité égale à 2,9%) et celui de son interaction avec $\eta_{sérum}$ (probabilité de $Pi.V$ égale à 5,2%) seraient également importants. Ce paramètre rhéologique pourrait aussi être influencé par les interactions de *pulpe'* et *proportion* (probabilité de $Pi.Pu$ et $Pr.Pu$ égales respectivement à 6,1 et 6,1%).

1.2.3. Surfaces de réponse

Les coefficients des polynômes du second degré avec interactions, reliant chaque paramètre rhéologique avec les facteurs de structure, ont été reportés dans le Tableau 38.

Tableau 38 : Coefficients des polynômes du second degré reliant chacun des paramètres rhéologiques avec les paramètres structuraux

	$\log \tan \delta_1$	$\log G'_l$	$\log \sigma_{sl}$	η_{64-10s}	n
Constante	-0,532	0,701	-1,512	-1991	0,565
% pierreux (Pi)	4,42	18,3	12,8	$5,7 \cdot 10^{-4}$	0,035
Proportion (Pr)	0,134	1,12	0,860	-1240	0,088
Pulpe' (Pu)	-1,32	8,15	10,4	5958	-0,775
$\eta_{sérum}$ (V)	0,001	$-2,4 \cdot 10^{-4}$	-0,002	12,1	-0,002
Pi.Pr	-1,54	2,14	0,875	8695	0,543
Pi.Pu	-6,16	-20,0	-2,50	10^{-5}	-0,833
Pi.V	-0,004	-0,025	-0,044	-74,2	0,003
Pr.Pu	0,012	-1,43	-0,728	6521	-0,272
Pr.V	-0,001	0,001	-0,001	-0,599	$2,9 \cdot 10^{-5}$
Pu.V	0,003	0,004	0,005	2,3	0,002
Pi ²	-2,10	-89,9	-59,9	$-1,3 \cdot 10^{-5}$	-10,9
Pr ²	0,061	-0,454	-0,208	-898	-0,023
Pu ²	1,39	-6,45	-10,5	-2013	0,522
V ²	$-5,1 \cdot 10^{-6}$	$-3,1 \cdot 10^{-6}$	$1,8 \cdot 10^{-6}$	-0,023	$3,2 \cdot 10^{-6}$

Ces polynômes ont permis de tracer les surfaces de réponse et ainsi de construire des graphiques à 5 dimensions : les 4 facteurs de structure (variant selon les 5 niveaux du plan d'expériences) et la réponse en cinquième dimension. Le code couleur employé pour cette dernière varie de blanc, pour les valeurs les plus faibles, à noir, pour des valeurs les plus élevées.

Ces graphiques permettent d'analyser facilement l'évolution du paramètre rhéologique considéré en fonction des 4 facteurs de structure. Différents angles de vue sont proposés de la Figure 87 à la Figure 91.

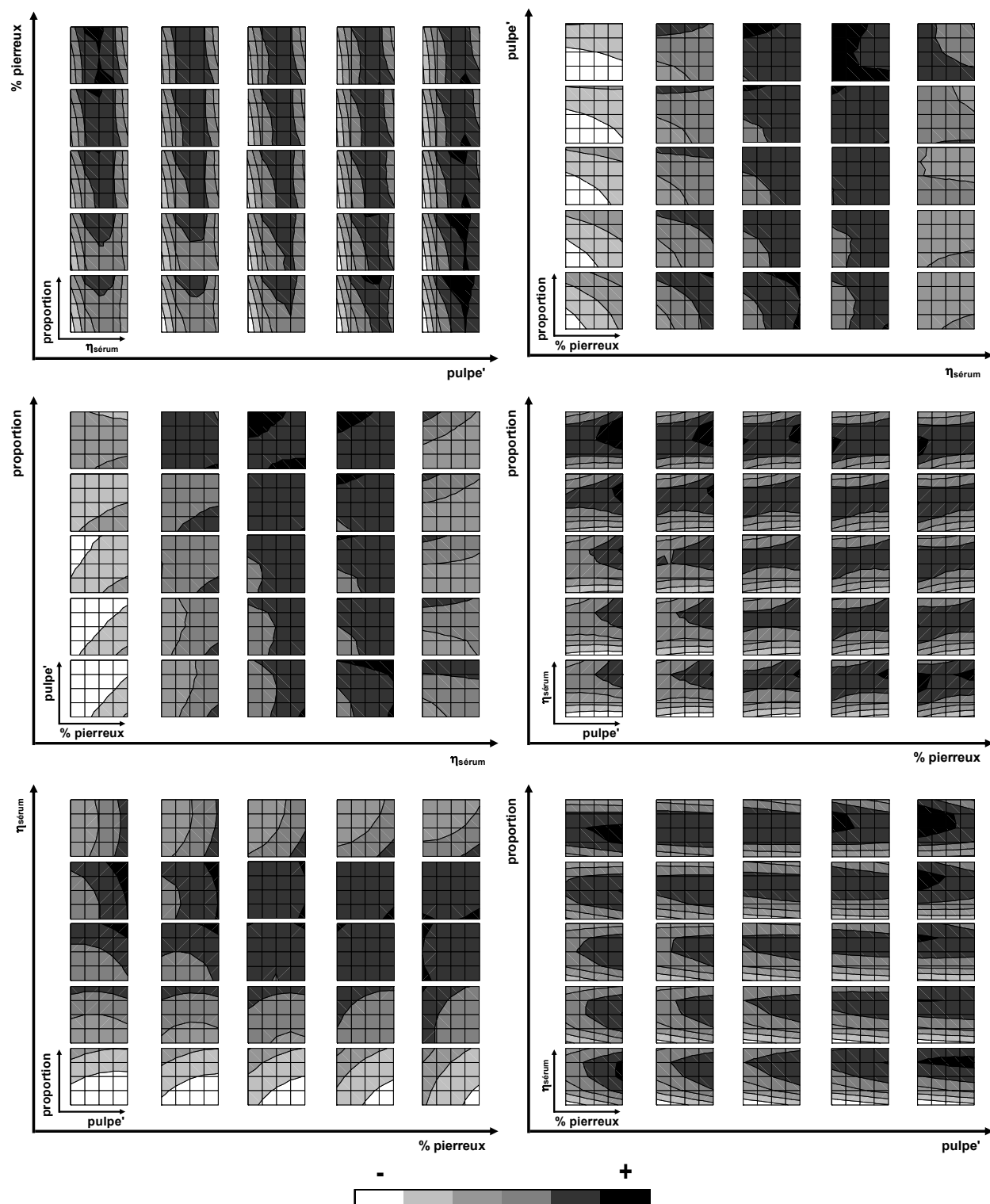


Figure 87 : Surfaces de réponse concernant $\tan \delta_1$ des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

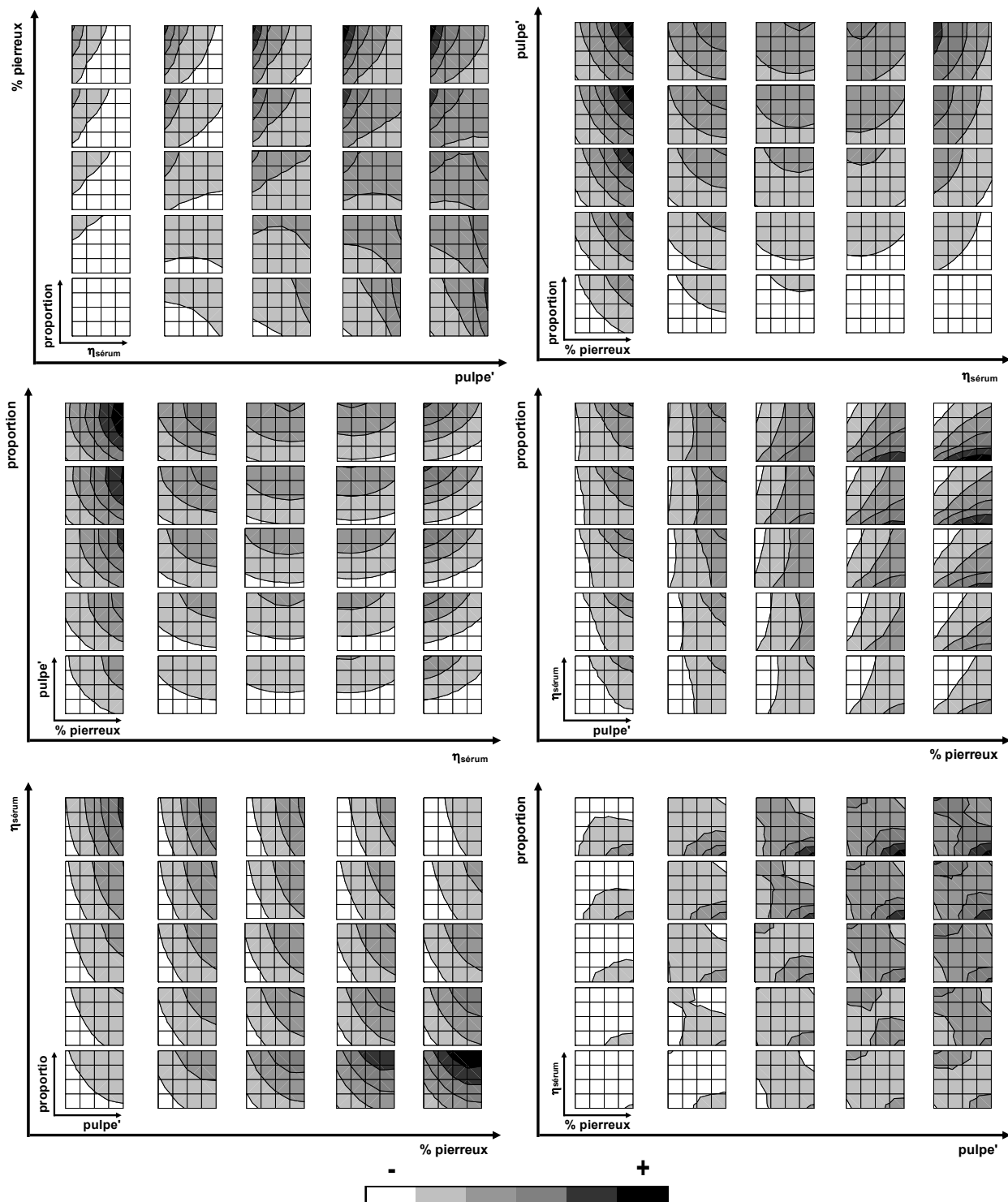


Figure 88 : Surfaces de réponse concernant σ_{sl} des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

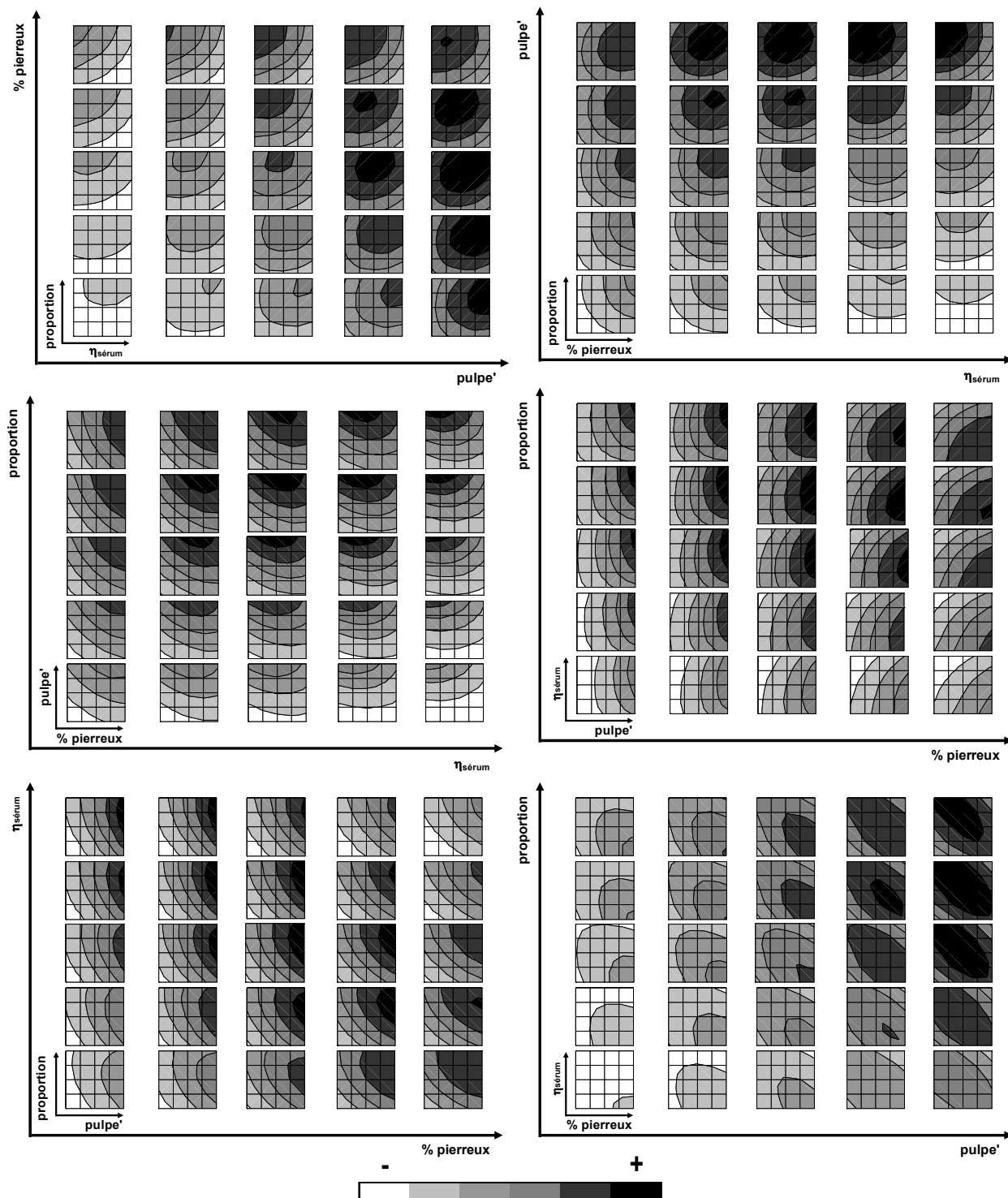


Figure 89 : Surfaces de réponse concernant G'_1 des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

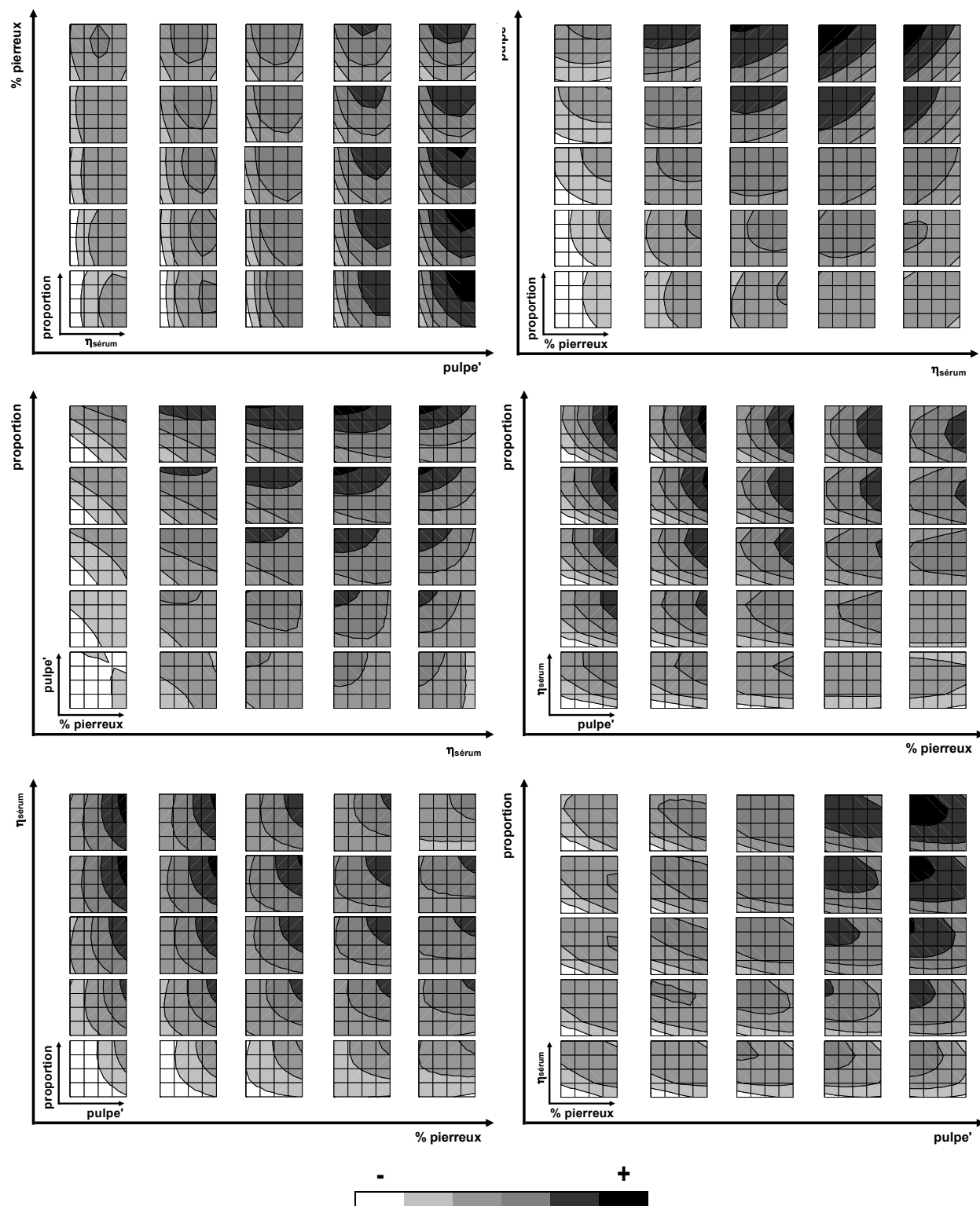


Figure 90 : Surfaces de réponse concernant η_{64-10s} des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

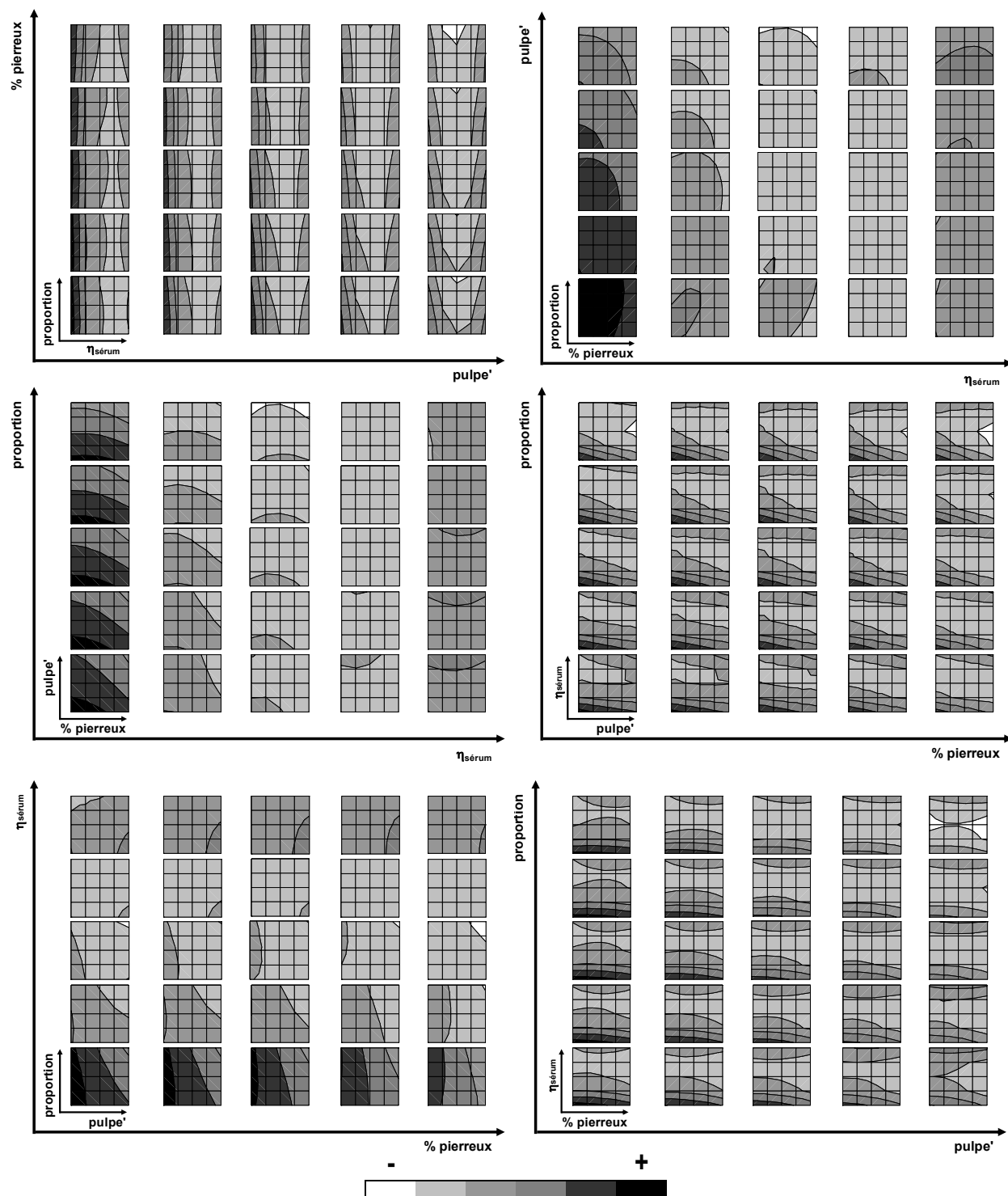


Figure 91 : Surfaces de réponse concernant n des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

La variation de $\tan\delta_l$ en fonction de $\eta_{\text{sérum}}$ est parabolique. Les valeurs augmentent jusqu'à un maximum vers 240 mPa.s puis diminuent. **Aux valeurs extrêmes de $\eta_{\text{sérum}}$ (4,5 mPa. et 330 mPa.s), l'influence des autres facteurs de structure devient visible.** Lorsque $\eta_{\text{sérum}}$ est faible, $\tan\delta_l$ augmente avec *%pierreux* et *proportion* mais diminue avec *pulpe'*. Au contraire, lorsque $\eta_{\text{sérum}}$ est élevé, elle augmente avec *pulpe'*.

Le σ_{sl} augmente principalement avec *pulpe'*, quel que soit le niveau des autres facteurs. Les variations de ce paramètre sont également influencées par les interactions des autres facteurs. Pour des valeurs faibles de $\eta_{\text{sérum}}$, il augmente avec *proportion* et *%pierreux*. En revanche, pour des valeurs élevées de $\eta_{\text{sérum}}$, il augmente toujours avec *proportion* mais diminue avec *%pierreux*. Enfin, pour des valeurs faibles de *%pierreux*, il augmente avec $\eta_{\text{sérum}}$ tandis que pour des valeurs plus élevées de *%pierreux*, il diminue avec $\eta_{\text{sérum}}$.

Le profil des surfaces de réponse de G'_l est très proche de celui de σ_{sl} . Comme σ_{sl} , G'_l augmente principalement avec *pulpe'*, quel que soit le niveau des autres facteurs. Il augmente également avec *proportion*, mais plus faiblement. Pour des valeurs faibles de $\eta_{\text{sérum}}$, G'_l augmente avec *%pierreux*, mais diminue pour des valeurs élevées de $\eta_{\text{sérum}}$. Pour des valeurs élevées de *%pierreux*, il diminue également avec $\eta_{\text{sérum}}$.

La η_{64-10s} augmente fortement avec les deux facteurs *pulpe'* et $\eta_{\text{sérum}}$, quel que soit le niveau des autres facteurs. A de faibles valeurs de $\eta_{\text{sérum}}$, elle augmente aussi avec *%pierreux*, mais diminue pour des valeurs élevées de $\eta_{\text{sérum}}$. Enfin, pour des valeurs élevées de *pulpe'*, elle augmente avec *proportion*.

L'analyse du niveau d'influence laissait supposer une grande similitude entre n et $\tan\delta_l$, apparemment fortement influencés tous deux par $\eta_{\text{sérum}}$ (Figure 86). Toutefois, **l'analyse des surfaces de réponse montre que les valeurs de n varient peu, même avec $\eta_{\text{sérum}}$.** La valeur de n peut cependant prendre des valeurs plus élevées pour le niveau bas de $\eta_{\text{sérum}}$ (4,5 mPa.s), qui correspond à l'absence de guar. A ce niveau de $\eta_{\text{sérum}}$, ce paramètre diminuerait alors fortement avec l'augmentation de *pulpe'*. **Lorsque la viscosité du sérum est newtonienne et que le pourcentage de pulpe est faible, le milieu a logiquement un caractère rhéofluidifiant moins marqué.**

1.3. Conclusion

Cette étude a permis de mettre en évidence **les facteurs de structure dont l'influence est de premier ordre sur les variations des différents paramètres rhéologiques étudiés : $\tan\delta_l$ est influencé principalement par $\eta_{\text{sérum}}$, σ_{sl} et G'_l par *pulpe'*, et enfin η_{64-10s} par à la fois *pulpe'* et $\eta_{\text{sérum}}$** . Chacun de ces paramètres rhéologiques augmente avec l'augmentation des facteurs structuraux cités. Seul $\tan\delta_l$ peut diminuer après avoir atteint un maximum.

En d'autres termes :

- L'état de cohésion des purées de fruits est influencé principalement par la quantité de particules, qui forment un système plus ou moins compact et dense au repos.
- Les propriétés viscoélastiques des purées de fruits sont influencées par la viscosité de la phase continue. Pour des viscosités de sérum faibles, l'effet lubrifiant du guar par interposition d'un film entre les surfaces en contact, prédominerait et le comportement élastique deviendrait moins marqué. Mais, lorsque la viscosité du sérum est élevée, l'effet épaississant deviendrait prépondérant et le comportement élastique serait plus marqué.
- Le comportement en écoulement des purées de fruits est influencé principalement par la concentration en particules, c'est-à-dire le niveau d'encombrement du milieu. Il est également influencé par le niveau de viscosité de la phase continue. Ces derniers résultats montrent que, contrairement à ce qui a été mentionné dans la littérature (p49 et p50), l'effet de la viscosité du sérum sur la viscosité des purées de fruits n'est pas à négliger.

Le cinquième paramètre rhéologique étudié est l'indice de comportement n . Ce paramètre semble varier principalement avec la viscosité du sérum mais le modèle étudié s'ajuste toutefois mal. Le facteur de premier ordre influençant ce paramètre pourrait être l'indice de comportement du sérum, qui n'a pas été étudié dans cette partie.

La taille des particules (*proportion*) et la quantité de cellules pierreuses (*%pierreux*) ne semblent pas avoir d'effet de premier ordre sur le comportement rhéologique des purées de fruits. En revanche, l'analyse des surfaces de réponse a permis de mettre en évidence leur effet secondaire. Elle a également permis de mettre en évidence leur implication dans

certaines interactions entre facteurs. Par exemple l'interaction entre $\%_{\text{pierreux}}$ et $\eta_{\text{sérum}}$, ou bien *proportion* et *pulpe* peuvent influencer les variations des différents paramètres rhéologiques.

Ainsi :

- la taille des particules a pour effet d'augmenter la viscosité des purées de fruits, mais seulement si la concentration en particules est suffisamment importante.
- La présence de particules pierreuses dures en présence d'une phase continue peu visqueuse, augmente la cohésion et la viscosité du milieu mais diminue sa composante élastique. Mais lorsque la phase continue est fortement visqueuse, la présence des particules pierreuses lubrifiées par la présence d'épaississant, aurait un effet inverse, avec une diminution de la cohésion et de la viscosité ainsi qu'une augmentation des propriétés élastiques.

On peut noter que les phénomènes d'interaction pourraient être une explication aux résultats contradictoires des différents auteurs concernant l'influence de la taille des particules sur les propriétés rhéologiques des purées de fruits (p51).

2. Influence de la structure sur la perception sensorielle

Six descripteurs sensoriels ont été évalués par le panel de sujets entraînés : *humidité*, *granulosité visuelle*, *granulosité en bouche*, *consistance visuelle*, *consistance en bouche* et *pierreux*. L'étude sensorielle des purées de fruits du commerce avait montré une forte corrélation entre la *granulosité visuelle* et la *granulosité en bouche* d'une part, et la *consistance visuelle* et la *consistance en bouche* d'autre part (Figure 54).

2.1. Résultats du profil sensoriel

La Figure 92 présente les trois premières dimensions de l'ACP sur le tableau des notes moyennes par descripteur. Comme pour les paramètres rhéologiques, les niveaux des facteurs de structure ont été ajoutés en variables supplémentaires, afin d'avoir une première approche des effets des paramètres de structure sur la perception sensorielle globale de la texture.

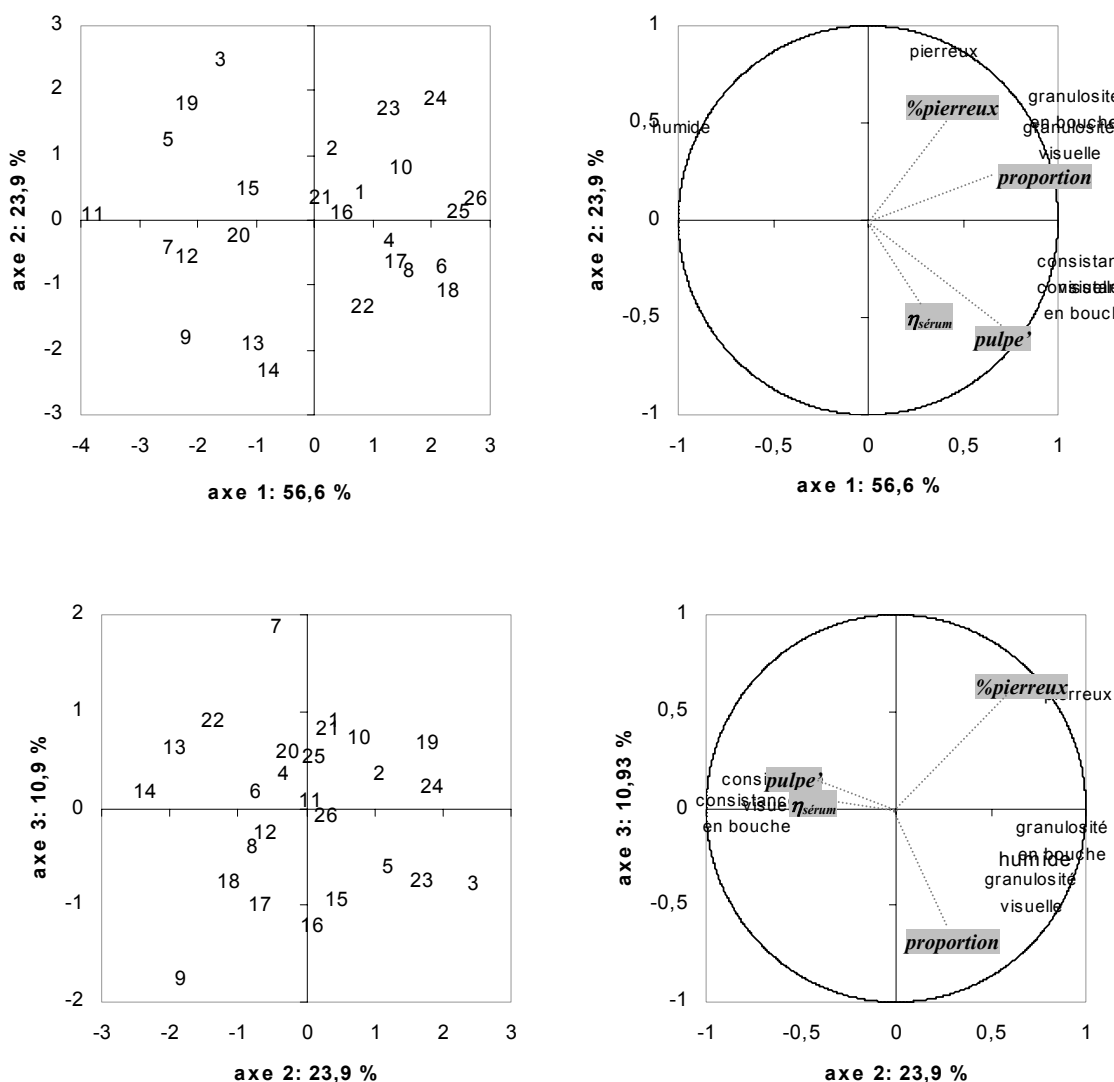


Figure 92 : Résultats de l'ACP sur les données sensorielles de l'espace produits des 26 purées reconstituées. En grisé, les niveaux des 4 facteurs de structure en variables supplémentaires

Les deux notions, visuelle et en bouche de *granulosité* d'une part, et de *consistance* d'autre part sont fortement corrélées. Ces résultats de profil conventionnel ont montré qu'effectivement, ces informations sensorielles, pourtant issues de modes opératoires différents, connus et bien définis, convergeaient. **Un seul des deux modes opératoires pourrait suffire pour évaluer la distance entre les produits.**

Les deux axes de *granulosité* et de *consistance* sont portés par les bissectrices entre les deux premières composantes. La *granulosité* serait principalement influencée par la facteur *proportion* puis de *%pierreux*, tandis que la *consistance* le serait par les deux facteurs *pulpes* et *ηsérum*. Le descripteur *pierreux*, porté par la bissectrice entre la deuxième et la

troisième composante, serait influencé par le %*pierreux*. Enfin, le descripteur *humide* serait anti-corrélé aux descripteurs de *consistance* sur le premier plan.

Les produits sont globalement bien répartis sur la carte sensorielle, le plan d'expériences a donc généré des formules couvrant l'ensemble des sensations de texture. Le produit 3, dont le sérum n'a pas été épaissi avec du guar, se trouve à l'extrémité du nuage de points mais ne se détache pas des autres produits comme sur la carte rhéologique (Figure 85). **Les différents comportements rhéologiques ne sont donc pas perçus de la même façon au plan sensoriel.**

2.2. Effet des facteurs de structure

Une régression linéaire multiple entre les niveaux des facteurs et les notes moyennes du panel pour chacun des descripteurs a permis de déterminer les équations pour modéliser les variations de chaque descripteur en fonction de chaque facteur de structure (X_i), tout en tenant compte des effets quadratiques (X_i^2) de chaque facteur et des différentes interactions ($X_i X_j$).

2.2.1. Qualité du modèle

L'analyse de la probabilité associée au F de Fischer a permis d'évaluer la qualité du modèle proposé (Tableau 39). Comme pour les données rhéologiques, des essais ont été réalisés sur les valeurs brutes et d'autres sur les valeurs exprimées en logarithme.

Tableau 39 : Probabilité associée au F de Fischer concernant la régression entre les valeurs expérimentales (brutes ou transformées en logarithme) et le modèle proposé à partir des niveaux du plan d'expériences des purées de fruits reconstituées

	<i>humidité</i>	<i>granulosité visuelle</i>	<i>granulosité en bouche</i>	<i>consistance visuelle</i>	<i>consistance en bouche</i>	<i>pierreux</i>
Valeurs brutes	<0,0001	0,006	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,001
Valeurs en log	0,002	0,002	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,010

Les probabilités sont inférieures à 5% pour l'ensemble des descripteurs, les quatre facteurs de structure permettent donc d'expliquer la majorité de la variance. L'analyse complémentaire des coefficients de détermination R^2 a permis de montrer que le modèle trouvait un meilleur ajustement lorsque les notes attribuées au descripteur de *granulosité en*

bouche étaient exprimées en logarithme. On a donc choisi de travailler avec le logarithme de ce descripteur, de la même façon que pour la *granulosité visuelle*.

2.2.2. Influence de chaque paramètre

Le niveau d'influence de chaque facteur sur le descripteur considéré a pu être évalué grâce à la probabilité associée au t de Student (Figure 93). Plus cette probabilité est faible et plus le facteur est considéré comme influent.

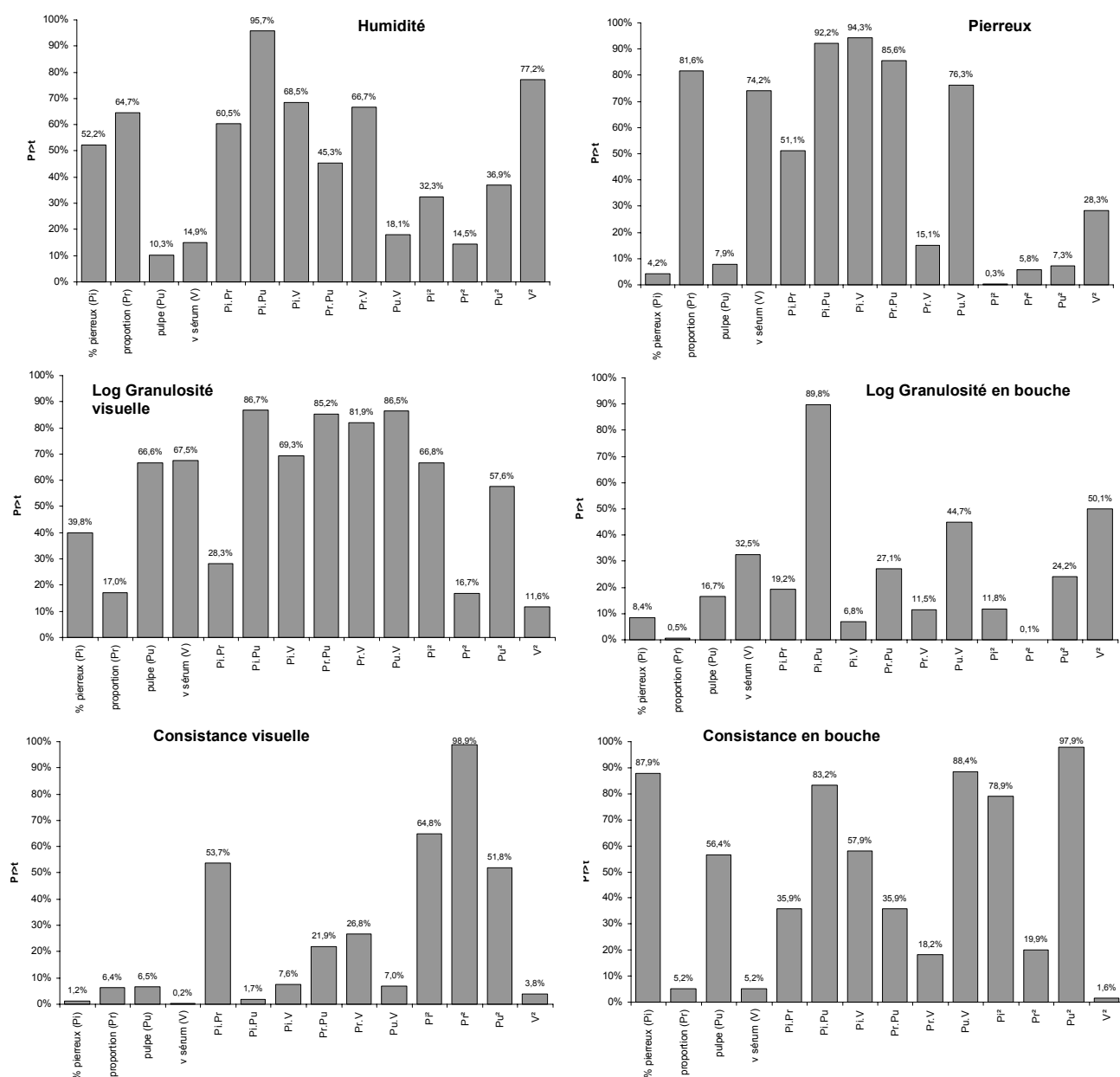


Figure 93 : Histogrammes des probabilités associées au t de Student de chaque facteur structural pour chaque descripteur sensoriel, pour les purées reconstituées

Le descripteur *humidité* serait influencé principalement par les paramètres *pulpe*, $\eta_{\text{sérum}}$ et l'effet quadratique de *proportion*. Les probabilités restent toutefois supérieures à 10%.

Le *pierreux* est fortement influencé par la quantité de cellules pierreuses. Ce descripteur évoluerait de façon parabolique avec le facteur $\% \text{pierreux}$ (probabilité de Pr^2 égale à 0,3%).

Malgré une forte corrélation entre la *granulosité visuelle* et *en bouche* sur le cercle des corrélations de l'ACP (Figure 92), l'analyse des effets individuels témoigne d'influences différentes selon les facteurs de structure. Ainsi, à l'inverse de la *granulosité en bouche*, la *granulosité visuelle* ne présente pas d'effet dont la probabilité est inférieure à 5%. **La *granulosité en bouche* semble être une perception plus complexe que la *granulosité visuelle*, avec l'influence forte de la plupart des facteurs de structure étudiés. Toutefois, ces deux descripteurs seraient influencés principalement par le facteur *proportion*** (probabilité de Pr^2 égale à 16,7% pour la *granulosité visuelle* et à 0,1% pour la *granulosité en bouche*).

Comme pour la *granulosité*, les descripteurs de *consistance visuelle* et *en bouche*, bien que corrélés sur le cercle des corrélations de l'ACP (Figure 92), ne présenteraient pas le même profil des effets. **La *consistance visuelle* semble une perception plus complexe que la *consistance en bouche*, avec l'influence forte de la plupart des facteurs de structure étudiés. Toutefois, pour ces deux descripteurs, l'effet de $\eta_{\text{sérum}}$ est prédominant** (probabilité de V^2 égale à 3,8% pour la *consistance visuelle* et à 1,6% pour les *granulosité en bouche*).

2.2.3. Surfaces de réponse

Les coefficients des polynômes du second degré avec interactions, reliant chaque descripteur avec les facteurs de structure, ont été reportés dans le Tableau 40.

Tableau 40 : Coefficients des polynômes du second degré reliant chacun des descripteurs sensoriels avec les paramètres structuraux

	humidité	pierreux	log granulosité visuelle	log granulosité en bouche	consistance visuelle	consistance en bouche
Constante	31,5	-39,1	0,843	-2,71	-19,1	-11,3
% pierreux (Pi)	-63,6	465	5,89	23,5	214	-18,8
Proportion (Pr)	-2,96	3,15	0,642	2,83	9,57	17,2
Pulpe' (Pu)	-87,1	199	-1,52	9,33	74,1	36,6
$\eta_{\text{sérum}}$ (V)	-0,031	0,014	-0,001	0,003	0,060	0,055
Pi.Pr	23,5	63,1	-3,48	-7,90	20,8	53,1
Pi.Pu	11,1	-43,1	-2,42	3,44	-423	-55,6
Pi.V	-0,060	-0,022	-0,004	-0,038	-0,209	0,104
Pr.Pu	10,3	5,16	0,176	-1,98	-12,8	-15,9
Pr.V	0,004	0,031	$-1,5 \cdot 10^{-4}$	0,002	-0,008	-0,017
Pu.V	0,062	-0,028	-0,001	-0,004	-0,065	-0,008
Pi ²	684	-5271	-20,3	-144	229	227
Pr ²	-4,42	-12,5	-0,290	-1,56	0,030	-4,82
Pu ²	55,7	-247	2,39	-9,46	-29,4	-2,03
V ²	$6,8 \cdot 10^{-6}$	$-5,4 \cdot 10^{-5}$	$2,7 \cdot 10^{-6}$	$-2,2 \cdot 10^{-6}$	$-4,0 \cdot 10^{-5}$	$-8,2 \cdot 10^{-5}$

Les surfaces de réponse ont alors été tracées selon des graphiques à 5 dimensions : les 4 facteurs de structure (variant selon les 5 niveaux du plan d'expériences) et la réponse en cinquième dimension (variant de blanc, pour les valeurs les plus faibles, à noir, pour des valeurs les plus élevées). Différents angles de vue sont proposés de la Figure 94 à la Figure 99.

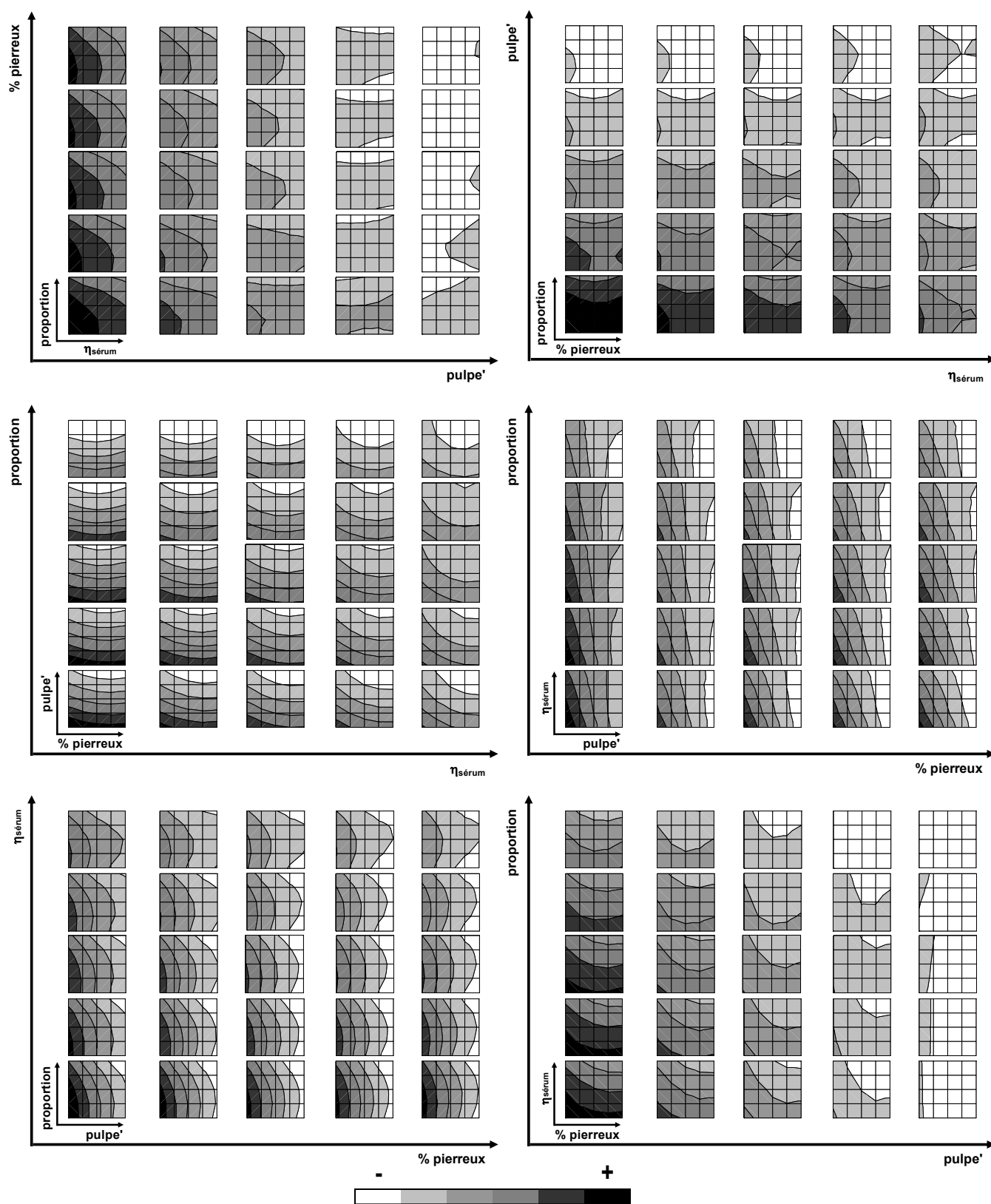


Figure 94 : Surfaces de réponse concernant l'humidité des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

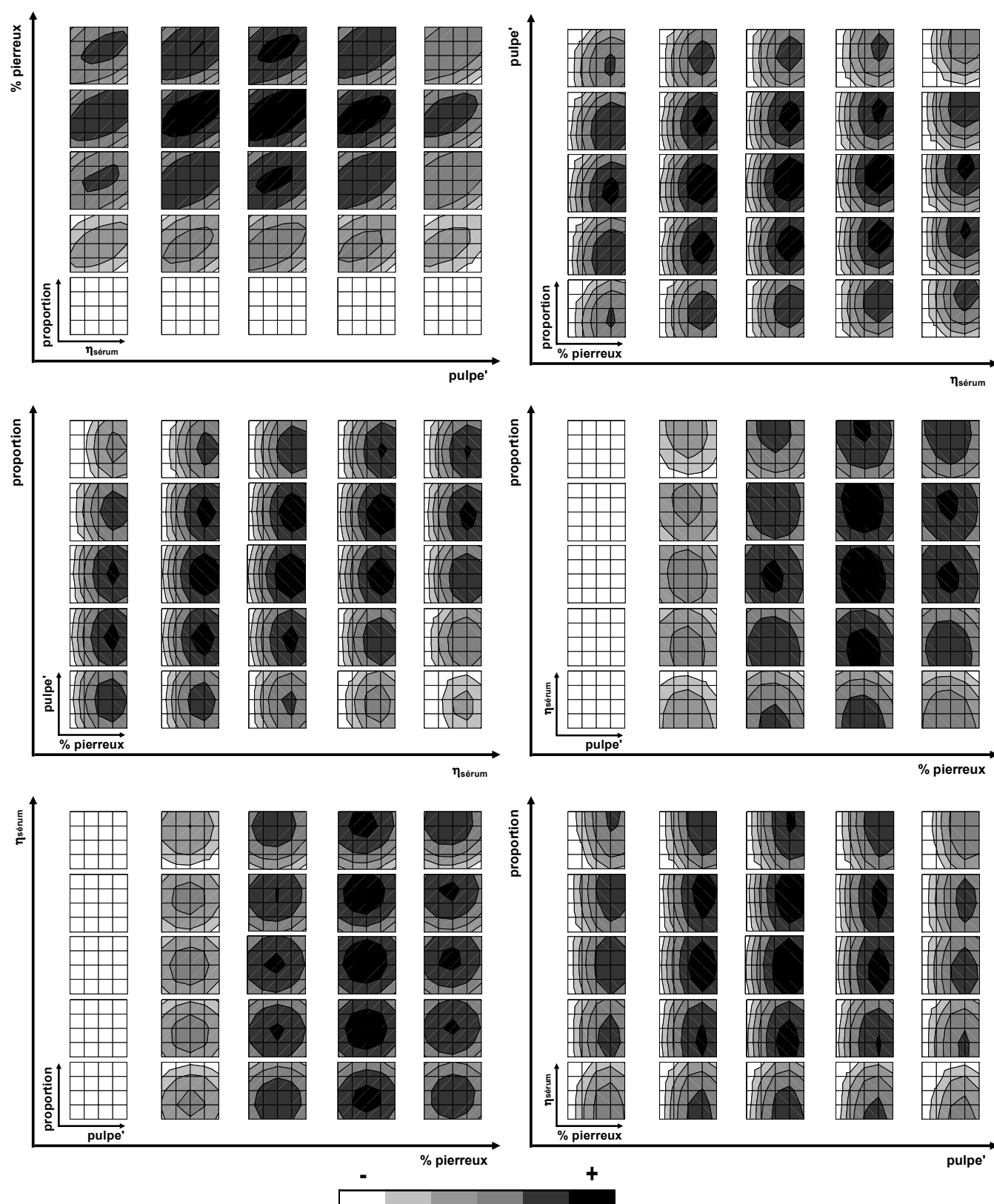


Figure 95 : Surfaces de réponse concernant le **pierreux** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

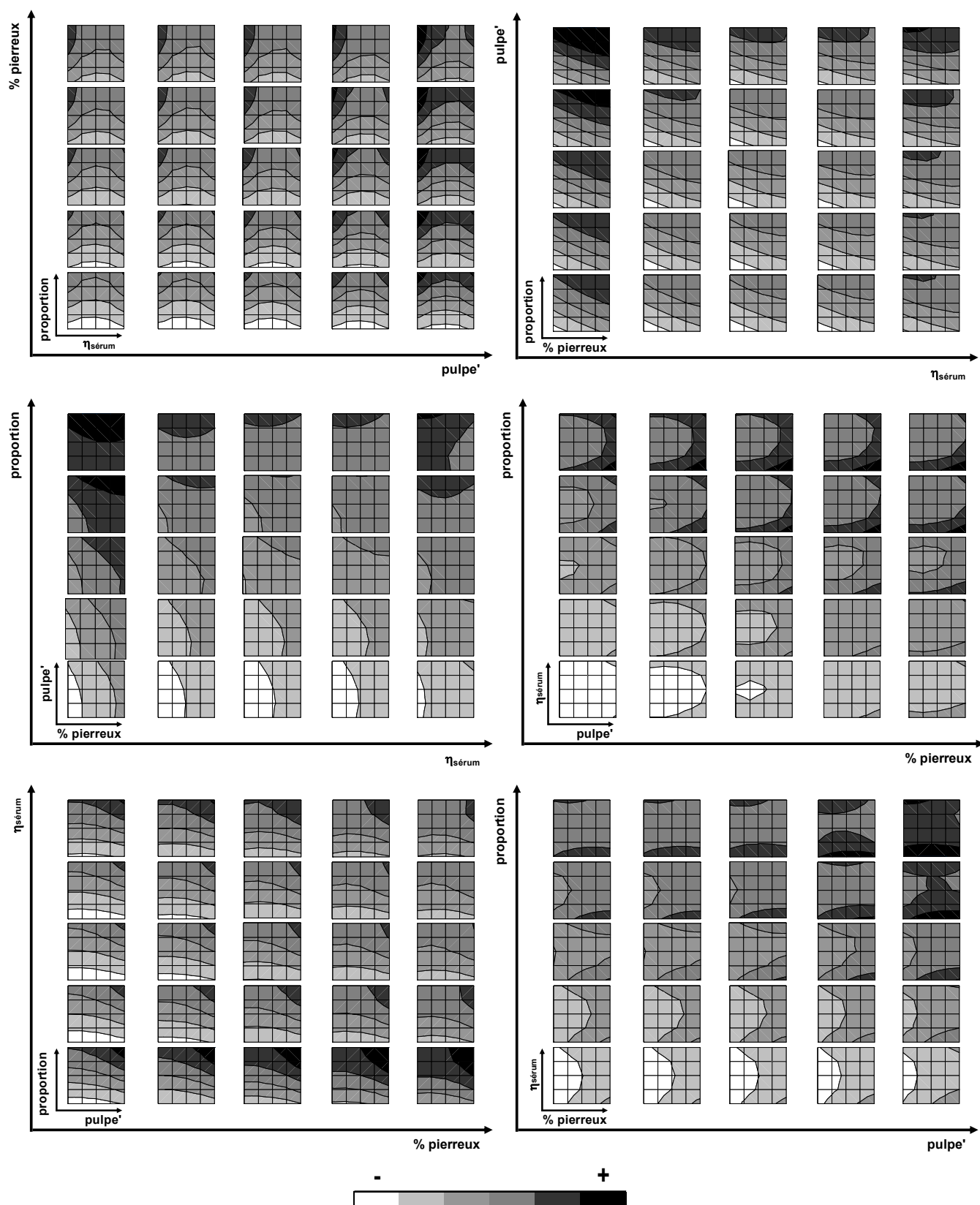


Figure 96 : Surfaces de réponse concernant **granulosité visuelle** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

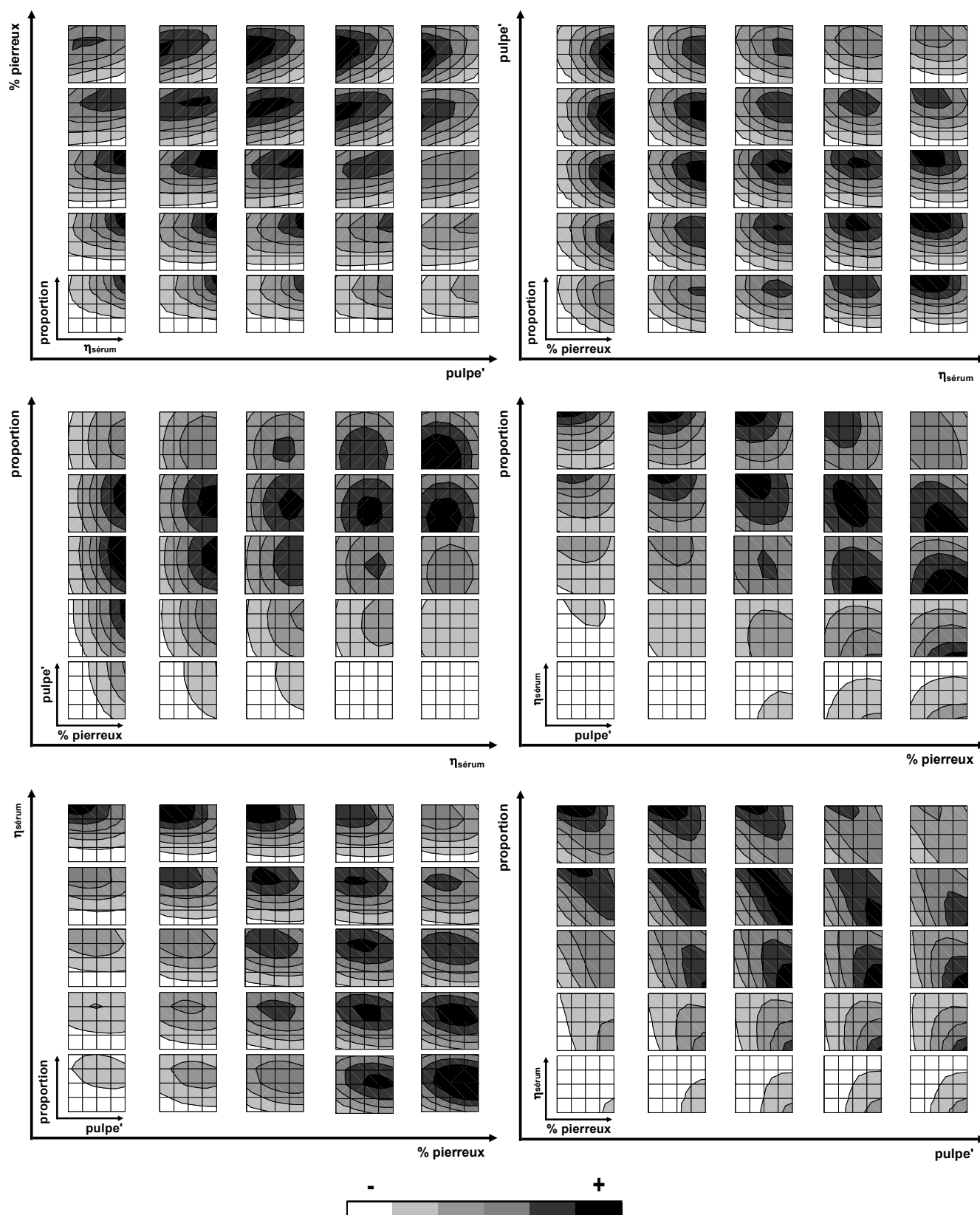


Figure 97 : Surfaces de réponse concernant la **granulosité en bouche** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

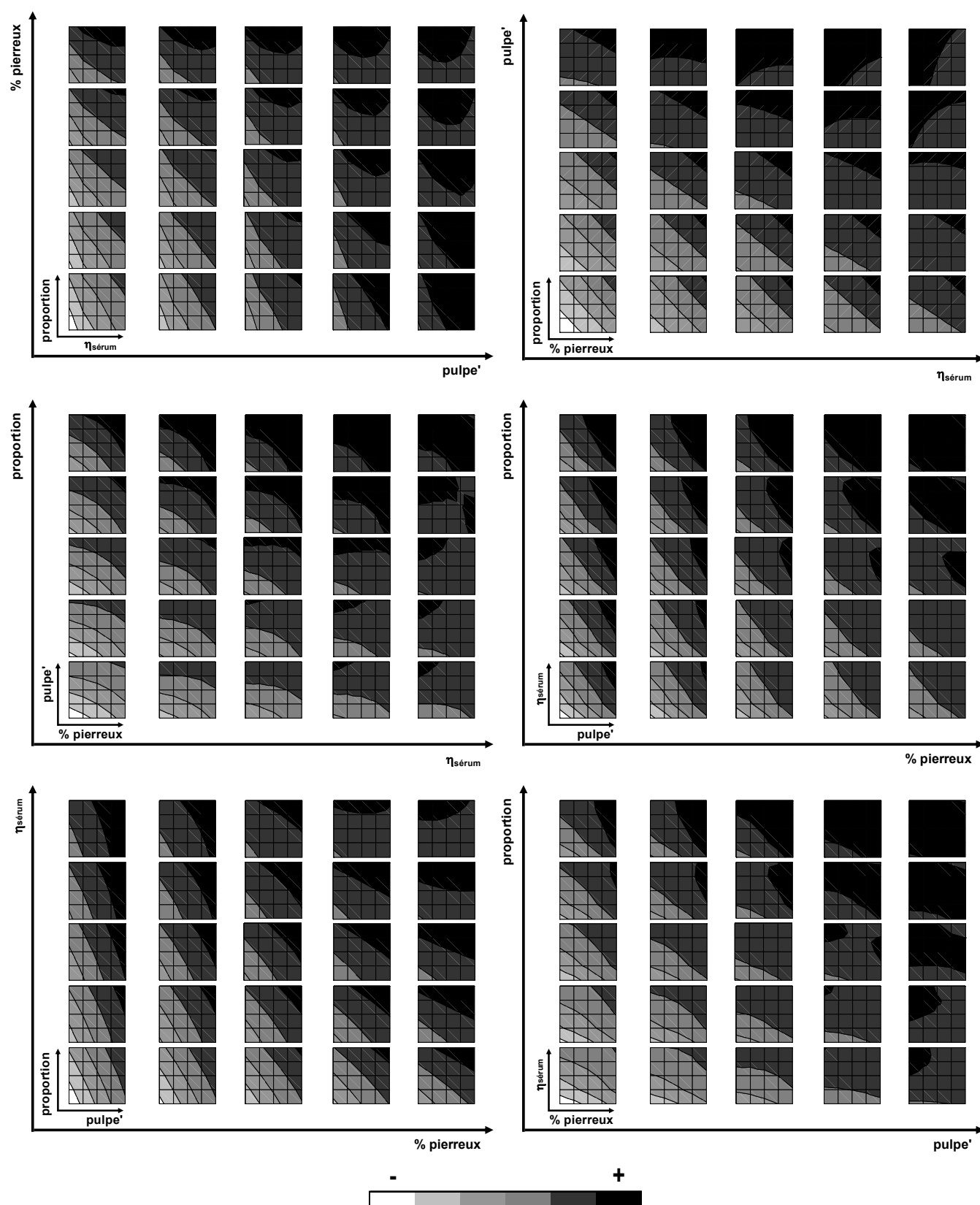


Figure 98 : Surfaces de réponse concernant la **consistance visuelle** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

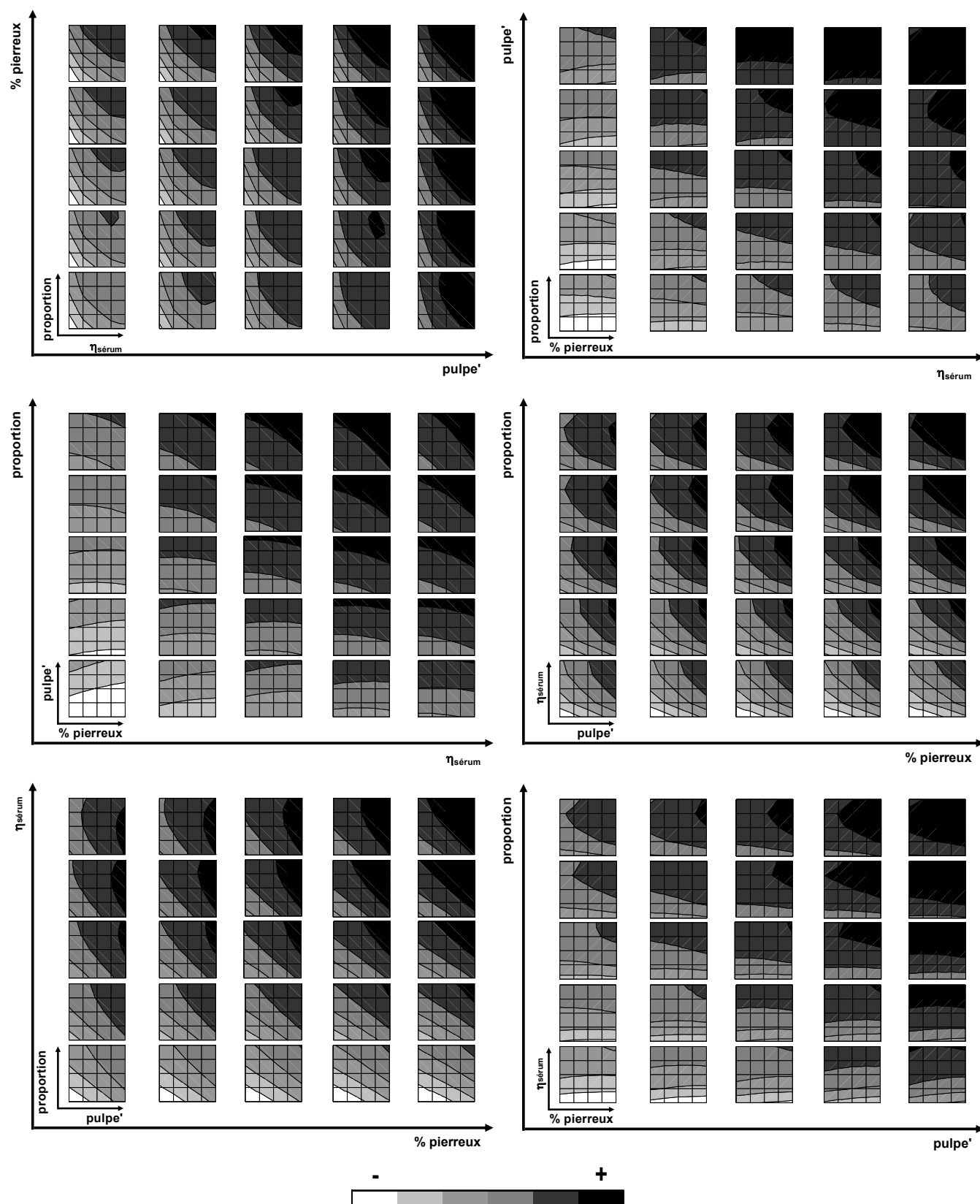


Figure 99 : Surfaces de réponse concernant la **consistance en bouche** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

Le caractère *humide* des purées diminue principalement avec l'augmentation de *pulpe'* et de $\eta_{\text{sérum}}$, quel que soit le niveau des autres facteurs. Lorsque $\eta_{\text{sérum}}$ est faible, il diminuerait également avec l'augmentation de *proportion*. Lorsque $\eta_{\text{sérum}}$ est élevée, il diminuerait plutôt avec *%pierreux*.

Le descripteur *pierreux* augmenterait avec les quatre facteurs de structure étudiés jusqu'à un maximum, puis au-delà, diminuerait, également avec les quatre facteurs. *%pierreux* serait le facteur le plus influent.

La *granulosité visuelle* augmenterait surtout avec *proportion* et *%pierreux*, et ce surtout lorsque $\eta_{\text{sérum}}$ est faible. On peut noter également que l'augmentation de $\eta_{\text{sérum}}$ aurait d'abord un effet négatif (jusqu'à 160 mPa.s) puis un effet positif sur ce descripteur.

De nombreuses interactions entre facteurs influencent la *granulosité en bouche*. Quand *%pierreux* est faible, elle augmente avec *proportion* et $\eta_{\text{sérum}}$. Quand *%pierreux* est élevé et *pulpe'* faible, elle augmente avec *proportion* et diminue avec $\eta_{\text{sérum}}$. Quand *pulpe'* et *%pierreux* sont élevés, elle diminue avec $\eta_{\text{sérum}}$ mais évolue de façon parabolique avec *proportion* avec le passage par un maximum. Quand $\eta_{\text{sérum}}$ est faible, elle augmente avec *%pierreux*. Quand $\eta_{\text{sérum}}$ et *proportion* sont élevés, elle évolue de façon parabolique avec *%pierreux* et *pulpe'* avec le passage par un maximum.

Les *consistances, visuelle et en bouche*, possèdent des profils similaires et augmentent avec l'augmentation de chacun des quatre facteurs de structure. $\eta_{\text{sérum}}$ serait le facteur le plus influent. À de faibles niveaux de $\eta_{\text{sérum}}$, l'effet des trois autres facteurs de structure deviendrait plus visible. Lorsque *%pierreux* est faible, la *consistance* augmenterait plutôt avec *pulpe'*. En revanche, lorsque *%pierreux* est élevé, elle augmenterait surtout avec *proportion*.

2.3. Conclusion

Comme les paramètres rhéologiques, les descripteurs sensoriels sont influencés par certains facteurs de premier ordre. Ainsi l'*humidité* est influencée par *pulpe'* et $\eta_{\text{sérum}}$ (elle diminue avec l'augmentation des paramètres), le *pierreux* par *%pierreux* (il augmente puis diminue après être passé par un maximum), la *granulosité visuelle et en bouche* par *proportion*, et la *consistance visuelle et en bouche* par $\eta_{\text{sérum}}$ (ces derniers descripteurs augmentent avec l'augmentation des deux paramètres de structure).

La perception du *pieux* dépend principalement de la quantité de cellules pieuses. Toutefois, quand la concentration en pulpe devient importante, ou bien que la taille des particules de pulpe est importante ou encore que le sérum est épaissi fortement avec du guar, cette perception diminuerait. **La perception des cellules pieuses résulterait ainsi du contraste entre les particules et la matrice dans laquelle elles sont en suspension.**

Même si les perceptions en bouche et au visuel sont fortement corrélées, **la *granulosité en bouche* et la *consistance visuelle* semblent toutefois plus complexes que respectivement la *granulosité visuelle* et la *consistance en bouche* :**

- La *granulosité visuelle* est une perception simple, basée sur l'évaluation de la taille des particules, mais aussi sur la présence des cellules pieuses (visibles à l'oeil car plus jaunâtres que les cellules de parenchyme constitutives de la pulpe) et ce, plus nettement quand les particules de pulpe sont petites. On peut remarquer que le sérum épaissi peut atténuer les effets de ces deux facteurs, à cause certainement d'un effet lubrifiant important.
- La *granulosité en bouche* est une perception plus globale et plus complexe. En absence de cellules pieuses, elle est influencée principalement par la taille des particules, et ce, d'autant plus que le sérum est visqueux. La présence de guar pourrait limiter la déformabilité des particules (phénomène observé lors de la centrifugation des purées), compressées entre la langue et le palais, ce qui rendrait les particules plus perceptibles. Lorsque le sérum est peu visqueux, la perception de la *granulosité en bouche* augmenterait en présence de cellules pieuses. Elle diminuerait en revanche lorsque le sérum est fortement visqueux. La présence de guar pour épaissir le sérum aurait un effet lubrifiant sur les particules pieuses (déjà observé en p226), ce qui aurait pour conséquence de diminuer la perception de la *granulosité en bouche* en fonction de la concentration en cellules pieuses.
- Les descripteurs de consistance évoluent chacun avec les quatre paramètres de structure étudiés. En bouche, la viscosité du sérum aurait cependant un effet prédominant comparé aux autres.

Bien qu'influencés différemment par les paramètres de structure, ces descripteurs, évalués visuellement ou en bouche, aboutissent à un positionnement relatif des produits proches (descripteurs corrélés sur l'ACP). **L'effet des facteurs de premier ordre, communs aux**

sensations visuelle et en bouche (*proportion* pour la *granulosité* et $\eta_{\text{sérum}}$ pour la *consistance*) serait ainsi prépondérant sur les résultats sensoriels.

3. Prédiction de la perception sensorielle

Deux méthodes statistiques ont été testées afin d'établir un modèle de prédiction de la perception sensorielle. La première est la régression linéaire multiple progressive. Appliquée à l'ensemble des paramètres instrumentaux mesurés, elle permet de ne conserver que les paramètres apportant réellement de l'information au modèle. La deuxième est la régression PLS. Cette technique utilise l'ensemble des paramètres instrumentaux sélectionnés mais son avantage majeur est la prise en compte de la configuration initiale du nuage de points.

3.1. Modèle par régression linéaire multiple progressive

La régression linéaire progressive a été appliquée aux 9 données instrumentales étudiées pour les purées de fruits reconstituées (Tableau 41). Ces données sont à la fois structurales : *proportion*, *pulpe*, *%pierreux* et $\eta_{\text{sérum}}$, et rhéologiques : $\tan\delta_l$, σ_{sl} , G'_l , η_{64-10s} et n . Concernant le pourcentage de pulpe, le paramètre considéré est la mesure expérimentale (*pulpe*) et non le facteur ajusté (*pulpe'*) car seul ce paramètre est mesuré pour les purées du commerce.

Tableau 41 : Résultats de la régression linéaire multiple progressive pour chacun des descripteurs sensoriels, calculés à partir des 9 paramètres de structure et rhéologiques pour les 26 purées reconstituées

	Modèles	R ²
Humidité	$8,3 - 1,7 \cdot 10^{-3} \cdot G'_l - 6,1 \cdot 10^{-3} \cdot \eta_{\text{sérum}}$	0,637
Granulosité visuelle	$4,4 + 4,5 \cdot \text{proportion} + 4,9 \cdot 10^{-2} \cdot \sigma_{sl}$	0,712
Granulosité en bouche	$1,6 + 5,2 \cdot \text{proportion}$	0,564
Consistance visuelle	$5,1 + 3,7 \cdot 10^{-3} \cdot \eta_{64-10s}$	0,764
Consistance en bouche	$1,4 + 5,2 \cdot 10^{-3} \cdot \eta_{64-10s}$	0,808
Pierreux	$4,2 + 157,3 \cdot \% \text{ pierreux}$	0,726

Une seule variable explicative peut suffire pour prédire la plupart des descripteurs : *%pierreux* pour le *pierreux*, η_{64-10s} pour la *consistance visuelle* et *en bouche* ainsi que

proportion pour la granulosité en bouche. La *granulosité visuelle* ferait en plus intervenir σ_{sl} . L'*humidité* enfin peut être prédite par la combinaison de G'_l et $\eta_{sérum}$.

3.2. Modèle par la régression PLS

Plusieurs modèles de PLS ont été testés afin de trouver lequel s'ajusterait au mieux pour prédire la perception sensorielle (Tableau 42). Le premier modèle (*modèle 1*) a utilisé l'ensemble des 9 paramètres structuraux et rhéologiques. Le deuxième (*modèle 2*) a utilisé uniquement les paramètres établis comme importants lors de la régression linéaire multiple progressive (Tableau 41). Le troisième modèle (*modèle 3*) a utilisé des paramètres structuraux et rhéologiques indépendants (Figure 61). Dans ce cas, parmi le groupe de paramètres G'_l , σ_{sl} et η_{64-10s} , seul η_{64-10s} a été retenu. Enfin, le quatrième modèle (*modèle 4*) a utilisé les seuls paramètres impliqués dans les corrélations directes avec les descripteurs de la partie 4 exploratoire (Figure 63).

Tableau 42 : Les différents modèles étudiés par PLS et coefficients d'ajustement.

Paramètres instrumentaux	Modèle 1	Modèle 2	Modèle 3	Modèle 4
pulpe	x			
%pierreux	x	x	x	x
proportion	x	x	x	x
$\eta_{sérum}$	x	x		
$\tan\delta_1$	x		x	
σ_{sl}	x	x		
G'_l	x	x		
η_{64-10s}	x	x	x	x
n	x		x	
Q ² (cum)	0,415	0,389	0,625	0,428

Chacun des modèles étudiés n'a pas la même qualité de modélisation. **Seul, le *modèle 3* présente un bon pouvoir de modélisation, avec Q²(cum) supérieur à 0,5. Dans ce modèle, chaque paramètre instrumental, indépendant, apporte une information pertinente au modèle.** La prise en compte de l'ensemble des facteurs étudiés (*modèle 1*) ne semble donc pas permettre d'améliorer la modélisation.

Les coefficients du polynôme issu du *modèle 3* reliant chaque descripteur et les paramètres instrumentaux considérés sont présentés dans le Tableau 43.

Tableau 43 : Coefficients du modèle issu de la PLS pour chacun des descripteurs sensoriels, calculés à partir du modèle 3, pour les 26 purées reconstituées issues du plan d'expériences central composite.

	Humidité	Granulosité visuelle	Granulosité en bouche	Consistance visuelle	Consistance en bouche	Pierreux
constante	6,8	4,7	6,2	8,0	3,0	17,3
%pierreux	-2,8	-8,9	5,3	4,3	3,7	16,6
proportion	0,53	4,8	5,1	1,3	1,9	0,31
$\tan\delta_1$	10,7	-7,5	-6,4	-5,8	1,9	-15,5
η_{64-10s} (mPa.s)	$-3,2.10^{-3}$	$9,2.10^{-4}$	$-2,6.10^{-4}$	$3,3.10^{-3}$	$4,3.10^{-3}$	$-3,2.10^{-4}$
n	-0,95	7,1	-12,1	-5,9	-6,8	-19,6
R ²	0,473	0,712	0,560	0,788	0,841	0,069

Selon les descripteurs, les résultats du modèle proposé par la PLS s'ajusteraient mieux aux valeurs expérimentales que le modèle proposé par la régression linéaire multiple progressive, et inversement. Ainsi, pour les descripteurs *consistance visuelle* et *en bouche*, les coefficients de détermination R² entre les valeurs du modèles et les valeurs expérimentales sont plus élevés pour le modèle issu de la PLS que celui issu de la régression linéaire progressive, pour les descripteurs de *granulosité visuelle* et *en bouche*, ils sont équivalents, et enfin pour les descripteurs d'*humidité* et de *pierreux*, ils sont moins élevés.

3.3. Validation

La validation des modèles proposés a été réalisée grâce aux résultats issus de l'espace produits du commerce (Annexe 3). Les notes prédites de chaque produit (49 produits) pour chaque descripteur ont pu être calculées à partir des deux modèles précédents (issus de la régression progressive et de la PLS). L'une des manières de valider les modèles proposés aurait été de pouvoir comparer, par APG, les coordonnées des produits issues de l'ACP réalisée sur les notes calculées, avec celles issues de la carte sensorielle déjà réalisée en Figure 54 sur les résultats expérimentaux. Or la distance entre les produits n'a pu être interprétée du fait du nombre trop important de produits. Nous avons donc choisi de plutôt travailler sur les descripteurs. Les notes prédites de chacun des 49 produits pour chaque descripteur ont été ajoutées en variables supplémentaires sur la carte sensorielle de la Figure 54. Les corrélations entre descripteurs ont ainsi pu être interprétées sur le cercle des corrélations issues de l'APG (Figure 100).

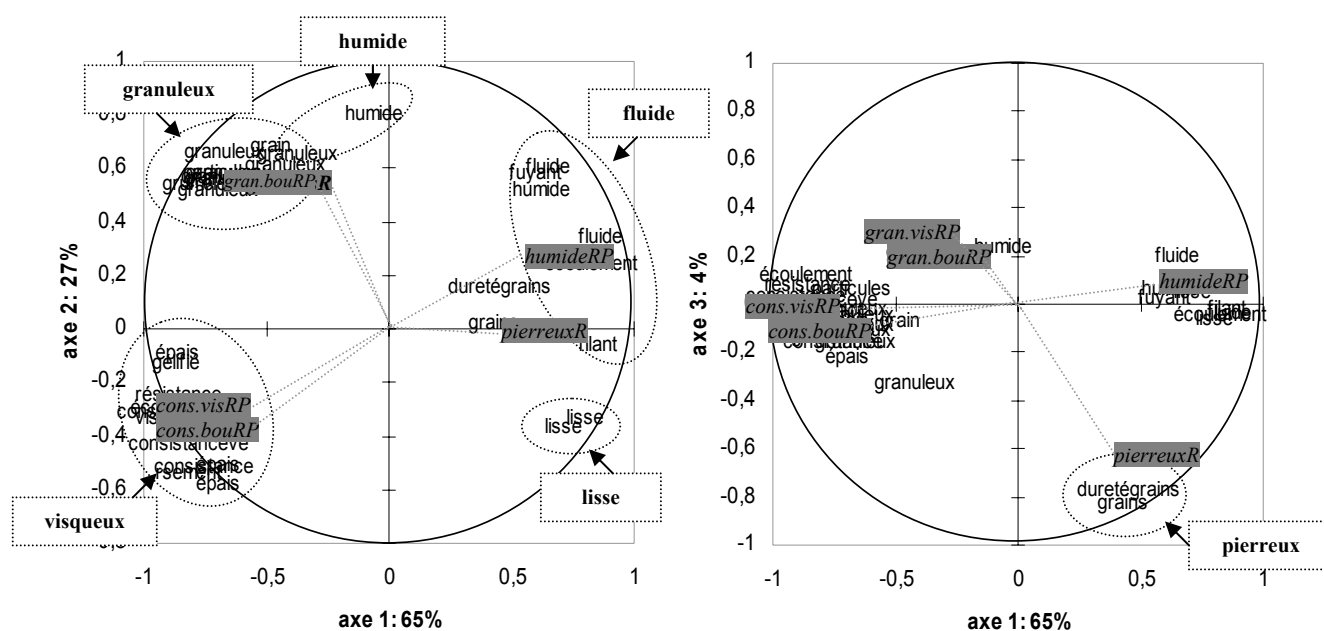
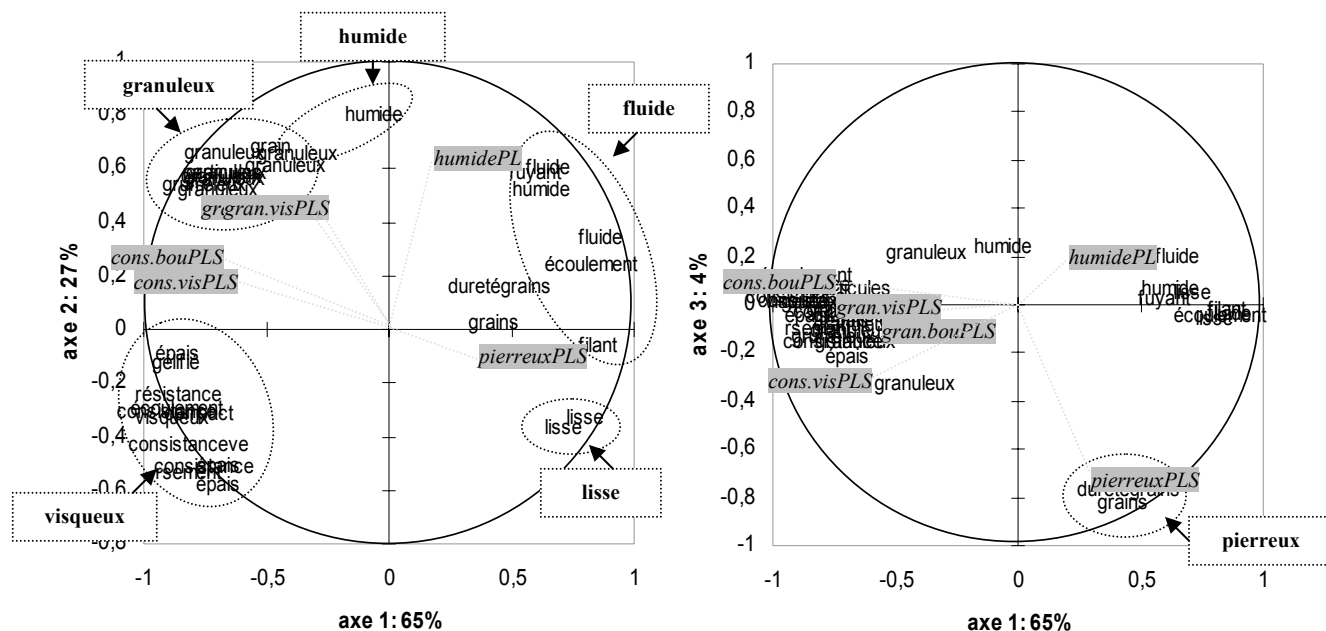


Figure 100 : Cercles des corrélations de l'APG concernant l'étude sensorielle des 49 purées du commerce, évaluées par profil Flash. Les notes issues du modèle prédictif fourni par la régression linéaire multiple progressive (RP) ont été ajoutées en variables supplémentaires.



Cercles des corrélations de l'APG concernant l'étude sensorielle des 49 purées du commerce, évaluées par profil Flash. Les notes issues du modèle prédictif fourni par la régression PLS ont été ajoutées en variables supplémentaires

Les résultats des deux modèles sont cohérents avec les données expérimentales. Pour les descripteurs de *granulosité* (*en bouche* et *visuelle*) et de *pierreux*, l'ajustement semble satisfaisant pour les deux modèles. Pour les descripteurs de *consistance* (*en bouche* et *visuelle*), le modèle proposé par la régression linéaire multiple progressive semble mieux correspondre aux données expérimentales que celui de la PLS. A l'inverse, pour le descripteur d'*humidité*, le modèle proposé par la PLS semble mieux correspondre aux données expérimentales que celui de la régression progressive.

3.4. Conclusion

Le modèle proposé par la régression linéaire multiple progressive paraît plus efficace que celui de la PLS pour prédire la *consistance*, la *granulosité* et le *pierreux*. De plus, il propose des relations très simples à partir de mesures rapides à mettre en œuvre. En d'autres termes, **une mesure de viscosité apparente des produits permet de prédire la perception de la *consistance* à la fois *en bouche* et *visuelle*, une mesure de granulométrie (*proportion*) permet de prédire la *granulosité en bouche* et enfin une mesure de quantité de cellules pierreuses par centrifugation permet de prédire la perception du *pierreux*.** La perception de la *granulosité visuelle* semblant fortement corrélée à la perception en bouche, l'extrapolation du modèle permet de négliger le paramètre de seuil d'écoulement pris en compte dans l'équation. En revanche, le descripteur d'*humidité* ne peut être prédit par une mesure instrumentale directe (parmi celles sélectionnées initialement pour notre étude). **Ce descripteur peut par contre être prédit par une combinaison linéaire de plusieurs paramètres.** Le modèle proposé par la régression progressive semble moins performant que celui de la PLS, qui prend en compte deux paramètres structuraux et trois paramètres rhéologiques.

Cette validation s'est basée sur l'interprétation sémantique du profil Flash. **Ces résultats auraient pu être complétés par une validation fondée sur l'interprétation des similitudes et des distances entre les produits, d'après les deux cartes, la première issue de l'APG sur les données expérimentales du profil Flash et la deuxième issue de l'ACP sur les notes calculées à partir des modèles proposés.**

4. Bilan sur l'étude des purées reconstituées

Quatre facteurs de structure ont été maîtrisés et étudiés dans cette partie :

- le pourcentage de cellules pierreuses (*%pierreux*), directement fonction de la quantité de poire dans la purée de pommes
- le paramètre granulométrique *proportion* (quantité des plus grosses particules sur les plus fines), fonction du broyage (affinage) des purées
- la quantité de pulpe (*pulpe*'), liée à la concentration des purées et qui pourrait être modifiée par centrifugation des produits
- la viscosité apparente du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$), dépendante de la présence des pectines solubilisées, mais aussi de l'ajout éventuel de guar.

4.1. Compréhension des différentes influences

Cette étude a mis en évidence la présence d'effets de premier ordre des différents paramètres de structure sur la rhéologie et la perception sensorielle des purées de pommes et poires. Mais elle a également montré la présence de facteurs de second ordre et d'interactions entre facteurs.

4.1.1. Sur la rhéologie

Deux paramètres de structure influencent de façon prédominante le comportement rhéologique des purées de fruits : le pourcentage de pulpe et la viscosité du sérum.

- Le pourcentage de pulpe est responsable de la cohésion du milieu grâce à un fort encombrement. Ce paramètre influencerait également les propriétés d'écoulement des purées de fruits (avec la viscosité du sérum). Plus le milieu est encombré et plus il sera visqueux.
- La viscosité du sérum est responsable du comportement viscoélastique, visqueux et rhéofluidifiant des particules. Son effet est double : il peut jouer un rôle de lubrifiant du milieu (les propriétés élastiques diminuent, les propriétés visqueuses et rhéofluidifiantes augmentent), mais aussi d'épaississant, pour les viscosités les plus élevées (la composante élastique augmente). On peut noter que son action lubrifiante est surtout visible en présence de cellules pierreuses.

Le pourcentage de cellules pierreuses et la taille des particules possèdent seulement des effets de second ordre :

- La quantité de cellules pierreuses peut influencer l'ensemble des propriétés rhéologiques des purées (cohésion, caractère élastique, viscosité et caractère rhéofluidifiant). En présence d'un sérum peu visqueux (dans notre cas, inférieur à 160 mPa.s), son effet est positif, les suspensions sont ainsi plus cohésives, moins élastiques, plus visqueuses et plus rhéofluidifiantes. Au-delà, son effet devient négatif, à cause d'un effet lubrifiant du sérum. Le pourcentage de pierreux et la viscosité du sérum illustrent donc la présence d'une interaction forte entre deux paramètres de structure.
- La taille des particules influencerait les propriétés d'écoulement des purées de fruits mais seulement si le pourcentage de pulpe est suffisamment élevé.

4.1.2. Sur la perception sensorielle

Chacun des paramètres structuraux étudiés possède une influence de premier ordre sur un descripteur :

- la taille des particules influence les descripteurs de *granulosité* (effet positif)
- la viscosité du sérum influence les descripteurs de *consistance* (effet positif)
- le pourcentage de cellules pierreuses influence les descripteurs du *pierreux* (effet positif)
- le pourcentage de pulpe et la viscosité du sérum influencent le caractère *humide* (effet négatif)

Il existe également des effets de second ordre et des interactions entre facteurs :

- La viscosité du sérum influence la perception de la granulosité, mais son effet est différent selon si l'évaluation est en bouche ou visuelle. Son effet est négatif sur la perception visuelle. En d'autres termes, plus le sérum est visqueux et moins la purée est perçue comme granuleuse, très certainement dû à un effet lubrifiant du sérum. En revanche, son effet est positif sur la perception en bouche : plus le sérum est visqueux et plus la purée est perçue comme granuleuse. Le sérum

pourrait ainsi diminuer la compressibilité des particules entre la langue et le palais, ce qui les rendrait plus perceptibles.

- Le pourcentage de cellules pierreuses participe également à la perception de la granulosité en bouche. Plus les cellules pierreuses sont nombreuses et plus la granulosité augmente. En revanche, ceci n'est vrai que pour des viscosités de sérum faibles. Quand la viscosité est élevée, l'effet des cellules pierreuses devient négatif, c'est-à-dire qu'elles sont moins perçues, très certainement à cause d'un effet lubrifiant important, comme nous l'avons déjà observé sur les mesures rhéologiques. Des interactions entre le pourcentage de cellules pierreuses d'une part et le pourcentage de pulpe ou la taille des particules d'autre part peuvent également apparaître. La perception des cellules pierreuses dépendrait donc du contraste avec la matrice dans laquelle elles sont en suspension. Plus ce contraste diminue et moins elles sont perçues.

4.2. La texture, une perception simple

La texture des purées de pommes et poires est une perception simple qui peut se résumer par quatre notions : la *granulosité* et la *consistance*, qui sont les deux notions principales, ainsi que le *pierreux* et l'*humidité*. Il est possible pour l'industriel de pouvoir prédire cette perception, dans sa globalité, par des mesures instrumentales simples : **la granulosité par une mesure de taille des particules, la consistance par une mesure de viscosité apparente des produits, le pierreux par une mesure de quantité de cellules pierreuses. Seule la notion d'humidité reste une perception difficile à prédire.** Elle peut être estimée par une combinaison linéaire de différents paramètres. Pour espérer trouver une mesure prédictive directe, il aurait fallu tester un protocole de mesure de lyophorèse (Toldby and Wiley, 1962).

La viscosité des produits est donc la seule mesure rhéologique en jeu dans la perception sensorielle de la texture. Elle est directement reliée à la notion de *consistance*. Les propriétés rhéofluidifiantes (n) ou viscoélastiques ($\tan\delta_l$) n'y participeraient pas, même si elles correspondent à des dimensions rhéologiques indépendantes de la viscosité.

Même si l'analyse des surfaces de réponse a permis de mettre en évidence des mécanismes de perception différents entre la perception en bouche et visuelle, l'information sensorielle qui en découle aboutit néanmoins à la même position relative des produits, avec des descripteurs

corrélés, aussi bien pour la granulosité que la consistance. Les effets de premier ordre sont donc déterminants.

4.3. Influence du type de particules de fruits ?

Une brève étude complémentaire a permis de vérifier l'influence du type de particules sur la rhéologie des purées en faisant varier le type de fruits (pomme ou poire) ainsi que le lot pour chacun des fruits (lots 1 ou 2). **L'objectif était d'apporter des éléments de réponse concernant la généralisation des conclusions précédentes, spécifiques à l'espace produits étudié, à l'ensemble des purées à notre disposition** (pom 1, pom 2, poi 1 et poi 2).

Les quatre purées ont été broyées pour que les particules soient de même taille, reconstituées dans du jus de pommes pour que le sérum soit de même niveau de viscosité et débarrassées des cellules pierreuses (pour les poires) pour pouvoir observer l'effet réel du type de particules de parenchyme. Des mesures de η_{64-10s} (état du produit en écoulement) ont été réalisées en fonction de la quantité en pulpe (*pulpe'*) (Figure 101).

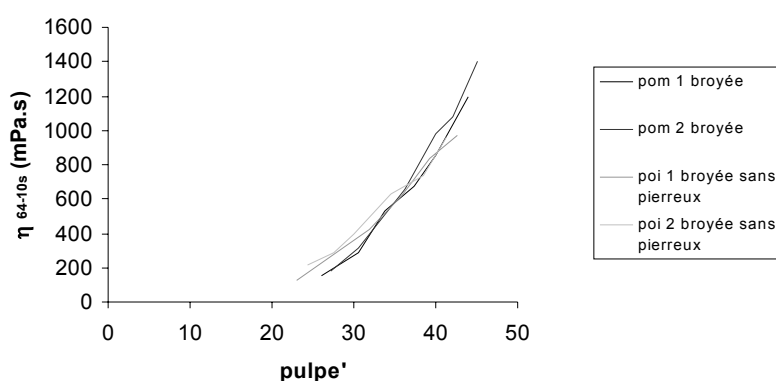


Figure 101 : Evolution en fonction du pourcentage de pulpe de la viscosité apparente des quatre purées reconstituées dans du jus de pommes.

Les courbes de viscosité apparente en fonction du pourcentage de pulpe semblent très proches. **Le type de particules aurait peu d'influence sur la rhéologie du produit en écoulement.** Les courbes ont été modélisées par le modèle en puissance $\eta = A \cdot \text{pulpe}'^B$, proposé par Rao (p50), avec $\eta_{\text{sérum}}$ négligé :

$$\eta_{64-10s} = 4 \cdot 10^{-4} \cdot \text{pulpe}'^4 \text{ avec } R^2=0,988$$

Des essais complémentaires ont montré que la viscosité du sérum agit sur la valeur des coefficients du modèle. Ainsi, pour une purée de pom 1 broyée, reconstituée dans du jus de pommes épaissi avec 0,9% de guar (330mPa.s), le modèle deviendrait :

$$\eta_{64-10s} = 15,7 \cdot pulpe^{1,1} \text{ avec } R^2=0,992$$

Le facteur A augmente et le facteur B diminue avec $\eta_{sérum}$, à cause du caractère épaississant mais rhéofluidifiant et lubrifiant de la phase continue.

Il aurait été intéressant d'effectuer des tests sensoriels afin de vérifier si une différence était perçue par le sujet humain entre les quatre purées étudiées en Figure 101. On peut néanmoins supposer, d'après les résultats de cette partie, que l'influence du type de particules pourrait être négligeable sur la perception de la *consistance*, directement fonction des propriétés d'écoulement des produits. Il aurait été intéressant, en revanche, de vérifier son influence sur la perception de la *granulosité*. Dans ce cas là, il aurait fallu travailler de façon à masquer la couleur des produits ainsi que l'arôme.

Chapitre II : Etude des suspensions modèles

Les suspensions modèles ont été fabriquées à partir de gel d'alginate broyé dans du jus de pommes, plus ou moins épaissi avec de la gomme guar (p178). Grâce à ce protocole, deux paramètres de structure, caractéristiques des suspensions en général mais auxquels les purées de fruits ne donnent pas accès, ont été maîtrisés : la fraction volumique (ϕ) et la fermeté des particules (*fermeté*), en plus de la proportion des plus grosses particules sur les plus fines (*proportion*) et la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$). Comme les purées de fruits reconstituées, la variation indépendante de ces quatre facteurs a permis de construire les expériences selon un plan d'expériences central composite à 5 niveaux, ce qui a abouti à l'étude de 26 formules (p180).

L'étude de ce type de suspension a suivi une démarche similaire à celle des purées de fruits reconstituées, afin d'établir, de la même façon, des relations de causes à effets des facteurs structuraux sur la rhéologie et la perception sensorielle, ainsi que des modèles de prédiction de la perception sensorielle par des mesures instrumentales simples.

1. Influence de la structure sur la rhéologie

Six paramètres rhéologiques ont été étudiés : $\tan\delta_l$, n_{retour} , η_{64-10s} , G'_l , σ_{sl} et *périmètre*. Contrairement aux purées de fruits, les cinq premiers paramètres apporteraient des informations rhéologiques différentes quant au positionnement relatif des produits lors de l'étude exploratoire (Figure 73). Seul, le *périmètre* semblait corrélé à $\tan\delta_l$ dans l'étude exploratoire du chapitre 3 de la partie 4. Or ce paramètre a été conservé afin de pouvoir discuter de la pertinence d'une mesure empirique de rétro-extrusion en complément des mesures fondamentales.

1.1. Résultats rhéologiques

Les résultats de l'ACP concernant les paramètres rhéologiques des 26 suspensions modèles (Annexe 7) sont présentés en Figure 102. Les niveaux du plan d'expériences des quatre

facteurs de structure ont été reportés en variables supplémentaires afin d'obtenir une première vision des effets des paramètres de structure sur la rhéologie de l'espace produits.

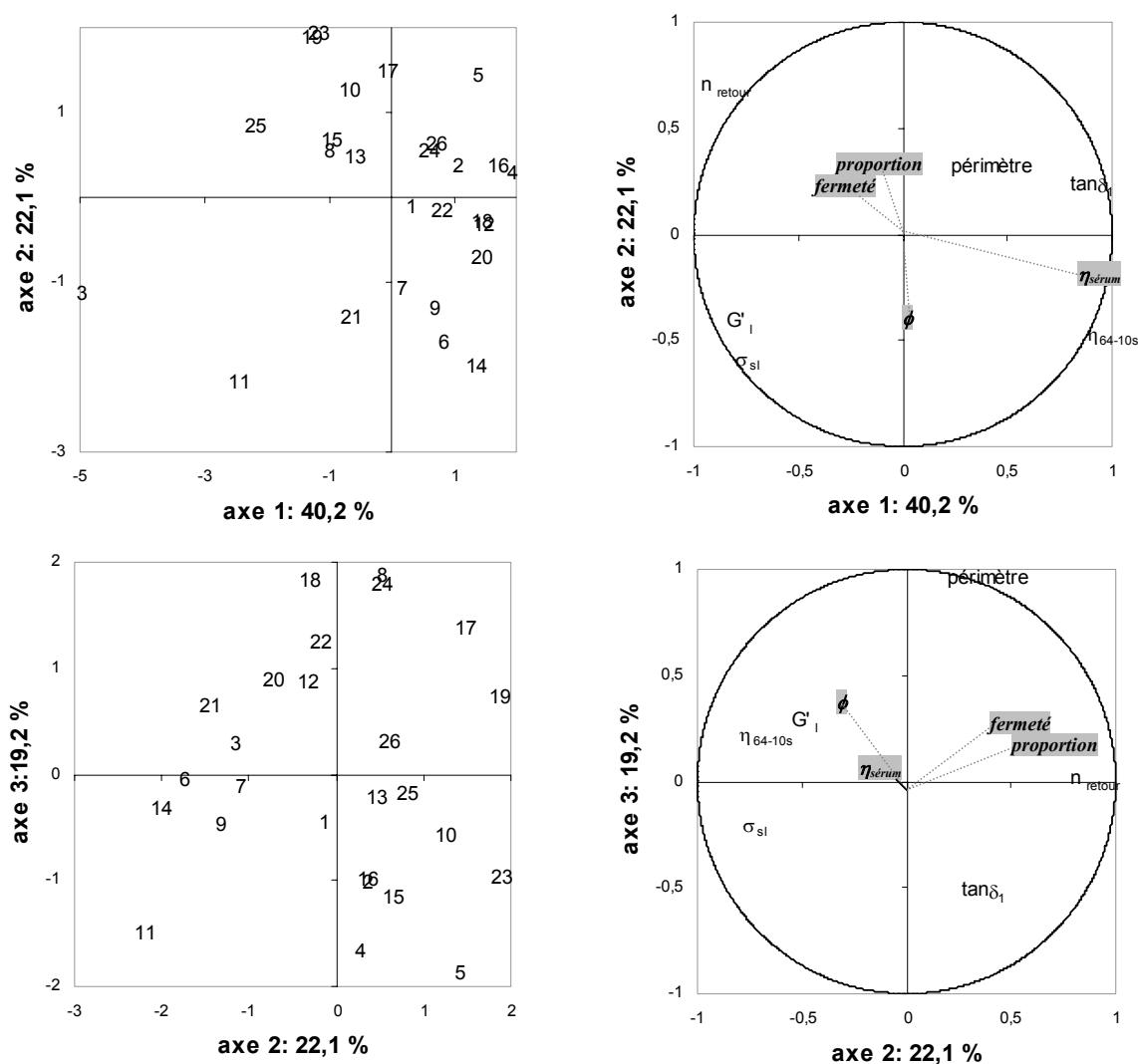


Figure 102 : Résultats de l'ACP sur les données rhéologiques de l'espace produits des 26 suspensions modèles.

En grisé, les niveaux des 4 facteurs de structure en variables supplémentaires

L'information rhéologique de l'espace produits modèles est mieux répartie que celle des purées de fruits reconstituées sur les différentes dimensions de l'ACP. Le premier plan explique ainsi 62% de l'information pour les suspensions modèles (85% pour les purées de fruits reconstituées). L'information rhéologique est donc, dans ce cas, plus riche.

Aucune corrélation forte entre les différents paramètres rhéologiques, ni avec les variables supplémentaires, n'est visible sur le cercle des corrélations. **Les suspensions modèles sont donc des produits dont la rhéologie serait plus complexe que celle des purées de fruits.**

On remarque aussi que, contrairement à la Figure 73, le *périmètre* ne présente aucune corrélation avec n_{retour} .

Comme pour les purées de fruits reconstituées, le produit 3, caractérisé par l'absence d'épaississement du sérum par ajout de guar, se détache des autres produits sur le premier plan. **Les suspensions modèles confirment donc que le comportement newtonien du sérum entraîne un comportement rhéologique particulier de la suspension.**

1.2. Effet des facteurs structuraux

Une régression linéaire multiple entre les niveaux des facteurs structuraux et chacun des paramètres rhéologiques a fourni les équations de modélisation des variations de chaque paramètre en fonction de chaque facteur de structure (X_i). Le modèle proposé prend en compte les effets quadratiques (X_i^2) ainsi que les interactions entre facteurs ($X_i X_j$).

1.2.1. Qualité du modèle

La qualité des modèles proposés pour chaque paramètre rhéologique a été évaluée grâce à la probabilité associée au F de Fischer (Tableau 44). Des essais ont été réalisés sur les valeurs brutes et d'autres sur les valeurs exprimées en logarithme.

Tableau 44 : Probabilité associée au F de Fischer concernant la régression entre les valeurs expérimentales (brutes ou transformées en logarithme) et le modèle proposé à partir des niveaux du plan d'expériences des suspensions modèles

	$\tan \delta_l$	G'_l	σ_{sl}	η_{64-10s}	n_{retour}	<i>périmètre</i>
Valeurs brutes	0,178	0,468	0,266	0,004	0,001	0,398
Valeurs en log	0,203	0,417	0,552	0,002	0,001	0,428

Pour quatre des paramètres ($\tan \delta_l$, G'_l , σ_{sl} et *périmètre*), le modèle s'ajuste mal (probabilité supérieure à 5%). **Les quatre facteurs de structure étudiés ne permettent donc pas, pour ces quatre paramètres, d'expliquer toute la variance.** En revanche, le modèle s'ajuste bien pour les deux paramètres η_{64-10s} et n_{retour} et surtout lorsque les valeurs de η_{64-10s} sont exprimées en logarithme. **On a donc choisi donc de travailler avec le logarithme de ce paramètre.** On peut également remarquer que l'ajustement de n_{retour} est bon alors que ce n'était pas le cas pour les purées de fruits (probabilité égale à 46,1% pour les purées).

1.2.2. Influence de chaque paramètre

Le niveau d'influence de chaque facteur sur le paramètre rhéologique considéré a pu être évalué grâce à la probabilité associée au t de Student (Figure 103). Plus cette probabilité est faible et plus le facteur est considéré comme influent.

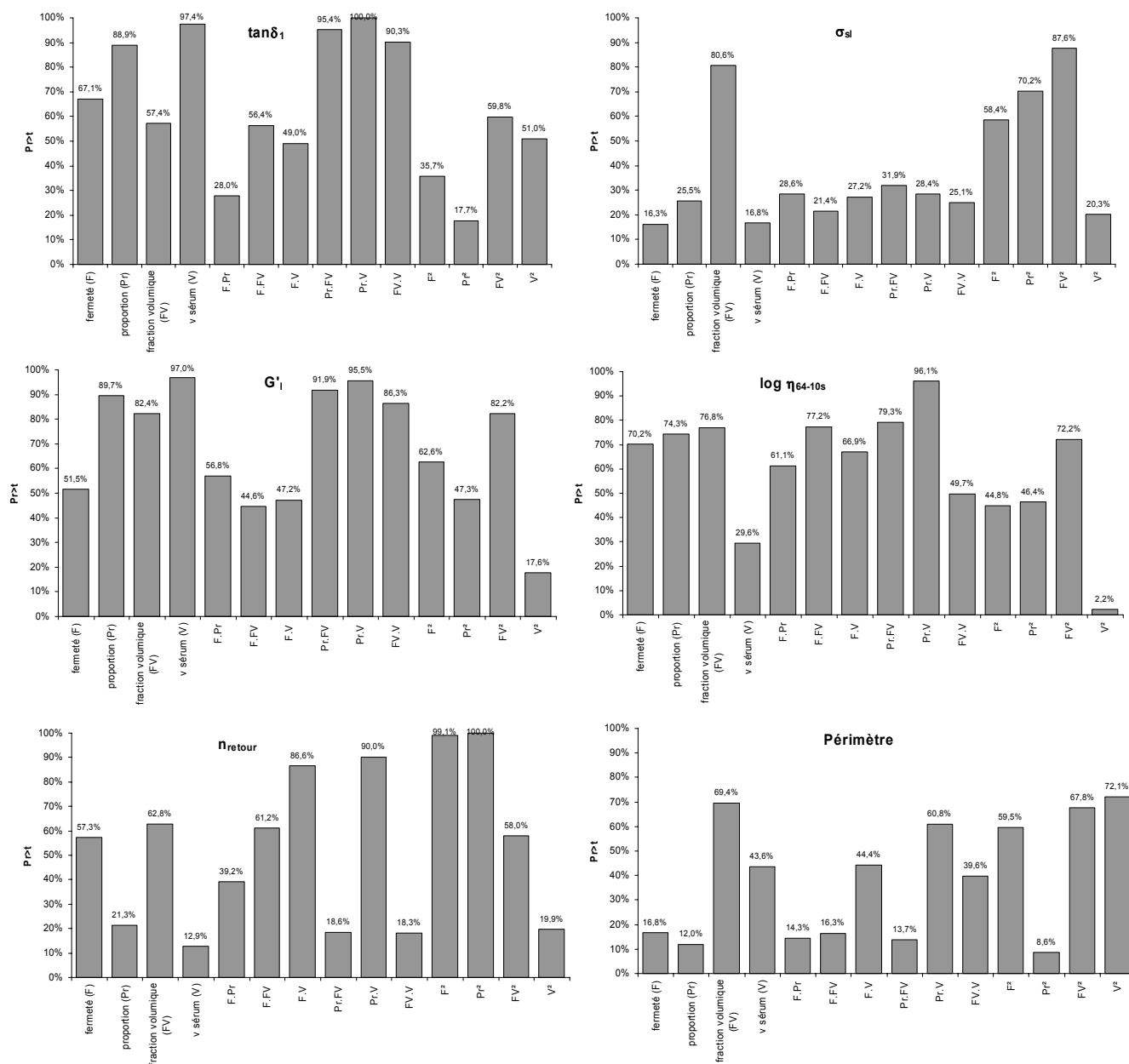


Figure 103 : Histogrammes des probabilités associées au t de Student de chaque facteur structural pour chaque paramètre rhéologique, pour les 26 suspensions modèles

Contrairement aux purées de fruits reconstituées, la valeur des probabilités des différents facteurs de structure est supérieure à 5% pour chaque paramètre rhéologique (sauf pour η_{64-10s}). **Aucun facteur de structure en particulier ne permet donc d'expliquer à lui seul la**

majorité de la variance entre les points expérimentaux. Ceci confirme le manque d'ajustement des modèles aux données expérimentales (Tableau 44). **Seul, l'effet quadratique de $\eta_{\text{sérum}}$ est significatif pour η_{64-10s}** (probabilité égale à 2,2%).

On peut cependant dégager quelques tendances. Le paramètre $\tan\delta_l$ serait influencé principalement par l'effet quadratique de *proportion* (probabilité Pr^2 égale à 17,7%). σ_{sl} serait influencé par *fermeté* et $\eta_{\text{sérum}}$ (probabilités F et V respectivement égales à 16,3 et 16,8%), G'_l , comme η_{64-10s} , serait influencé par l'effet quadratique de $\eta_{\text{sérum}}$ (probabilité V^2 égale à 17,6%), tandis que n_{retour} serait influencé par son effet simple (probabilité V égale à 12,9%). Enfin, *périmètre* serait influencé principalement par l'effet quadratique de *proportion* (probabilité Pr^2 égale à 12%).

1.2.3. Surfaces de réponse

Les coefficients des polynômes du second degré avec interactions reliant chaque paramètre rhéologique avec les facteurs de structure ont été reportés dans le Tableau 45.

Tableau 45 : Coefficients des polynômes du second degré reliant chacun des paramètres rhéologiques avec les paramètres structuraux

	$\tan\delta_l$	G'_l	σ_{sl}	$\log \eta_{64-10s}$	n_{retour}	périmètre
Constante	17,4	-3739	564	6,95	-3,36	7812
Fermeté (F)	-0,001	-0,467	-0,095	$2,7 \cdot 10^{-4}$	$2,1 \cdot 10^{-4}$	1,21
Proportion (Pr)	0,39	-218	-181	0,554	-1,13	-3265
ϕ (FV)	-60,0	$1,5 \cdot 10^{-4}$	-1443	-18,9	16,2	$-3,0 \cdot 10^{-4}$
$\eta_{\text{sérum}}$ (V)	$4,5 \cdot 10^{-4}$	0,321	-1,11	0,009	-0,007	7,84
F.Pr	$-1,2 \cdot 10^{-4}$	-0,037	0,007	$-3,3 \cdot 10^{-5}$	$2,9 \cdot 10^{-5}$	-0,118
F.FV	0,001	1,00	0,153	$-3,8 \cdot 10^{-4}$	$-3,4 \cdot 10^{-4}$	-2,24
F.V	$-3,7 \cdot 10^{-7}$	$-2,4 \cdot 10^{-4}$	$3,4 \cdot 10^{-5}$	$-1,4 \cdot 10^{-7}$	$-2,9 \cdot 10^{-8}$	$3,0 \cdot 10^{-4}$
Pr.FV	0,29	312	287	-0,808	2,20	5668
Pr.V	0	-0,043	0,077	$3,7 \cdot 10^{-5}$	$-5,0 \cdot 10^{-5}$	0,466
FV.V	$3,1 \cdot 10^{-3}$	-2,65	1,67	-0,011	0,011	-15,6
F^2	$-4,1 \cdot 10^{-8}$	$-1,3 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-6}$	$-2,0 \cdot 10^{-8}$	$1,6 \cdot 10^{-10}$	$1,7 \cdot 10^{-5}$
Pr^2	-0,34	106	5,16	-0,109	$-5,8 \cdot 10^{-6}$	318
FV^2	51,5	$-1,3 \cdot 10^4$	841	20,9	-17,03	$2,9 \cdot 10^{-4}$
V^2	$-4,1 \cdot 10^{-6}$	0,005	$4,5 \cdot 10^{-4}$	$-9,7 \cdot 10^{-6}$	$2,6 \cdot 10^{-6}$	0,002

Ces polynômes ont alors permis de tracer les surfaces de réponse et ainsi de construire des graphiques à 5 dimensions, avec les 4 facteurs de structure, variant selon les 5 niveaux du

plan d'expériences, et la réponse en cinquième dimension. Le code couleur employé pour cette dernière dimension (variant de blanc, pour les valeurs les plus faibles, à noir, pour des valeurs les plus élevées) permet d'analyser facilement l'évolution du paramètre considéré en fonction des 4 facteurs de structure. Différents angles de vue sont proposés de la Figure 104 à la Figure 109.

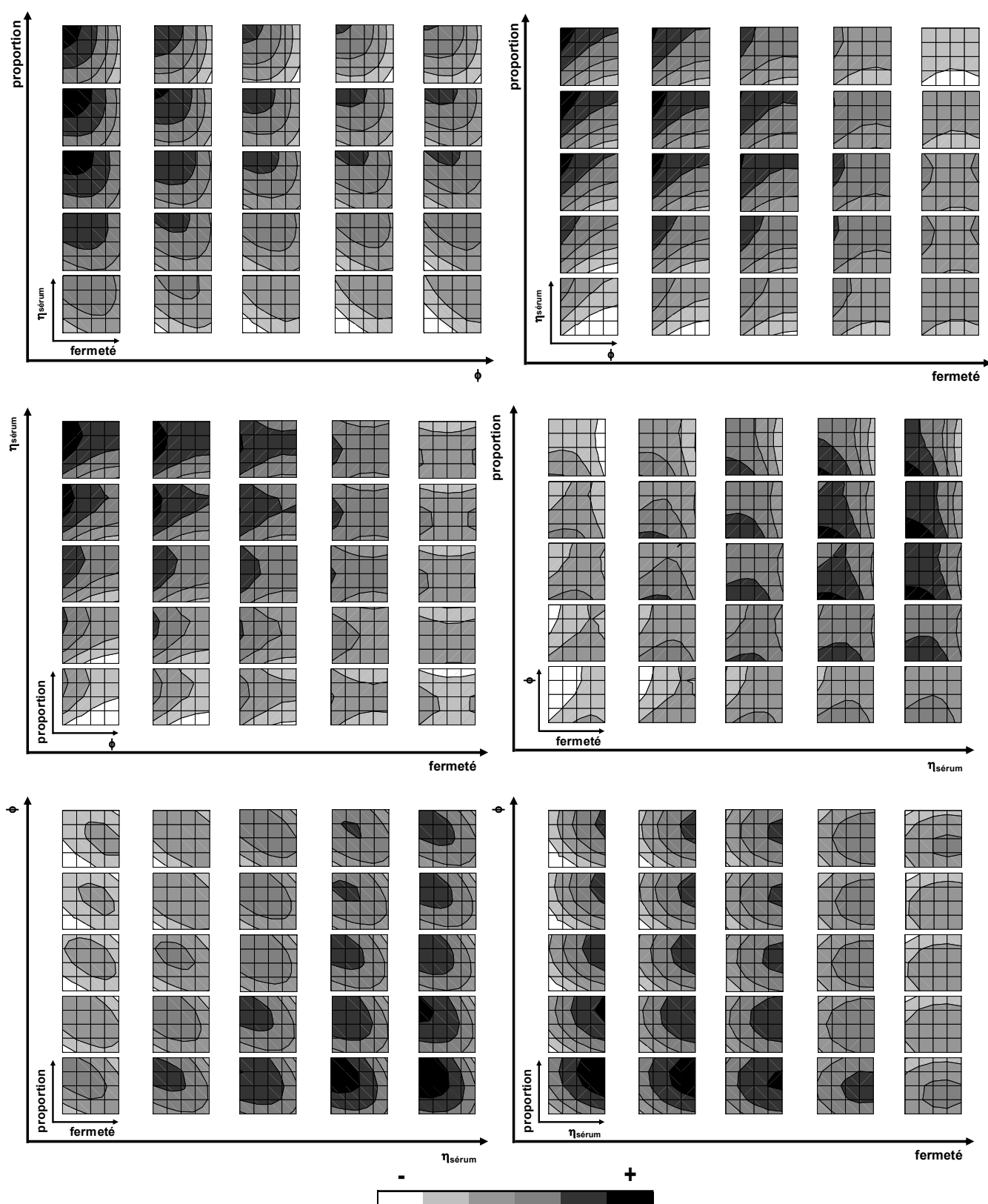


Figure 104 : Surfaces de réponse concernant $\tan \delta_1$ des suspensions modèles en fonction des quatre facteurs de structure.

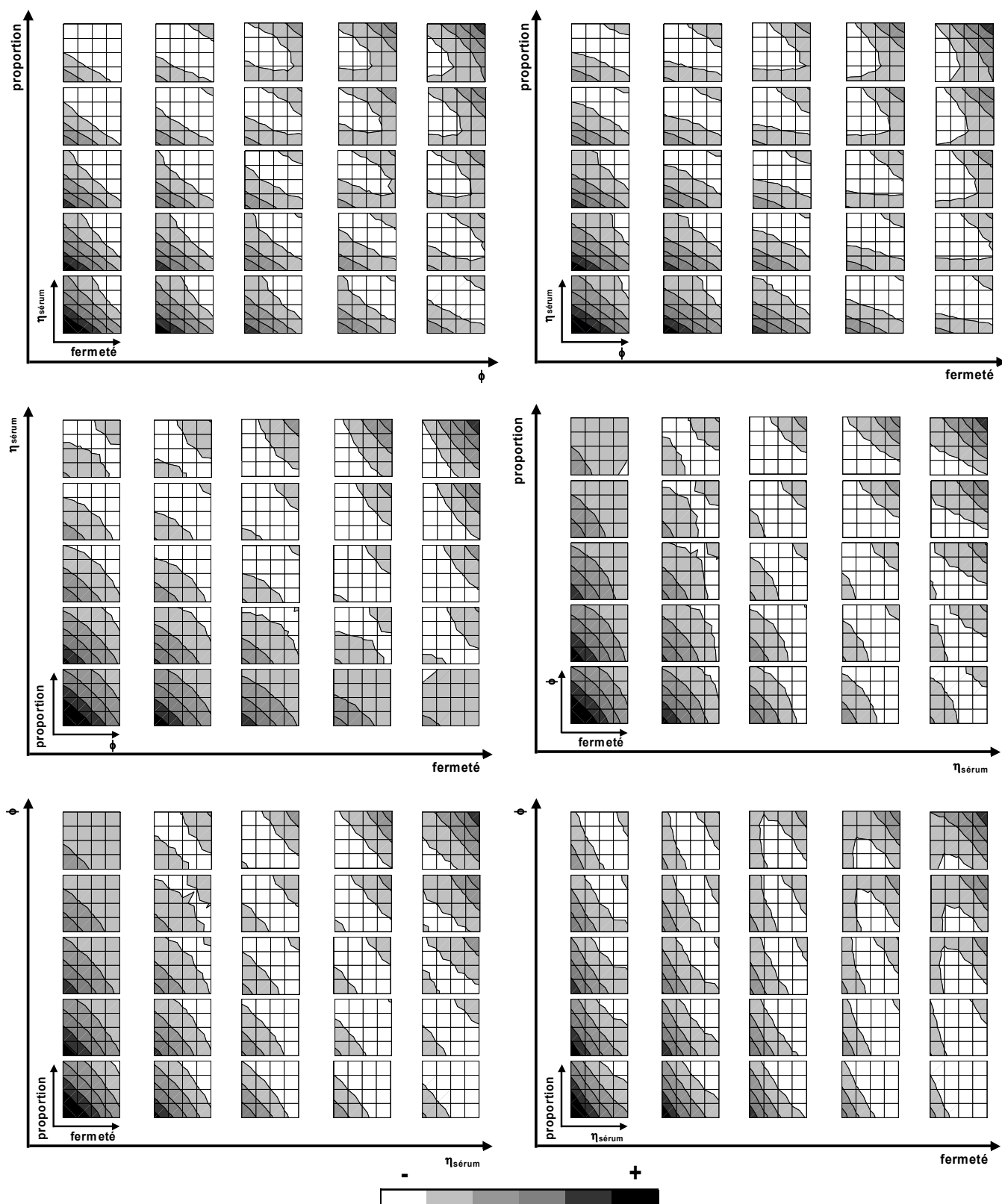


Figure 105 : Surfaces de réponse concernant σ_{s1} des suspensions modèles en fonction des quatre facteurs de structure.

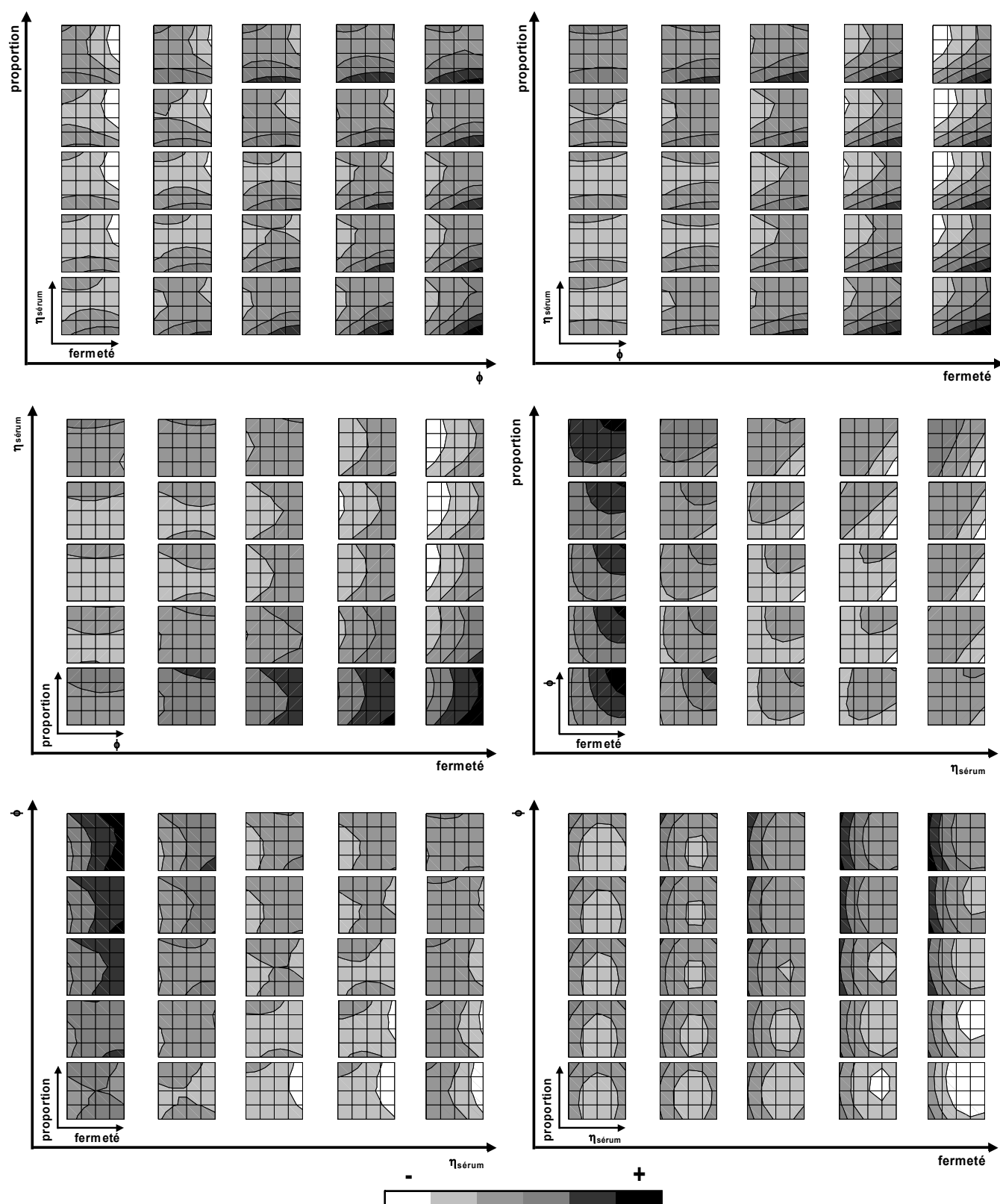


Figure 106 : Surfaces de réponse concernant G'_1 des suspensions modèles en fonction des quatre facteurs de structure.

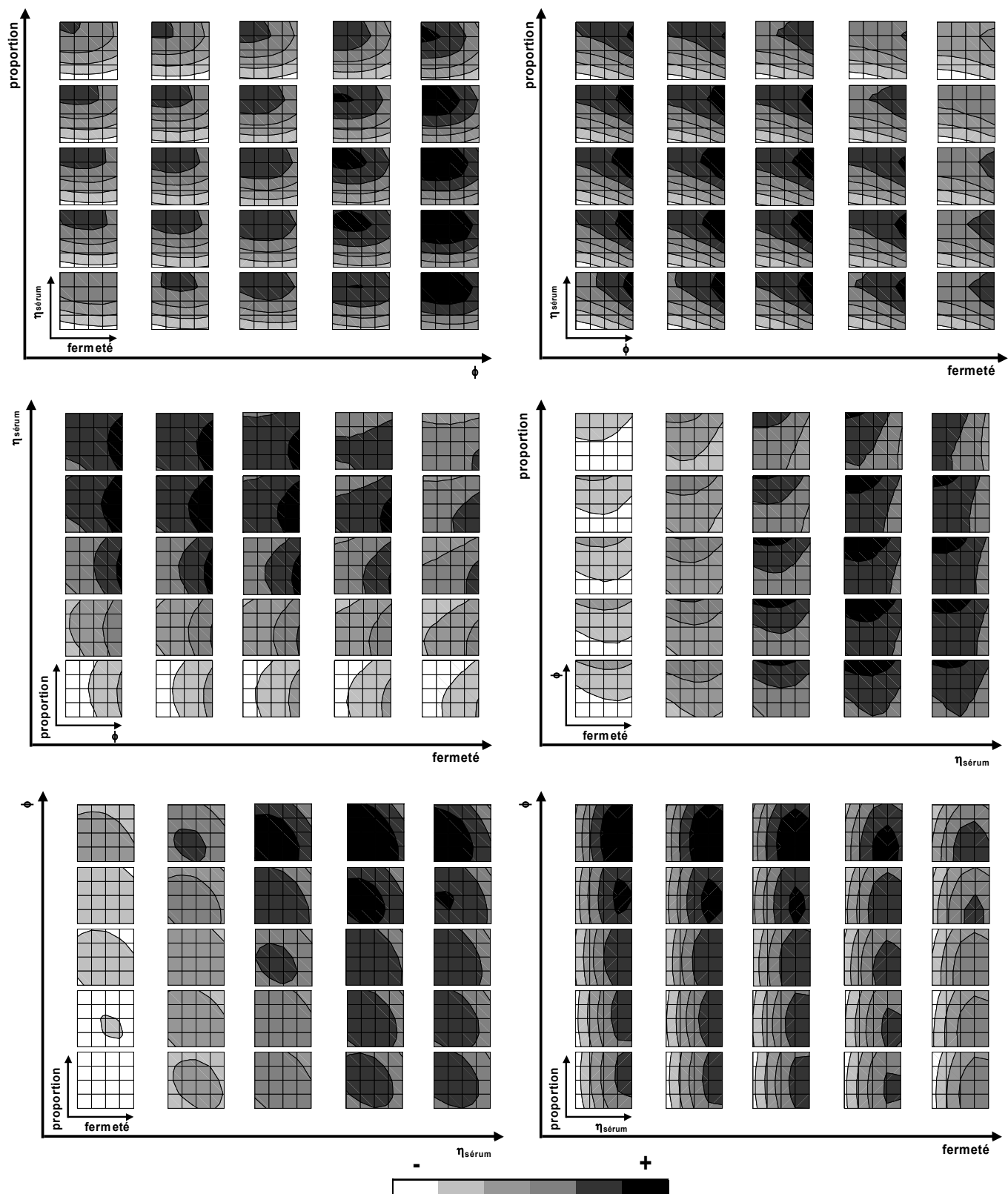


Figure 107 : Surfaces de réponse concernant η_{64-10s} des suspensions modèles en fonction des quatre facteurs de structure.

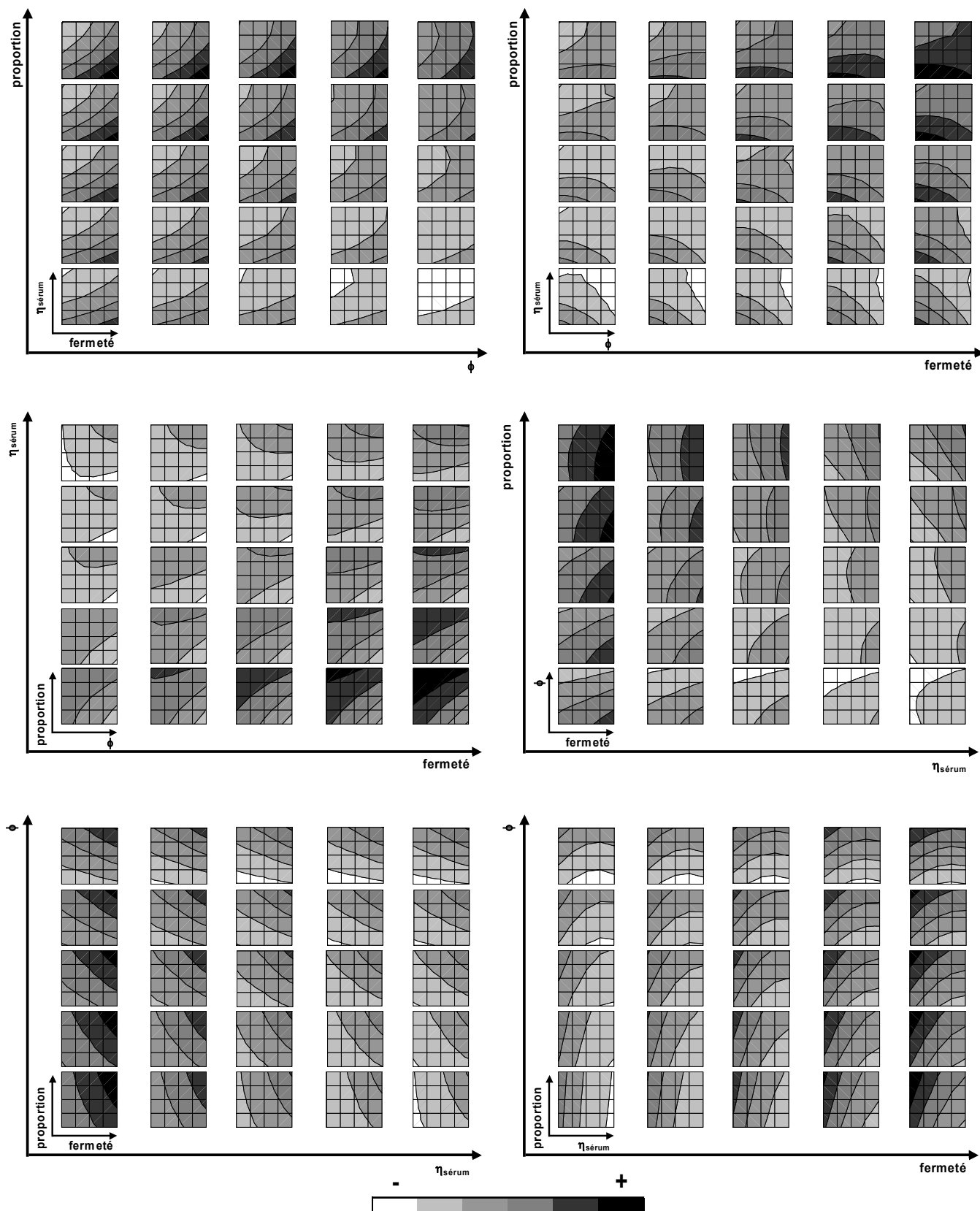


Figure 108 : Surfaces de réponse concernant n_{retour} des suspensions modèles en fonction des quatre facteurs de structure.

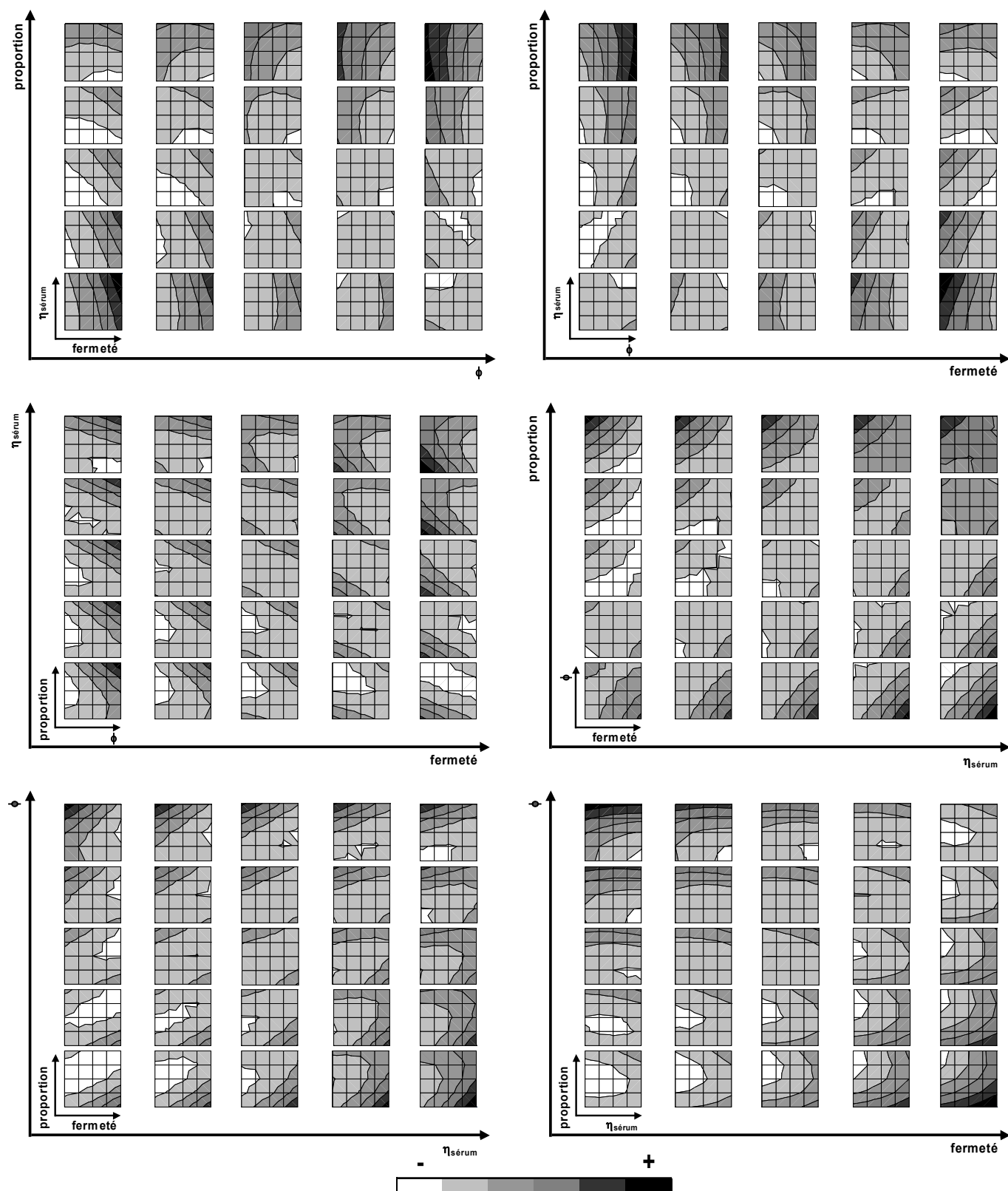


Figure 109 : Surfaces de réponse concernant **périmètre** des suspensions modèles en fonction des quatre facteurs de structure.

Les valeurs de $\tan \delta_l$ augmentent avec $\eta_{\text{sérum}}$, quel que soit le niveau des autres facteurs. Pour des valeurs de *proportion* élevées, elles diminueraient avec *fermeté* et inversement, pour des valeurs de *proportion* faibles, elles augmenteraient avec *fermeté*. Réciproquement, elles augmenteraient également avec la *proportion* pour des valeurs faibles de *fermeté*. Pour des valeurs élevées de *fermeté*, elles évolueraient selon une parabole dont le maximum se situerait vers 1170 Pa.

Le paramètre σ_{sl} atteint des valeurs élevées lorsque les quatre facteurs de structure ont des valeurs faibles (niveaux bas du plan d'expériences), mais aussi lorsque les quatre facteurs de structure ont des valeurs élevées (niveaux hauts du plan d'expériences). Pour des niveaux de facteurs intermédiaires, σ_{sl} varie très peu et reste faible.

G'_l évolue peu avec les différents facteurs de structure. Il peut prendre des valeurs très élevées lorsque le sérum est constitué de jus de pommes non épaissi (niveau bas de $\eta_{\text{sérum}}$). **Ces suspensions seraient ainsi plus cohésives car le guar n'agirait pas comme lubrifiant des particules.** Lorsque les valeurs de *fermeté* sont élevées, G'_l augmenterait avec ϕ .

Comme pour les purées de fruits reconstituées, η_{64-10s} augmente principalement avec $\eta_{\text{sérum}}$ et la quantité de particules (ϕ). L'influence des autres facteurs est moindre. A de faibles niveaux de $\eta_{\text{sérum}}$, η_{64-10s} tendrait à augmenter puis à diminuer avec le facteur *fermeté*. En revanche, à des niveaux de $\eta_{\text{sérum}}$ plus élevés, il aurait une tendance plus nette à diminuer en fonction de ce facteur de structure.

n_{retour} varie principalement avec $\eta_{\text{sérum}}$. Comme pour les purées de fruits reconstituées, lorsque le sérum est constitué de jus de pommes non épaissi (niveau bas de $\eta_{\text{sérum}}$), donc newtonien, n_{retour} prend des valeurs élevées et, ce d'autant plus que ϕ est faible. Il augmenterait également avec l'augmentation de *fermeté* et de *proportion*. Lorsque ϕ et $\eta_{\text{sérum}}$ sont faibles, l'effet de *fermeté* serait prédominant face à *proportion*. En revanche, lorsque ϕ et $\eta_{\text{sérum}}$ sont élevées, l'effet de *proportion* devient prédominant face à *fermeté*.

Les valeurs de *périmètre* varient principalement en fonction du facteur *proportion*. A de faibles valeurs de ϕ et des valeurs élevées de *fermeté*, *périmètre* augmente en fonction de *proportion*, et inversement, il diminue lorsque ces deux facteurs de structure prennent des valeurs respectivement élevées et faibles.

1.3. Conclusion

Les suspensions modèles présentent de grandes similitudes avec les purées de fruits reconstituées. Malgré des modèles statistiques qui s'ajustent moins bien aux données expérimentales que pour les purées de fruits reconstituées, il apparaît que la rhéologie de ces milieux est influencée principalement par la viscosité apparente du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) ainsi que la concentration en particules, caractérisée par la fraction volumique ϕ . **Ainsi, comme les purées de fruits, $\tan\delta_l$ et n_{retour} subissent l'influence de premier ordre de $\eta_{\text{sérum}}$, η_{64-10s} celles de $\eta_{\text{sérum}}$ et de la concentration en particules (ϕ), et enfin G'_l celle de la concentration en particules (ϕ). L'étude des surfaces de réponse montre que l'influence de l'ensemble de ces facteurs est en plus fortement dépendante du facteur *fermeté*.**

- Plus les particules sont rigides, et plus la cohésion des suspensions modèles augmente avec la concentration en particules. Plus l'effet secondaire de la viscosité du sérum est également important, avec cette fois une diminution de la cohésion. Pour des niveaux de rigidité faibles, les différents paramètres ont peu d'influence et la cohésion au sein du produit varie peu.
- Moins les particules sont rigides, et moins les milieux sont élastiques avec la viscosité du sérum. Plus l'effet secondaire de la fraction volumique devient également important, avec cette fois une augmentation de la composante élastique. Pour des niveaux de rigidité élevés, les différents paramètres ont peu d'influence et les propriétés viscoélastiques varient peu.
- Concernant le seuil d'écoulement, les suspensions constituées des particules les plus grosses, les plus rigides et plus nombreuses, dispersées dans du sérum fortement épaissi, ainsi que les suspensions constituées des particules les plus petites, les plus molles et les moins nombreuses, dispersées dans du sérum non épaissi, s'écouleraient plus difficilement que les autres, dont les niveaux des facteurs de structure seraient intermédiaires. Ainsi, dans le premier cas, les suspensions modèles restent cohérentes avec les purées de fruits, dont le seuil d'écoulement augmente avec la concentration en particules (*pulpe*'), la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$) et la taille des particules (*proportion*).

- Le comportement rhéofluidifiant est principalement influencé par la taille des particules et la fraction volumique, et ce pour des viscosités de sérum faibles et une rigidité élevée de particules.
- Le comportement en écoulement des suspensions modèles est influencé principalement par la concentration en particules et la viscosité de la phase continue. Seul ce paramètre reste faiblement influencé par la fermeté des particules.

L'étude des suspensions modèles a montré l'importance de la *fermeté* sur le comportement rhéologique de ce type de milieux. On a montré précédemment (p176) que les particules rigides avaient une plus grande capacité à sédimenter que les particules les moins rigides. Ces premières particules formeraient donc des suspensions plus cohésives. Au contraire, les suspensions formées à partir de particules molles, moins tassables que les plus rigides, auraient des propriétés élastiques plus marquées.

Les propriétés en écoulement seraient peu influencées par la *fermeté* ce qui explique la grande similitude avec les purées de fruits sur ce critère.

Cette étude a également montré la limite de la mesure de rétro-extrusion. Le paramètre *périmètre*, caractéristique des irrégularités des courbes d'enfoncement du piston dans le produit, dues au passage des particules dans l'entrefer, a été étudié dans le but de pouvoir quantifier la taille des particules. **Or, cette mesure semble efficace dans une partie limitée du domaine étudié : pour les suspensions les plus concentrées avec les particules les plus molles.** Elle fournit des résultats inversement proportionnels à la taille des particules lorsque, au contraire, les suspensions sont constituées de particules les plus fermes et peu nombreuses. Dans ce dernier cas, les particules passeraient en moins grand nombre dans l'entrefer à cause d'un effet de tassement, ce qui provoquerait une diminution des irrégularités de la courbe de force en fonction de la distance d'enfoncement. Aucune des mesures rhéologiques étudiées n'est directement reliée à la taille des particules. **A nouveau, la mesure granulométrique semble la plus simple et la plus efficace pour estimer la taille des particules** et l'utilisation de mesures de rétro-extrusion pour compléter les autres mesures plus fondamentales ne semble pas avoir d'intérêt ici.

2. Influence de la structure sur la perception sensorielle

Cinq descripteurs ont été évalués pour décrire les suspensions modèles : *humidité*, *granulosité visuelle* et *en bouche* ainsi que *consistance visuelle* et *en bouche*. Comme pour les purées de fruits du commerce, l'étude exploratoire des suspensions modèles (issues d'un plan d'expériences complet) avait montré une forte corrélation entre la *granulosité visuelle* et la *granulosité en bouche* d'une part, et la *consistance visuelle* et la *consistance en bouche* d'autre part (Figure 77).

2.1.1. Résultats du profil sensoriel

Les résultats de l'ACP concernant l'évaluation sensorielle des 26 suspensions modèles sont présentés en Figure 110. Comme pour les paramètres rhéologiques, les niveaux des facteurs de structure ont été ajoutés en variables supplémentaires, afin de visualiser les effets des paramètres de structure sur la perception sensorielle globale de la texture.

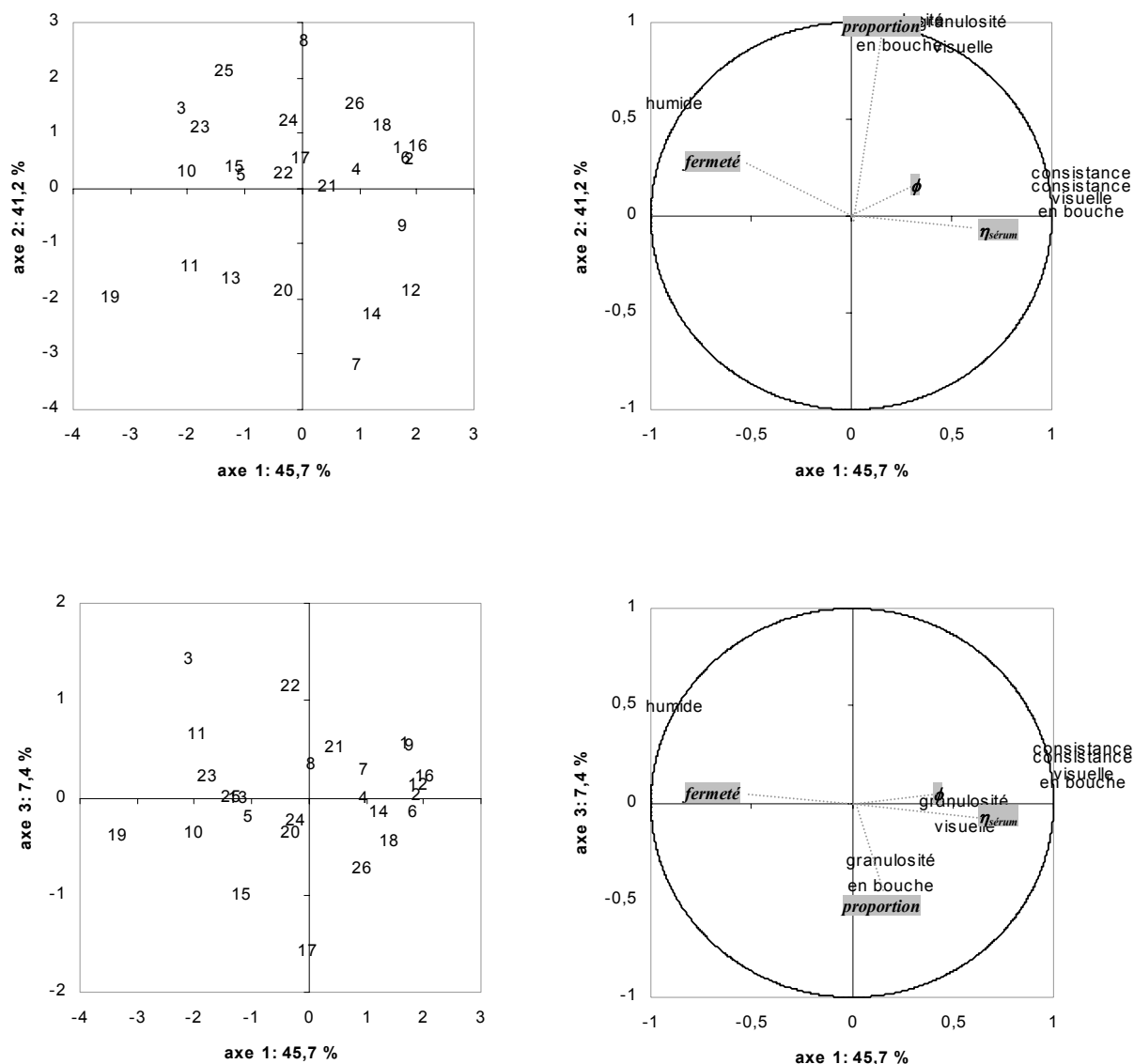


Figure 110 : Résultats de l'ACP sur l'espace produits des 26 suspensions modèles. En grisé, les niveaux des 4 facteurs de structure en variables supplémentaires

Comme pour les purées reconstituées, les deux notions, visuelle et en bouche, de *granulosité* et de *consistance* sont fortement corrélées. **Pour ce type de suspension, les informations issues de deux modes opératoires d'évaluation convergent aussi.** La première composante est un axe de *consistance*, influencé principalement par $\eta_{\text{sérum}}$, et la deuxième un axe de *granulosité*, influencé principalement par *proportion*. Comme pour les purées de fruits reconstituées, le caractère *humide* serait anti-corrélé aux descripteurs de consistance. **Il serait influencé, en revanche, par le facteur *fermeté*, facteur non étudié car non accessible pour les purées.**

Les produits sont globalement bien répartis sur les cartes sensorielles. Le produit 3 se trouve à l'extérieur du nuage de point et tendrait à se détacher des autres produits selon le caractère *humide*. Même si la distance entre ce produit et les autres paraît plus faible sur cette carte que sur la carte rhéologique (Figure 102), **les sujets ont quand même identifié des différences, et ce, plus que pour les purées reconstituées où le produit 3 semblait très proche des autres produits.**

2.2. Effet des facteurs de structure

Une régression linéaire multiple entre les niveaux des facteurs et chacune des réponses (notes moyennes du panel pour chacun des descripteurs) a permis de déterminer une équation de régression permettant de modéliser les variations de chaque descripteur en fonction de chaque facteur de structure (X_i), tout en tenant compte des effets quadratiques de chaque facteur (X_i^2) et des différentes interactions ($X_i X_j$).

2.2.1. Qualité du modèle

L'analyse de la probabilité associée au F de Fischer a permis d'évaluer la qualité du modèle proposé (Tableau 46). Des essais ont été réalisés sur les valeurs brutes et d'autres sur les valeurs exprimées en logarithme.

Tableau 46 : Probabilité associée au F de Fischer concernant la régression entre les valeurs expérimentales (brutes ou transformées en logarithme) et le modèle proposé à partir des niveaux du plan d'expériences pour les suspensions modèles

	humidité	granulosité visuelle	granulosité en bouche	consistance visuelle	consistance en bouche
Valeurs brutes	0,127	<0,0001	<0,0001	0,016	0,013
Valeurs en log	0,113	<0,0001	<0,0001	0,022	0,034

Les probabilités de Fischer sont inférieures à 5% pour les descripteurs de *granulosité* et de *consistance, visuelles et en bouche*. Les quatre facteurs de structure permettent donc d'expliquer la majorité de la variance de ces descripteurs. Seul, le descripteur d'*humidité* possède une probabilité supérieure au seuil choisi. Le modèle ne permet donc pas d'expliquer la totalité de la variance entre les points expérimentaux. Cette probabilité reste cependant proche de 10% si les notes attribuées sont exprimées en logarithme. On considère donc le modèle logarithmique comme acceptable.

2.2.2. Influence de chaque paramètre

Le niveau d'influence de chaque facteur sur chaque descripteur considéré a pu alors être évalué grâce à la probabilité associée au t de Student (Figure 111). Plus cette probabilité est faible et plus le facteur est considéré comme influent.

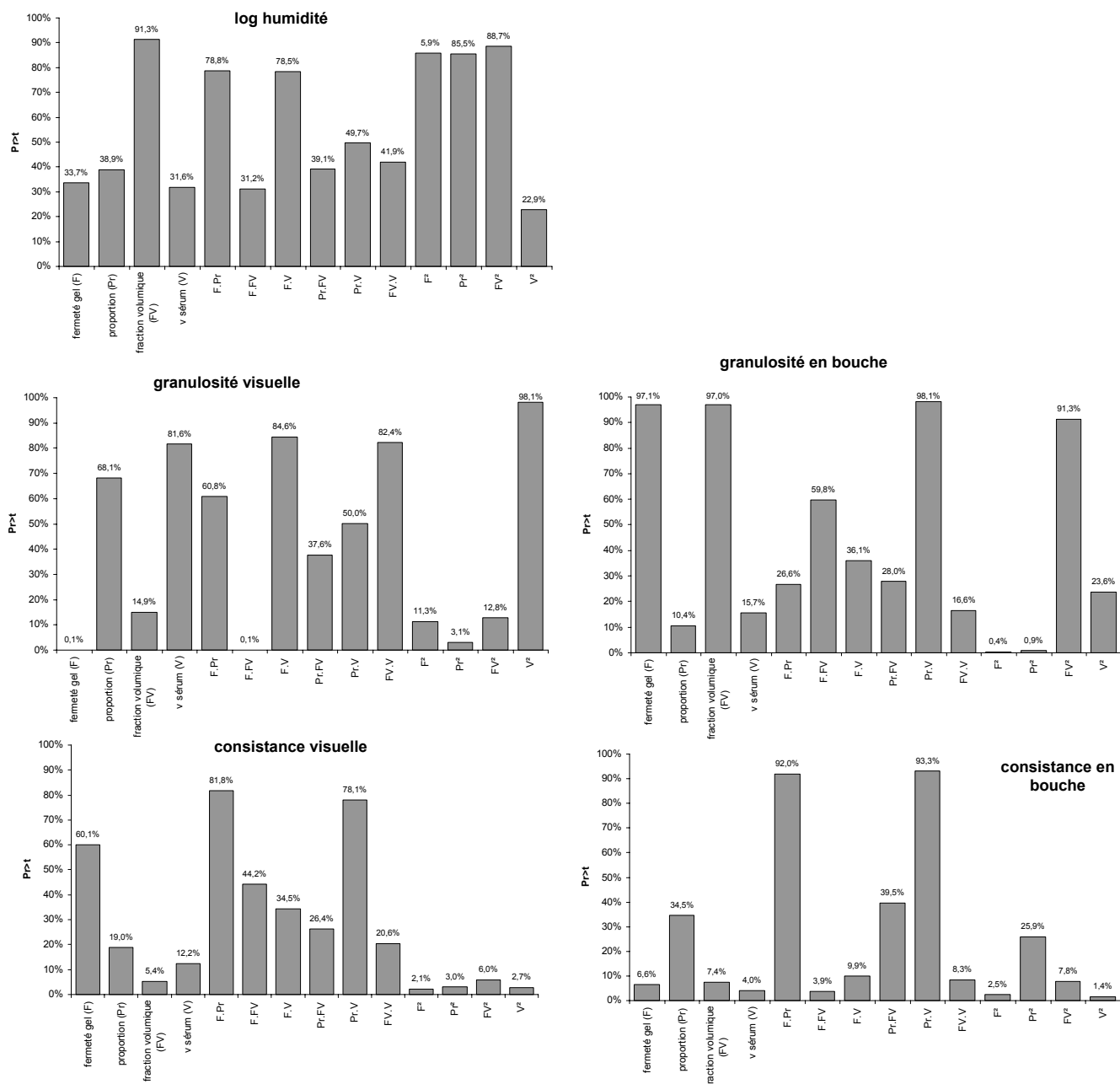


Figure 111 : Histogrammes des probabilités associées au t de Student de chaque facteur structural pour chaque descripteur sensoriel, pour les suspensions modèles

L'ensemble des probabilités associées au t de Student sont supérieures à 20% pour le descripteur *humidité*. Aucun facteur de structure en particulier ne permet donc d'expliquer la majorité de la variance entre les points expérimentaux. Ceci confirme

également le manque d'ajustement des modèles aux données expérimentales (Tableau 46). Le premier effet serait celui de l'effet quadratique de $\eta_{\text{sérum}}$ (probabilité égale à 22,9%).

Les descripteurs de *granulosité, visuelle et en bouche*, sont fortement influencés par les deux facteurs *fermeté* et *proportion*. La *granulosité visuelle* serait influencée par l'interaction de la *fermeté* avec la fraction volumique ϕ (probabilité de $F.FV$ égale à 0,1%). Les effets quadratiques deviendraient plus importants en bouche (probabilités F^2 et Pr^2 respectivement égales à 0,4 et 0,9%) qu'au visuel (probabilités F^2 et Pr^2 respectivement égales à 11,3 et 3,1%).

Les deux descripteurs de *consistance, visuelle et en bouche*, sont fortement influencés par les quatre facteurs de structure avec des effets quadratiques importants. Pour la *consistance en bouche*, l'effet de *proportion* serait moins important que pour la *consistance visuelle* et les effets quadratiques de *fermeté* et $\eta_{\text{sérum}}$ seraient prédominants (probabilités de F^2 et V^2 égales respectivement à 2,5 et 1,4%).

2.2.3. Surfaces de réponse

Les coefficients des polynômes du second degré avec interactions reliant chaque descripteur avec les facteurs de structure ont été reportés dans le Tableau 47.

Tableau 47 : Coefficients des polynômes du second degré reliant chacun des descripteurs sensoriels avec les paramètres structuraux

	log humidité	granulosité visuelle	granulosité en bouche	consistance visuelle	consistance en bouche
Constante	-0,973	-563	-24,4	-1021	-970
Fermeté (F)	-0,001	-0,072	-0,001	-0,010	-0,040
Proportion (Pr)	2,15	-15,7	79,1	61,7	46,1
ϕ (FV)	10,2	2194	-64,9	3628	3501
$\eta_{\text{sérum}}$ (V)	-0,013	0,044	0,338	0,370	0,545
F.Pr	$2,5 \cdot 10^{-5}$	-0,001	-0,002	$-4,0 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$
F.FV	0,002	0,137	0,019	0,027	0,084
F.V	$1,3 \cdot 10^{-7}$	$-1,4 \cdot 10^{-6}$	$8,2 \cdot 10^{-6}$	$-8,4 \cdot 10^{-6}$	$1,6 \cdot 10^{-5}$
Pr.FV	-3,92	62,5	-92,4	-94,8	-75,4
Pr.V	0,001	0,012	-0,001	0,006	-0,002
FV.V	0,018	-0,077	-0,604	-0,542	-0,0813
F^2	$-6,9 \cdot 10^{-9}$	-10^{-6}	$-2,6 \cdot 10^{-6}$	$-1,9 \cdot 10^{-6}$	$-1,9 \cdot 10^{-6}$
Pr^2	-0,039	-8,0	-12,3	-9,56	-4,85
FV^2	-12,2	-2132	172	-3224	-3168
V^2	$6,8 \cdot 10^{-6}$	$-2,0 \cdot 10^{-6}$	$-1,2 \cdot 10^{-4}$	$-2,5 \cdot 10^{-4}$	$-3,0 \cdot 10^{-4}$

Ces polynômes ont alors permis de calculer les surfaces de réponse et ainsi de construire des graphiques à 5 dimensions : les 4 facteurs de structure (variant selon les 5 niveaux du plan d'expériences) et la réponse en cinquième dimension. Le code couleur employé pour cette dernière (variant de blanc, pour les valeurs les plus faibles, à noir, pour des valeurs les plus élevées) permet d'analyser facilement l'évolution du paramètre considéré en fonction des 4 facteurs de structure. Différents angles de vue sont proposés de la Figure 112 à la Figure 116.

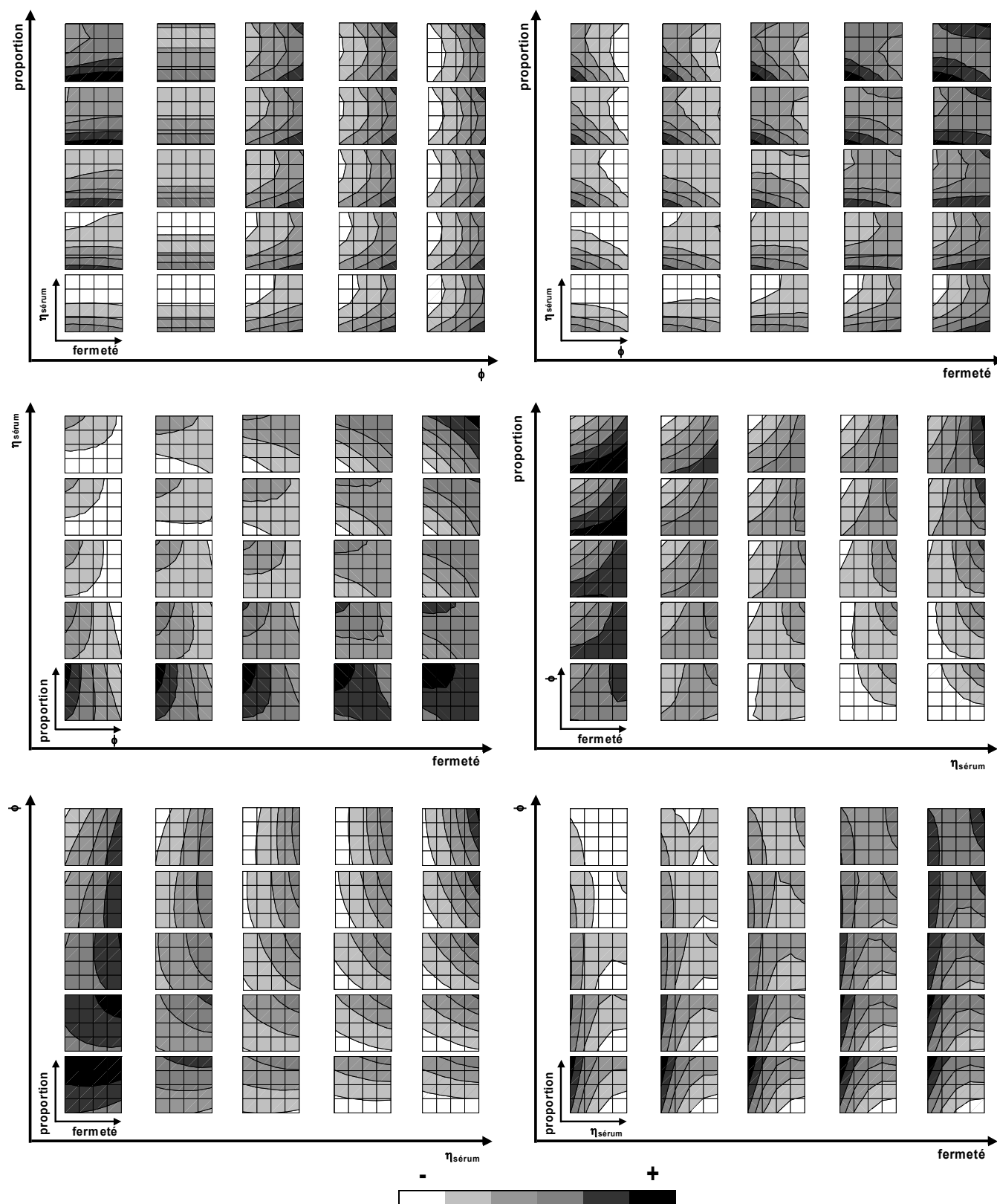


Figure 112 : Surfaces de réponse concernant l'**humidité** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

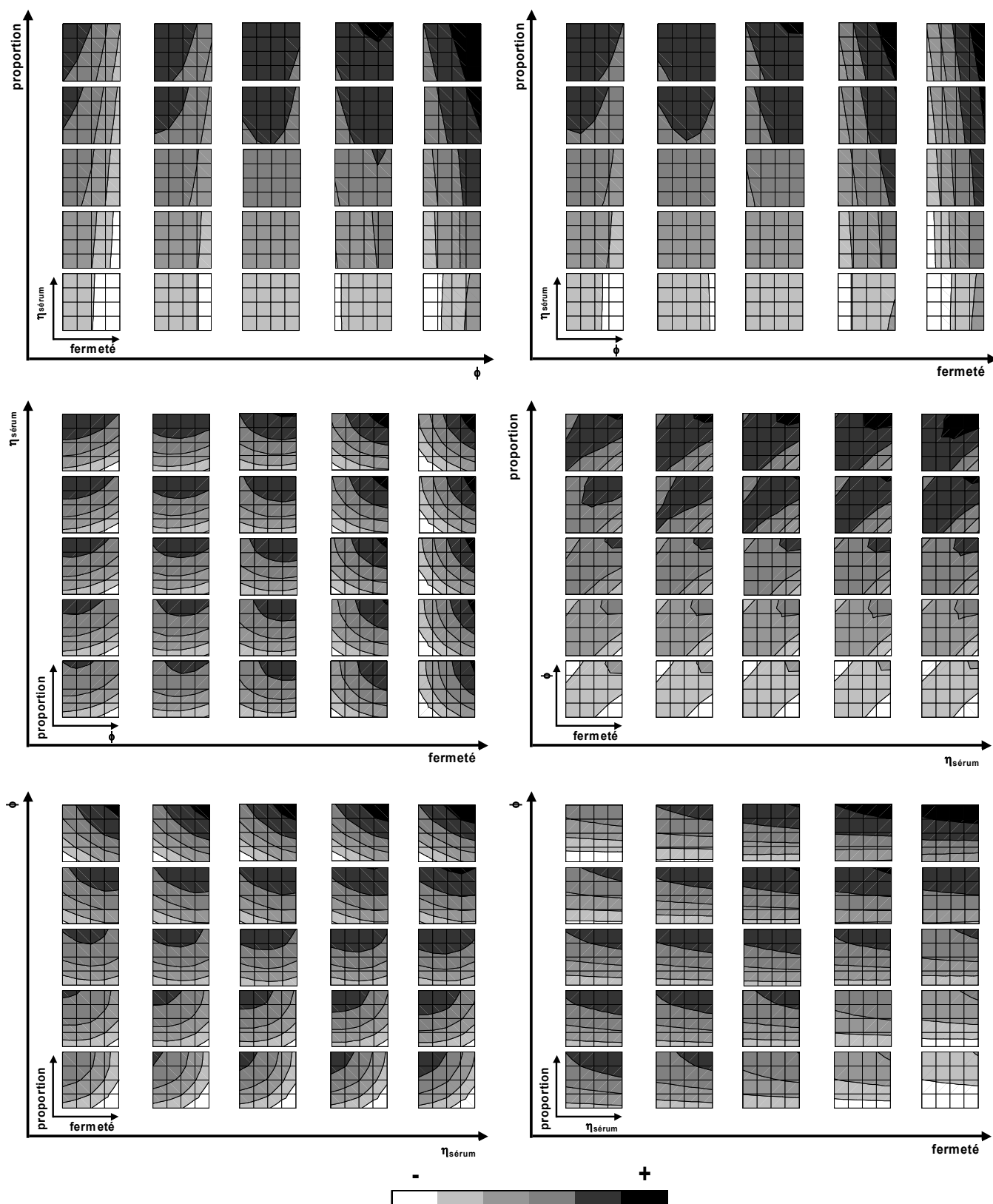


Figure 113 : Surfaces de réponse concernant **granulosité visuelle** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

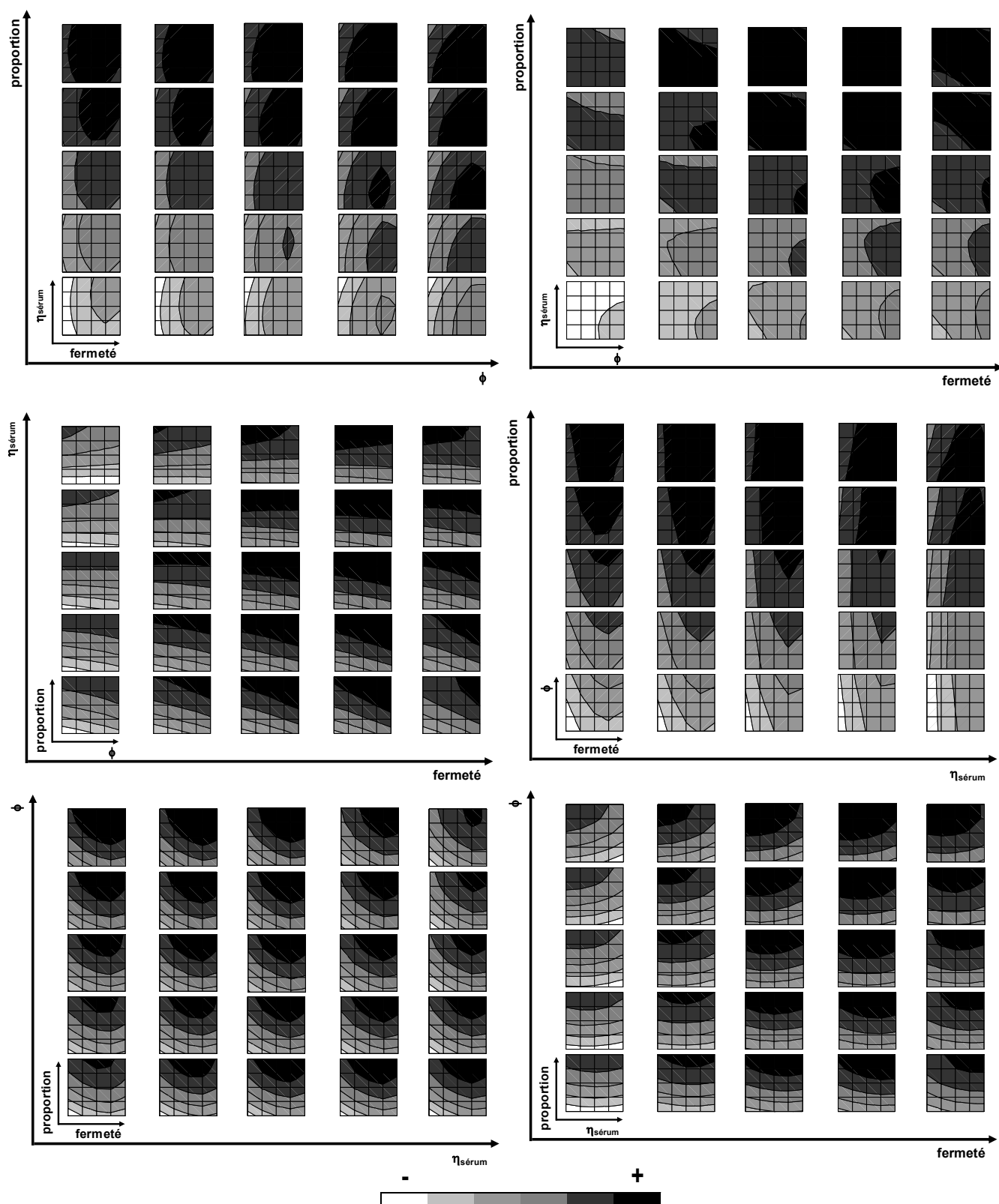


Figure 114 : Surfaces de réponse concernant **granulosité en bouche** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

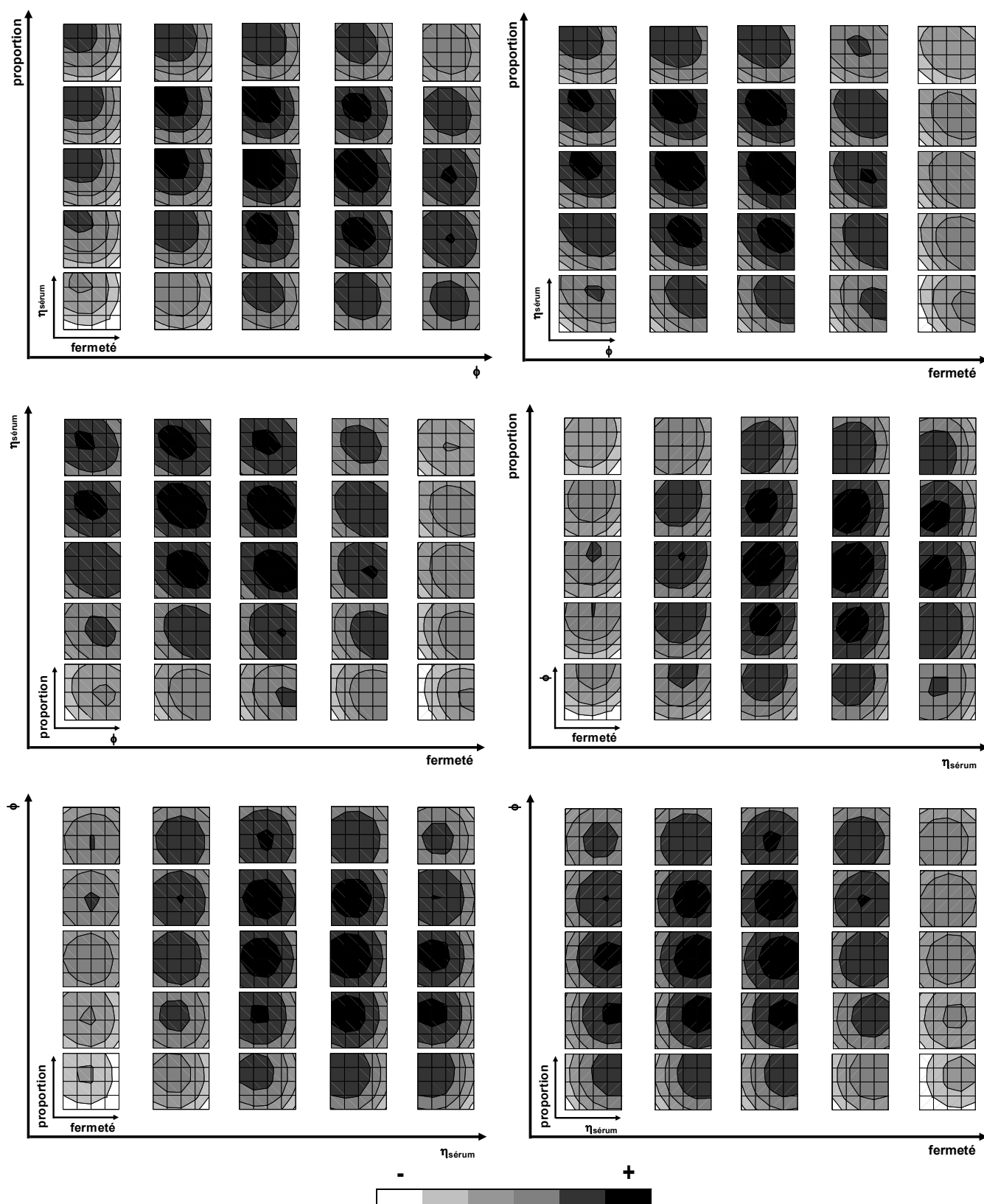


Figure 115 : Surfaces de réponse concernant **consistance visuelle** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

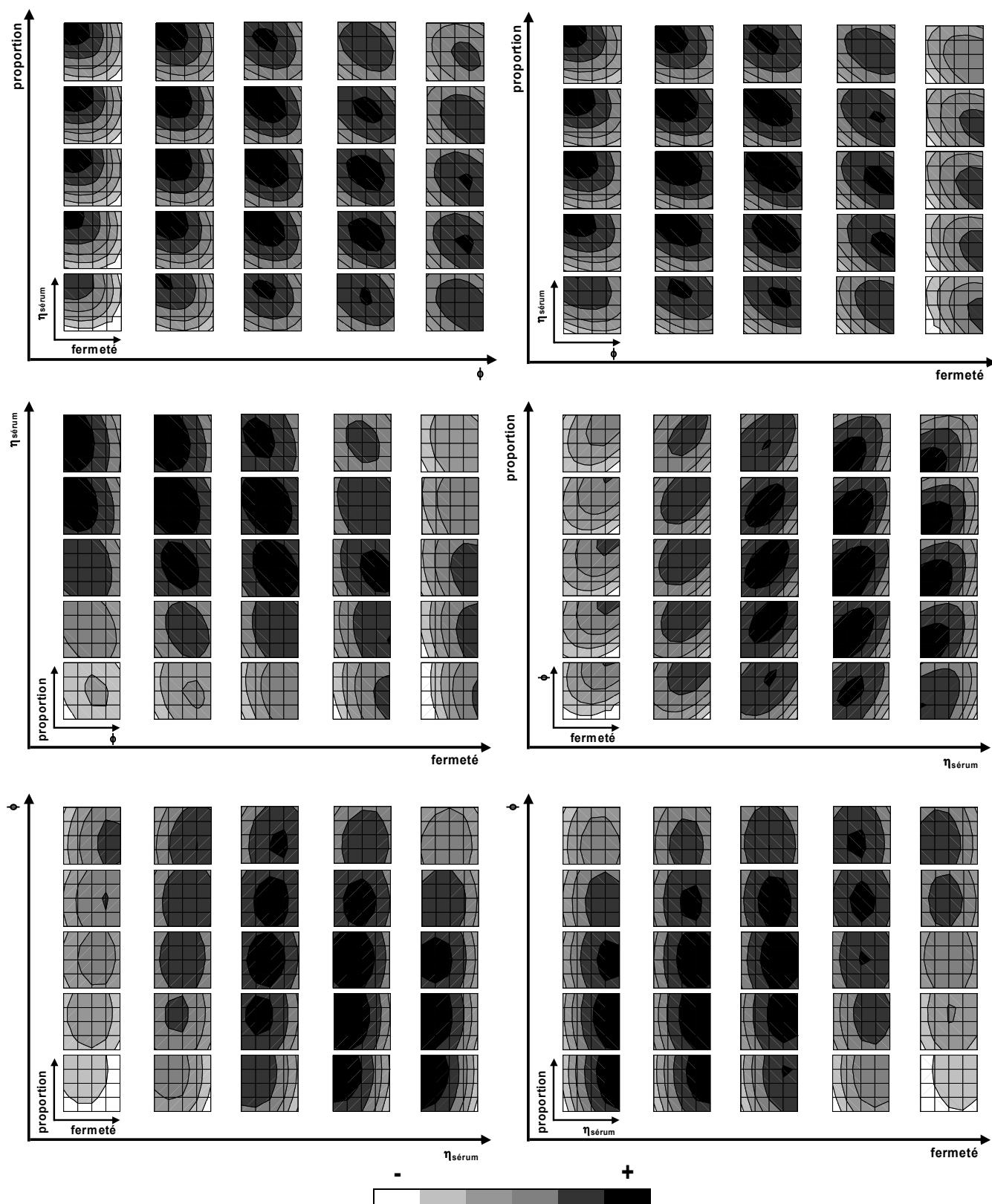


Figure 116 : Surfaces de réponse concernant **consistance en bouche** des purées reconstituées en fonction des quatre facteurs de structure

Le caractère *humide* est influencé par de nombreuses interactions entre facteurs. Quand ϕ est élevé, il augmente avec le facteur *fermeté*. Quand ϕ est faible, il diminue avec $\eta_{\text{sérum}}$ et augmente avec *proportion*. Quand $\eta_{\text{sérum}}$ est faible, il diminue avec ϕ mais quand $\eta_{\text{sérum}}$ est élevé, il augmente avec ϕ et *proportion*.

La *granulosité visuelle* augmenterait surtout avec le facteur *proportion*, quel que soit le niveau des autres facteurs. Elle augmenterait également avec *fermeté* quand ϕ est faible mais diminuerait lorsque ϕ est élevé. De même, elle augmenterait avec ϕ quand le facteur *fermeté* est élevé mais diminuerait lorsque *fermeté* est faible.

La *granulosité en bouche* augmenterait principalement avec la *proportion*. Elle augmenterait aussi avec la *fermeté* et ϕ . Ce descripteur serait peu influencé par les interactions entre facteurs.

Les deux profils de surfaces de réponse de *consistance visuelle* et de *consistance en bouche* sont très proches. Ces descripteurs évoluent de façon parabolique avec les 4 facteurs de structure, en passant systématiquement par un maximum. En d'autres termes, **ils augmentent puis diminuent avec l'augmentation de chacun des facteurs de structure.**

2.3. Conclusion

Comme pour les purées de fruits, les perceptions visuelle et en bouche de la *granulosité* augmenteraient principalement avec la taille des particules (*proportion*). La perception en bouche augmenterait, en plus, avec la fermeté et la fraction volumique des particules. La perception visuelle serait également influencée par une interaction forte entre la concentration en particules et leur rigidité. Pour des rigidités faibles, cette perception diminue avec la concentration volumique alors qu'elle augmente pour des fermetés élevées. Ce phénomène est difficilement interprétable.

Comme pour les purées de fruits également, la perception de la *consistance*, en bouche et visuelle, augmente avec les différents facteurs de structure, et principalement avec la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$). En revanche, et contrairement aux purées de fruits, les valeurs de *consistance* diminueraient après être passées par un maximum. Ce phénomène est encore une fois difficile à interpréter. On peut supposer que la viscosité élevée du sérum pourrait jouer un rôle de lubrifiant du système et ainsi diminuer la perception de la consistance. Pour l'influence des autres facteurs, aucune hypothèse n'est avancée.

Enfin, le caractère *humide* serait, quant à lui, influencé par de nombreuses interactions entre facteurs. Ce paramètre semble cependant fortement influencé par la fraction volumique (ϕ) et la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$), comme pour les purées de fruits. Pour ce descripteur, l'effet de la *fermeté* est également important, lorsque la fraction volumique est élevée.

3. Prédiction de la perception sensorielle

Comme pour les purées de fruits reconstituées, deux méthodes ont été testées afin de proposer un modèle de prédiction de la perception sensorielle par des mesures instrumentales : la régression linéaire multiple progressive et la régression PLS. La première méthode permet de ne tenir compte que des variables explicatives significatives en écartant du modèle les variables corrélées. La deuxième méthode, au contraire, propose un modèle avec l'ensemble des variables sélectionnées mais tenant compte des corrélations entre elles.

3.1. Modèle par régression linéaire multiple progressive

La régression linéaire progressive a été appliquée aux 9 données instrumentales étudiées pour les 26 suspensions modèles (Tableau 48). Ces données sont à la fois structurales : *proportion*, ϕ , $\eta_{\text{sérum}}$, et *fermeté*, et rhéologiques : $\tan\delta_l$, σ_{sl} , G'_l , η_{64-10s} et n_{retour} . Le facteur *périmètre* n'a pas été pris en compte car la fiabilité de ses résultats est contestable (p265).

Tableau 48 : Résultats de la régression linéaire multiple pour chacun des descripteurs sensoriels, calculés à partir des 9 paramètres de structure et rhéologiques pour les 26 suspensions modèles.

	Modèles	R ²
Humidité	$-1,2 + 22,1 \cdot n_{\text{retour}} + 0,11 \cdot \sigma_{sl}$	0,634
Granulosité visuelle	$1,8 + 10,6 \cdot \text{proportion}$	0,771
Granulosité en bouche	$1,2 + 14,0 \cdot \text{proportion}$	0,736
Consistance visuelle	$-1,8 + 5,5 \cdot 10^{-3} \cdot \eta_{64-10s}$	0,567
Consistance en bouche	$-2,2 + 5,8 \cdot 10^{-3} \cdot \eta_{64-10s}$	0,549

Le même style de modèles simples que pour les purées de fruits reconstituées (Tableau 41) a été trouvé pour prédire les descripteurs de *consistance* et de *granulosité*. Une

mesure de η_{64-10s} pourrait ainsi suffire à prédire la *consistance visuelle* et *en bouche*, tandis qu'une simple mesure de *proportion* pourrait suffire à prédire la *granulosité visuelle* et *en bouche*.

L'humidité, comme pour les purées de fruits, serait une perception plus complexe avec un modèle impliquant une combinaison de paramètres. Pour les suspensions modèles, le modèle prend en compte l'indice de comportement n_{retour} et le seuil d'écoulement en sortie de linéarité σ_{sl} . Ces deux paramètres sont différents de ceux trouvés pour les purées de fruits, qui étaient G'_l et $\eta_{\text{sérum}}$.

3.2. Modèle par PLS

Comme pour les purées reconstituées, plusieurs modèles de PLS ont été étudiés afin de trouver le meilleur ajustement pour prédire la perception sensorielle globale (Tableau 49). Le premier modèle (*modèle 1*) a utilisé l'ensemble des 9 paramètres structuraux et rhéologiques. Le deuxième modèle (*modèle 2*) a utilisé les paramètres établis comme importants lors de la régression linéaire multiple progressive (Tableau 48). Le troisième modèle (*modèle 3*) a utilisé des paramètres structuraux et rhéologiques indépendants, appartenant à des groupes différents de paramètres corrélés (Figure 81). Enfin, le quatrième modèle (*modèle 4*) a utilisé les seuls paramètres apparemment impliqués dans des corrélations directes avec les descripteurs de la partie 4 exploratoire (Figure 82).

Tableau 49 : Les différents modèles étudiés par PLS et coefficients d'ajustement

Paramètres instrumentaux	Modèle 1	Modèle 2	Modèle 3	Modèle 4
Fermeté	x			
Proportion	x	x	x	x
ϕ	x		x	
$\eta_{\text{sérum}}$	x			
$\tan\delta_l$	x		x	
σ_{sl}	x	x	x	x
G'_l	x		x	x
η_{64-10s}	x	x	x	x
n_{retour}	x	x	x	
$Q^2(\text{cum})$	0,579	0,547	0,540	0,172

Contrairement aux purées de fruits, le *modèle 1*, avec l'ensemble des paramètres instrumentaux, fournit le meilleur ajustement pour prédire la perception sensorielle des suspensions modèles. Chaque paramètre apporte donc une information significative au modèle.

Les coefficients du polynôme issu du *modèle 1* reliant chaque descripteur et les paramètres instrumentaux considérés sont présentés dans le Tableau 50.

Tableau 50 : Coefficients de la PLS pour chacun des descripteurs sensoriels, calculés à partir du modèle 1 pour les 26 suspensions modèles issues du plan d'expériences central composite.

	Humidité	Granulosité visuelle	Granulosité en bouche	Consistance visuelle	Consistance en bouche
Constante	10,5	3,6	4,5	-0,97	-0,91
Fermeté (Pa)	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$-2,4 \cdot 10^{-4}$	$2,4 \cdot 10^{-3}$	-0,001	$-7,5 \cdot 10^{-4}$
Proportion	1,8	11,3	14,2	0,87	0,33
ϕ	-1,0	-4,6	-5,7	-0,23	0,018
$\eta_{\text{sérum}}$ (mPa.s)	$5,9 \cdot 10^{-3}$	0,012	-0,015	$-1,1 \cdot 10^{-3}$	$5,7 \cdot 10^{-3}$
$\tan\delta_1$	-1,5	-6,1	-7,5	-0,21	0,13
σ_{sl} (Pa)	0,10	$3,6 \cdot 10^{-2}$	-0,16	-0,06	-0,082
G'_1 (Pa)	$8 \cdot 10^{-3}$	0,016	$4,0 \cdot 10^{-4}$	$7,1 \cdot 10^{-3}$	$9,8 \cdot 10^{-3}$
η_{64-10s} (mPa.s)	$-3,4 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$2,2 \cdot 10^{-3}$	$5,4 \cdot 10^{-3}$	$4,5 \cdot 10^{-3}$
n_{retour} (Pa.s ⁿ)	-0,93	-4,0	-4,9	-0,19	0,032
R ²	0,743	0,839	0,891	0,724	0,619

Le modèle proposé par la régression PLS fournit un meilleur ajustement que la régression linéaire multiple progressive, avec des coefficients de corrélation plus élevés.

3.3. Validation

Les résultats du profil Flash concernant les suspensions modèles issues du plan d'expériences complet ont été utilisés afin de valider les modèles proposés par la régression linéaire multiple et la régression PLS. Pour chacune des formules, une note par descripteur a été calculée à partir des données instrumentales. Les notes ainsi obtenues ont été ajoutées en variables supplémentaires sur le cercle des corrélations issues de l'APG, selon la même démarche que pour les purées de fruits reconstituées (Figure 117 et Figure 118).

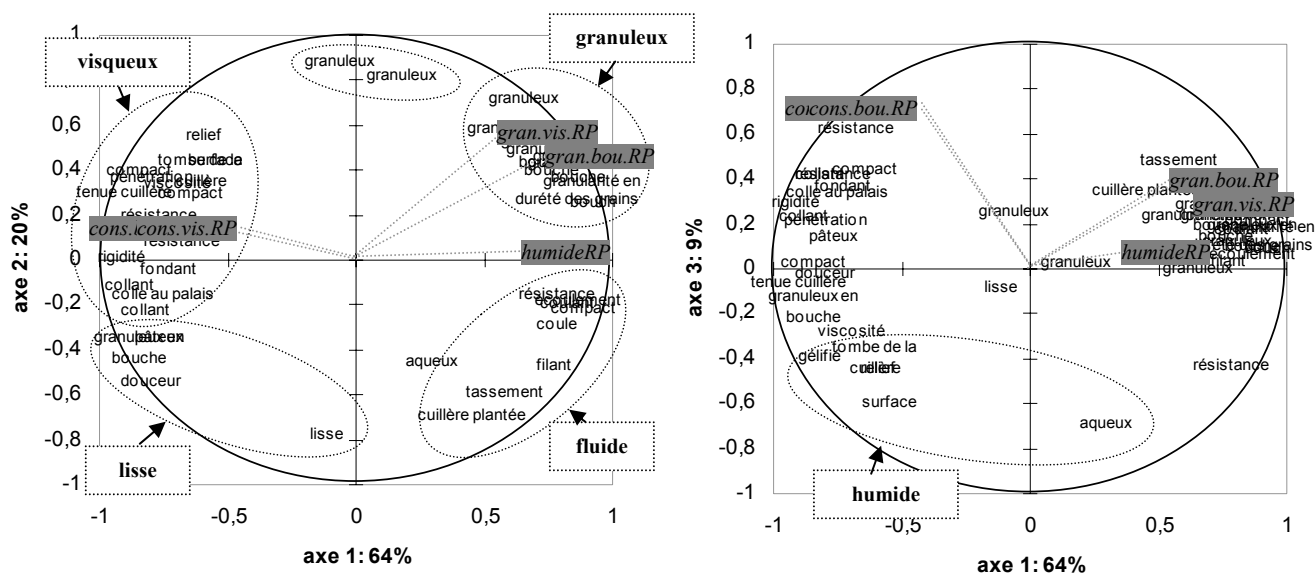


Figure 117 : Cercles des corrélations de l'APG concernant l'étude sensorielle des 16 suspensions modèles, évaluées par profil Flash. Les notes issues du modèle prédictif fourni par la régression linéaire multiple progressive (RP) ont été ajoutées en variables supplémentaires.

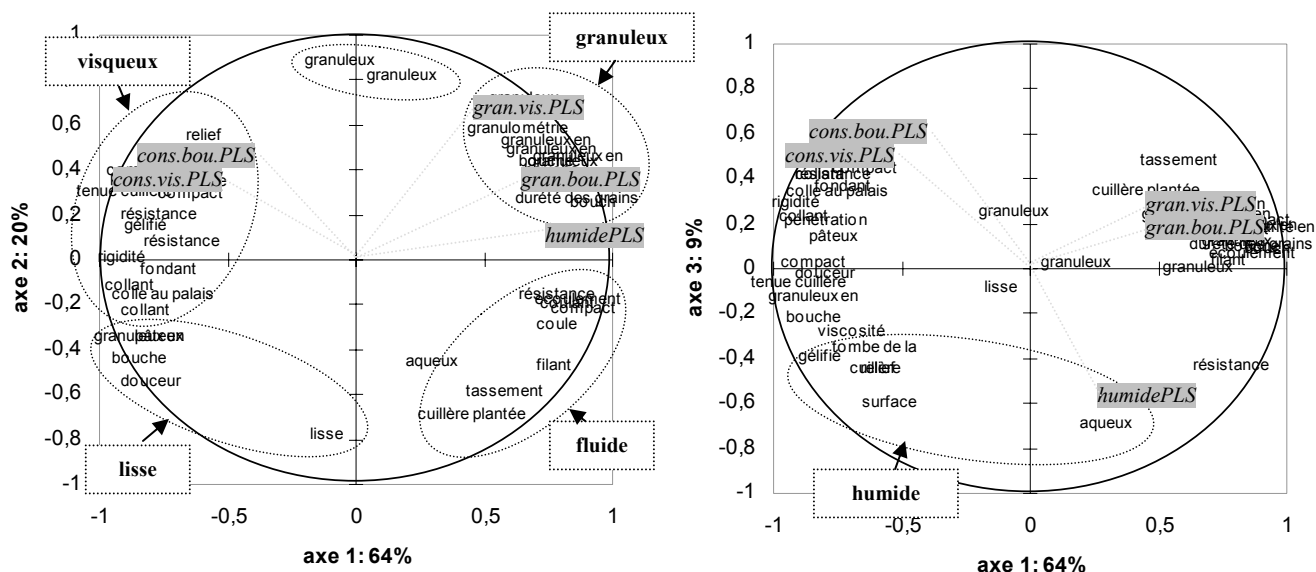


Figure 118 : Cercles des corrélations de l'APG concernant l'étude sensorielle des 16 suspensions modèles, évaluées par profil Flash. Les notes issues du modèle prédictif fourni par la régression PLS ont été ajoutées en variables supplémentaires.

Comme pour les purées de fruits reconstituées, les résultats des deux modèles sont cohérents avec les données expérimentales des descripteurs relatifs à la *consistance* et à la *granulosité*. Le modèle proposé par la PLS concernant le descripteur *humide* semble également mieux s'ajuster que celui de la régression progressive. La notion prédite par le modèle de la PLS se rapprocherait du descripteur *aqueux* sur le troisième axe.

3.4. Conclusion

Comme pour les purées de fruits, le modèle proposé par la régression linéaire multiple progressive paraît simple et efficace pour prédire la *consistance* et la *granulosité* des suspensions. Les mêmes paramètres prédictifs ont ainsi été trouvés : une mesure de viscosité apparente (η_{64-10s}) des produits permettrait de prédire la perception de *consistance* à la fois *en bouche* et *visuelle* tandis qu'une mesure de granulométrie (*proportion*) permettrait de prédire la *granulosité en bouche* et *visuelle*.

En revanche, pour le descripteur d'*humidité*, le modèle proposé par la régression progressive semble moins bien s'ajuster aux données expérimentales que celui de la PLS. Ce descripteur pourrait ainsi être prédit, mais par une combinaison de l'ensemble des paramètres structuraux et rhéologiques étudiés.

4. Bilan sur l'étude des suspensions modèles

Quatre paramètres de structure ont été étudiés pour les suspensions modèles :

- la fraction volumique (ϕ), pour l'étude de la concentration en particules
- la *fermeté* des particules
- le paramètre *proportion* (des plus grosses particules sur les plus fines), pour l'étude de la taille des particules
- la viscosité apparente du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$), pour l'étude des propriétés de la phase continue

La démarche adoptée pour les suspensions modèles a été la même que pour les purées de fruits du commerce, l'objectif étant d'obtenir des éléments de comparaison entre ces deux types de suspensions. L'influence des quatre facteurs de structure sur la rhéologie et la perception sensorielle a donc été étudiée, et des modèles de prédiction de la perception sensorielle par des mesures instrumentales ont été établis.

4.1. Les similitudes avec les purées de fruits

Comme les purées de fruits, le comportement rhéologique et la perception sensorielle des suspensions modèles sont influencés par certains paramètres de structure, selon des effets de premier ou second ordre, ainsi que par des interactions entre facteurs.

Le comportement rhéologique des suspensions modèles présente de grandes similitudes avec celui des purées de fruits en écoulement. η_{64-10s} est ainsi influencé principalement par la concentration en particules (ϕ) et par la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$). L'indice de comportement n_{retour} est également influencé par $\eta_{\text{sérum}}$.

Comme les purées de fruits, **la perception de la texture peut être décrite par trois notions principales : la granulosité, la consistance et l'humidité.** La notion de *pierreux* est absente. Cette notion a permis d'évaluer la présence de particules dures dans les purées, paramètre structural qui n'a pas été étudié pour les suspensions modèles. **Les effets de premier ordre sont similaires à ceux des purées de fruits :** la *granulosité* est influencée principalement par la taille des particules (*proportion*) et la *consistance* par la viscosité du sérum ($\eta_{\text{sérum}}$). L'*humidité* serait également influencée par les facteurs de concentration en particules et de viscosité du sérum.

La prédiction de la perception sensorielle reste réalisable par les mêmes mesures instrumentales simples que pour les purées de fruits : une mesure de viscosité apparente pour la consistance et une mesure granulométrique pour la granulosité. Ceci explique la proximité sensorielle entre les deux types de suspensions, déjà observée en Figure 79, dans l'étude exploratoire. Le descripteur d'*humidité*, comme les purées de fruits, reste prédictible grâce à la combinaison de plusieurs paramètres rhéologiques et structuraux.

4.2. Les avantages par rapport aux purées de fruits

Le principal avantage des suspensions modèles est l'accès à deux grandeurs caractéristiques : la fraction volumique et la fermeté.

Les résultats concernant les effets de la fraction volumique sur les propriétés rhéologiques et sensorielles des suspensions modèles permettent de tirer des conclusions

similaires à celles déjà faites pour le pourcentage de pulpe sur les purées de fruits. La concentration en particules influence ainsi les propriétés des produits en écoulement et les mesures de cohésion de la structure du produit au repos (G'). Elle influencerait également la perception de la *granulosité* et de *consistance*. Ce paramètre présenterait en revanche l'avantage de pouvoir vérifier l'applicabilité des modèles présentés en Tableau 2, reliant la viscosité relative et la fraction volumique (modèles de Frankel et Acrivos ou de Quemada) sur ce type de milieux.

Le principal avantage des milieux modèles est la maîtrise de la fermeté des particules. Ce paramètre de structure posséderait une influence non négligeable sur le comportement des produits aux faibles déformations. **L'influence des autres paramètres de structure (taille des particules, concentration et viscosité du sérum) dépend ainsi du niveau de fermeté des particules.** Par exemple, l'influence de la concentration en particules, celle de la taille des particules et enfin celle de la viscosité du sérum sur le caractère viscoélastique des suspensions modèles ne sont visibles que pour des suspensions constituées de particules peu rigides. De même, l'effet de la viscosité du sérum et celui de la concentration en particules sur la cohésion des suspensions modèles ne sont visibles que pour des suspensions constituées de particules rigides.

On peut supposer que les propriétés physiques des particules influenceraient plus spécifiquement les propriétés rhéologiques des suspensions aux faibles déformations. On avait déjà remarqué une différence de niveau de cohésion (G') des suspensions au repos, due à la nature même des particules (Tableau 32). Les suspensions constituées de particules de gel sont ainsi moins cohésives que les particules de fruits. Ces propriétés rhéologiques n'étant pas prise en compte dans la perception sensorielle de ce type de suspensions (seuls les paramètres caractéristiques du comportement en écoulement le sont), les produits sont perçus comme sensoriellement proches. **Les mesures en régime dynamique seraient ainsi utiles pour évaluer l'influence des propriétés physiques de la phase dispersée.**

4.3. Conclusions sur la mesure de rétro-extrusion

L'étude spécifique réalisée sur le *périmètre* issu de l'expérience de rétro-extrusion n'a pas montré l'efficacité d'un tel paramètre pour accéder à la taille des particules. L'efficacité de

cette mesure s'est limitée aux suspensions constituées de particules molles et concentrées. Les suspensions constituées, au contraire, de particules rigides et peu concentrées, sont sujettes à une plus forte sédimentation (p175), ce qui a eu pour conséquence très certainement, un effet de tassement des particules lors de la pénétration du piston dans le produit. **Cette mesure ne semble donc pas pertinente pour caractériser notre espace produits. La mesure granulométrique semble la plus simple pour estimer la taille des particules.**

Conclusion générale et perspectives

Le premier objectif de ce travail était de comprendre l'influence d'un certain nombre de paramètres de structure sur le comportement rhéologique et la perception sensorielle des suspensions concentrées de particules. Le deuxième objectif était de proposer des mesures instrumentales simples dans le but de prédire la perception sensorielle de ce type de milieux.

Pour répondre à ces objectifs, trois espaces produits ont été étudiés : des purées de fruits du commerce (de pommes et poires), à structure et propriétés non maîtrisées et caractérisées, des purées de fruits reconstituées, à structure maîtrisée, ainsi que des suspensions fabriquées à partir de gel d'alginate broyé dans du jus de pommes plus ou moins épaissi, également à structure maîtrisée. Ces deux derniers milieux ont été développés pour comprendre l'influence des différents paramètres de structure sur la texture. A travers l'étude des milieux modèles, un troisième objectif était d'établir les avantages et les limites de tels milieux pour comprendre les relations entre la structure et les propriétés des milieux réels que sont les purées de fruits.

Quels paramètres permettent de décrire les propriétés des suspensions étudiées ?

Une étude dite exploratoire des produits du commerce a permis d'identifier les facteurs de structure, les paramètres rhéologiques et les descripteurs sensoriels les plus pertinents pour décrire les propriétés de texture des purées de pommes et poires. Ceux-ci ont été confirmés par l'étude préliminaire des milieux modèles.

➤ Quatre facteurs de structure ont ainsi été retenus pour chaque milieu :

- la **quantité de pulpe** (*pulpe*'), liée à la concentration en particules des purées de fruits et qui, en pratique, peut être modifiée par centrifugation des produits. Pour les suspensions modèles, la concentration en particules a été caractérisée par la **fraction volumique** (ϕ), qui correspond au volume réellement occupé par les particules dans la suspension.
- la **viscosité apparente du sérum** ($\eta_{\text{sérum}}$), dépendante des pectines solubilisées par les traitements mécaniques et thermiques du procédé de transformation des fruits en purées, mais aussi de l'ajout éventuel de guar. Ce même paramètre a été étudié pour les suspensions modèles, composées de jus de pommes plus ou moins épaissi en guar.

- la **granulométrie** (*proportion*), fonction du broyage des purées de fruits (étape dite d'affinage lors du procédé de transformation). Ce même paramètre a été étudié pour les suspensions modèles.
- le **pourcentage de cellules pierreuses** (*%pierreux*), directement fonction de la quantité de poire dans la purée de pommes. Pour les suspensions modèles, un paramètre différent a été étudié : la **fermeté des particules** (*fermeté*), contrôlée lors de la fabrication du gel d'alginate.

Chacun de ces paramètres varie de façon maîtrisée et indépendante, ce qui a permis de construire les formules étudiées selon un plan d'expériences.

➤ Cinq paramètres rhéologiques ont été retenus pour les deux types de suspensions. Un sixième a été ajouté spécifiquement pour les suspensions modèles :

- la **viscosité apparente à $64s^{-1}$ au bout de 10s** (η_{64-10s}), relative au comportement du produit en écoulement.
- L'**indice de comportement** (n), relatif aux propriétés rhéofluidifiantes des produits. Plus n est petit et plus le milieu est rhéofluidifiant.
- Le **module conservatif dans le domaine linéaire** (G'_l), relatif à l'état du produit au repos et qui traduit sa rigidité dans le domaine des déformations réversibles (en dessous du seuil d'écoulement).
- La **tangente de l'angle de perte** ($\tan\delta_l$), relative aux propriétés viscoélastiques des suspensions. Plus la valeur de ce paramètre est petite et plus le milieu est élastique. Plus elle est grande et plus la dissipation visqueuse est importante.
- Le **seuil d'écoulement** (σ_{sl}), déterminé par la sortie du domaine de linéarité et qui marque la contrainte limite à partir de laquelle le produit se déforme de manière irréversible, c'est-à-dire s'écoule.
- Un **paramètre de rétro-extrusion**, le *périmètre*, qui correspond à la mesure des irrégularités de la courbe de force en fonction de la distance d'enfoncement du piston dans le produit et liées au passage des particules dans l'entrefer. Ce paramètre a été étudié spécifiquement pour les suspensions modèles pour vérifier si une telle mesure empirique pouvait compléter de façon pertinente les mesures

plus fondamentales, dans le but d'avoir une donnée rhéologique directement liée à la taille des particules. Mais, la fiabilité d'une telle mesure n'a pas été vérifiée que pour certaines suspensions, constituées de particules rigides et peu concentrées. Ce paramètre a donc été écarté.

➤ Les purées de fruits ont montré des corrélations plus ou moins fortes entre les paramètres η_{64-10s} , G'_l et σ_{sl} . Les deux autres paramètres n et $\tan\delta_l$ sont indépendants. Les suspensions modèles n'ont en revanche montré aucune corrélation forte entre ces cinq paramètres.

➤ Cinq descripteurs sensoriels ont été étudiés. Un sixième a été ajouté pour les purées de fruits :

- la **granulosité visuelle**
- la **granulosité en bouche**
- la **consistance visuelle**, évaluée à la cuillère
- la **consistance en bouche**
- l'**humidité**
- le **pierreux**, évalué spécifiquement pour les purées de fruits

➤ Pour les deux types de suspensions, la **granulosité visuelle** est corrélée à la **granulosité en bouche**, tandis que la **consistance visuelle** est corrélée à la **consistance en bouche**. **Bien que les protocoles d'évaluation soient différents, les perceptions visuelle et en bouche fournissent deux informations convergentes du point de vue du positionnement des produits.**

L'étude approfondie des milieux maîtrisés (purées de fruits reconstituées et suspensions modèles) a permis de dégager des conclusions nettes concernant l'influence des différents facteurs de structure sur les propriétés rhéologiques et sensorielles :

Quelle est l'influence des facteurs de structure sur le comportement rhéologique ?

➤ La quantité de particules (**pourcentage de pulpe**, pour les purées de fruits, ou de la **fraction volumique**, pour les suspensions modèles), ainsi que la **viscosité du sérum** possèdent des effets de **premier ordre** sur le comportement rhéologique des milieux étudiés.

- la quantité de particules influence la cohésion des suspensions au repos (G'_l), le seuil d'écoulement (σ_{sl}) et les propriétés d'écoulement (η_{64-10s}).
- La viscosité du sérum influence les propriétés viscoélastiques ($\tan\delta_l$), le comportement rhéofluidifiant (n) et les propriétés d'écoulement (η_{64-10s})

L'ensemble de ces paramètres rhéologiques augmente avec ces facteurs structuraux de premier ordre. Seul, $\tan\delta_l$ peut diminuer après avoir atteint un maximum. Pour les purées de fruits, on peut ainsi, toutes choses étant égales par ailleurs, modéliser l'évolution de η_{64-10s} par une relation simple du type : $\eta_{app}=A.pulpe^B$, quelle que soit la nature des particules de fruits. Les paramètres A et B de ce modèle vont dépendre de la viscosité et du caractère plus ou moins rhéofluidifiant du sérum.

➤ Pour les suspensions modèles, **l'effet de la fermeté des particules interagirait avec celui des différents facteurs de structure pour influencer plus particulièrement les paramètres rhéologiques issus des mesures aux petites déformations (G'_l et $\tan\delta_l$)**. Ainsi, en présence de particules plus rigides, la fraction volumique aurait une importance plus marquée sur G'_l et la viscosité du sérum une influence moins marquée sur $\tan\delta_l$ qu'en présence de particules plus molles.

➤ Pour les purées de fruits, le **pourcentage de pierreux serait un facteur de second ordre** et aurait une influence sur l'ensemble des paramètres rhéologiques étudiés. Toutefois, son influence est très dépendante du niveau de viscosité du sérum. Pour des sérums peu visqueux, la quantité de cellules pierreuses agirait pour augmenter les valeurs de chacun des paramètres rhéologiques (sauf n qui diminue). Pour des sérums très visqueux, son influence est contraire pour tous les paramètres, très certainement à cause d'un phénomène de lubrification des particules par le sérum épaissi.

➤ Pour les purées de fruits, **la taille des particules aurait également une importance de second ordre** sur les paramètres rhéologiques avec une augmentation de l'ensemble des paramètres rhéologiques (sauf n qui diminue) lorsque la taille augmente. L'influence de ce paramètre de structure sur la rhéologie des suspensions modèles est négligeable face aux autres facteurs.

Quelle est l'influence des facteurs de structure sur la perception sensorielle ?

➤ L'effet du **pourcentage de pulpe** (pour les purées de fruits) et de la **fraction volumique** (pour les suspensions modèles), ainsi que celui de la **viscosité du sérum** sont de **premier ordre sur les descripteurs de consistance**. Ils le sont aussi sur l'**humidité**. La *consistance* perçue en bouche et au visuel augmente tandis que l'*humidité* diminue avec l'augmentation de ces deux paramètres de structure.

➤ L'effet de la **granulométrie** est de **premier ordre sur la perception de la granulosité** des deux types de suspensions. Plus les particules sont grosses et plus la *granulosité visuelle* et en bouche est importante.

➤ L'effet du **pourcentage de cellules pierreuses** est de **premier ordre sur la perception du pierreux**. Elle influence également la perception de la *granulosité en bouche* des purées de fruits et ce surtout lorsque la viscosité du sérum est faible. On retrouve ici l'interaction entre la quantité de cellules pierreuses et la viscosité du sérum.

➤ La **fermeté des particules** (étudiée seulement sur les milieux modèles) influence la **perception de la consistance**. La fermeté serait également un **facteur de second ordre dans la perception en bouche de la granulosité**. Pour la perception de la *granulosité visuelle*, elle aurait un effet différent selon la fraction volumique, positif lorsque les suspensions sont concentrées et négatifs lorsqu'elles ne le sont pas.

➤ Les descripteurs évalués visuellement ou en bouche, de *consistance* et de *granulosité*, sont influencés différemment par les facteurs de structure. Les mécanismes de perception seraient donc différents (protocoles d'évaluation et récepteurs sensoriels impliqués). Cependant, ces descripteurs sont fortement corrélés, ils aboutissent donc à une position relative des produits très proche. **Les effets de premier ordre, identiques selon que la perception est visuelle ou en bouche, seraient ainsi prédominants.**

➤ **Au plan pratique**, la gestion des facteurs de premier ordre donne des leviers d'action clairs sur les descripteurs *consistance*, *granuleux* et *pierreux*. En première approche, l'étude des effets de premier ordre montre par exemple que la *consistance* (ou η_{64-10s}) des purées diminue globalement lorsqu'on broye (affinage), ou qu'on ajoute de la poire (cellules pierreuses) (pour les purées dont la phase continue est fortement visqueuse). Cette perte de consistance peut alors être compensée par un épaississement de la phase continue ou bien une concentration

des particules par centrifugation. La prise en compte des effets de second ordre et des interactions entre facteurs peut permettre d'augmenter le niveau de maîtrise de la texture des produits.

Quels paramètres instrumentaux, à la fois rhéologiques et structuraux, permettent de prédire la perception sensorielle ?

➤ Des modèles de prédiction multiparamétriques de la perception sensorielle ont été déterminés grâce à la régression PLS. Ils donnent des résultats globalement satisfaisants, qui ont pu être validés. Une modélisation monoparamétrique permet toutefois de fournir une approche plus simple tout aussi intéressante. Les résultats obtenus pour les purées de fruits et les suspensions modèles sont de ce point de vue tout à fait convergents.

- La *consistance visuelle* et la *consistance en bouche* peuvent être prédites par le paramètre η_{64-10s} . **Une mesure de viscosité à une vitesse de cisaillement de cet ordre de grandeur suffit donc à prédire la dimension sensorielle de consistance.**
- La *granulosité visuelle* et la *granulosité en bouche* peuvent être prédites par le facteur *proportion*. **Une mesure de la distribution granulométrique suffit donc à prédire la dimension sensorielle de granulosité.**
- Le *pierreux*, spécifique aux purées de fruits, peut être prédit par une mesure de pourcentage de cellules pierreuses, **directement dépendant de la quantité de poire dans la purée.**
- Seul, le caractère *humide* ne peut être prédit par une mesure simple parmi celles sélectionnées initialement. Des mesures de réflectance ou de séparation de phase (lyophorèse) pourraient être la solution mais cette voie n'a pas été explorée ici. Ce paramètre reste toutefois modélisable par une combinaison linéaire de l'ensemble des facteurs étudiés.

➤ Les paramètres issus de mesures aux faibles déformations (G'_l , $\tan\delta_l$ et σ_{sl}) ainsi que l'indice de comportement n ne participent pas de manière déterminante aux prédictions du comportement perçu en sensoriel.

Quels sont les avantages et les limites des milieux modèles ?

➤ **La principale différence entre les purées de fruits et les suspensions modèles est la nature même des particules.** Les particules des fruits sont constituées de parois végétales gonflées de sérum, fortement compressibles, alors que les particules de gel des suspensions modèles sont constituées d'un réseau de polymère, **difficilement compactable**. Ces dernières sont également de forme plus régulière. L'une des conséquences est **un comportement aux faibles déformations (mesuré par des mesures en régime dynamique) différent de celui des suspensions modèles**. Les particules de gel, moins compressibles, plus rigides et non imbriquées constitueraient une structure au repos **moins cohésive** que les particules de fruits.

➤ **Les suspensions modèles sont proches des purées de fruits en ce qui concerne :**

- leur comportement en écoulement, principalement influencé par les propriétés de la phase continue et la concentration en particules, et non par le type de particules. **Les suspensions modèles permettraient donc de simuler le comportement en écoulement des purées de fruits.**
- Les suspensions modèles sont également très proches des purées de fruits d'un point de vue sensoriel. Les mêmes notions permettent de décrire les deux types d'espaces produits et peuvent être prédites par les mêmes mesures instrumentales. La proximité sensorielle vient du fait que les mesures en régime dynamique ne participent pas à la perception de la consistance tandis la fermeté des particules n'est pas un facteur de premier ordre face à la taille des particules pour la perception de la granulométrie. **Les suspensions modèles permettraient donc de simuler les purées de fruits d'un point de vue sensoriel.**

➤ **Les suspensions modèles ont permis d'avancer dans la compréhension des suspensions.**

- La fraction volumique, pour les suspensions modèles, et le pourcentage de pulpe, pour les purées de fruits, permettent tous deux de caractériser la concentration en phase dispersée. **Même si le pourcentage de pulpe est une mesure empirique, il traduit les mêmes effets que la fraction volumique.** Aucune relation n'a cependant pu être établie de ce point de vue entre le pourcentage de pulpe et la fraction volumique des milieux modèles à cause de la différence de compressibilité entre les deux types de particules.

- Les suspensions modèles ont permis d'étudier **l'influence de la fermeté**, qui serait peut-être à rapprocher de la rigidité des particules de fruits. Ce facteur, comme on l'a vu plus haut, aurait une influence importante sur les différents paramètres mesurés aux faibles déformations.

➤ **Les milieux modèles sont donc intéressants pour comprendre d'un point de vue théorique l'effet de la structure des suspensions sur la rhéologie et la perception sensorielle. Toutefois, beaucoup d'information sur les effets de premier ordre a déjà été obtenue directement à partir de l'étude des purées de pommes et poires. Ces derniers milieux sont des milieux relativement simples, faciles à manipuler, et dont il est possible de contrôler également les principaux leviers d'action.**

Cette étude nous a également permis de dégager des conclusions méthodologiques.

➤ La partie exploratoire de cette étude, concernant les purées de fruits du commerce, s'est basée sur la caractérisation **d'un nombre important de produits** (49). Les corrélations observées sont donc, dans ce cas, stables, non locales et représentatives de l'ensemble des produits de l'univers choisi.

➤ Il a été montré, pour la première fois, que le profil Flash pouvait s'appliquer de façon fiable pour décrire un espace de produits alimentaires aussi large. **Le profil Flash est donc une méthode sensorielle adaptée pour obtenir la position relative d'un nombre important de produits** et en interpréter les principales différences grâce aux notions descriptives les plus discriminantes. Cette méthode a permis ensuite, de pouvoir sélectionner les produits les plus représentatifs de la diversité sensorielle de l'espace étudié.

➤ L'étude des milieux à structure maîtrisée a eu pour objectif la **décorrélation des différents paramètres**. Les **influences spécifiques de chacun des paramètres, ont pu être étudiées, ce qui n'avait jamais été fait avant sur ce type de produits**. Cette approche a ainsi permis d'obtenir des réponses claires concernant les effets de premier ordre des paramètres de structure sur les propriétés des milieux, mais également de clarifier les effets de second ordre et les interactions entre paramètres.

En termes de perspectives...

➤ Pour les purées de pommes et poires, l'objectif serait de pouvoir appliquer les résultats de cette étude au niveau de l'industrie :

- Les leviers d'action clairs concernant la structure des purées de fruits ont été identifiés afin de maîtriser la texture des purées de pommes et poires. Des paramètres instrumentaux simples ont également été identifiés pour prédire la perception sensorielle. **Il reste à mettre en place ces outils sur le plan industriel et à les valider à cette échelle industrielle.**
 - Cette étude pourrait être complétée par la prise en compte **d'autres leviers d'action** comme des aspects procédés : le broyage, le traitement thermique, ou bien des aspects de formulation, avec les combinaisons de fruits ou l'utilisation de biopolymères (épaississants mais aussi gélifiants). L'approche pourrait également être **étendue à l'étude d'autres fruits d'origine botanique différente**, afin de vérifier si ces résultats sont généralisables.
 - La maîtrise de l'objectif sensoriel pourrait permettre de **piloter la formulation** afin d'obtenir des produits **aux propriétés sensorielles désirées.**
- Les suspensions modèles sont des milieux intéressants pour comprendre les suspensions d'un point de vue théorique :
- La modélisation du comportement rhéologique des suspensions modèles en fonction de la fraction volumique reste à être effectuée. **L'applicabilité des modèles rhéologiques** de la viscosité relative en fonction de la fraction volumique pourrait être testée.
 - Les milieux modèles offrent la possibilité d'étudier **d'autres facteurs de structure comme la forme des particules et leur rugosité** (Tarea, *et al.*, 2003a). Des essais préliminaires avaient permis la mise au point d'un protocole de fabrication de particules de gel sphériques, à partir d'une émulsion 'eau dans huile'. Des essais avec de la cellulose microcristalline dans le gel d'alginate avaient également permis de modifier la rugosité des particules.

Références

-A-

AFNOR, 1995, *Analyse sensorielle. Vocabulaire V00 150*, 43 pp,

AFNOR, 2002, ISO 11036:1994. Analyse sensorielle. Méthodologie. Profil de la texture, dans *Analyse sensorielle*, pp 385-400, Recueil Normes Agro-alimentaires,

Aguilera, J. M., 1992, Generation of engineered structures in gels, *IFT*, Chicago, US, pp 387-421

Albagnac, G., Varoquaux, P. and Montigaud, J. C., 2002, *Technologies de transformation des fruits*, . 498 pp, Tec et Doc, Londres, Paris, NY

AOAC, 1984, *Officials methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*, Williams, S., Arlington

-B-

Bagot, J. D., 1999, *Information, sensation et perception*, Armand Colin, Paris

Barbosa-Canova, G. V. and Peleg, M., 1983, Flow parameters of selected commercial semi-liquid products, *Journal of Texture Studies*, 14: 213-234

Barlow, S. M., 1987, Mechanical frequency detection thresholds in the human face, *Experimental Neurology*, 96 (2): 253-261

Barnes, H. A. and Carnali, J. O., 1990, The Vane in cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials, *Journal of Rheology*, 34 (6): 841-866

Baudet, G., Jourdan, M. F. and Roma, J. P., 1988, Analyse granulométrique des poudres. Comparaison de résultats obtenus par différentes méthodes, *Spectra 2000*, 16: 37-47

Boubonnais, G., non daté, Anatomie et croissance des végétaux, http://ici.cegep-ste-foy.qc.ca/profs/gboubonnais/pascal/nya/botannique/vegetaux_anatomie_pascal.ppt

Bourne, E., 2004, Relation between texture and mastication, *Journal of Texture Studies*, 35 (2): 125-144

Bourne, M. C., 2002, *Food texture and viscosity: concept and measurement*, 427 pp, Academic Press, San Diego

Brandt, M. A., Skinner, E. A. and Coleman, J. A., 1963, Texture Profile method, *Journal of Food Science*, 28: 404-409

Burgess, P. R., Wei, J. Y., Clark, F. J. and Simon, J., 1982, Signalling of kinesthetic information by peripheral sensory receptors, *Annual Review of Neuroscience*, 6 (6): 171-187

Burke, D., Gandeva, S. C. and Macefield, G., 1988, Responses to passive movement of receptors in joint, skin and muscle to the human hand, *Journal of Physiology*, 402: 347-361

-C-

Cairncross, W. S. and Sjöström, L. B., 1950, Flavor profiles - a new approach to flavor problems, *Food Technology*, 4: 308-311

Calas, A., Perrin, J. F., Plas, C. and Vanneste, P., 1997, Le système nerveux, dans *Précis de Physiologie*, pp 75-94, Doin Editeurs, Paris

Cantù-Lozano, D., Rao, M. A. and Gasparetto, C. A., 2000, Rheological properties of noncohesive apple dispersion with helical and vane impellers: effects of concentration and particle size, *Journal of Food Process Engineering*, 23: 373-385

Chamberlain, A. F., 1903, Primitive taste words, *American Journal of Psychology*, 14: 146-153

Changeux, J. P., 1983, *L'homme neuronal*, Hachette, Paris

Charm, S. E., 1960, Viscosimetry of Non-Newtonian food materials, *Food Research*, 25: 351

Christensen, C. M., 1984, Food texture perception, *Advances in Foods Research*, 29: 159-199

Civille, G. V. and Szczesniak, A. S., 1973, Guidelines to training a texture profile panel, *Journal of Texture Studies*, 4: 204-223

Clark, F. J., Grigg, P. and Chapin, J. W., 1989, The contribution of articular receptors to proprioception with the fingers in humans, *Journal of Neurophysiology*, 61 (1): 186-193

Coussot, P. and Ancey, C., 1999, *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*, 264 pp, EDP Sciences, Les Ulis

Cox, R. G. and Mason, S. G., 1971, Suspended particles in fluid flow through tubes, *Ann Rev Fluid Mech*, 3: 291-316

Culter, A. N., Morris, E. R. and Taylor, L. J., 1983, Oral perception of viscosity and model systems, *Journal of Texture Studies*, 14: 377-395

-D-

Daget, N. and Joerg, M., 1991, Creamy perception II: in model soups, *Journal of Texture Studies*, 22: 169-189

Dairou, V., Priez, A., Sieffermann, J. M. and Danzart, M., 2003, An original method to predict brake feel: a combination of design of experiments and sensory science, SAE Technical paper: 2003-01-0598

Dairou, V. and Sieffermann, J. M., 2002, A comparison of 14 jams characterized by Conventional profile and a quick original method, the Flash profile, *Journal of Food Science*, 67 (2): 826-834

Dairou, V., Sieffermann, J. M., Priez, A. and Danzart, M., 2001, Sensory evaluation of carbrabe systems. The use of Flash profile as a preliminary study before a conventional profile, *4th Pangborn Sensory Science Symposium*, Dijon, France,

Danzart, M., 1998, Statistique, dans *Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique*, pp 216-317, Lavoisier Tec et Doc, Paris

Delarue, J. and Sieffermann, J. M., 2004, Sensory mapping using Flash profile. Comparison with a conventional descriptive method for the evaluation of the flavour of fruit dairy products, *Food Quality and Preference*, 15: 383-392

Drake, M. A., Gerard, P. D., Truong, V. D. and Daubert, C. R., 1999, Relationship between instrumental and sensory measurements of cheese texture, *Journal of Texture Studies*, 30: 451-476

Duckworth, R. B., 1966, *Fruit and vegetables*, Hawthorn, J., 306 pp, Pergamon Press, Paris

Dzuy, N. Q., 1985, Direct yield stress measurement with the Vane method, *Journal of Rheology*, 29 (3): 335-347

-E-

Elmore, J. R. and Heymann, H., 1999, Perceptual maps of photographs of carbonated beverages created by traditional and free-choice profiling, *Food Quality and Preference*, 10: 219-227

Escofier, B. and Pagès, J., 1988, *Analyses factorielles simples et multiples. Objectifs, méthodes et interprétation*, 241 pp, Dunod, Paris

-F-

Fechner, G. T., 1860, *Elemente der psychophysik*, Leipzig: Bretkopf und Härtel,

Ferrell, W. R., 1980, The adequacy of stretch receptor in the cat knee joint for signalling joint angle throughout a full range of movement, *Journal of Physiology*, 299: 85-89

Frith, W. J. and Lips, A., 1995, The rheology of concentrated suspensions of deformable particles, *Advances in Colloid and Interface Science*, 61: 161-189

Frost, J., Farkas, H. E. and Glicksman, M., 1984, Objective characterization of hydrocolloid organoleptic properties, *Food Technology*: 118-122

-G-

Gambaro, A., Varela, P., Gimenez, A., Aldrovandi, A., Fiszman, S. M. and Hough, G., 2002, Textural quality of white pan bread by sensory and instrumental measurement, *Journal of Texture Studies*, 33: 401-413

Gazano, G., 1990, De l'importance des différences interindividuelles en psychophysique descriptive, thèse, 199 pp, ENSIA, Massy

Giboreau, A., 1993, De la texture des sauces et des soupes: approche sensorielle et rhéologique, thèse, 154 pp, ENSIA, Massy

Giboreau, A., 2001, Les données de texture, dans *Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologiques de perceptions.*, (Urdapilleta, I. ed), pp 297-315, Dunod, Paris

Godfrey Usiak, A. M., Bourne, M. C. and Rao, M. A., 1995, Blanch temperature/time effects on rheological properties of applesauce, *Journal of Food Science*, 60 (6): 1289-1291

Gower, J. C., 1975, Generalized procustes analysis, *Psychometrika*, 40 (1): 33-51

-H-

Harper, J. C. and Lebermann, K. W., 1962, Rheological behavior of pear purees, *Proc 1st Int Conf Food Sci Techn*, 1: 719

Hawkins, D. M., 1973, On the investigation of alternative regressions by Principal Component Analysis, *Applied Statistics*, 22: 275-286

Henry, A., 1995, Relation entre descripteurs sensoriels et paramètres de instrumentaux: application à l'étude de la texture d'une famille de produits croustillants peu différenciés, thèse, 167 pp, ENSIA, Massy

Higgs, S. J. and Norrington, R. J., 1971, Rheological properties of selected foodstuffs, *Process Biochemistry*, 65: 52-54

Houska, M., Valentova, H., Novotna, P., Strohalm, J., Sestak, J. and Pokorny, J., 1998, Shear rates during oral and nonoral perception of viscosity of fluid foods, *Journal of texture studies*, 29: 603-615

-I-

Ibarz, A., Pagan, J., Gutierrez, J. and Vicente, M., 1989, Rheological properties of clarified pear juice concentrates, *Journal of Food Engineering*, 10: 57-63

Ibarz, A., Vicente, M. and Graell, J., 1987, Rheological behaviour of apple juice and pear juice and their concentrates, *Journal of Food Engineering*, 6: 257-267

Imai, E., Hatae, K. and Shimada, A., 1995, Oral perception of grittiness: effect of particle size and concentration of the dispersed particles and dispersion medium, *Journal of Texture Studies*, 26: 561-576

Imai, E., Saito, K., Hatakeyama, M., Hatae, K. and 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

Ireland-Ripert, J., Favier, J. C., Tanneau, X. and Feinberg, M., 1997, *Répertoire général des aliments - tome 5: Aliments de marque*, 445 pp, Technique et Documentation, Londres

Issanchou, S., Maingonnat, J. F., Guichard, E. and Etievant, P., 1991, Oral consistency and simple rheological measurement of strawberry jams, *Science des Aliments*, 11: 85-98

-J-

Jack, F. R., Piggott, J. R. and Paterson, A., 1994, Analysis of textural changes in hard cheese during mastication by Progressive Profiling, *Journal of Food Science*, 59 (3): 539-543

Jocteur Monrozier, R., 2001, Le profil sensoriel...de la mesure à l'analyse discriminante multiple, thèse, 217 pp, ENSIA, Massy

Johnson, K. O., 2001, The role and functions of cutaneous mechanoreceptors, *Current Opinion in Neurobiology*, 11: 455-461

Jones, P. N., Mac Fie, J. H. and Beilken, S. L., 1989, Use of preference mapping to relate consumer preference to the sensory properties of a processed meat product, *Journal of Science and Food Agriculture*, 47 (1): 113-123

Jowitt, R., 1974, The terminology of food texture, *Journal of Texture Studies*, 5: 351-358

-K-

Kandel, E. and Schwartz, J., 1991, *Principles of neural science*, Elsevier, New York

Kilcast, D. and Lewis, D. F., 1990, Structure and texture: their importance in food quality, *BNF Nutrition Bulletin*, 15: 103-113

Kimball, L. B. and Kertesz, Z. I., 1952, Practical determination of size distribution of suspended particles in macerated tomato products, *Food Technology*, 6: 68

Kokini, J. L., Kadane, J. B. and Cussler, E. L., 1977, Liquid texture perceived in the mouth, *Journal of Texture Studies*, 8: 195-218

Kokini, J. L. and Plutchok, G. J., 1987, Viscoelastic properties of semisolidfoods and their biopolymeric components, *Food Technology*, 41 (3): 89-96

Kokini, J. L., Poole, M. and Manson, P., 1984, Identification of key textural attributes of fluid and semi-solid foods using regression analysis, *Journal of Food Science*, 49: 47-51

Kramer, A., Murphy, E., Briant, A., Wang, M. and Kirkpatrick, M., 1961, Studies in test panel methodology, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 9: 224-228

Krieger, I. M. and Dougherty, T. J., 1959, A mechanism for non-Newtonian flow in suspension of rigid spheres, *Transactions of the Society of Rheology*, 3: 137-152

-L-

Land, D. and Shepherd, R., 1984, Scaling and ranking methods, dans *Sensory analysis of foods*, (Piggott, J. R. ed), p 389, Elsevier, London

Lanza, J. and Kramer, A., 1967, Objective measurement of graininess in applesauce, *Proceeding of the American Society for Horticultural Science*, 90: 491-497

Lawless, H. T. and Heymann, H., 1998, Physiological and psychological foundations of sensory function, dans 82, (Heldman, D. R. ed), p 28, Chapman et Hall, New York

Lee III, W. E. and Camps, M. A., 1991, Tracking foodstuff location within the mouth in real time: a sensory method, *Journal of Texture Studies*, 22: 277-287

Lee, S. Y., Luna-Guzman, I., Chang, S., Barrett, D. M. and Guinard, J. X., 1999, Relating descriptive analysis and instrumental texture data of processed diced tomatoes, *Food Quality and Preference*, 10: 447-455

Lee, Y. S., Salunkhe, D. K., Do, J. Y. and Olson, L. E., 1965, Physiological and biochemical factors influencing the quality of canned applesauce, *Journal of American Society for Horticultural Science*, 88: 116

Loescher, E., 2003, Evaluations instrumentales et sensorielles de la texture de produits alimentaires de type semi-liquide. Applications au cas de fromages blancs et compotes, thèse, 190 pp, ENSIA, Massy

Loescher, E., Sieffermann, J. M., Chollet, S., Kesteloot, R. and Cuvelier, G., 2003, Comparative study of correlations between sensory texture and rheological measurements on two semi-solid dessert sets and their combination, *5th Pangborn*, Boston, US,

Loescher, E., Sieffermann, J. M., Pinguet, C., Kesteloot, R. and Cuvelier, G., 2001, Development of a list of textural attributes on pear/apple puree and fresh cheese: adaptation of the Quantitative Descriptive Analysis method and use of Flash profiling, *4th Pangborn*, Dijon, France,

Lorenzo, C., 2001, Structuration et texture des purées de fruits: pomme et poire, DEA, 20 pp, ENSIA, Massy

-M-

Mac Carthy, K. L. and Seymour, J. D., 1993, A fundamental approach for the relationship between the Bostwick measurement and Newtonian fluid viscosity, *Journal of Texture Studies*, 24: 1-10

Mac Cready, R. M., 1970, Pectin, dans *Methods in food analysis*, (Jocelyn, M. A. ed), Academic Press, New York

Mac Lellan, M. R., Kime, R. W. and Lind, L. R., 1984a, Relationships of objective measurements to sensory components of canned apple sauce and apple slices, *Journal of Food Science*, 49: 756-758

Mac Lellan, M. R., Lind, L. R. and Kime, R. W., 1984b, Determination of sensory components accounting for intravarietal variation in apple sauce and slices using factor analysis, *Journal of Food Science*, 49: 751-755

Mac Lellan, M. R. and Massey, L. M., 1984, Effect of postharvest storage and ripening of apples on the sensory quality of processed applesauce, *Journal of Food Science*, 49: 1323-1326

Mac Leod, P. and Sauvageot, F., 1986, Somesthésie, dans *Bases neurophysiologiques de l'évaluation sensorielle*, pp 74-94, Les cahiers de l'ENSBANA, Dijon

Mac Leod, P., Sauvageot, F. and Koster, E. P., 1998, Les caractéristiques d'une réponse sensorielle, dans *Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique*, (SSHA ed), pp 5-30, Tec et Doc, Paris

Manly, R., Pfaffman, C., Lathrop, D. and Keyser, J., 1952, Oral sensory thresholds of persons with natural and artificial dentitions, *Journal of Dairy Research*, 31 (3): 305-312

Melcion, J. P., 2000, La granulométrie de l'aliment: principe, mesure et obtention, *INRA Productions Animales*, 13 (2): 81-97

Metzner, A. B., 1985, Rheology of suspensions in polymeric liquids, *Journal of Rheology*, 29: 739-775

Michel, F., Thibault, J. F. and Doublier, J. L., 1984, Viscosimetric and potentiometric study of high methoxyl pectins in the presence of sucrose, *Carbohydrate Polymers*, 4: 283

Mioche, L. and Touraille, C., 1990, Mise au point d'un profil de texture pour l'analyse en bouche de produits alimentaires, *Sciences des Aliments*, 10: 697-711

Missaire, F., Qiu, C. G. and Rao, M. A., 1990, Yield stress of structured and unstructured food suspensions, *Journal of Texture Studies*, 21: 479-490

Mohr, W. P., 1973, Applesauce grain, *Journal of Texture Studies*, 4: 263-268

Mohr, W. P., 1989, Influence of cultivar, fruit maturity and fruit anatomy on apple sauce particle size and texture, *International journal of food science and technology*, 24: 403-413

Mohr, W. P. and Adair, R. G., 1970, Processing qualities of apple varieties and selections, *Canada Dept Agric Publ*: 1424

Mooney, M., 1931, Explicit formulas for slip and fluidity, *Journal of Rheology*, 32: 53-67

Morris, E. R., Richardson, R. K. and Taylor, L. J., 1984, Correlation of the perceived texture of random coil polysaccharide solutions with objective parameters, *Carbohydrate Polymers*, 4: 175-191

Moskowitz, H., 1983, *Product testing and sensory evaluation of foods. Marketing and R&D approaches*, Food and nutrition, Westport

-N-

Nogueira, J. N. and Mac Lellan, M. R., 1984, Improved sieve method for measurement of lyophoresis in apple sauce, *Journal of Food Science*, 49: 1614-1615

Nogueira, J. N., McLellan, M. R. and Anantheswaran, R. C., 1985, Effect of fruit firmness and processing parameters on the particle size distribution in applesauce of two cultivars, *Journal of Food Science*, 50: 744-753

-P-

Pangborn, R., 1981, Individuality in responses to sensory stimuli, dans *Criteria of food acceptance. How man chooses what he eats*, (Hall, J. S. a. R. L. ed), pp 177-219, Forster Verlag AG, Zurich

Pfaffman, C., Schlosberg, H. and Cornsweet, J., 1954, Variables affecting difference tests, dans *Food acceptance testing methodology*, pp 4-20, Advisory board on Quaternary Research and Development, Committee on foods, Natl. Acad. Sci., Research Council, Chicago

Powers, J. J., 1984, Current practices and application of descriptive methods, dans *Sensory analysis of foods*, (Piggott, J. R. ed), pp 179-242, Elsevier Applied Science Publishers, London, New York

Prat, R., Mosiniak, M. and Roland, J. C., 2002, La paroi primaire de la cellule végétale, <http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/paroi/index.htm>

-Q-

Qiu, C. G. and Rao, M. A., 1988, Role of pulp content and particle size in yield stress of apple sauce, *Journal of Food Science*, 53: 1165-1170

Qiu, C. G. and Rao, M. A., 1989a, Effect of dispersed phase on the slip coefficient of apple sauce in a concentric cylinder viscosimeter, *Journal of Texture Studies*, 20: 57-70

Qiu, C. G. and Rao, M. A., 1989b, Effect of dispersed phase on the slip coefficient of apple sauce in a concentric cylinder viscosimeter, *Journal of Texture Studies*, 20: 57-70

Quarmby, A. R. and Ratkowsky, D. A., 1988, Free-choice and odour profiling of fish spoilage: does it achieve its objective?, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 44 (1): 89-98

Quemada, D., 1985, Phenomenological rheology of concentrated dispersions, *Journal de Mécanique Théorique et Appliquée*, n° spécial: 267-288

-R-

Rao, M. A., 1975, Measurement of flow properties of food suspensions with a mixer, *Journal of Texture Studies*, 6: 533-539

Rao, M. A., 1977, Rheology of liquid foods - A review, *Journal of Texture Studies*, 8: 135-168

Rao, M. A., 1987, Predicting the flow properties of food suspensions of plant origin. Mathematical models help clarify the relationship between composition and rheological behavior, *Food Technology*, 41 (3): 85-88

Rao, M. A., 1992, Review: The structural approach to rheology of plant food dispersions, *Revista Española de Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 32 (1): 3-17

- Rao, M. A.**, 1999, *Rheology of fluid and semisolid foods*, Aspen, Gaithersburg
- Rao, M. A., Bourne, M. C. and Cooley, H. J.**, 1981, Flow properties of tomato concentrates, *Journal of Texture Studies*, 12: 521
- Rao, M. A. and Cooley, H. J.**, 1983, Applicability of flow models with yield for tomato concentrates, *Journal of Food Process Engineering*, 6: 159
- Rao, M. A., Cooley, H. J., Nogueira, J. N. and 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. and Steffe, J. F.**, 1997, Measuring yield stress of fluid foods, *Food Technology*, 51 (2): 50-52
- Ravasini, G., Bonanini, M. and Palla, S.**, 1984, Thickness discrimination threshold during conscious biting and chewing, *Helvetica Odontologica Acta*, 1: 195-200
- Richard, D. and Orsal, D.**, 1994, La somesthésie, dans *Neurophysiologie. Physiologie cellulaire et systèmes sensoriels*, pp 171-197, Nathan, Paris
- Richardson, R. K., Morris, E. R., Ross-Murphy, S. B., Taylor, L. J. and Dea, I. C. M.**, 1989, Characterization of the perceived texture of thickened systems by dynamic viscosity measurements, *Food Hydrocolloids*, 3: 175-191
- Rollin, C.**, 1993, Pectin, dans *Industrial gums*, p 257, Academic Press,
- Roudot, A. C.**, 2002, *Rhéologie et analyse de texture des aliments*, 199 pp, Paris
- S-**
- Saporta, G.**, 1990, Probabilité, analyse des données et statistique. Technip
- Saravacos, G. D.**, 1968, Tube viscosimetry of fruit purees and juices, *Food Technology*, 22: 1585
- Saravacos, G. D.**, 1970, Effect of temperature on viscosity of fruit juices and purees, *Journal of Food Science*, 35: 122-125
- Saravacos, G. D. and Moyer, J. C.**, 1967, Heating rates of fruit products in an agitated kettle, *Food Technology*, 21: 372
- Schijvens, E., Van Vliet, T. and Van Dijk, C.**, 1998, Effect of processing conditions on the composition and rheological properties of applesauce, *Journal of Texture Studies*, 29: 123-143
- Shama, F. and Sherman, P.**, 1973, Identification stimuli controlling the sensory evaluation of viscosity. II: Oral methods, *Journal of Texture Studies*, 4: 111-118
- Sherman, P.**, 1969, A texture profile of foodstuffs based upon well-defined rheological properties, *Journal of Food Science*, 34: 458-462

Sherman, P., 1970, A texture profile of foddstuffs based upon well defined rheological properties, *Journal of Food Science*, *34*: 458-462

Sieffermann, J. M., 2000, Le profil Flash. Un outil rapide et innovant d'évaluation sensorielle descriptive, *Agora 2000 - XIIèmes rencontres "L'innovation: de l'idée au succès"*, Montpellier, France, pp 335-340

Sieffermann, J. M., 2002, Flash Profiling. A new method of sensory descriptive analysis, *AIFST 35th convention*, Sydney, Australia,

Skriver, A., Holstborg, J. and Qvist, K. B., 1999, Relation between sensory texture analysis and rheological properties of stirred yogurt, *Journal of Dairy Research*, *66*: 609-618

Stevens, S. S., 1957, On the psychophysical law, *Psychophysical Review*, *64*: 153-181

Stone, H., Sidel, J. L., Woosley, A. and Singleton, R. C., 1974, Sensory evaluation by quantitative descriptive analysis, *Food Technology*, *28* (11): 34

Szczesniak, A. S., 1963, Classification of textural characteristics, *Journal of Food Science*, *28*: 385-389

-T-

Tarea, S., Danzart, M., Sieffermann, J. M. and Cuvelier, G., 2003a, A simple way to analyze sensory profiling data in order to select relevant experimental factors in food formulation, *5th Pangborn Symposium*, Boston, US,

Tarea, S., Sieffermann, J. M. and Cuvelier, G., 2003b, Use of Flash profile to build a product set for more advanced sensory study. Application to the study of the texture of particle suspensions, *12th World Congress of Food Science and Technology*, Chicago, US,

Tenenhaus, M., 1998, *La régression PLS. Théorie et pratique*, Technip., Paris

Toldby, V. and Wiley, R. C., 1962, Liquid separation. A problem in processed applesauce, *Journal of American Society for Horticultural Science*, *81*: 78-92

Touraille, C., 1998, Epreuves discriminatives, dans *Evaluation sensorielle. Manuel méthodologique.*, (SSHA ed), pp 98-122, Tec et Doc Lavoisier, Paris

Tyle, P., Kuenn, C., Geier, L. and Jarosz, P., 1990, Effect of size, shape and hardness of particules in suspension on oral palatability, *Drug Development and Industrial Pharmacy*, *16* (8): 1339-1364

-U-

Urdapilleta, I., Ton Nu, C., Saint Denis, C. and Huon de Kermadec, F., 2001, *Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologie des perceptions*, Dunod, Paris

-V-

Vitali, A. A. and Rao, M. A., 1984, Flow properties of low pulp concentrated orange juice: effect of temperature and concentration, *Journal of Food Science*, 49: 882

Voragen, A. G. J., Pilnik, W., Thibault, J. F., Axelos, M. A. V. and Renard, C., 1995, Pectins, dans *Food polysaccharides and their applications*, (Stephen, A. M. ed), Marcel Dekker Inc, New York

-W-

Williams, A. A. and Arnold, G. M., 1985, A comparison of the aromas of six coffees characterised by conventional profiling, free-choice profiling and similarity scaling methods, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 36: 204-214

Williams, A. A. and Langron, S. P., 1984, The use of free-choice profiling for the evaluation of commercial ports, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 35 (5): 558-568

Wium, H. and Qvist, K. B., 1998, Prediction of sensory texture of feta cheese made from ultrafiltered milk by uniaxial compression and shear testing, *Journal of Texture Studies*, 29: 215-232

Wold, S., 1975, Soft modelling by latent variables: the nonlinear iterative Partial Least Square approach, dans *Perspective in probability and statistics: papers in honour of M.S. Barlett*, (Garni, J. ed), Academic Press, Londres

Wold, S., Albano, C., Dunn, W. J., Edlund, U., Esbensen, K., Geladi, P., Hellberg, S., Johansson, E., Lindberg, W. and Sjöström, M., 1984, Multivariate data analysis in chemistry, dans *Chemometrics: mathematics and statistics in chemistry*, (Kowalski, B. R. ed), pp 1-79, D. Reidel, Dordrecht

Wood, F. W., 1968, Psychophysical studies on the consistency of foods in rheology and texture of foodstuffs, *SCI Monograph*, 27: 40-49

-Y-

Yamamoto, T., Yuyama, N. and Kawamura, Y., 1981, Cortical representation of sensory modalities from the tongue in the rat, dans *Oral facial sensory and motor functions*, (Kawamura, Y. and Dubner, R. eds), pp 313-321, Quintessence, Tokyo

Yoo, B. and Rao, M. A., 1994, Effect of unimodal particle size and pulp content on rheological properties of tomato purees, *Journal of Texture Studies*, 25: 421-436

Yoo, B. and Rao, M. A., 1995, Yield stress and relative viscosity of tomato concentrates: effect of total solids and finisher screen size, *Journal of Food Science*, 60 (4): 777-779

Yoo, B., Rao, M. A. and Steffe, J. F., 1995, Yield stress of food dispersions with the vane method at controlled shear rate and shear stress, *Journal of Texture Studies*, 26: 1-10

Yoshikawa, S., Nishimaru, S., Tashirao, T. and Yoshida, M., 1970, Collection and classification of words for description of food texture, *Journal of Texture Studies*, 1: 437-463

Yoshimura, A. and Prud'homme, R. K., 1988a, Wall slip corrections for Couette and parallel disk viscosimeters, *Journal of Rheology*, 32 (1): 53-67

Yoshimura, A. and Prud'homme, R. K., 1988b, Wall slip effects on dynamic oscillatory measurements, *Journal of Rheology*, 32: 575-584

Annexes

Annexe 1 : Résultats des 18 paramètres structuraux des 49 purées de fruits du commerce

	pulpe	MS _{surée}	MS _{solém}	WIS	densité	Brix	%pierreux	pic1	pic2	étalement	vol1	vol2	VD1	VD2	proportion	η _{solém}	η _{purée}	K _{solém}
1	36,2	25,4	23,9	1,5	1,121	24,7	8,6	200	200	542	10	0	20,8	0	0,00	7,6	0,83	17
2	42,2	27,5	26,2	1,3	1,107	26	7,6	182	182	385	16	0	29,7	0	0,00	20,2	0,78	59,7
3	52,3	16,6	15,1	2,5	1,079	17,2	6,7	172	172	282	13	0	22,3	0	0,00	98,2	0,54	688,9
4	32,0	16,6	14,2	1,5	1,067	13,6	5,2	176	176	312	15	0	26,8	0	0,00	23,4	0,78	69,7
5	28,7	16,4	15	1,4	1,066	15,1	8,3	199	199	691	10	0	19,2	0	0,00	10	0,85	19,1
6	50,6	21,4	19,2	2,2	1,062	19,2	0	242	919	868	12	4	28,2	39,8	0,37	240,3	0,5	1985,3
7	36,8	25,8	24,4	1,4	1,096	24,2	0	286	1022	1307	5	10	14,4	105,5	2,05	17,2	0,77	52
8	35,8	25,1	24,0	1,1	1,074	17,5	0	286	813	1034	7	9	21,1	70,0	1,17	49,1	0,66	230,5
9	37,6	19	17,9	1,1	1,077	23,6	0	238	911	1144	6	9	15,2	85,3	1,47	62,8	0,58	438,3
10	35,0	26,7	24,4	2,3	1,119	25,2	0	263	872	1043	6	9	17,0	79,1	1,41	28,1	0,69	111,9
11	40,9	15,3	13,8	1,5	1,081	15	0	185	757	685	12	4	22,8	32,6	0,35	21	0,69	86,1
12	34,9	13,8	12,8	1	1,055	14,3	0	203	203	474	12	0	25,0	0	0,00	36,2	0,68	176,1
13	39,6	22,9	21	1,9	1,100	23,9	0	227	883	1056	7	8	16,7	73,9	1,14	25,9	0,72	93,8
14	38,4	25,6	24,0	1,6	1,094	28,1	0	208	996	1124	9	7	19,0	64,9	0,71	11,9	0,74	36
15	44,2	17,6	16,1	1,5	1,070	16,8	0	231	1116	990	9	7	19,6	79,3	0,84	113,3	0,56	820,3
16	37,3	25,4	24,5	0,9	1,105	25,3	0	236	965	1197	4	12	8,9	115,4	3,16	34,4	0,71	110,4
17	34,1	18,7	17,9	0,8	1,067	18,2	0	236	1108	1333	7	8	16,3	94,0	1,23	32,5	0,72	101,6
18	33,6	25,5	24,2	1,3	1,107	24,3	0	286	998	1253	5	10	15,4	100,3	1,87	21	0,72	80,1
19	36,9	26,3	24,7	1,6	1,074	26,4	0	236	974	1279	4	11	8,7	106,3	2,96	25,1	0,76	80,5
20	34,3	17,9	16,4	1,5	1,063	16,8	0	224	930	1109	7	8	16,6	73,8	1,07	31,9	0,67	148,8
21	38,4	19,1	17,2	1,9	1,077	17,9	0	221	919	701	13	3	28,5	31,7	0,27	38,9	0,68	171,6
22	37,4	19,5	18	1,5	1,080	18	0	235	827	930	10	6	23,2	49,2	0,60	51,1	0,69	220,2
23	32,0	25,5	24,1	1,4	1,109	24	0	286	1157	1418	5	11	13,4	126,3	2,33	31	0,67	147,4
24	44,7	19,3	16,2	3,1	1,058	17,5	0	234	955	1171	8	8	18,4	73,6	0,98	95,9	0,58	677,8
25	49,5	18,9	16,3	2,6	1,067	17,1	0	192	1151	1114	11	5	21,3	56,9	0,45	59,8	0,6	408,5
26	40,4	19,3	16,9	2,4	1,065	17,5	0	221	924	788	13	4	28,0	34,2	0,29	45,1	0,63	271,9
27	29,8	19,3	17,6	1,7	1,072	19,1	0	229	1120	1255	19	10	44,0	108,1	0,50	15,8	0,75	45,6
28	30,4	19,3	17,6	1,7	1,101	17	0	238	1035	1208	6	10	13,9	104,2	1,72	43	0,64	219,3
29	37,5	18,4	17	1,4	1,065	19,3	0	222	1118	1241	7	8	16,2	88,8	1,09	49,8	0,62	285,8
30	33,9	16,9	16	0,9	1,071	15,4	0	201	201	382	15	0	30,5	0	0,00	16,2	0,82	36,3
31	31,0	26,3	25,7	0,6	1,094	24,5	6,6	221	1027	1270	5	10	11,8	100,1	1,83	28,1	0,65	160,7
32	39,5	16,7	14,6	2,1	1,054	14,9	3,3	184	184	243	17	0	31,1	0	0,00	40,4	0,75	134,2
33	32,4	22	20,4	1,6	1,092	22,7	4,3	214	827	1028	7	8	15,2	67,1	1,14	14	0,77	40,7
34	34,7	25,2	24,1	1,1	1,107	25,2	5,0	208	1106	1356	4	11	8,3	126,3	2,86	25,1	0,64	165
35	36,2	14,9	13,1	1,8	1,067	13,4	5,3	227	348	700	8	6	18,9	22,1	0,77	23	0,82	57
36	37,8	25,8	24,0	1,8	1,102	25,1	3,8	202	888	1210	9	9	18,7	79,7	0,97	18,3	0,7	79,8
37	30,5	16,4	14,9	1,5	1,074	16,2	5,8	211	211	424	13	0	28,3	0	0,00	18,1	0,82	43,4
38	28,8	26,1	23,7	2,4	1,100	25,5	5,1	212	882	1152	7	7	15,7	64,6	0,99	18,1	0,71	74,7
39	32,7	26,2	25,1	1,1	1,103	26,1	3,8	217	900	1115	7	7	15,0	63,3	1,02	22,3	0,72	82,3
40	32,0	17,5	16,6	0,9	1,057	12,9	4,1	210	757	818	10	6	21,5	47,8	0,62	17,9	0,8	48,1
41	27,7	20,7	19,7	1	1,087	21,5	3,5	227	849	1059	8	7	18,8	58,2	0,83	12,3	0,74	47,6
42	34,1	24,9	23,7	1,2	1,109	23,6	5,0	207	1086	1252	7	9	14,1	92,9	1,26	21,3	0,75	74,9
43	33,8	18,0	17,0	1	1,075	17,9	0	233	1161	1341	7	9	15,3	105,4	1,38	43,8	0,6	284,4
44	36,7	18,4	17,3	1,1	1,066	18,2	0	228	985	1127	8	8	18,7	77,4	0,96	55,8	0,62	314
45	55,5	26,1	23,0	3,1	1,079	23,6	0	200	1132	1074	11	5	22,6	53,2	0,42	123,8	0,58	863,3
46	27,8	19,6	18,8	0,8	1,076	21,7	0	217	944	1059	9	7	19,0	70,0	0,85	20,9	0,72	78,7
47	27,4	19,7	19,6	0,1	1,069	20,2	0	274	274	753	10	0	26,7	0	0,00	24,2	0,76	73,6
48	43,5	25,1	23,3	1,8	1,100	23,5	0	236	1116	735	11	4	27,1	44,4	0,35	99,6	0,61	600,2
49	34,8	26,5	24,8	1,7	1,110	26,1	0	236	1025	1291	3	12	7,1	122,4	3,98	27,7	0,7	113,1

Annexe 2 : Résultats des 24 paramètres rhéologiques des 49 purées de fruits du commerce

	σ_{dl}	γ_{dl}	σ_{δ}	γ_{δ}	penetG'	$\tan\delta_{10}$	$\tan\delta_{0.1}$	η^*_{10}	$\eta^*_{0.1}$	$\eta'_{0.1}$	n^*	K^*	G'	$\eta_{Max,10s}$	η_{164}	η_{300}	η_{Max}	K_{Max}	η_{Max}	K_{Max}	plateau	périmètre	
1	4,6	3,8	18,2	1,54	0,08	0,30	0,30	2,9	23,2	198	0,082	23,6	158	422	410	131	0,3	7,6	0,29	7,7	55,5	0,51	60,3
2	11,7	3,4	42,3	1,20	0,083	0,30	0,24	9,1	71,2	615	0,089	72,9	467	672	586	209	0,31	10,9	0,37	7,6	33,3	0,89	60,3
3	4,7	2,3	22,9	1,67	0,115	0,34	0,27	6,6	46,8	378	0,121	48,5	243	650	610	191	0,23	15,1	0,24	14,9	6,6	0,65	60,3
4	4,5	1,8	25,2	1,81	0,091	0,27	0,25	11,1	89,0	726	0,094	89,1	341	773	690	249	0,32	12,4	0,34	10,6	33,0	0,81	58,5
5	4,6	3,4	20,5	1,63	0,107	0,26	0,24	3,7	26,8	227	0,093	26,7	171	520	510	169	0,34	6,2	0,3	7,8	52,0	0,51	58,8
6	11	1,5	57	2,15	0,099	0,33	0,27	20,0	149,3	1246	0,102	152,8	937	1710	1600	503	0,23	41,1	0,26	33,2	7,1	1,48	60,3
7	10,9	1,7	51,2	2,55	0,077	0,27	0,25	19,0	170,6	1518	0,085	176,5	901	896	866	304	0,28	20	0,28	19,8	52,1	1,42	60,8
8	9,9	1,7	51,2	2,55	0,086	0,27	0,25	18,0	146,5	1190	0,096	144,5	803	1110	1070	342	0,26	22,1	0,28	19,5	22,6	1,90	60,5
9	11,5	1,9	56,4	1,65	0,083	0,29	0,25	22,6	178,2	1511	0,088	180,5	810	1250	1240	382	0,24	29,3	0,26	25,2	19,9	1,39	60,3
10	12,7	1,9	62,6	1,94	0,084	0,26	0,20	21,0	162,8	1409	0,093	166,5	928	1020	1010	327	0,28	20,3	0,28	19,5	36,3	1,44	60,4
11	9,2	1,1	49,8	1,56	0,097	0,27	0,30	26,7	200,0	1694	0,105	205,0	1124	1170	1000	352	0,27	21,9	0,33	15,2	55,7	1,29	60,7
12	7,9	1,6	40,6	2,53	0,089	0,38	0,27	13,0	98,7	836	0,096	101,2	630	1430	1300	416	0,26	31,2	0,27	28,7	39,5	1,14	61,5
13	10,1	1,4	65,1	1,67	0,079	0,27	0,28	25,1	193,2	1718	0,088	199,4	1013	980	980	305	0,28	21,6	0,33	15,7	37,8	1,43	61,2
14	7,6	1,4	46,6	2,24	0,086	0,26	0,27	18,6	144,9	1233	0,094	147,5	724	1210	1100	369	0,29	18,2	0,31	15,8	101,7	0,23	60,5
15	7,8	1,4	40,9	1,34	0,105	0,42	0,35	25,3	187,7	1504	0,111	190,5	736	1190	1050	345	0,21	35,8	0,25	27,4	10,5	1,09	60,7
16	11	1,7	70,3	1,94	0,065	0,27	0,33	21,1	166,1	1535	0,071	172,4	905	1110	1090	362	0,28	21,5	0,28	21,8	32,3	1,51	60,5
17	5,8	1,3	44,3	1,54	0,097	0,30	0,28	23,1	172,8	1457	0,102	177,0	598	840	781	262	0,24	22,8	0,28	17,3	25,8	1,18	60,2
18	20,2	3,9	64,9	2,10	0,079	0,27	0,24	25,6	199,0	1746	0,088	204,4	799	1150	1130	382	0,3	19,4	0,31	17,5	54,8	1,43	60,3
19	16,6	1,9	74,2	1,74	0,072	0,27	0,24	21,0	165,3	1482	0,079	170,5	1133	1200	1240	386	0,27	23,1	0,27	22,4	47,8	1,62	60,3
20	9,4	1,4	47,7	1,58	0,099	0,32	0,32	23,5	176,3	1464	0,107	180,0	971	1170	1100	332	0,25	19,9	0,29	15,5	36,7	1,09	60,5
21	10,5	1,6	53,6	1,47	0,089	0,28	0,28	18,4	144,5	1204	0,099	146,4	916	1190	1090	335	0,26	20,3	0,28	17,9	30,6	1,15	60,1
22	9,7	1,7	53	1,99	0,099	0,30	0,29	15,5	119,3	974	0,107	120,6	809	932	845	294	0,28	18,6	0,32	13,9	18,2	1,10	60,2
23	8,4	1,8	59,2	1,74	0,084	0,29	0,24	16,0	121,1	1062	0,090	124,5	663	950	926	306	0,28	17,1	0,3	15,5	30,6	1,29	61,2
24	16,6	1,6	82,4	1,70	0,109	0,30	0,27	29,4	220,8	1759	0,112	222,5	1514	1490	1400	420	0,23	33,8	0,24	31	15,5	1,71	62,1
25	32,7	2,2	137,3	1,36	0,091	0,27	0,26	39,1	310,7	2543	0,097	312,6	2082	2160	2230	634	0,24	36,1	0,24	35,7	36,1	2,73	62,7
26	9	1,2	55,6	1,90	0,096	0,31	0,29	19,2	149,4	1218	0,105	151,0	990	1060	907	296	0,25	22,5	0,31	15,2	23,5	1,04	60,4
27	6,6	1,4	50,4	1,90	0,07	0,26	0,24	15,4	119,9	1099	0,075	124,3	642	754	626	237	0,3	13,8	0,37	9	47,7	1,21	58,8
28	7,7	1,8	40,1	1,34	0,114	0,26	0,21	15,8	116,2	922	0,117	117,6	596	964	936	300	0,28	16,9	0,3	14,6	22,4	1,11	60,3
29	7	1,5	42,9	2,37	0,094	0,31	0,29	16,9	131,8	1075	0,100	132,7	639	1100	1030	335	0,26	22,6	0,28	18,5	22,1	1,31	60,4
30	4,6	1,1	29,6	2,53	0,073	0,27	0,25	11,5	89,9	807	0,082	93,1	508	910	897	286	0,3	15,7	0,3	14,9	32,4	1,05	60,2
31	8,1	2,1	51,8	1,92	0,091	0,30	0,27	11,8	92,2	766	0,098	93,1	508	910	897	286	0,3	15,7	0,3	14,9	32,4	1,05	60,2
32	13,3	2	64,4	1,31	0,085	0,24	0,24	18,8	153,8	1270	0,087	154,5	910	1400	1330	425	0,29	21,8	0,29	21,4	34,7	1,26	60,3
33	6,3	2,1	45,7	1,56	0,071	0,26	0,26	10,0	80,5	711	0,084	82,1	414	727	642	219	0,33	11,1	0,36	8,7	51,9	1,02	60,6
34	6,2	2,4	35,2	1,45	0,079	0,28	0,27	8,1	65,4	557	0,092	66,4	352	643	632	214	0,34	9,2	0,3	10,9	25,6	0,89	60,1
35	15,5	2,8	59,3	1,61	0,084	0,25	0,27	18,2	142,1	1225	0,086	144,0	845	1070	1060	338	0,28	17,5	0,26	19,7	46,5	1,30	60,3
36	9,9	1,7	66,2	1,56	0,086	0,27	0,28	20,2	158,4	1349	0,095	161,1	843	1140	1060	352	0,29	19,1	0,3	17,9	62,3	1,12	60,3
37	6,6	2,6	28,4	1,49	0,095	0,24	0,27	9,0	69,3	583	0,092	70,2	352	765	765	248	0,33	10,2	0,33	11,5	42,3	0,92	60,3
38	6,6	1,7	55,8	1,97	0,089	0,32	0,29	19,5	148,6	1265	0,097	151,5	518	922	907	296	0,28	14,8	0,33	12,4	50,9	1,35	60,3
39	7,7	1,7	46,1	2,87	0,092	0,26	0,27	15,6	122,1	1012	0,098	123,3	594	926	900	290	0,27	19,2	0,29	16,3	41,5	1,29	60,3
40	5,8	1,9	34	1,81	0,085	0,29	0,26	10,8	84,9	716	0,096	86,1	454	787	715	237	0,31	12,2	0,32	10,9	44,0	0,88	60,6
41	7,1	2	38,5	2,84	0,067	0,25	0,20	11,4	90,8	827	0,077	93,7	471	679	640	210	0,31	11,7	0,3	11,8	55,2	0,96	60,9
42	5,6	2,2	36,8	2,17	0,086	0,31	0,27	11,4	88,7	752	0,095	89,9	343	816	790	263	0,29	15,8	0,27	16,9	38,3	1,01	60,3
43	3,3	0,6	47,3	1,63	0,092	0,27	0,27	14,4	110,3	932	0,098	112,4	619	866	812	268	0,28	16	0,3	14,5	19,8	1,89	60,4
44	7,1	1,3	44,9	1,97	0,116	0,28	0,28	23,3	174,0	1358	0,122	174,8	693	1240	1160	355	0,23	28,1	0,26	22,6	22,2	1,27	60,3
45	27,9	2	115,4	1,34	0,102	0,30	0,25	41,2	310,4	2553	0,104	315,6	1854	2110	2090	639	0,25	44,3	0,23	50	17,0	2,56	61,0
46	9	1,9	48,6	1,54	0,07	0,27	0,24	23,1	179,4	1646	0,076	187,2	686	866	810	271	0,29	19,1	0,32	15,8	41,4	1,10	60,8
47	5,1	2,5	27,2	1,43	0,071	0,27	0,24	6,3	50,4	446	0,076	51,1	277	677	631	217	0,34	7,6	0,36	6,2	28,0	0,20	60,4
48	8,9	1,9	46,2	1,58	0,101	0,29	0,26	15,5	118,4	963	0,101	119,5	637	1180	1110	372	0,29	21,6	0,32	17	11,8	1,26	60,4
49	11,2	1,7	73	1,94	0,067	0,25	0,22	22,9	181,1	1650	0,073	187,0	982	1040	1050	348	0,26	22,8	0,26	22,9	37,5	1,86	60,8

Annexe 3 : Résultats du profil Flash réalisé sur les 49 purées de fruits du commerce (A : à l'aspect, C : à la cuillère, B : en bouche)

produits	sujet 1				sujet 2					sujet 3				
	granuleuxA	épaisC	granuleuxB	écoulementC	lisseA	fluideA	visqueuxC	granuleuxB	épaisB	granuleuxA	gélifiéA	résistanceC	écoulementC	granuleuxB
1	4,5	1,5	8	48,5	45,5	48	1,5	26	3,5	5,5	5	2,5	2,5	4,5
2	4,5	29	8	45	48	46,5	4	6,5	10,5	5,5	12	13	10,5	8
3	4,5	15,5	8	45	49	38,5	8	14,5	3,5	5,5	12	6	2,5	4,5
4	4,5	15,5	3	26	45,5	38,5	8	14,5	10,5	5,5	5	6	10,5	4,5
5	4,5	5	3	48,5	45,5	49	3	26	1	5,5	5	2,5	2,5	4,5
6	19,5	44,5	30,5	6,5	35,5	5,5	45	26	45	25,5	46,5	45	43	17
7	24,5	15,5	30,5	26	11	14,5	18	19,5	29	39	39,5	35,5	30,5	34,5
8	24,5	29	19	6,5	38	17	39	9,5	19,5	39	39,5	35,5	43	28
9	31,5	29	19	26	11	24	42	45,5	36,5	25,5	39,5	23,5	30,5	41
10	24,5	15,5	42,5	16,5	11	10	36	19,5	36,5	39	46,5	35,5	30,5	28
11	19,5	40	24,5	26	35,5	14,5	36	6,5	40,5	13,5	39,5	45	38,5	22
12	10,5	46,5	11,5	10,5	42	8	46	3	40,5	13,5	39,5	45	47	7
13	31,5	40	46	6,5	11	20	38	41,5	45	18,5	30,5	35,5	43	34,5
14	38,5	29	14,5	26	38	40,5	27	14,5	29	25,5	30,5	23,5	18,5	28
15	38,5	40	19	6,5	11	24	42	26	29	13,5	24,5	35,5	43	22
16	44	35,5	37	16,5	5	11,5	31,5	47,5	29	39	39,5	35,5	30,5	28
17	15	15,5	30,5	37	30,5	28	22	26	29	25,5	18	13	18,5	34,5
18	31,5	29	24,5	26	5	9	31,5	37,5	45	39	39,5	23,5	30,5	34,5
19	38,5	29	19	26	17,5	7	42	26	29	39	30,5	35,5	30,5	41
20	44	15,5	24,5	26	17,5	34	12	32,5	29	25,5	18	13	6	28
21	19,5	40	14,5	26	5	14,5	31,5	6,5	19,5	25,5	30,5	23,5	30,5	22
22	15	40	19	16,5	17,5	24	22	11,5	19,5	18,5	18	23,5	30,5	22
23	31,5	15,5	42,5	37	30,5	28	18	37,5	45	39	24,5	23,5	18,5	41
24	47	46,5	37	3,5	5	3	44	11,5	36,5	39	39,5	45	43	17
25	48,5	48,5	48,5	1,5	2	1,5	49	49	48	48,5	48,5	48,5	48,5	22
26	31,5	15,5	37	16,5	17,5	28	31,5	41,5	19,5	39	18	13	30,5	41
27	44	5	37	37	5	33	15,5	32,5	19,5	39	18	13	18,5	41
28	31,5	29	37	10,5	11	20	31,5	44	45	39	18	35,5	18,5	46,5
29	38,5	29	24,5	10,5	23,5	20	40	32,5	29	25,5	39,5	35,5	30,5	34,5
30	4,5	29	8	37	45,5	36	5,5	19,5	10,5	5,5	5	2,5	10,5	11
31	24,5	15,5	37	37	30,5	36	12	32,5	10,5	39	12	13	18,5	46,5
32	4,5	40	3	3,5	42	4	47	1	40,5	5,5	12	35,5	30,5	11
33	24,5	15,5	24,5	37	30,5	40,5	18	47,5	10,5	39	24,5	13	18,5	34,5
34	44	5	42,5	37	30,5	43	5,5	19,5	10,5	25,5	5	13	6	14,5
35	15	40	11,5	26	17,5	5,5	36	14,5	29	13,5	39,5	35,5	30,5	1,5
36	38,5	35,5	30,5	26	23,5	20	31,5	41,5	29	18,5	39,5	23,5	30,5	46,5
37	4,5	1,5	3	45	40	36	8	6,5	10,5	5,5	5	6	10,5	11
38	10,5	15,5	46	37	30,5	42	12	19,5	19,5	39	24,5	23,5	10,5	46,5
39	19,5	29	42,5	16,5	17,5	31	22	37,5	36,5	39	24,5	13	18,5	22
40	10,5	15,5	8	37	42	45	12	3	10,5	5,5	5	13	10,5	11
41	15	5	14,5	45	23,5	46,5	12	32,5	3,5	13,5	5	13	6	11
42	44	15,5	30,5	37	11	28	22	41,5	19,5	39	18	23,5	18,5	46,5
43	31,5	15,5	24,5	37	30,5	32	15,5	19,5	10,5	25,5	30,5	35,5	18,5	34,5
44	38,5	29	37	16,5	23,5	28	27	32,5	40,5	25,5	30,5	35,5	38,5	34,5
45	48,5	48,5	48,5	1,5	1	1,5	48	45,5	49	48,5	48,5	48,5	48,5	1,5
46	24,5	15,5	14,5	16,5	23,5	20	22	26	10,5	13,5	24,5	23,5	30,5	14,5
47	10,5	5	3	45	38	44	1,5	3	3,5	5,5	5	2,5	2,5	22
48	15	44,5	30,5	16,5	23,5	11,5	25	9,5	19,5	18,5	12	35,5	43	17
49	31,5	15,5	46	10,5	30,5	14,5	27	37,5	29	39	39,5	45	43	46,5

produits	sujet 4							sujet 5						sujet 6				
	humideA	lisseA	consistanceC	consistance versementC	consistanceB	particulesB	fuyantB	grainsA	humide A	fluideC	épaisB	grumeleuxB	grainsB	granuleuxA	compactA	filantC	granuleuxB	durété grainsB
1	38	47	2	2	4	2,5	46	2,5	6	48	3	2,5	48,5	2	4,5	46,5	4	48
2	10	40,5	15	19,5	31	8,5	12	5,5	9	13,5	41,5	2,5	48,5	5	4,5	43,5	4	48
3	38	47	7,5	19,5	31	1	12	2,5	3	7	35	2,5	44	2	13	49	4	37,5
4	18,5	47	7,5	19,5	14	8,5	26	2,5	6	39	18,5	5,5	37	5	1,5	43,5	4	37,5
5	38	47	2	1	4	2,5	46	2,5	9	45,5	1,5	5,5	44	5	1,5	48	4	37,5
6	10	33,5	40,5	46,5	44,5	16,5	12	16	14	7	45,5	35	21,5	15,5	41,5	7,5	26	28,5
7	18,5	10	30,5	19,5	22	40,5	26	33	45	33	18,5	35	21,5	37,5	23	24	40	16
8	3,5	10	40,5	37,5	39,5	16,5	26	33	20,5	13,5	29	13,5	9	33,5	23	7,5	16,5	4,5
9	10	10	40,5	37,5	31	40,5	12	16	20,5	13,5	41,5	24	9	23	32,5	7,5	26	16
10	10	10	40,5	42	31	40,5	5	16	20,5	13,5	35	35	21,5	33,5	32,5	7,5	26	16
11	18,5	40,5	40,5	32,5	39,5	8,5	5	8,5	14	20	35	24	2	33,5	38	7,5	16,5	16
12	3,5	40,5	40,5	44,5	46,5	8,5	5	8,5	3	3,5	45,5	13,5	9	9	45,5	36	9,5	4,5
13	18,5	10	40,5	32,5	39,5	40,5	12	33	27,5	25,5	25	44,5	21,5	44,5	38	7,5	40	28,5
14	27	28	23	28,5	22	26,5	26	23,5	36	20	25	24	21,5	20,5	23	24	40	16
15	27	28	40,5	32,5	31	26,5	26	23,5	27,5	7	41,5	24	9	26,5	23	24	26	4,5
16	18,5	10	40,5	37,5	31	40,5	26	23,5	36	33	25	44,5	21,5	46,5	32,5	24	40	28,5
17	38	21,5	23	25,5	14	40,5	26	43	36	42,5	6	18	9	18	23	24	26	16
18	10	10	30,5	32,5	39,5	26,5	26	43	14	13,5	35	35	21,5	30	45,5	24	40	16
19	10	10	40,5	37,5	39,5	40,5	12	43	20,5	13,5	35	44,5	9	18	45,5	24	40	4,5
20	38	21,5	15	11	9	40,5	39	43	45	33	13	35	9	37,5	23	24	40	28,5
21	18,5	10	23	25,5	22	16,5	26	11,5	14	7	29	13,5	9	18	32,5	24	16,5	16
22	38	40,5	23	19,5	14	26,5	12	23,5	27,5	33	18,5	18	21,5	13	13	36	16,5	16
23	27	10	23	19,5	31	40,5	39	33	36	33	18,5	35	2	41,5	32,5	24	40	28,5
24	10	10	40,5	46,5	44,5	26,5	5	23,5	27,5	7	45,5	35	37	44,5	41,5	7,5	26	16
25	1	1,5	48,5	48,5	48,5	48,5	1,5	48,5	1	1,5	48,5	48,5	30	48,5	48,5	7,5	48,5	16
26	10	21,5	23	19,5	22	40,5	26	23,5	36	39	13	35	21,5	37,5	13	7,5	26	28,5
27	27	10	15	11	9	40,5	39	33	45	42,5	8,5	35	21,5	30	13	36	40	28,5
28	38	21,5	30,5	19,5	22	40,5	39	43	36	33	25	44,5	32,5	26,5	23	24	40	16
29	27	10	30,5	37,5	31	40,5	26	23,5	27,5	20	35	24	21,5	26,5	23	24	26	16
30	18,5	40,5	7,5	11	14	16,5	12	8,5	14	42,5	8,5	13,5	21,5	2	4,5	43,5	9,5	16
31	27	21,5	15	19,5	22	26,5	26	43	45	33	18,5	24	44	23	23	36	26	44
32	3,5	40,5	40,5	44,5	46,5	8,5	5	5,5	14	3,5	45,5	8	37	9	45,5	36	4	37,5
33	47	33,5	7,5	5,5	4	26,5	46	33	36	25,5	10,5	35	44	41,5	13	24	40	48
34	47	33,5	7,5	5,5	4	26,5	46	43	45	48	6	35	37	46,5	7,5	40	40	37,5
35	10	28	40,5	42	39,5	8,5	26	16	14	13,5	41,5	8	44	13	41,5	7,5	12,5	37,5
36	27	10	40,5	42	39,5	26,5	26	23,5	20,5	13,5	35	44,5	30	20,5	41,5	7,5	26	44
37	38	47	7,5	11	14	8,5	39	11,5	6	25,5	18,5	2,5	37	7	38	43,5	9,5	44
38	38	33,5	15	11	9	26,5	39	33	45	33	18,5	24	32,5	23	13	24	26	33
39	38	21,5	23	19,5	31	26,5	26	43	45	20	29	35	37	41,5	13	24	40	44
40	47	40,5	2	3	4	8,5	46	8,5	9	45,5	4	10	37	9	7,5	40	4	37,5
41	38	33,5	7,5	7	4	8,5	46	33	27,5	39	6	13,5	44	13	13	40	12,5	37,5
42	47	33,5	15	11	14	26,5	39	43	45	42,5	10,5	35	44	37,5	13	24	40	44
43	27	28	15	11	22	26,5	26	33	45	33	25	24	21,5	26,5	32,5	24	16,5	4,5
44	38	21,5	23	28,5	22	26,5	26	33	36	25,5	18,5	24	21,5	33,5	23	7,5	26	16
45	3,5	1,5	48,5	48,5	48,5	48,5	1,5	48,5	3	1,5	48,5	48,5	30	48,5	48,5	7,5	48,5	16
46	38	21,5	23	28,5	14	16,5	12	16	20,5	25,5	13	13,5	9	41,5	32,5	24	26	4,5
47	47	40,5	7,5	4	4	8,5	46	16	36	48	1,5	8	9	11	4,5	46,5	9,5	1
48	27	28	30,5	37,5	39,5	16,5	26	33	27,5	20	35	18	9	15,5	23	24	16,5	16
49	18,5	10	30,5	28,5	22	40,5	26	16	27,5	25,5	35	44,5	2	30	32,5	7,5	40	28,5

Annexe 4 : Résultats des 25 paramètres rhéologiques des 16 suspensions modèles issues du plan d'expériences complet

produits	σ_{sl}	γ_{sl}	σ_{ss}	γ_{ss}	penetG'	$\tan\delta_{10}$	$\tan\delta_1$	$\tan\delta_{0,1}$	η^*_{10}	η^*_1	$\eta^*_{0,1}$	η^*	K*
A	15,2	7	33	1,2	0,07	0,133	0,12	0,111	5,14	46,0	392	0,07	45,8
B	4,2	3,9	15,5	4,7	0,165	0,337	0,293	0,197	3,44	21,6	157	0,174	22,4
C	8,1	6	20,6	1,0	0,083	0,193	0,144	0,126	3,37	31,0	251	0,074	30,2
D	5,1	3,7	17,1	3,8	0,181	0,341	0,312	0,143	4,39	27,2	205	0,174	27,5
E	17,8	13,3	30,2	0,4	0,074	0,212	0,119	0,059	2,85	26,3	233	0,065	26,6
F	12,2	11,8	19,6	0,5	0,152	0,269	0,297	0,16	3,09	20,8	151	0,163	21,2
G	21,4	18,7	35,3	0,7	0,058	0,154	0,126	0,083	2,69	23,9	211	0,059	24,0
H	9	12,7	17,2	5,3	0,188	0,554	0,383	0,188	2,42	14,0	98	0,208	14,6
I	15,7	5,4	46,4	1,9	0,084	0,17	0,152	0,134	7,15	59,0	493	0,085	59,4
J	1,5	1,1	8,6	2,3	0,162	0,428	0,286	0,222	3,04	18,9	140	0,176	19,9
K	1,3	3	2,6	0,8	0,086	0,218	0,156	0,115	3,69	29,1	247	0,089	29,6
L	0,5	1,5	4	0,8	0,192	0,637	0,308	0,215	1,88	10,0	70	0,217	10,5
M	10	6,6	25	1,0	0,088	0,242	0,168	0,114	5,27	40,7	350	0,093	41,7
N	3,9	3,5	12,6	3,5	0,117	0,489	0,201	0,184	4,47	22,9	195	0,124	24,0
O	5,7	4,4	22	1,0	0,083	0,291	0,166	0,102	3,29	25,5	223	0,087	26,4
P	1,4	3,2	6,2	3,8	0,108	0,484	0,262	0,152	1,99	12,6	100	0,155	13,3

produits	G'	η_{64-10s}	$\eta_{64-120s}$	η_{64}	η_{300}	η_{aller}	K _{aller}	η_{retour}	K _{retour}	η_{rel64}	plateau	périmètre
A	286	1240	1200	1100	442	0,34	18,9	0,45	9,9	620,0	1,00	59,5
B	128	1680	1620	1530	559	0,27	36,2	0,35	21	8,4	0,95	60,1
C	184	848	779	655	284	0,34	12,4	0,5	4,6	424,0	0,72	61,0
D	164	1870	1780	1650	596	0,26	40,6	0,33	26,1	9,4	1,01	61,6
E	164	1470	1470	1400	528	0,38	18,4	0,38	18,4	735,0	1,03	60,9
F	119	1880	1880	1860	622	0,26	40,9	0,29	37,6	9,4	0,34	56,0
G	140	1480	1460	1370	546	0,3	30,4	0,41	15,4	740,0	1,22	59,7
H	77	1710	1710	1690	571	0,27	35,5	0,28	34,2	8,6	0,89	62,7
I	421	441	393	372	152	0,39	4,7	0,41	3,9	220,5	2,17	63,2
J	107	1390	1190	942	403	0,25	29,5	0,47	8	7,0	0,65	61,7
K	72	213	152	148	70	0,4	2,5	0,5	1,3	106,5	1,50	63,7
L	45	1110	902	700	333	0,27	23	0,52	5,1	5,6	0,46	61,9
M	219	976	742	473	165	0,03	40	0,39	5,1	488,0	1,11	61,2
N	143	1490	1440	1330	533	0,36	19,3	0,43	12,9	7,5	1,04	60,9
O	164	539	425	267	102	0,1	23,8	0,49	2,1	269,5	0,76	62,0
P	56	1470	1430	1290	515	0,32	25,3	0,4	15,1	7,4	0,60	57,3

Annexe 5 : Résultats du profil Flash réalisé sur les 16 suspensions modèles issues du plan d'expériences complet

sujet 1										sujet 2					sujet 3				
produits		écoulement	tassement	tenue cuillère	résistance	granularité en bouche	granuleux	compact		viscosité	granuleux	fondant	coulant	collant	granuleux en bouche	résistance	pénétration	compact	granuleux
A	5	4,5	11	11,5	10,5	14	11	11,5	11	4,5	3	7	11,5	7	14,5	15	15	15	15
B	7	7	13	16	10,5	14	11	9	11	11	10,5	10	9,5	10,5	14,5	11	15	15	15
C	13	6	8	4	10,5	14	11	6	11	4,5	8	3	11,5	4	8,5	9	15	15	15
D	9	12,5	5	8,5	10,5	11	11	2,5	8	4,5	13,5	7	9,5	14	8,5	8	13	13	13
E	1	1	16	13,5	2,5	3	15,5	16	3,5	16	3	11	4	16	16	16	7,5	7,5	7,5
F	2	3	15	13,5	2,5	3	15,5	15	3,5	12	3	14,5	2	14	12	13,5	5	5	5
G	3	8,5	12	8,5	2,5	3	6,5	11,5	3,5	14	3	14,5	2	9	12	11	7,5	7,5	7,5
H	4	8,5	10	11,5	2,5	3	11	6	3,5	14	8	16	2	14	12	13,5	7,5	7,5	7,5
I	13	4,5	3	2,5	14	16	2,5	11,5	15	8,5	13,5	1,5	16	6	2	3,5	11,5	11,5	11,5
J	9	10,5	6,5	6	14	11	11	6	15	8,5	10,5	9	15	10,5	5,5	6	11,5	11,5	11,5
K	16	15	1	1	16	9	2,5	1	13	1,5	16	1,5	13,5	1,5	1	1	2	2	2
L	13	15	2	5	14	11	2,5	6	15	8,5	13,5	5	13,5	5	4	2	2	2	2
M	6	2	14	8,5	6,5	8	5	11,5	8	4,5	3	7	5,5	3	8,5	11	7,5	7,5	7,5
N	13	12,5	9	15	6,5	6,5	6,5	14	3,5	14	8	12,5	7,5	12	5,5	6	10	10	10
O	9	10,5	4	2,5	6,5	6,5	2,5	6	3,5	1,5	13,5	4	5,5	1,5	3	3,5	2	2	2
P	13	15	6,5	8,5	6,5	3	11	2,5	8	8,5	6	12,5	7,5	8	8,5	6	4	4	4

sujet 4										sujet 5					sujet 6				
produits		granuleux en bouche	coule	pâteux	durété des grains	tombe de la cuillère	cuillère plantée	gélifié	relief lisse	aqueux	granuleux en bouche	colle au palais	rigidité	douceur	granulométrie	granuleux	compact	surface	résistance
A	15	4,5	4,5	10	8,5	2,5	6,5	5	9,5	3,5	12,5	1	12	1	16	11,5	8	4,5	5,5
B	9	8	4,5	10	6	6,5	2,5	10	9,5	3,5	13,5	5	16	13,5	9	4	4,5	10	6,5
C	12,5	4,5	4,5	12	8,5	2,5	2,5	10	9,5	3,5	12	9	5	11	13	13,5	9	5,5	6,5
D	9	14,5	9	10	3	13,5	6,5	3,5	3,5	3	10,5	5	12	7	12	11,5	11	4	8
E	3	1,5	13,5	4	16	9,5	16	16	13,5	7,5	5	14	16	13	1	4	1	16	2
F	3	8	15,5	4	14,5	2,5	14,5	13,5	13,5	7,5	3	15	15	14	3	4	2	9	2
G	3	4,5	12	4	11	6,5	11	12	11	5	3	12	14	15	5	4	3,5	15	5,5
H	3	1,5	15,5	4	6	9,5	14,5	5	8,5	11	3	13	13	16	2	8,5	8	7	2
I	12,5	10,5	1,5	13	13	5	6,5	14,5	3,5	13	14	2	2	1	11	15	14	11,5	10,5
J	15	12,5	9	14	11	9,5	2,5	7	6	2	16	8	6	2	14	11,5	11	4	8
K	11	16	1,5	16	1	16	2,5	1,5	15,5	16	15	1	1	3	10	1	16	1	16
L	15	14,5	9	15	3	15	2,5	1,5	15,5	12	13	10	3	8	13	4	14	4	10,5
M	6	4,5	9	4	14,5	2,5	12,5	12	7	15	8	6	7	10	9	8,5	3,5	14	13,5
N	7	8	13,5	4	11	9,5	8,5	7	11	10	7	16	11	11	7	8,5	8	4	5,5
O	3	10,5	9	8	6	13,5	8,5	7	11	14	1	4	4	9	6	8,5	8	9	13,5
P	9	12,5	4,5	4	3	12	2,5	3,5	8,5	6	6	7	8	12	4	4	14	4	13,5

Annexe 6 : Résultats du pourcentage de pulpe expérimental, des 5 paramètres rhéologiques et des 6 descripteurs sensoriels concernant les 26 purées de fruits reconstituées, issues du plan d'expériences central composite

produits	pulpe	produits	$\tan\delta_1$	σ_{sl}	G'_l	η_{64-10s}	n
1	73,5	1	0,28	23,8	2639	2170	0,2
2	70,4	2	0,32	25,1	2297	2070	0,19
3	40,4	3	0,21	31,4	2132	903	0,37
4	77,9	4	0,22	24,8	2022	2190	0,2
5	56,3	5	0,3	11,6	1223	1610	0,21
6	60,7	6	0,3	34,5	3951	2590	0,22
7	69,3	7	0,28	17,4	1567	1720	0,21
8	67,3	8	0,32	30,4	2667	2140	0,2
9	65,3	9	0,27	19,3	1929	1850	0,2
10	72,6	10	0,31	26,2	2323	2150	0,2
11	50,8	11	0,26	11,4	1139	1370	0,22
12	69,1	12	0,3	13	1078	1770	0,2
13	62	13	0,25	23,2	2240	1800	0,19
14	82,4	14	0,34	25,9	2355	2390	0,19
15	53,9	15	0,29	22,3	1952	1640	0,21
16	71,1	16	0,31	16,1	1557	1960	0,19
17	67,3	17	0,27	26,8	2467	2260	0,16
18	90,1	18	0,35	37	2975	2750	0,18
19	58,7	19	0,27	16,7	1766	1520	0,2
20	70,8	20	0,33	11	1116	1820	0,19
21	67,1	21	0,26	27,1	2494	1760	0,16
22	88,1	22	0,33	21,1	1961	1790	0,19
23	62,1	23	0,28	22,8	2116	1840	0,2
24	72,6	24	0,32	16,4	2013	1960	0,19
25	70	25	0,29	44,2	3680	2340	0,15
26	80,5	26	0,31	28,4	2781	2510	0,17

produits	humide	granulosité visuelle	consistance visuelle	consistance en bouche	granulosité en bouche	pierreux
1	3,0	7,5	12,8	12,4	4,4	11,7
2	4,2	7,5	12,2	11,5	5,3	11,2
3	4,6	9,8	9,3	5,7	4,1	10,1
4	3,0	7,8	13,8	14,0	4,3	10,0
5	6,7	6,7	9,8	9,0	3,9	8,1
6	1,8	9,3	14,6	14,6	3,6	9,9
7	3,4	5,1	10,9	8,0	1,0	10,2
8	2,2	8,3	14,1	13,6	5,0	7,5
9	5,2	6,6	11,4	11,2	2,2	1,2
10	3,4	7,8	13,9	12,7	5,5	12,3
11	5,8	5,6	8,7	8,1	1,5	7,0
12	5,4	6,2	11,1	10,5	2,2	6,4
13	2,2	5,7	12,2	11,3	1,9	6,1
14	3,2	5,6	13,0	13,2	2,0	5,1
15	5,2	8,3	10,6	11,2	3,5	7,6
16	4,1	8,5	12,6	12,2	5,3	6,7
17	2,1	9,1	13,7	12,5	4,9	6,3
18	1,6	9,6	14,6	14,5	4,4	7,1
19	6,1	6,2	10,3	8,1	4,0	11,5
20	4,4	6,8	11,7	10,9	2,0	9,4
21	2,6	7,1	12,4	10,4	4,5	10,4
22	1,4	6,9	13,4	13,4	3,2	8,9
23	4,4	10,2	13,2	11,2	5,6	11,1
24	4,1	8,8	13,6	13,3	7,0	13,3
25	1,5	8,8	14,3	13,6	5,5	11,4
26	2,3	9,5	14,3	14,8	5,9	10,9

Annexe 7 : Résultats des 6 paramètres rhéologiques et des 5 descripteurs sensoriels concernant les 26 suspensions modèles, issues du plan d'expériences central composite

produits	$\tan\delta_1$	σ_{sl}	G'_l	η_{64-10s}	n_{retour}	périmètre
1	0,31	1,4	81,3	1420	0,41	55,3
2	0,37	0,8	53,7	1420	0,41	53,2
3	0,15	10,7	211,1	910	0,48	54,5
4	0,46	0,8	50	1450	0,39	49,3
5	0,48	0,5	39,4	1260	0,43	53,1
6	0,28	3	100	1710	0,37	53,4
7	0,26	2,8	87,2	1370	0,36	59,6
8	0,26	2,4	122,6	1310	0,46	108,1
9	0,32	5,1	79,5	1530	0,37	59,2
10	0,25	0,7	47,2	1180	0,46	54,6
11	0,24	18,9	71,1	1120	0,4	50,6
12	0,32	1,2	59,5	1470	0,36	95,6
13	0,24	1,9	58,2	1120	0,41	64,5
14	0,29	2,9	85,1	1720	0,34	49,8
15	0,35	3	100	1050	0,44	50,8
16	0,42	0,9	47,4	1420	0,39	63,0
17	0,29	1,1	58,8	1210	0,45	111,5
18	0,36	1,6	97,6	1610	0,39	117,3
19	0,25	1,3	66,1	1020	0,48	92,0
20	0,35	2	87,9	1590	0,37	93,6
21	0,28	3,6	159	1430	0,39	69,9
22	0,25	1,1	60	1500	0,39	94,1
23	0,31	1,2	66,9	1080	0,5	52,5
24	0,25	1,1	52,8	1460	0,42	111,1
25	0,24	2,5	122,3	1110	0,49	54,3
26	0,36	1,2	79,7	1530	0,45	80,8

produits	humide	granulosité visuelle	consistance visuelle	consistance en bouche	granulosité en bouche
1	8,3	8,3	7,8	7,6	9,6
2	7,5	8,0	7,5	7,9	10,1
3	11,6	8,6	4,6	3,8	9,3
4	7,8	8,5	7,0	6,0	8,4
5	8,8	6,3	4,7	4,3	10,1
6	7,3	8,2	7,7	7,3	10,4
7	6,4	0,6	5,9	6,9	0,3
8	9,9	12,5	5,7	6,3	13,7
9	7,2	8,2	8,2	6,2	3,2
10	9,3	6,2	3,0	4,0	10,5
11	9,2	4,7	3,5	3,5	2,0
12	6,3	4,9	6,2	8,6	2,5
13	8,1	3,4	4,3	3,9	4,1
14	6,1	4,1	6,4	6,4	1,7
15	8,0	8,5	3,6	4,0	9,9
16	7,7	9,7	7,1	8,5	9,0
17	6,8	8,8	5,2	4,4	11,9
18	7,5	10,9	6,8	6,8	10,4
19	8,7	2,0	1,9	1,5	4,0
20	7,2	2,9	4,6	5,3	4,9
21	8,6	6,1	6,1	6,7	8,3
22	9,8	6,9	5,9	5,8	7,0
23	10,2	6,6	4,0	4,4	12,5
24	8,8	8,3	5,6	5,3	12,7
25	10,1	11,2	4,3	4,4	12,6
26	7,7	11,1	5,9	6,8	12,5

Posters:

Taréa, S., Sieffermann, JM. and Cuvelier G., 2003, Use of Flash profile to build a product set for more advanced sensory study. Application to the study of the texture of particles suspensions, *The 12th world Congress of Food Science and Technology*, 16-20 Juillet, Chicago, USA.

Taréa, S., Danzart, M., Sieffermann, JM. and Cuvelier, G., 2003, A simple way to analyze sensory profiling data in order to select relevant experimental factors in food formulation, *The 5th Pangborn sensory Science Symposium*, 20-24 Juillet, Boston, USA.

Taréa S, Sieffermann, JM., Launay, B. and Cuvelier G., 2003, Relation entre propriétés rhéologiques et structure de dispersions concentrées de particules molles : purées de pommes, de poires et systèmes modèles, *Le 38^{ème} Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie*, 15-17 Octobre, Brest, France.

Sieffermann, JM., Delarue, J., Taréa, S. and Danzart, M., 2004, Proposition pour une sélection simple de principaux facteurs physiques expérimentaux lors d'une démarche de formulation sensorielle, *Les 11^{èmes} Journées de Formulation*, 8-9 Décembre, Paris, France.

Présentation orale:

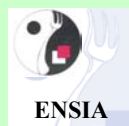
Taréa, S., Danzart, M., Cuvelier G. and Sieffermann, JM., 2004, An original procedure to identify the key instrumental parameters regarding the sensory texture of fruit purees, *The 1st International Workshop on Materials and Sensations*, 27-29 Octobre, Pau, France.

Articles

Taréa, S., Cuvelier G. and Sieffermann, JM., Sensory evaluation of the texture of the texture of 49 commercial apple and pear purees, *soumis à Journal of Food Quality*

Taréa, S., Sieffermann, JM. and Cuvelier, G., Influence of structural parameters on rheological behaviour and textural perception of model suspensions, *soumis à Journal of Texture Studies*

Taréa, S., Sieffermann, JM. and Cuvelier, G., Rheological aspects of apple and pear purees, *en préparation*



Use of Flash profile to build a product set for more advanced sensory study. Application to the study of the texture of particle suspensions

S. Tarea^{1*}, JM. Sieffermann¹, G. Cuvelier¹

¹Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires
Laboratoire de Perception Sensorielle et Sensométrie
UMR SCALE, 1 Avenue des Olympiades, 91744 Massy cedex, France
www.perception-sensorielle.com
s.tarea@caramail.com

Context of the study

Few works have been made about the texture of suspensions. The graininess perception, caused by fine particles in a continuous phase, is the most studied one. It contributes in a significant way to the tastiness of food products and it strongly depends on structural properties of particles (size, concentration, solubility, ...) and the rheological properties of the dispersion medium^{1,2}.

The general purpose of the study is to investigate the relationship between the structure, the rheological properties and the textural perception (visual and tactile) of suspensions of small particles (smaller than one millimeter diameter).

Objective

This work is a first sensory exploration that aims at choosing quickly a consistent and continuous product set for further studies. The initial product set is composed of both soft swollen particles and stiff particles.

Material and methods

Products

Table 1: List of the 14 particles constituting the product set, some structural properties and the codes used to identify them.

Particles	Particle size (μm)	Volume fraction (% V/V)	Codes
stiff particles			
cellulose	10	10	cell
silice 1	16	10	MS50
silice 2	23	10	MS52
swollen particles			
Aquakeep (used in nappies)	203		Aqua
apple compote v1	350	18	F
apple compote v2	1000	14	G
crushed alginate gel with particles:			
...rough, firm, big	>400	41	P1
...rough, firm, small	<400	35	P2
...rough, soft, big	>400	22	P3
...rough, soft, small	<400	22	P4
...smooth, firm, big	>400	41	P5
...smooth, firm, small	<400	35	P6
...smooth, soft, big	>400	22	P7
...smooth, soft, small	<400	22	P8



Figure 1: Photo of the product set 2 (volume fractions doubled compared to the product set 1)

Product set 1: The 14 particles are dispersed in a commercial apple juice. They sediment naturally and the excess of juice is eliminated. The volume fraction is reported in table 1.

Product set 2: The product set 1 is concentrated by centrifugation in order to double the volume fraction.

Flash Profile

Flash profile³ is a quick sensory descriptive method derived from Free Choice Profiling where each subject chooses and uses his/her own words to evaluate the whole product set comparatively.

5 assessors, 2 men and 3 women, aged from 20 to 50, have been recruited among students and personnel at the ENSIA for their previous experience in sensory analysis methodology.

Product set 1: all products are presented to assessors in 20 mL coded plastic cups. They are asked individually to rank the products for each attributes they have generated. Only visual and tactile dimensions of the texture are evaluated. They have no limit of time.

Product set 2: the same subjects assess the second product set. The methodology is the same than for the session 1.

Data are analyzed by Generalized Procrustes Analysis and Cluster Analysis.

Results and discussion

Both product sets are bidimensional: more than 92% of the information is carried out on the two first principal components of the PCA.

Flash profile 1: the sensory map

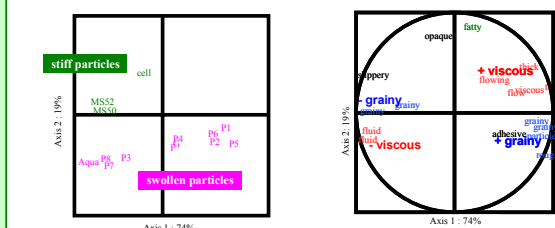


Figure 2: Results of the Procrustes analysis of the Flash profile on the product set 1

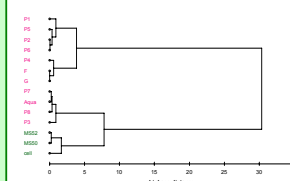


Figure 3: Cluster analysis of the product set 1

Swollen and stiff particles are well separated according to the second principal component. Swollen particles are mainly distributed along the first principal component that corresponds to an axis of "viscosity" and "graininess".

Flash profile 2: the sensory map

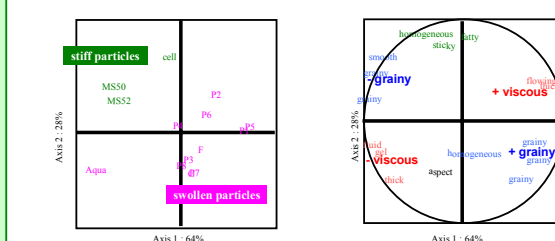


Figure 4: Results of the Procrustes analysis of the Flash profile on the product set 2 (volume fractions doubled compared to the product set 1)

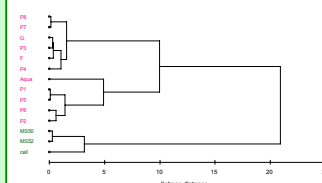


Figure 5: Cluster analysis of the product set 2

The product set is better distributed on the two first components. But it is still clustered into two groups: the swollen particle one and the stiff particle one.

Conclusions

The sensory map provided by Flash profile allows to assess the relative position of products very quickly.

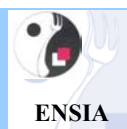
The studied product set is not continuous but well clustered according to the particle type. The subset of swollen particles is selected.

When the volume fraction increases, the product space is better distributed on the two first components so richer in sensory information.

To conclude, a product set composed of various compotes and their model systems (alginate particles), with a high volume fraction, will be adopted for the further study.

References

- Imai E., 1995, Oral perception of grittiness: effect of particle size and concentration of the dispersed particles and the dispersion medium, *Journal of Texture Studies*, 26: 561-576.
- Imai E., 1999, Effect of physical properties of food particles on the degree of graininess perceived in the mouth, *Journal of texture studies*, 30: 59-88.
- Sieffermann JM, 2002, Flash Profiling. A new method of sensory descriptive analysis. In: AIFST 35th convention, Sydney, Australia, 21th-24th July 2002. www.perception-sensorielle.com



A simple way to analyze sensory profiling data in order to select relevant experimental factors in food formulation

Context of the study

Fruit dispersions (juices and purees) have been studied for long: structural properties, rheological properties and sensory perception of such material seem to be correlated¹⁻³.

This work is part of a study of the relationship between the structure and the texture perception of particles dispersions. Model suspensions, that mimic apple compotes, are then produced in order to control structural properties.

Objective

The objective of this study is to quickly check if each physical property of the model dispersed particles ("shape", "size", "firmness" and "roughness") has an effect on the sensory perception of the product set and to select the most convenient experimental factors.

Material and methods

Products

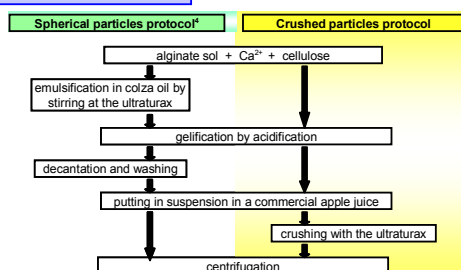


Figure 1: Two protocols to produce alginate particles in suspension in a commercial apple juice

Formulas	Factors			
	shape	size	firmness	roughness
P1	+	+	+	-
P2	+	-	+	+
P3	+	+	-	+
P4	+	-	-	+
P5	-	+	+	-
P6	-	+	+	+
P7	-	+	-	+
P8	-	-	-	+

level -	emulsification protocol	low speed of the ultraturax	low concentration of Ca^{2+}	without cellulose
level +	crushing protocol	high speed of the ultraturax	high concentration of Ca^{2+}	with cellulose

Table 1: Experimental screening design about formulation factors, based on a Hadamard's matrix

Flash Profile

Flash profile⁵ is a quick sensory descriptive method derived from Free Choice Profiling where each subject chooses and uses his/her own words to evaluate the whole product set comparatively.

6 assessors (3 men and 3 women) are recruited among students and personnel at the ENSIA for their previous experience in sensory analysis methodology.

Data analysis: the principle

4 Factors (F), 8 Products (P), n Attributes (A) and r_i^j , the Rank of the product i on the attribute j

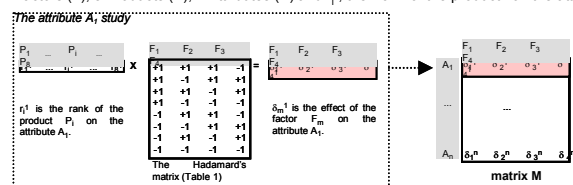
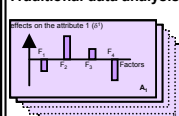


Figure 2: Calculation of the matrix of effects of the factors on the attributes from Flash profile

Traditional data analysis



This analysis is univariate. A similar pattern between all the histograms for two factors means that they have the same effect on the description of the product set. This method is not easy, especially when the number of attributes is high.

Multidimensional assessment of factor effects

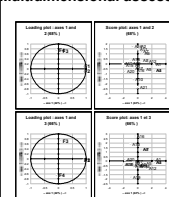


Figure 4: Example of PCA on the matrix M

A PCA performed on the matrix M allows an easy multidimensional visualization of the effects of the formulation factors on the global sensory perception of the product set. The product set representation is not necessary.

S. Tarea^{1*}, M. Danzart¹, JM. Sieffermann¹, G. Cuvelier¹

¹Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, Laboratoire de Perception Sensorielle et Sensorimétrie, UMR SCALE 1 Avenue des Olympiades, 91744 Massy cedex, France
s.tarea@caramail.com

Results and discussion

Assessors created between 2 and 5 attributes each, 21 in total.

Table 2: Matrix M of effects of the 4 factors on the 21 attributes generated by the 6 assessors during the Flash Profile

	F1	F2	F3	F4
	shape	size	firmness	roughness
A1: thick	8.25	4.25	0.25	20.75
grainy	5	9	13	-3
turbidity	15	-2	-2	16
viscosity	15	2	-2	16
flowing	7.5	-2.5	-0.5	4.5
grainy	4	4	11	5
thick	-0.25	16.25	2.25	4.75
covering power	9.75	10.75	-4.25	-4.75
slimy	-8	-1	3	-3
fluid	-4	-11	-4	-5
presence of grains	-0.75	6.25	13.25	0.75
wall effect	16.5	-2.5	5.5	0.5
viscosity on touch	-9.5	14.5	-5.5	-8.5
grainy	-6.5	8.5	14.5	-4.5
homogeneity	-21	-2	4	-8
viscosity	-8	14	-16	-2
firm thickness	1.25	-2.25	-1.25	-9.75
opaque	-17.75	-1.25	4.75	-12.75
sticky	-7.5	-9.5	11.5	-5.5
cloudy	-14.5	-2.5	-2.5	-12.5
grainy	-7.5	-13.5	-8.5	5.5

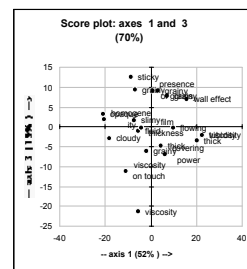
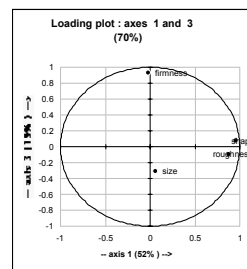
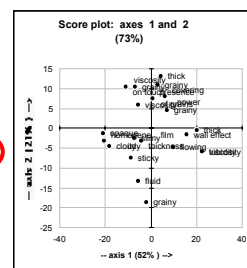
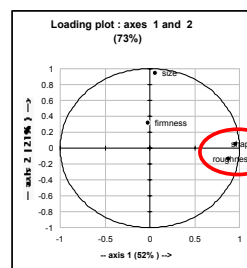


Figure 5: PCA results

The factors "shape" and "roughness" are highly correlated with the first principal component. This means they have the same effect on the description of the product set.

The factor "shape" is not taken into account any more. Only one producing particle protocol is kept: the "crushing" one.

Conclusions

The Flash profile allows to assess the sensory perception of the product set very quickly.

The data from screening design are handled by an original way to easily stress the importance on factors that do not bring new sensory information. In our case, three out of four factors are finally selected: "size", "firmness" and "roughness".

Less formulas will be prepared for the further study that corresponds to a saving of time in experiments (5 hours per formula).

References

- Mohr W., 1972, Appréciation 'grain', Journal of texture studies, 4, 263-268
- Mohr W., 1989, Influence of cultivar, fruit maturity and fruit anatomy on apple sauce particle size and texture, International Journal of Food Science and Technology, 24, 403-413
- Loescher E., 2003, Evaluations instrumentales et sensorielles de la texture de produits alimentaires de type semi-liquides. Applications au cas de fromages blancs et compotes, thesis, ENSIA, Massy, 190p.
- Porciet D., Lendi R., Beaulieu C., Halle J.P., Neufeld R.J., and Fournier A., 1992, Production of alginate beads by emulsification/internal gelation. I. Methodology, Appl. Microbiol. Biotechnol., 38, 39
- Sieffermann JM, 2002, Flash Profiling. A new method of sensory descriptive analysis. In: AIFS 35th convention, Sydney, Australia, 21st-24th July 2002, www.perception-sensorielle.com



Relation entre propriétés rhéologiques et structure de dispersions concentrées de particules molles : purées de pommes, de poires et systèmes modèles.

S. Taréa¹*, JM. Sieffermann¹, B. Launay¹, G. Cuvelier¹

¹Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, UMR SCALE
1 Avenue des Olympiades, 91744 Massy cedex
s.tarea@caramail.com

Contexte l'étude

Beaucoup de produits alimentaires formulés sont des dispersions plus ou moins concentrées de particules déformables. La diversité des textures de ces produits ne cesse de s'accroître, avec l'apparition de compotes broyées plus ou moins finement, des jus de fruits avec ou sans pulpe, des purées de légumes, diverses soupes et sauces...

Objectifs

L'objectif de notre travail est de décrire les dispersions de type purée de fruits et de mettre au point des systèmes modèles pour comprendre la relation entre propriétés rhéologiques et structure. La présente étude a donc porté dans un premier temps sur les produits du commerce (purées de pommes et de poires) puis dans un deuxième temps sur des milieux modèles.

Matériel et méthodes

Produits



Figure 1: Photos des 49 produits étudiés

Tableau 1: Types de produits

	Compotes	Petits pots pour bébés
Pommes	29	3
Poires	2	3
Pommes/poires	8	4

Systèmes modèles

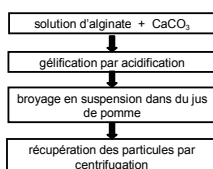


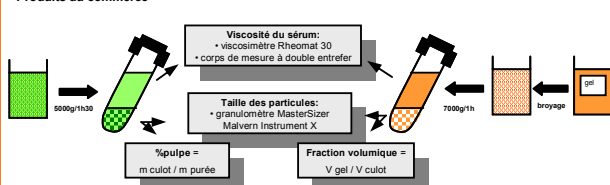
Figure 2: Protocole de fabrication

Tableau 2: Propriétés maîtrisées

Propriétés	Etapes du protocole
Fermeté des particules	Quantité de Ca^{2+}
Taille des particules	durée du broyage
Fraction volumique	[particules] dans le jus

Étude de structure

Produits du commerce



Systèmes modèles

Étude rhéologique

Mesure des propriétés d'écoulement:

La viscosité apparente des suspensions de fruits et de particules d'alginate est mesurée au viscosimètre Haake VT550 équipé d'un corps de mesure MV DIN (figure 3), à 64 s⁻¹ au bout de 10 s. Les systèmes étudiés ne présentent pas de propriétés thixotropes marquées.



Figure 3: corps de mesure MV DIN

Mesure des propriétés viscoélastiques:

Les mesures sont effectuées au rhéomètre Rheometrics RFS II, équipé d'une géométrie Vane (ailette 4 pales (figure 4), R=13,2mm, H=20mm). Un balayage en déformation de 0,1 à 150% est réalisé à la pulsation de 1 rad.s⁻¹. La valeur de G' est relevée dans le domaine linéaire.

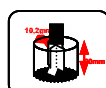


Figure 4: Géométrie Vane

Mesure du seuil d'écoulement:

La sortie du domaine linéaire des propriétés viscoélastiques correspond à une rupture de la cohésion du produit. La valeur de la contrainte correspondante est prise comme valeur d'un seuil d'écoulement.

Références

- [1] Lorenzo, C., Structuration et texture de purées de fruits (pomme et poire), DEA, ENSIA, Massy (2001).
[2] Schikjens, E., Van Vleet, T. et Dijk, C., Effect of processing conditions on the composition and rheological properties of applejuice, J. Food. Struct., 9:1-10 (1998).

Résultats et discussion

Produits du commerce

Tableau 3: Résultats structuraux

viscosité du sérum	de 7,5 à 220,4 mPa.s
taille des particules	de 170 à 1160 μm
pourcentage de pulpe	de 27,4 à 55,5% P/P

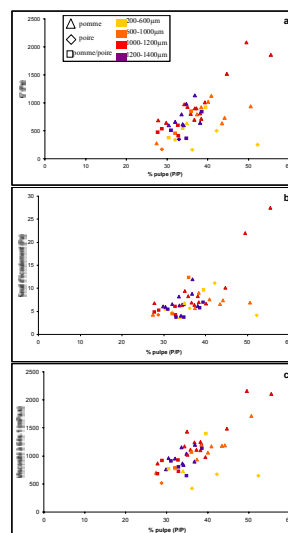


Figure 5: Paramètres rhéologiques en fonction des paramètres structuraux

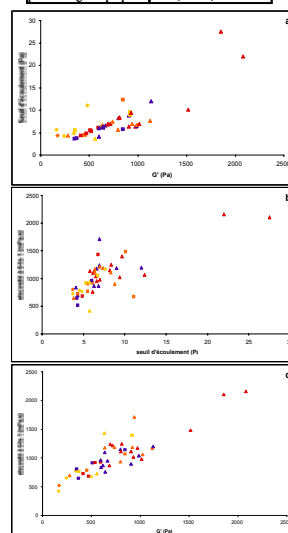


Figure 6: Relations entre les paramètres rhéologiques

D'après la figure 5, le pourcentage de pulpe est le paramètre important pour expliquer le comportement rhéologique des purées de fruit [1]. Cependant ce seul paramètre structural ne suffit pas [2]. La relation avec le type de fruits et la taille des particules n'est pas évidente. L'étude rhéologique montre une relation entre les propriétés au repos (G') et les propriétés d'écoulement de ces milieux (figure 6).

Systèmes modèles

Tableau 4: Résultats structuraux

viscosité du sérum	5±0,3 mPa.s
taille des particules	490 μm, 330 μm et 200 μm
fraction volumique	de 0,45 à 0,18

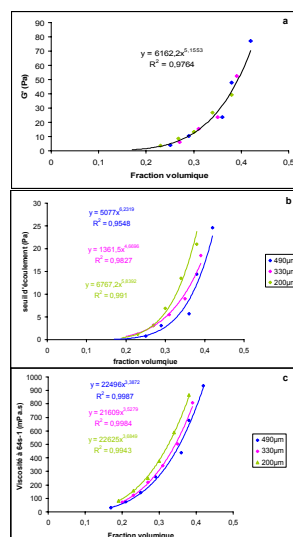


Figure 7: Paramètres rhéologiques en fonction des paramètres structuraux

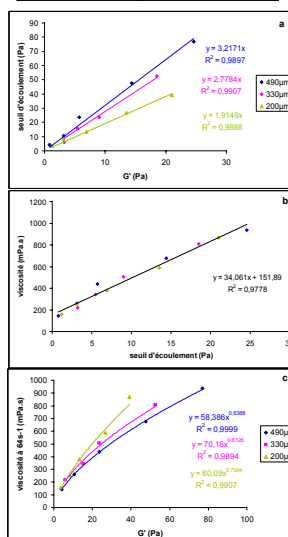


Figure 8: Relations entre les paramètres rhéologiques

Les suspensions modèles permettent de maîtriser plusieurs paramètres de structure et de les faire varier indépendamment les uns des autres. Les 3 paramètres rhéologiques étudiés augmentent avec la fraction volumique selon une relation en puissance (figure 7). Pour une même fraction volumique, la viscosité et le seuil d'écoulement augmentent avec la diminution de la taille des particules tandis que les valeurs de G' semblent indépendantes de la taille des particules.

Conclusion

Ce travail est une première étape dans la compréhension et la prédiction du comportement rhéologique de suspensions de particules molles. Il est envisagé d'étudier de façon plus approfondie l'influence de chaque paramètre de structure afin d'établir une modélisation du comportement en rapprochant les systèmes modèles des produits du commerce.

Relation entre propriétés rhéologiques et structure de dispersions concentrées de particules molles : purée de pommes, de poires et systèmes modèles.

S. Taréa, JM. Sieffermann, B. Launay et G. Cuvelier
UMR SCALE, ENSIA, Massy

Résumé : L'objectif de ce travail est de décrire les propriétés des dispersions alimentaires de type purée de fruits et de mettre au point des systèmes modèles pour comprendre la relation entre propriétés rhéologiques et structure. Les propriétés viscoélastiques et d'écoulement ont été étudiées et les relations entre celles-ci et les différents facteurs structuraux ont été analysées.

Mots clés : dispersions, purée de fruits, modélisation, propriétés rhéologiques, structure

Abstract : This work aims at describing the fruit puree dispersions. A model system has been developed in order to understand the relationship between rheological properties and structure. Viscoelastic and flowing properties have been studied. The various relationships between the rheological and structural parameters have been analyzed.

1 Introduction

Beaucoup de produits alimentaires formulés sont des dispersions plus ou moins concentrées de particules déformables. L'objectif de ce travail est de décrire les propriétés de dispersions de type purée de fruits et de mettre au point des systèmes modèles à partir de suspensions de particules de gel afin de comprendre la relation entre propriétés rhéologiques et structure.

2 Matériel et méthodes

2.1 Les produits

49 purées de fruits commerciales (39 compotes et 10 petits pots pour bébés) ont été étudiées, soient 32 purées de pommes, 5 purées de poires et 12 purées de pommes/poires.

Les systèmes modèles sont constitués de particules de gel d'alginate. Une solution d'alginate de sodium (Algogel™ 6021, Degussa) à 2% P/P et de carbonate de calcium à 10mM est gélifiée par l'ajout d'acide acétique pur sous agitation. Le gel est broyé dans du jus de pomme (Réa, 11% P/P de sucre) à l'aide d'un mixeur. La rigidité des gels, dépendante de la quantité de calcium, est ici égale à 300Pa. Trois tailles de particules, obtenues grâce à différents couples vitesse/durée de broyage, ont été étudiées : 490µm, 330µm et 200µm.

2.2 L'étude structurale

2.2.1 La quantité et la taille des particules

La fraction volumique occupée par les particules de fruits en suspension ne peut être estimée aisément, mais une grandeur représentant le pourcentage de pulpe des purées de fruits est déterminée par

centrifugation du produit à 5000g pendant 30min.

En ce qui concerne le milieu modèle, le volume de gel broyé étant connu et ne subissant pas de variation sensible lors de sa mise en suspension, la fraction volumique mise en œuvre peut être fixée.

La taille des particules de fruits et d'alginate est mesurée au granulomètre MasterSizer Malvern Instrument X.

2.2.2 La viscosité du sérum

La viscosité du sérum est mesurée au viscosimètre Rheomat 30 équipé d'un corps de mesure à double entrefer.

2.3 L'étude rhéologique des suspensions

2.3.1 Etude des propriétés d'écoulement

La viscosité apparente des suspensions de fruits et de particules d'alginate est mesurée au viscosimètre Haake VT550 équipé d'un corps de mesure MV DIN, à 64s⁻¹ au bout de 10s. Les systèmes étudiés ne présentent pas de propriétés thixotropes marquées.

2.3.2 Etude des propriétés viscoélastiques

Les mesures sont effectuées au rhéomètre Rheometrics RFS II, équipé d'une géométrie Vane (ailette 4 pales, R=13,2mm, H=20mm, avec un entrefer de 10,2mm). Un balayage en déformation de 0,1 à 150% est réalisé à la pulsation de 1 rads⁻¹. La valeur de G' est relevée dans le domaine linéaire.

3 Résultats et discussion

3.1 Purées de fruits

L'étude des purées de pomme/poire a montré la grande diversité de composition et de structure de telles suspensions. Le pourcentage de pulpe varie de

telles suspensions. Le pourcentage de pulpe varie de 27,4 à 55,5%, la viscosité du sérum de 7,5 à 220,4 mPa.s et la taille des particules de 170 à 1160 µm. Les petits pots pour bébés sont plus finement broyés que les compotes et ont des diamètres inférieurs à 400 µm.

L'étude rhéologique a montré une corrélation entre les propriétés au repos (G') et les propriétés d'écoulement de ces milieux (figure 1).

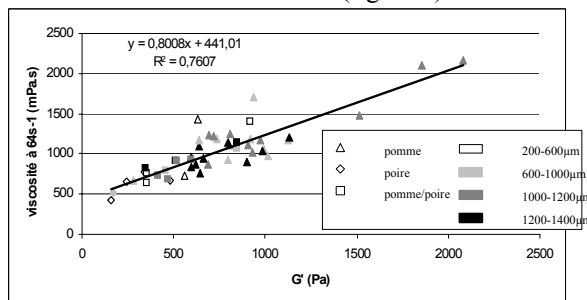


Figure 1: Viscosité apparente à 64 s⁻¹ des 49 purées de pomme/poire en fonction du module de conservation G' .

La viscosité apparente augmente globalement avec le pourcentage de pulpe (figure 2). Le nuage de points est cependant assez dispersé : ce seul paramètre structural ne suffit donc pas pour expliquer le comportement rhéologique de ces suspensions. La relation avec le type de fruits et la taille des particules n'est cependant pas évidente.

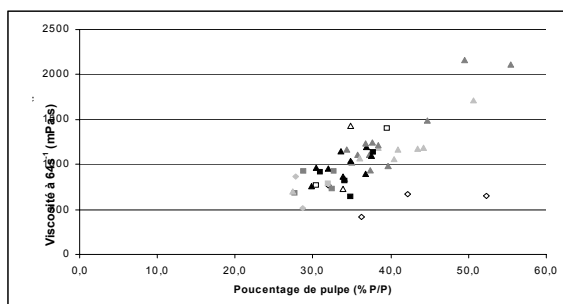


Figure 2: Viscosité apparente à 64 s⁻¹ des 49 purées de pomme/poire en fonction du pourcentage de pulpe (légende figure 1).

1.1 Systèmes modèles

La viscosité du sérum est constante et égale à $5 \pm 0,3$ mPa.s. Cette valeur est plus faible que la viscosité des sérums de purée de fruits.

La taille des particules étudiées se situe dans la gamme des petits pots pour bébés. La viscosité apparente des suspensions augmente avec la fraction volumique selon une relation en puissance (figure 3). Il semblerait que, pour une même fraction volumique, la viscosité augmente avec la diminution de la taille des particules. Il serait intéressant de vérifier cette tendance dans une gamme de tailles plus élevée.

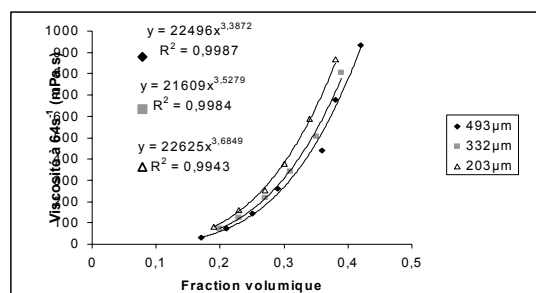


Figure 3: Viscosité apparente à 64 s⁻¹ des suspensions modèles en fonction de la fraction volumique pour 3 tailles de particules.

Les valeurs de G' des suspensions modèles augmentent de la même façon avec la fraction volumique, mais cette relation semble indépendante de la taille des particules (figure 4).

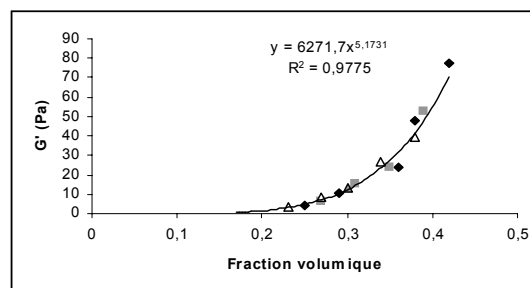


Figure 4: Module de conservation G' des suspensions modèles en fonction de la fraction volumique pour 3 tailles de particules (légende figure 3).

2 Conclusion

La fraction volumique (ou pourcentage de pulpe) semble être le paramètre important pour expliquer le comportement rhéologique des suspensions de ce type de particules molles [1]. Cependant, il semble également influencé par d'autres facteurs structuraux, tels que la taille des particules [2].

L'intérêt d'étudier des suspensions dites modèles est de pouvoir maîtriser plusieurs paramètres de structure, comme la viscosité du sérum, la taille des particules, leur fermeté et la fraction volumique des suspensions, et de les faire varier indépendamment les uns des autres.

Ce travail est une première étape dans la compréhension du comportement rhéologique de suspensions de particules molles. Il serait intéressant de faire une étude plus approfondie sur l'influence de chaque paramètre de structure, de façon à établir une relation multidimensionnelle.

[1] Lorenzo, C., Structuration et texture de purées de fruits : pomme et poire, *DEA*, ENSIA, Massy (2001).

[2] Schijkens, E., Van Vliet, T. et Dijk, C., Effect of processing conditions on the composition and rheological properties of applesauce, *J. Text. Studies*, 8:1-10 (1998).



Proposition pour une sélection simple des principaux facteurs physiques expérimentaux lors d'une démarche de formulation sensorielle

Objectifs

L'objectif de ce travail est de proposer, lors d'une démarche expérimentale de formulation de type plans d'expérience, une méthode simple et rapide de sélection des principaux facteurs physiques en fonction de leur implication sensorielle. La méthode proposée se démarque des approches classiques univariées par sa prise en compte globale des effets simultanés de l'ensemble des facteurs du plan d'expérience.

Matériels et méthodes

Le plan d'expérience

Dans l'exemple présenté, nous souhaitons formuler des suspensions de particules molles en ajustant 4 caractéristiques physiques (forme, taille, fermeté, rugosité) correspondant à l'utilisation de différents procédés de fabrication¹⁻⁴.

Un plan d'expérience de type Plackett-Burman permet de tester l'effet de ces 4 variables en seulement 8 formules⁵ (Tableau 1).

La préparation de chaque formule nécessite cependant une durée de 5 heures.

Notre objectif était de sélectionner, parmi les facteurs concernés, uniquement les variables pertinentes sensoriellement (c'est à dire non redondantes et permettant l'apport de caractéristiques sensorielles spécifiques) en vue d'études ultérieures réalisées à la fois sur instruments et sur de nombreux sujets humains.

Formules	Facteurs			
	forme	taille	fermeté	rugosité
P1	+	+	+	-
P2	+	-	+	+
P3	+	-	-	+
P4	+	+	-	-
P5	-	+	+	+
P6	-	+	-	+
P7	-	-	+	-
P8	-	-	-	-

Tableau 1: Exemple de tableau de facteurs expérimentaux lors d'une démarche de plan d'expérience en formulation (matrice de Hadamard)

niveau -	protocole émulsionification	basse vitesse Ultraturax	faible concentration de Ca 2+	sans cellulose
niveau +	protocole broyage	haute vitesse Ultraturax	forte concentration de Ca 2+	avec cellulose

La description sensorielle

La méthode suppose dans un second temps la réalisation d'une étude descriptive sensorielle rapide sur les produits formulés à partir du plan d'expérience. L'objectif est alors d'identifier l'essentiel des conséquences sensorielles des effets des facteurs sur l'ensemble des produits formulés sans pour autant y consacrer un temps important.

La méthode de profil flash est particulièrement adaptée à cet objectif. Elle permet l'obtention d'un positionnement multidimensionnel sensoriel rapide d'un ensemble de produits en un temps minimal (une demi-journée).

Le profil flash

Le Profil Flash⁶ est une méthode de description sensorielle rapide dérivée du Profil par Libre Choix où chaque sujet choisit et utilise ses propres mots pour évaluer de façon comparative l'ensemble de l'espace produit.

L'espace produit est présenté simultanément dans sa globalité.

Chaque sujet choisit les notions sensorielles les mieux adaptées, selon lui, pour décrire la diversité des produits qui lui sont présentés.

Le panéliste classe ensuite la totalité des produits sur chacune des notions sensorielles.

Les sessions sont individuelles et durent en général une demi-journée.

L'utilisation d'une méthode comparative permet :

- Une meilleure discrimination des produits
- Une meilleure concentration sur les différences essentielles entre les produits
- Une sélection de termes descriptifs toujours pertinents
- De travailler sans expérience préalable spécifique sur l'espace produit

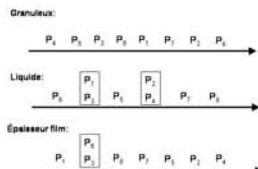
L'utilisation d'une procédure de description libre permet :

- L'utilisation d'un vocabulaire moins consensuel mais plus spécifique
- D'éviter de longues séances de mise en commun et définitions de notions sensorielles
- De travailler en séances individuelles
- De travailler avec des professionnels, experts au langage très individualiste (oenologues, parfumeurs, aromaticiens, etc)

Dans le cas de l'exemple présenté, 6 panélistes (3 hommes et 3 femmes) ont été recrutés parmi les étudiants et le personnel de l'ENSIA en fonction de leur expérience préalable en description sensorielle.

Les sujets ont utilisé chacun de 2 à 5 termes descriptifs, constituant au total une liste de 21 termes descriptifs. La durée de chaque session individuelle a été inférieure à deux heures.

Exemple de classement de produits sur 3 descripteurs générés par des panélistes :



JM. Sieffermann^{1*}, J. Delarue¹, S. Tarea¹, M. Danzart¹

¹Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, Laboratoire de Perception Sensorielle et Sensométrie, UMR SCALE 1 Avenue des Olympiades, 91744 Massy cedex, France
*jms@ensia.fr

Resultats et discussion

Analyse des données

4 Facteurs (F), 8 Produits (P), n Descripteurs (D) and r_i le rang du produit i sur le descripteur j

Exemple du descripteur D_1

$$\begin{matrix} P_1 & P_2 & P_3 & P_4 & P_5 & P_6 & P_7 & P_8 \\ r_1^1 & r_1^2 & r_1^3 & r_1^4 & r_1^5 & r_1^6 & r_1^7 & r_1^8 \end{matrix} \times \begin{matrix} F_1 & F_2 & F_3 & F_4 \\ +1 & +1 & +1 & -1 \\ +1 & -1 & +1 & +1 \\ +1 & +1 & -1 & +1 \\ -1 & -1 & -1 & -1 \\ -1 & +1 & -1 & -1 \\ -1 & +1 & +1 & -1 \\ -1 & -1 & +1 & +1 \\ -1 & -1 & -1 & -1 \end{matrix} = \begin{matrix} F_1 & F_2 & F_3 & F_4 \\ \delta_{11}^1 & \delta_{12}^1 & \delta_{13}^1 & \delta_{14}^1 \end{matrix} \rightarrow \begin{matrix} F_1 & F_2 & F_3 & F_4 \\ \delta_{11}^1 & \delta_{12}^1 & \delta_{13}^1 & \delta_{14}^1 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ \delta_{n1}^1 & \delta_{n2}^1 & \delta_{n3}^1 & \delta_{n4}^1 \end{matrix} \text{ matrice M}$$

r_i^j est le rang du produit P_i sur le descripteur D_j .
 δ_{ij}^k est l'effet du facteur F_k sur le descripteur D_i .
La matrice de Hadamard (Tableau 1)

Figure 2: Calcul de la matrice des effets de chaque facteur sur chaque descripteur issu du profil flash

Le produit de la matrice d'Hadamard des facteurs du plan d'expérience avec celles des rangs des produits fonction des différents attributs sensoriels permet la constitution d'une matrice M constituée des effets des facteurs du plan d'expérience sur l'ensemble des attributs sensoriels (Figure 2).

	F ₁	F ₂	F ₃	F ₄
	Forme	Taille	Fermeté	Rugosité
D ₁				
Épais	8,25	4,25	0,25	20,75
Granuleux	5	9	13	-3
Turbidité	15	-2	-2	16
Viscosité	15	-2	-2	16
Coulant	7,5	-2,5	-0,5	4,5
Granuleux	4	11	5	9
Épais	-0,25	18,25	2,25	4,75
Pouvoir couvrant	9,75	10,75	-4,25	-4,75
Application grasse	-8	-1	3	-3
Liquide	-4	-11	-4	-5
Présence grains	-0,75	8,25	13,25	0,75
Effet paroi	18,5	-2,5	5,5	0,5
Viscosité toucher	-9,5	14,5	-5,5	-8,5
Granuleux	-6,5	8,5	14,5	-4,5
Homogénéité	-21	-2	4	-8
Viscosité	-8	14	-16	-2
Épaisseur film	1,25	-2,25	-1,25	-9,75
Opaque	-17,75	-1,25	4,75	-12,75
Adhésion récipient	-7,5	-9,5	11,5	-5,5
Trouble	-14,5	-2,5	-2,5	-12,5
D ₂				
Granuleux	-7,5	-13,5	-8,5	5,5

Une Analyse en Composantes Principales réalisée sur cette matrice M permet la visualisation immédiate des facteurs expérimentaux principaux (figure 3).

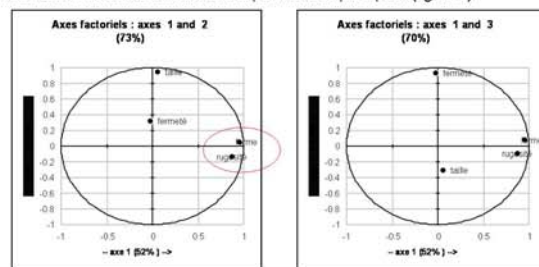


Figure 3: Résultats de l'ACP sur la matrice M

Les facteurs "forme" et "rugosité" sont très corrélés avec la 1^{ère} composante principale. Ceci signifie qu'ils ont la même influence sur la description de l'espace produit.

Le facteur "forme" ne sera plus conservé. Seul un protocole sur les deux est conservé.

La méthode ne nécessite ni visualisation, ni interprétation sémantique de l'espace sensoriel des produits (Celui-ci est cependant disponible pour toute étude sémantique complémentaire).

Conclusions

Le Profil Flash permet la description sensorielle d'un espace produit très rapidement.

Le traitement proposé des données de l'étude exploratoire permet d'identifier rapidement l'importance relative des différents facteurs étudiés au vu de leur importance sensorielle. Dans le cas présenté, seuls 3 facteurs (sur les 4 initiaux) sont finalement conservés : "taille", "fermeté" et "rugosité".

Dans ce cas particulier, la méthode permet un gain de temps substantiel dans la préparation des produits utilisés pour les études ultérieures (5 heures par formule).

References

- Mohr W., 1972, Appréhension "grain", Journal of texture studies, 4, 263-268
- Mohr W., 1989, Influence of cultivar, fruit maturity and fruit anatomy on apple sauce particle size and texture, International Journal of Food Science and Technology, 24, 403-413
- Loescher E., 2003, Evaluations instrumentales et sensorielles de la texture de produits alimentaires de type semi-liquide. Applications au cas de fromages blancs et compotes, thèse, ENSIA, Massy, 190p.
- Poncelot D., Lencki R., Beaulieu C., Halle J.P., Newbold R.J., and Fourmer A., 1992, Production of alginate beads by emulsification/internal gelation I. Methodology, Appl Microbiol Biotechnol, 38, 39
- Sieffermann JM, 2002, Flash Profiling: A new method of sensory descriptive analysis. In: AFST 35th convention, Sydney, Australia, 27th-30th July 2002, www.perception-sensorielle.com

An original procedure to identify the key instrumental parameters regarding the sensory texture of fruit purees.

S. Tarea*, M. Danzart, G. Cuvelier, JM. Sieffermann
UMR SCALE, ENSIA, Massy

Abstract : The aim of this study is to identify the key instrumental parameters regarding the sensory texture of a very large product set of fruit purees. The visual and the mouthfeel texture of 49 commercial pear and apple purees were assessed by Flash profile and a large set of structural and rheological parameters were measured. The Flash profile is a recent sensory descriptive method derived from Free Choice profiling and based on a comparative evaluation of the whole product set. The benefit of this method is its rapidity (a half of a day in our case). The semantic interpretation is not searched because no consensual vocabulary is developed. This makes establishing correlations between sensory attributes and experimental parameters useless. The originality is the work that has been done on the sensory map structure and on the choice of the experimental parameters that allowed to find the same positioning of the product set. The Flash profile data and instrumental data were treated together by MFA.

Key words : apple and pear purees, texture, Flash profile, rheology, structure, MFA

1 Introduction

The texture is an organoleptic property of food. It can be assessed verbally by sensory analysis or instrumentally by structural, physicochemical and rheological measurements. Many studies aim at finding relations between these both sets of data (Giboreau, 1993, Henry, 1995, Giboreau, 2001, Loescher, 2003). The final purpose is the possibility of predicting sensory perception by easy, quick and relevant measurements. The standard steps are :

- Selection of a product set
- Identification of sensory attributes by conventional profile
- Panel training and sensory evaluation of the product set.
- Identification of discriminant, independent and repeatable instrumental measurements
- Correlation establishment by regression statistics.

The product sets are generally restricted (about 10 products) and relations are consequently local and highly dependant on it. The choice of relevant parameters is often arbitrary and the retained attributes and instrumental parameters are often very numerous but not necessary to explain the texture. Finally, the time required is long. Our purpose was thus to set up a method in order to quickly identify the most relevant attributes and the key instrumental parameters from a large product set. We chose a product set composed of apple/pear purees.

2 Material and methods

2.1 Products

49 commercial fruit purees were purchased from local grocery stores. The product set was composed

of 32 apple purees, 5 pear purees and 12 apple/pear purees.

2.2 Instrumental study

Our goal was to establish a wide range of measurements in order to characterize the texture of the product set. 42 structural and rheological parameters were identified. They were checked to be repeatable and discriminant.

2.2.1 Structural and physico-chemical study

Structural parameters described the whole product or specifically the particulate phase and the continuous phase of fruit purees.

- Whole product:

Fruit purees can be first characterized by their density (*density*). It is the ratio of the weight of a precise puree volume by the weight of an equivalent water volume. The dry matter (*puree DM*) allows to study the whole content of fruit puree (particles, sugar, pectins). The product is warmed at 103°C during 24h. The DM is expressed in percentage by weight of the initial product. The Brix degree (*°Brix*) indicates the equivalent concentration in sucrose in fruit purees. It is measured with a Brix diffractometer (Atago 3T, Japan).

- Continuous phase:

The serum, especially composed of soluble components (sugar and pectins), constitutes the fruit puree free from particles. The serum is separated from particles by centrifugation (5000g/1h30). The serum dry matter (*serum DM*) is characteristic of the soluble components. The serum is warmed at 103°C during 24h. The serum DM is explained in percentage by weight of the initial weight. The serum viscosity is

serum viscosity is dependant on pectin content. It is thus an indirect method in order to assess the effect of pectin content. A shear rate sweep is performed from 50s^{-1} to 500s^{-1} and the value of the apparent viscosity at 64s^{-1} is noted (*serum viscosity*). The serum is a pseudoplastic fluid (the viscosity decreases when shear rate increases). This type of rheological behavior can be described by the in power law equation (Ostwald):

$$\sigma = K \cdot \dot{\gamma}^n \text{ with } \sigma = \eta_{\text{app}} \cdot \dot{\gamma}$$

where $\dot{\gamma}$ is the shear rate (s^{-1}), σ is the resultant shear stress (Pa) and η_{app} is the apparent viscosity (Pa.s). K is the consistency index (Pa.s^n) and n is the pseudoplasticity index. K and n (K_{serum} and n_{serum}) are thus retained.

- *Particulate phase:*

The *pulp content* is established after the 5000g/1h30 centrifugation. It is the percentage by weight of the bottom against the initial weight of product. The bottom of the pear purees centrifugation contains a yellowish layer specific of gritty cells. The *gritty content* is the percentage by weight of the gritty cells layer against the initial weight of product. The vegetable fibers are water of insoluble solids (WIS). Under the hypothesis their volume is not significant, the *WIS content* can be calculated by the difference of the puree DM and the serum DM. The particle size is measured with a laser granulometer (Malvern, measuring a range from 0 to $2000\mu\text{m}$). A typical granulogram is composed of two different peaks corresponding to two particle populations, one with small diameters (peak 1) and the other one with larger diameters (peak 2). Several parameters are thus selected: the peak 1 diameter (*peak 1*), the peak 2 diameter (*peak 2*) and their corresponding volume fraction (*volume 1* and *volume 2*), the volume fraction weighted peak 1 and peak 2 (*VP 1* and *VP 2*), the ratio of volume fraction 2 by volume fraction 1 (*proportion*) and finally the diameter spreading that corresponds to the $D_{0,9}$ - $D_{0,1}$ (*spreading*). 90% of particles have a diameter lower than the $D_{0,9}$ called diameter and 10% have a diameter lower than the $D_{0,1}$ called one.

1.1.1 Rheological study

The rheological study was done in order to characterize the typical behavior of fruit particles suspensions.

- *Viscoelastic behavior :*

Fruit purees exhibit a viscoelastic behavior: they have at the same time elastic properties (ideal solid) and flow properties (ideal liquid). This property is measured with a small amplitude oscillatory test. A four bladed Vane system (10.2 mm gap) is adapted on the rheometer RFSII. G' (storage modulus) and G'' (loss modulus) are measured during a pulse sweep, performed at 25°C from 10 rad.s^{-1} to 0.1 rad.s^{-1}

¹ at 0.1% strain in the linear viscoelastic field. Several parameters are extracted from this experiment: the slope of the G' linear curve (G' slope), the loss factor ($\tan \delta = G''/G'$) at 0.1 rad.s^{-1} , 1 rad.s^{-1} and 10 rad.s^{-1} ($\tan \delta 0.1\text{ rad.s}^{-1}$, $\tan \delta 1\text{ rad.s}^{-1}$ and $\tan \delta 10\text{ rad.s}^{-1}$) and the complex viscosity at the same pulses ($\eta^* 0.1\text{ rad.s}^{-1}$, $\eta^* 1\text{ rad.s}^{-1}$ and $\eta^* 10\text{ rad.s}^{-1}$):

$$\eta^* = \sqrt{(G'^2 + G''^2)} / \omega$$

where ω is the pulse (rad.s^{-1}). Power law dependence of η^* was applied as a function of ω . The K^* and n^* are noted. The value of G' in the linear field at 1 rad.s^{-1} is also considered (*linear G'*).

- *Plastic behavior:*

A strain sweep is performed at 25°C from 0,1 to 150% at the 1 rad.s^{-1} pulse with the Vane rheometer (RFSII, 10.2 mm gap). The shear stress at the G' linear field limit is assimilated as a yield stress (*linear YS*). The corresponding strain is also selected (*linear strain*). The yield stress was also determined by a static experiment. The Vane system rotates with a constant rate ($0,05\text{s}^{-1}$). The product behaves as a solid until breaking. The static yield stress (*static YS*) corresponds to the maximum of the curve of shear stress as a function of time. As previously, the corresponding strain is noted (*static strain*).

- *Viscous behavior :*

Fruit purees are pseudoplastic and weakly thixotropic materials: the apparent viscosity depends on shear rate and time. This study is done with imposed rate. A coaxial cylinder viscosimeter (Haake VT550, MV DIN) is used and the temperature is regulated at 25°C . The apparent viscosity at 64 s^{-1} after 10s is measured ($\eta_{64\text{s}-1,10\text{s}}$). To separate the influence of the continuous phase and the particle one, the relative viscosity was calculated by the ratio of the puree apparent viscosity by the serum one, at 64s^{-1} ($\eta_{\text{rel } 64\text{s}-1}$). A shear rate sweep is then performed from 50s^{-1} to 500s^{-1} (up) and from 500s^{-1} to 50s^{-1} (down) The power law equation (equation) is used in order to determinate behavior index (n_{up} and n_{down}) and the consistency index (K_{up} and K_{down}). The 64s^{-1} and 300s^{-1} apparent viscosities from the down curve were also compared ($\eta_{64\text{s}-1}$ and $\eta_{300\text{s}-1}$).

- *Complementary back extrusion study:*

Back extrusion is an empirical methods that compresses the material until it flows through a narrow annulus (4 mm gap). The apparatus is the texturometer TAXT2 equipped with a piston going down 65 mm of product at a $0,5\text{ mm/s}$ speed (20°C). The curve of the force (N) as a function of the penetration distance (mm) is obtained. The adopted parameters are the value of the mean plateau of the curve (*mean plateau*) and the perimeter of the curve (*perimeter*).

1.1.2 Data analysis

A PCA (Principle Component Analysis) was carried out to sort out relationships among instrumental parameters.

1.1 Sensory analysis : Flash profile

1.1.1 Assessors

The panels was composed of 6 assessors, aged between 20 and 50. They were recruited for their previous experience in sensory analysis methodology.

1.1.2 Procedure

Only one individual evaluation session, integrating the phases of familiarization, attribute generation and rating of the product set was performed (Sieffermann, 2002). 25 mL per product were served to assessors in coded plastic cups at room temperature. All the products were presented simultaneously. As in Free Choice profiling, the assessors generated and used their own terms to best describe the differences between the products. They were asked to focus on visual and mouthfeel texture and to rank directly the products for each attribute on an ordinal scale. Ties were allowed. They had no limit of time and could take a break when desired.

1.1.3 Data analysis

Flash profile data were analyzed by Generalized Procrustes Analysis (GPA) (Gower, 1975). This method uses translation, rotation and scaling of the individual product sets in order to minimize the consensus procrustean statistics and to calculate the average positions of the products.

Cluster analysis was performed on the consensus coordinates in order to estimate the sensory proximity of the products. It allowed us to visualize the inter-product distance by taking into account all the dimensions of the GPA consensus. The precise semantic interpretation is difficult in Flash profile: first because the number of terms is large and second because the meaning of each term is uncertain. Following GPA, a second Cluster analysis was carried out on terms and allowed us to point out the common use of groups of terms. Those semantic interpretations were then transferred on the GPA loading plot.

1.2 Key parameters identification by MFA

1.2.1 MFA principle

Multiple Factor Analysis (MFA) can be considered as a PCA performed on various preset groups of data (Escofier and Pagès, 1998). A weight equal to $1/\lambda_1^i$ (the first eigenvalue of the separate PCA of each group i) is attributed to each variable of each group in

order to balance the influence of the various groups.

1.2.2 Parameters identification

The purpose was to identify the instrumental parameters the most correlated with the main clusters of sensory attributes. MFA was applied jointly on instrumental and sensory data. Sensory data were composed of 6 groups (one per assessor): each group was a matrix of ranks [products x attributes]. The seventh group was a matrix of instrumental values [products x parameters]. The MFA was applied on 25 products from the 49. They were selected from Cluster analysis performed on sensory data in order to constitute a representative product set.

The Pearson coefficients were calculated from each vector coordinates of the MFA loading plot. The instrumental parameters which were the most correlated with the various groups of terms were selected.

1.2.3 Validation phase

The validation phase used the 24 remaining products. The sensory data were treated by GPA and instrumental data (3 selected parameters) by PCA. The coordinates were then used as input data to a further GPA.

2 Results and discussion

2.1 Instrumental results

2.1.1 Dimensionality

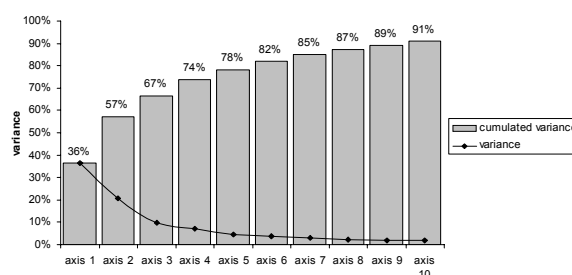


Figure 1: Distribution of the variance per dimension of instrumental data PCA

The PCA was performed on instrumental results. The total amount of variance was explained by the first 26 components of the PCA. The figure 1 represents the first 10 components. The first three dimensions accounted for 67% of the variance (respectively 36%, 21% and 10%). Further dimensions explained only a little proportion of variance (<10%).

2.1.2 Instrumental map

The 49 products were well distributed on the map (figure 2).

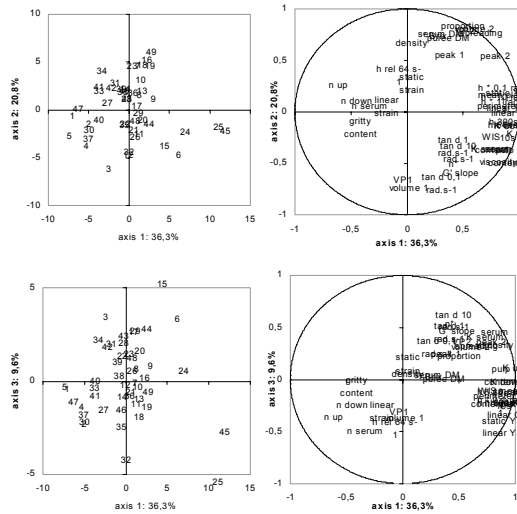


Figure 2: The three dimensional instrumental map from PCA.

Major instrumental parameters seem to be strongly correlated, that means they bring the same information about our product set. Measuring or calculating them all is thus not necessary. The first component seems to be a consistency parameter axis and the second component a particle size parameter axis. The following study aims at selecting the most relevant parameters in order to assess the fruit puree texture.

1.1 Sensory results

1.1.1 Sensory attributes

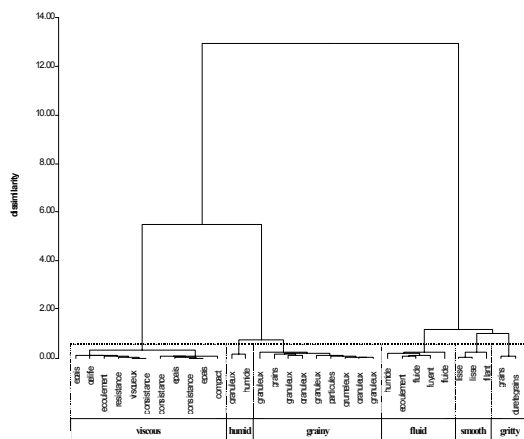


Figure 3 : Cluster analysis on sensory attributes

The 6 assessors generated individual vocabularies

ranging from 4 to 7 attributes, for a total of 32 different terms. Cluster analysis was carried out on terms following GPA (figure 3). Six main groups were obtained. We chose to summarize them by “viscous”, “humid”, “grainy”, “fluid”, “smooth” and “gritty” attributes. The “humid” and the “gritty” characteristics were only used by two panelists.

1.1.2 The dimensionality

The GPA was performed on the individual results. The total amount of variance was explained by the first six components of the GPA (figure 4). The first two dimensions accounted for 92% of the variance (respectively 65 and 27%). Further dimensions explained only a little proportion of variance (<5%). However, the analysis of the GPA configuration revealed that the third dimension was important to explain specific texture characteristic of the product set.

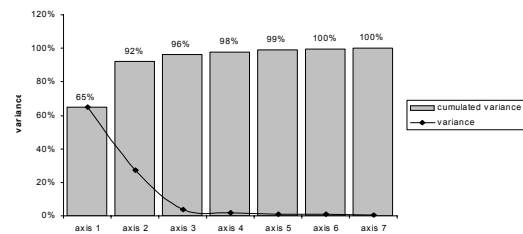


Figure 4: Distribution of the variance per dimension of sensory data GPA

1.1.3 The sensory map

The spatial configuration of the 49 products fills a square shape on the first plot (figure 5).

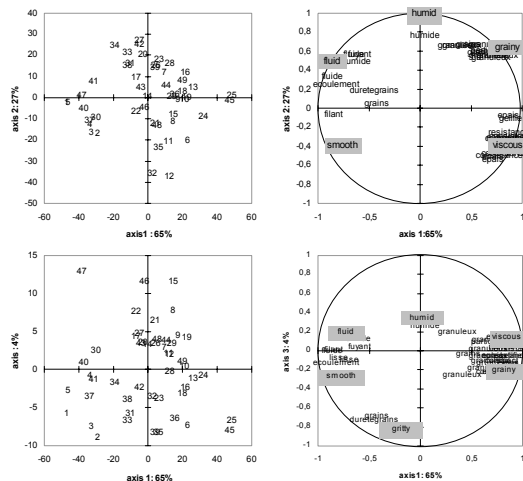


Figure 5: The three dimensional sensory map from GPA.

The sides of the square shape were parallel to the axes of graininess and consistency. The products were thus well described and discriminated by these

two characteristics. The four vertexes of the square were represented by the products 1 and 5 (the fluidest and the smoothest ones), the products 12 and 32 (the most viscous and the smoothest ones), the products 25 and 45 (the most viscous and the grainiest ones) and the products 27 and 42 (the fluidest and the grainiest but also the most humid ones). The third component (“gritty” characteristic) accounted for only 4% of the variance. However, this information should not be neglected because it allowed to discriminate the pear purees from the apple ones, with the pear and apple mixtures in between.

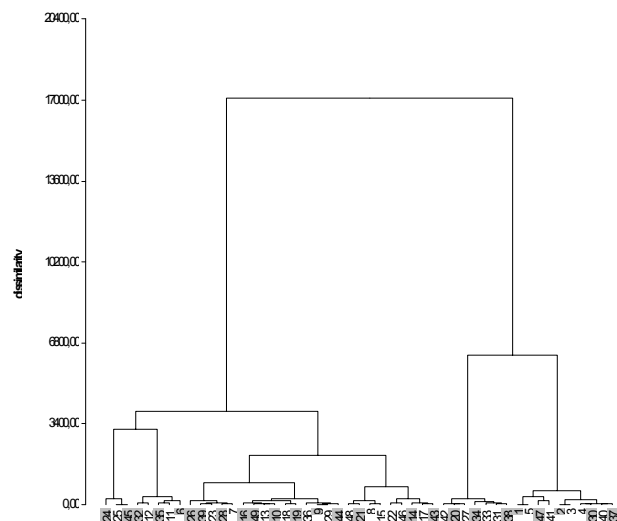


Figure 6: Cluster analysis on the sensory consensus. The dimmed products were chosen for the key parameter identification.

25 products were selected across the groups from Cluster analysis (17 apple purees, 2 pear purees and 6 apple/pear purees) (figure 6). They constitute a representative product set in order to identify the key parameters to explain the apple and pear puree sensory texture. The remaining 24 others will be used to validate the results.

1.1 Key parameters identification

1.1.1 The MFA study

The MFA was performed on 25 product sensory and instrumental data and the resulting loading plot was interpreted (figure 7). The results are consistent with sensory analysis in paragraph 3.2. The main sensory clusters were found again. They concern the consistency, the graininess, the humidity and the grittiness on the third axis. The correlations between sensory and instrumental (structural and rheological) vectors were established with Pearson coefficients R (figure 8). The sensory attributes were grouped into clusters from Cluster analysis (paragraph 3.2.3).

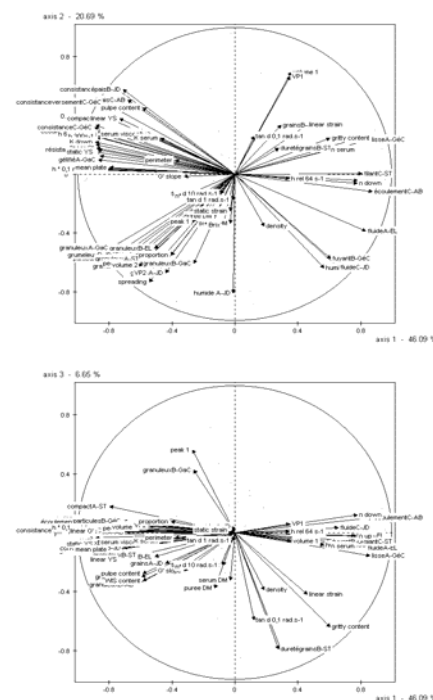


Figure 7: the three dimensional MFA loading plot from instrumental and sensory data of 25 selected products

Viscosity attributes are strongly linked with rheological measurements, except G' slope, $\tan \delta$ and the yield strains. The K_{up} vector is the most correlated with a $R_{moy} = 0,964$ (the line is whole black in figure 8). The power law seems thus to be well adapted to modelize the viscosity of fruit purees. The apparent viscosity parameter between 64 and 300 s^{-1} seems to be also suitable (respectively $R_{moy} = 0,936$ and 0,943). Viscosity attributes are also linked with three structural parameters: the pulp content, the WIS content and the serum viscosity (representative of pectin content). The consistency of the fruit suspensions are thus influenced by the particle content and the pectin content. The K_{up} parameter was chosen in order to explain consistency because it is the parameter the most linked with sensory attributes. However, we can note that we could have chosen the value of apparent viscosity between 64 and 300 s^{-1} too. Its measurement is direct, easy, and quick.

Grainy attributes are linked with granulometric parameters. The peak 2 vector is the most correlated ($R_{moy} = 0,827$). The grainy perception seems thus to be dependant on the size of the biggest particle population.

The gritty attributes are obviously linked with the gritty cells content ($R_{moy} = 0,934$). No conclusion can be drawn up about humid attributes. Not enough assessors used these terms to allow us to conclude.

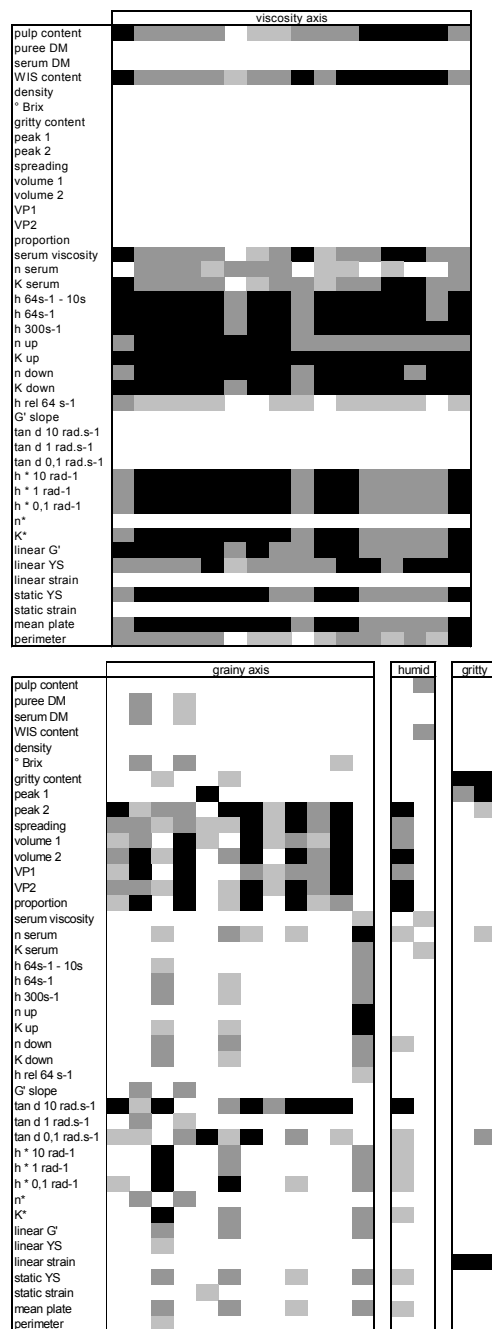
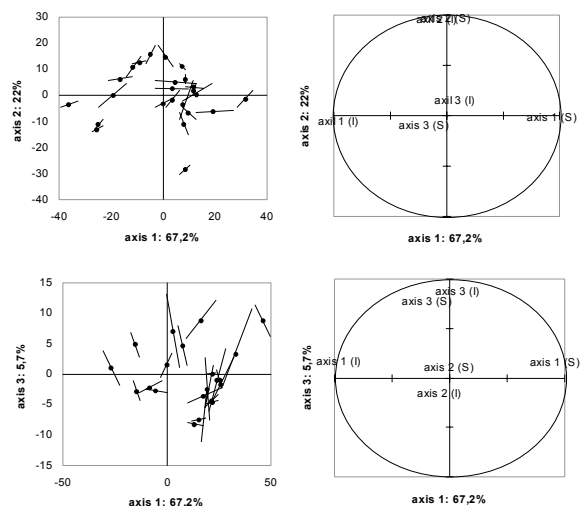


Figure 8: Tables of Pearson coefficients (R) between sensory and instrumental vectors from MFA. Column are corresponding to attributes grouped into clusters. Black square: $0,9 < |R| \leq 1$; dark grey square: $0,8 < |R| \leq 0,9$; light grey square: $0,7 < |R| \leq 0,8$; white square: $|R| \leq 0,7$.

3 instrumental parameters were thus identified in order to explain the sensory texture of apple/pear purees: K_{up} , peak 2 and gritty content.

1.1.1 Validation

The two configurations, one from sensory data and the other from the 3 selected instrumental parameter



data, were compared by GPA (figure 9).

Figure 9: Comparison of configurations from sensory study and the 3 selected instrumental parameter data. (I): instrumental and (S): sensory.

The degree of agreement is high. The 24 similar sample pairs are gathered together on the map and the axes are highly correlated (or anti-correlated for axis 1) on the loading plot.

2 Conclusion

This original method was quick and efficient. The Flash profile allowed to point out the most discriminant attributes. Few dimensions were identified to explain the apple/pear puree texture: the consistency, the graininess and the grittiness. The observation is similar regarded instrumental data. As a consequence, many instrumental (measured or calculated) parameters are correlated. The purpose of this study was to select the key instrumental parameters regarding sensory texture. The choice was based on the best correlated vectors from MFA loading plot. The consistency index (K_{up}), the particle diameter at the peak2 and the gritty cell content were retained. This method allowed to work with a high number of products for more robustness. The texture diversity was thus well represented.

- ESCOFIER, B. and PAGÈS, J. 1998, *Analyses factorielles simples et multiples. Objectifs, méthodes et interprétation*, Dunod, Paris.
- GIBOREAU, A. 1993, De la texture des sauces et des soupes: approche sensorielle et rhéologique, pp 154, thesis, ENSIA, Massy.
- GIBOREAU, A. 2001, Les données de texture, in *Traité d'évaluation sensorielle. Aspects cognitifs et métrologiques de perceptions.*, (I. Urdapilleta, ed), pp 297-315, Dunod, ?
- GOWER, J. C. 1975, Generalized procustes analysis, *Psychometrika* 40 (1), 33-51.
- HENRY, A. 1995, Relation entre descripteurs sensoriels et paramètres de instrumentaux: application à l'étude de la texture d'une famille de produits croustillants peu différenciés, pp 167, thesis, ENSIA, Massy.
- LOESCHER, E. 2003, Evaluations instrumentale et sensorielles de la texture de produits alimentaires de type semi-liquide. Applications au cas de fromages blancs et compotes, pp 190, thesis, ENSIA, Massy,

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

Une suspension de particules concentrées est un milieu biphasique constitué d'une phase continue et d'une phase dispersée, dont les particules peuvent être de taille, de forme, de rigidité, de rugosité et de concentration diverses. Deux objectifs ont guidé notre travail. Le premier a été d'étudier et de comprendre l'influence d'un certain nombre de facteurs de structure sur la rhéologie et la perception sensorielle des suspensions de particules molles. Le deuxième a été de proposer des mesures instrumentales simples et rapides à mettre en oeuvre dans le but de prédire la perception de la texture de ces milieux.

La stratégie s'est déroulée en trois étapes principales : décrire un espace de produits réels, constitué de 49 purées de pommes et poires du commerce et dont la structure était imposée, puis maîtriser la variation de différents facteurs de structure (la taille et la concentration des particules, ainsi que la viscosité de la phase continue) grâce à la reconstitution des purées, et enfin créer et d'étudier des milieux modèles, fabriqués à partir de particules de gel d'alginate broyé dans du jus de pommes et permettant de faire varier, en plus des variables précédentes, la rigidité des particules.

Les facteurs de structure étudiés possèdent des niveaux d'influence différents sur le comportement rhéologique et la perception sensorielle. Certains facteurs ont un effet de premier ordre et d'autres plutôt de second ordre. Des interactions entre facteurs ont également été mises en évidence. Parmi les effets de premier ordre, on trouve l'influence de la quantité de particules et celle de la viscosité de la phase continue sur les propriétés rhéologiques des suspensions. On trouve également l'influence de la nature des particules, et plus particulièrement celle de leur rigidité, sur les propriétés viscoélastiques. D'autre part, la taille des particules influence la perception du granuleux, le pourcentage de cellules pierreuses influence la perception du pierreux, la quantité de particules, la viscosité du sérum ainsi que la fermeté des particules influencent la perception de la consistance et de l'humidité.

En termes de prédictions, ces effets de premier ordre sont déterminants. Une mesure de viscosité apparente à $64s^{-1}$ permet ainsi de prédire la perception de la consistance, une mesure de taille de particules la perception du granuleux, une mesure de quantité de cellules pierreuses la perception du pierreux et une mesure de viscosité et de module élastique le caractère humide.

Mots clés : *suspensions, texture, structure, rhéologie, perception sensorielle, relations, purées de pommes et poires, milieux modèles*

Study of the texture of suspensions of concentrated soft particles. Relation between structure, rheological behavior and sensory perception.

Application to apple and pear purees and development of model systems.

A suspension of concentrated particles is a biphasic medium composed of a continuous phase and a dispersed phase. Two objectives guided our work. First was to study and to understand the influence of a certain number of structure parameters on rheology and sensory perception of the suspensions of soft particles. Second was to put forward simple instrumental measurements in order to predict the perception of the texture of these mediums.

The strategy proceeded in three main steps: describing a space of real products, composed of 49 commercial apple and pear purees, then controlling the variation of various structure parameters (the size and the concentration of particles, the viscosity of the continuous phase) thanks to puree reconstitution, and finally creating and studying model systems, made with crushed alginate gel particles in apple juice, that allowed the variation of the particle rigidity.

Structure parameters have different influence levels on rheological behavior and sensory perception. Some parameters have a first order effect and others rather of second order effect. Interactions between them were also highlighted. Among the first order effects, the influence of particle concentration and continuous phase viscosity on rheological properties of the suspensions was found. The influence of the nature of the particles, and more precisely their rigidity, on the viscoelastic properties was found too. In addition, the particles size influences the grainy perception, the gritty cell concentration influences the gritty perception, the particle concentration, and the serum viscosity and the particle firmness influence the consistency perception and the moisture one.

In terms of predictions, the first order effects are determining. A measurement of apparent viscosity at $64s^{-1}$ allows predicting consistency perception, a measurement of particle size allows predicting the grainy one, a measurement of gritty cells particles allows predicting the gritty one, and a measurement of viscosity and the elastic modulus allows predicting the moisture one.

Key words: *suspensions, texture, structure, rheology, sensory perception, relations, apple and pear purees, model systems*