



HAL
open science

Approches fondamentales et expérimentales des processus d'autovaporisation et de modification structurelle de matériaux surchauffés pendant la détente instantanée contrôlée vers le vide

Ismail Sulaiman

► To cite this version:

Ismail Sulaiman. Approches fondamentales et expérimentales des processus d'autovaporisation et de modification structurelle de matériaux surchauffés pendant la détente instantanée contrôlée vers le vide. Autre. Université de La Rochelle, 2013. Français. NNT : 2013LAROS394 . tel-01066134

HAL Id: tel-01066134

<https://theses.hal.science/tel-01066134>

Submitted on 19 Sep 2014

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

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



Année : 2013

UNIVERSITE DE LA ROCHELLE
UFR Pôle Science et technologie

Numéro attribué par la bibliothèque :

--	--	--	--	--	--	--	--

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR de L'UNIVERSITE DE LA ROCHELLE

Discipline : Génie des Procédés Industriels

Soutenue par

Ismail SULAIMAN

Le 13 février 2013 à La Rochelle

Approches fondamentales et expérimentales des processus
d'autovaporisation et de modification structurale de matériaux
surchauffés pendant la détente instantanée contrôlée vers le vide

Directeurs de thèse : Professeur **Vaclav SOBOLIK** et Professeur **Karim ALLAF**

Jury :

Alain GRACIAA	Professeur, Génie des Procédés, Université de Pau et des Pays de l'Adour, France	Président du jury
Eugène VOROBIEV	Professeur, Génie des Procédés, Université de Technologie de Compiègne, France	Rapporteur
Farid ZERROUQ	Professeur, Génie des Procédés, Université de Fès, Maroc	Rapporteur
Karim ALLAF	Professeur, Génie des Procédés, Université de La Rochelle, France	Examineur
Vaclav SOBOLIK	Professeur, Génie des Procédés, Université de La Rochelle, France	Examineur

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement à Université de La Rochelle (LaSIE FRE 3474 CNRS).

Je voudrais tout d'abord remercier Professeur Karim ALLAF pour m'avoir accueilli au sein de mon équipe « Intensification des Phénomènes de transfert en Procédés Industriels ». Je le remercie également ainsi que Professeur Vaclav SOBOLIK d'avoir accepté de codiriger ma thèse de doctorat en Génie des Procédés.

Je voudrais remercier Monsieur et Madame GRANGE, Professeure à FLASH, Université de La Rochelle pour m'avoir accueilli et ouvert la voie à mon insertion dès mon arrivée en France.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance envers Monsieur Eugène VORBIEV, Professeur de Génie des Procédés de l'Université de Technologie de Compiègne (UTC) et Monsieur Farid ZERROUQ, Professeur de Génie des Procédés de l'Université de Fès, Maroc qui m'ont fait l'honneur d'avoir accepté d'être les rapporteurs de mon mémoire de thèse. Je tiens à exprimer mes remerciements envers Monsieur Alain GRACIAA, Professeur de Génie des Procédés de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse en tant qu'examinateur.

J'adresse également mes sincères remerciements à toutes les doctorantes et tous les doctorants qui m'ont accueilli dès mon arrivée au laboratoire LaSIE. Ils ont partagé, avec moi, les difficultés de l'expérimentation : Magdalena et Sabah. Ils m'ont apporté encouragement et réconfort : Ikkal, Alice, Sophie, Carmen, Maritza, Quan, Tuha, Tamara et Valérien. Ma reconnaissance va plus particulièrement envers Lukas KRATKY pour son aide appréciable pendant les travaux sur la caméra ultra-rapide.

Je remercie les techniciens et les assistants ingénieurs du laboratoire et du département, tout particulièrement Antony et Armelle, ainsi que le personnel administratif et les secrétaires du laboratoire du LaSIE et de l'école doctorale de l'Université de La Rochelle : Sandrine, Martine et Jennifer.

Je tiens à remercier mes collègues et le personnel de l'Université de Syiah Kuala, Banda Aceh en Indonésie, et toutes celles et tous ceux qui ont participé, de près ou de loin à l'accomplissement de cet ouvrage.

Avec mes profonds sentiments de reconnaissance, je voudrais remercier ma chère épouse, Nayla Fadillah, sans qui mon travail et mon rêve ne pouvaient pas être réalisés, toujours très enthousiaste pour m'encourager, m'aider et faire tout pour moi malgré les difficultés. Mes enfants, Faria Daffa ISMAIL et Amira Rochella ISMAIL, m'ont toujours donné de nouvelles idées et de nouvelles sources de volonté de poursuivre mes travaux malgré une absence physique très difficile. Je les remercie de m'avoir accompagné à leur manière.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux personnes chères qui comptent énormément pour moi. Je pense tout particulièrement à mes parents qui voulaient tant me voir réussir. Je pense également à mes frères, mes sœurs et plus généralement à toutes mes amies et tous mes amis qui me soutiennent depuis toujours. Je suis très fier de les avoir toujours eu à mes côtés.

NOMENCLATURE

Nomenclature	Description	Unité
$A_Q = A_{\text{échchaleur}}$	Taux d'échange de chaleur	kW m ⁻²
A_{finale}	Surface d'échange final	m ²
A_{initiale}	Surface d'échange initial	m ²
α	Diffusivité thermique	m ² s ⁻¹
$c_{p,W}$	Chaleur massique à pression constante de l'eau.	kJ kg ⁻¹ K ⁻¹
$c_{p,s}$	Chaleur massique à pression constante de la matière sèche	kJ kg ⁻¹ K ⁻¹
$Cp = mc_{p,s}$	Capacité calorifique du produit	kJ K ⁻¹
D	Diffusivité	m ² s ⁻¹
ϵ_{abs}	Taux d'expansion absolu	
ϵ_{rel}	Taux d'expansion relatif	
ϵ_{2D}	Taux d'expansion surfacique (2D)	
ϵ_{3D}	Taux d'expansion 3D	
ϵ_v	Taux d'expansion volumique	
H	Coefficient de transfert par convection	W m ⁻² °C ⁻¹
K	Conductivité du corps considéré	W m ⁻¹ K ⁻¹
K	Coefficient de perméabilité	m ²
L	Chaleur latente d'évaporation de l'eau	kJ kg ⁻¹
M	La masse molaire	kg mol ⁻¹
M ^o	Emittance totale du corps gris	
m _s	Masse de matière sèche du produit traité	g
m_{finale}	Masse finale	g
m_{initiale}	Masse initiale	g
m _v	Masse de vapeur générée par détente de la pression	g
M _W	Masse molaire de l'eau	g
N	Nombre de moles d'eau évaporée	Moles
P	Pression	MPa
P_{max}	Pression (maximum ou minimal ou final)	MPa
P_f	Pression finale (pression extérieure) après la détente.	MPa
ρ_i	Concentration	kg m ³
Q	Quantité de chaleur	J
\dot{Q}	Débit de chaleur	W
R	Constante de gaz parfaits : R=8,314 J mol ⁻¹ K ⁻¹	
R _c	Rayon du pore	M
ρ_s	Densité du sable	g cm ⁻³
ρ_W	Masse volumique de l'eau	g cm ⁻³
ρ_{spec}	Masse volumique spécifique du produit expansé	g cm ⁻³
s	Entropie	J K ⁻¹
S	Surface d'échange	m ²
T	Temps	s
T	Température	K
T_g	Transition vitreuse	°C
$T_{\text{max}}(T_{\text{min}})$	Température (maximale ou minimale)	°C
$T_f(T_i)$	Température (final ou maximale)	°C

Nomenclature	Description	Unité
T_f	Température du fluide	°C
T_s	Température de la surface	°C
T_e	Température d'équilibre après la détente	°C
T_t	Température de traitement	°C
$\tau_{P,react}$	Durée de chute de pression	s
$\tau_{T,pdt}$	Durée de chute de température du produit	s
$\tau_{T,react}$	Durée de chute de température du réacteur	s
U	Energie Interne d'un système thermodynamique	
$V_{\text{échantillon}}$	Volume spécifique de l'échantillon	
W	Travail	
W_i	Humidité initiale du produit en % de matière sèche	%
ΔP	Différence de la pression responsable des contraintes	Pa
$\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	Différence de température	s
M	Viscosité apparente de la matrice à la température et à l'humidité considérées.	$\text{kg m}^{-1} \text{s}^{-1}$
ν	Viscosité cinématique	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
$\langle v_t \rangle$	La vitesse moyenne de translation des particules	
σ_0	Constante de Stefan-Boltzmann	
$\vec{\varphi}$	Vecteur flux de chaleur	W m^{-2}

EXPRESSIONS MESUREES, CALCULEES...

Notation	Formule	Description
Pression	P	Mesure expérimentale
Temps	t	Mesure expérimentale
Chaleur latente de vaporisation	L	Source bibliographique
Surface d'échange initial ou final	A = 2 x 3 cotés	Calcul expérimental
Masse initiale, Masse final		Mesure expérimentale
Masse de vapeur condensée	$m_v = \frac{m_s(c_{p,s} + W_i c_{p,w})(T_e - T_t)}{L}$	Calcul expérimental
Masse volumique spécifique	$\rho_{\text{spec}} = \rho_s \frac{m_o}{(m_{s,1} - m_{s,2})}$	Calcul expérimental
Différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du pore ΔP		Calcul expérimental
Temps de l'évolution du rayon du pore	$dt = 4\mu \frac{dR}{R\Delta P}$	Calcul expérimental
Chaleur massique	Cp	Source bibliographique
Chaleur sensible à pression constante :	$Q = mc_p(T_f - T_i)$	Calcul expérimental
Débit chaleur par convection	$\dot{Q} = \frac{Q}{t(\text{duréedechute})}$	Calcul expérimental
Taux d'échange de chaleur	$A_{\text{echchaleur}} = \frac{\dot{Q}}{A}$	Calcul expérimental
Taux d'expansion 3D (cube)	$\epsilon_{3D} = \frac{(h.l.e)_{DIC}}{(h.l.e)_{\text{non-traitée}}}$	Calcul expérimental
Taux d'expansion 3D (round)	$\epsilon_{3D} = \frac{(D^2.e)_{DIC}}{(D^2.e)_{\text{non-traitée}}}$	Calcul expérimental
Masse volumique spécifique	$\rho_{\text{spec}} = \rho_s \frac{m_o}{(m_{s,1} - m_{s,2})}$	Calcul expérimental
Taux d'expansion en 2D	$\epsilon_{2D} = \frac{(h.e)_{DIC}}{(h.e)_{\text{non-traitée}}}$	Calcul expérimental
Volume échantillon	$V_{\text{échantillon}} = \frac{(m_{s,1} - m_{s,2})}{\rho_s}$	Calcul expérimental
Transition vitreuse (Tg)	Tg	Mesure expérimentale
T _{max} produit (°C)	Température du produit juste avant la détente	Mesure expérimentale
T _{min} produit (°C)	Température minimale du produit après la détente	Mesure expérimentale
T _{final} produit (°C)	Température stable après la détente du produit	Mesure expérimentale
T _{max} réacteur (°C)	Température juste avant la détente dans le réacteur	Mesure expérimentale
T _{Min} réacteur (°C)	Température minimale après la détente dans le réacteur	Mesure expérimentale
T _{Final} réacteur (°C)	Température finale stable après la détente de réacteur	Mesure expérimentale
P _{Max} (KPa)	Pression maximale dans le réacteur	Mesure expérimentale
P _{Min} (KPa)	Pression minimale dans le réacteur	Mesure expérimentale
P _{Final} (KPa)	Pression stable après la détente du réacteur	Mesure expérimentale
Température d'ébullition	$y = 101,21x \frac{P_{\text{final}}^{0,248}}{100}$	Calcul expérimental
Différence de température du produit	$\Delta T_{\text{min-ébullition}} = (T_{\text{min}} - T_{\text{ébullition}})$ produit	Calcul expérimental
Différence de température du réacteur	$\Delta T_{\text{min-ébullition}} = (T_{\text{min}} - T_{\text{ébullition}})$ réacteur	Calcul expérimental

INTRODUCTION

Les technologies agro-alimentaires industrielles connaissent un développement particulièrement important et la recherche de méthodes innovantes fait, de nos jours, l'objet de nombreux travaux de recherche. Ainsi, des méthodes de déshydratation de courte durée sont visées comme principales opérations de conservation de plusieurs produits alimentaires.

La technologie de Détente Instantanée Contrôlée (DIC) consiste en un traitement de type haute température courte durée, suivi d'une détente instantanée vers le vide. Cette technologie a été définie en 1988 pour être, par la suite, étudiée avec pour objectif de résoudre des problématiques d'intensification des opérations unitaires dans l'industrie agroalimentaire. La technologie DIC a déjà été utilisée comme opération d'expansion et d'alvéolation. Elle est, de ce point de vue, comparable aux opérations de cuisson-extrusion, puffing, explosion-vapeur... Ces technologies sont fondées sur les concepts de la thermodynamique d'instantanéité notamment dans le phénomène d'autovaporisation partielle de l'eau contenue dans la matière première couplant ainsi l'expansion au refroidissement instantané du produit.

Comme processus de base, l'autovaporisation instantanée est corrélée avec variation abrupte des conditions thermodynamiques du milieu environnant bien en deçà de la saturation liquide. Au cours de l'autovaporisation, aucun transfert de chaleur entre le matériau et le milieu extérieur n'a lieu en raison de la courte durée du processus ; la quantité de chaleur nécessaire à l'évaporation de l'eau est récupérée uniquement au sein même de la matière qui voit ainsi sa température baisser d'une façon significative.

Durant de nombreux travaux de recherche sur le phénomène d'autovaporisation, des conditions contrôlées de température et pression ont été établies lors de la manipulation des produits agroalimentaires. Le changement des caractéristiques structurelles du produit dépend généralement du taux d'expansion du produit, et donc des conditions opératoires. Cependant, malgré de nombreuses thèses de doctorat et de nombreuses publications scientifiques, des interrogations persistent sur les phénomènes liés à l'expansion. Ainsi, AL HADAD, 2007 et Sabah MOUNIR, 2007 ont procédé à une certaine contribution à la compréhension théorique et à la modélisation des phénomènes d'autovaporisation par DIC et à leur impact en termes de déshydratation. Les résultats impliquaient un besoin évident de développer ces approches fondamentales pour mieux identifier les principaux processus ayant ainsi lieu dans les divers cas des produits considérés. Du point de vue expérimental, les ordres de grandeur des temps et durées de l'opération incitent, de toute évidence, de faire appel à un suivi instantané de la forme (enregistrement avec une caméra ultra-rapide à 1000 images/s), de la température et de la pression dans le réacteur dans le cas de divers types de produits.

En effet, le phénomène d'expansion a d'ores et déjà été analysé dans le cas du « puffing ». Cette opération de détente vers la pression atmosphérique a été utilisée dans le soufflage des céréales (riz et blé soufflés...), l'extrusion, l'explosion-vapeur... Ces divers procédés se distinguent de la DIC par des niveaux nettement plus élevés de pression et de température de traitement. Cependant, ces opérations ont en commun avec la DIC la

possibilité d'impliquer un processus d'alvéolation par vapeur générée au sein du produit biologique à la suite de la détente instantanée.

Le « puffing » nécessite, à l'instar de l'extrusion, une étape à température et pression particulièrement plus élevées que celles de la DIC, suivie d'une décompression très rapide vers la pression atmosphérique. Ces produits soufflés sont très populaires comme céréales du petit déjeuner et aussi sous forme de "galettes de riz". Bien qu'il soit facile de reconnaître le critère expansé des grains entiers de ces céréales issues du puffing ou de la pâte de céréales extrudée, ainsi que le critère spécifique du pop-corn, etc., on peut remarquer le peu d'études fondamentales consacrées à ce type d'expansion malgré un besoin évident de mieux maîtriser les phénomènes pour avoir la possibilité de viser des produits plus homogènes. Ainsi, malgré une large utilisation industrielle, l'expansion par puffing, par extrusion, etc. des produits céréaliers à travers la libération abrupte de vapeur d'eau est un processus fondamental relativement peu connu et difficilement maîtrisable (Arimi, Duggan, O'Riordan, O'Sullivan, & Lyng, 2008; Arimi, Duggan, O'Sullivan, Lyng, & O'Riordan, 2008; K. Hoke et al., 2007; Sullivan, 1984).

L'expansion a joué un rôle fondamental dans l'amélioration de la qualité finale des aliments séchés. L'objectif est de fournir de meilleures caractéristiques fonctionnelles (durées de déshydratation et de réhydratation) et organoleptiques (texture, couleur, aspect, ...) des produits séchés finis. Pourtant, toutes ces opérations ont en commun les contraintes que développe la vapeur générée par autovaporisation au sein de la matrice. Ainsi, un produit relativement humide ayant un comportement viscoélastique à haute température, se dilate sous l'effet des contraintes de la vapeur générée lors de la décompression, créant ainsi une structure poreuse dans le produit ; cette structure peut être maintenue grâce à la nature rigide et à la transition vitreuse possible à la fin du processus.

Les principaux avantages de la Détente Instantanée Contrôlée DIC proviennent de la capacité d'avoir un parfait contrôle de nombreux paramètres opératoires. Dans le cadre de la présente thèse, nous avons utilisé les systèmes DIC en modifiant la température, la pression, le temps de traitement, l'humidité initiale de la matière, etc. Nous avons cherché à enregistrer les images à l'aide d'une caméra rapide Photron. Un programme LabVIEW a été adopté pour l'enregistrement et l'acquisition des données et pour assurer le suivi du phénomène intervenant au sein du produit directement pendant le traitement. Ensuite, les produits traités sont étudiés pour calculer l'expansion directe (3D), le taux d'expansion par image (2D), le taux d'expansion par sable. Les échantillons ont également été analysés par balayage par « Differential Scanning Calorimetry » pour identifier des phénomènes de transition vitreuse de chaque produit considéré. D'autre part, la microscopie électronique à balayage a été utilisée dans l'analyse de la microstructure du produit.

Le mémoire est ici présenté en quatre parties

1. La première partie sera consacrée à la synthèse bibliographique. Chapitre 1.1. Thermodynamique et transferts : éléments de base. Chapitre 1.2. Problématique de l'expansion.

2. La deuxième partie est consacrée au matériel et méthodes. Chapitre 2.1. Matières premières et méthodes des traitements. Chapitre 2.2. Caractérisation des procédés. Chapitre 2.3. Plans d'expériences.
3. La troisième partie sera consacrée aux résultats que nous avons obtenus sur le concept d'expansion de chacun des produits considérés. Le chapitre 3.1. Expansion du fromage par DIC. 3.2. Expansion du tofu par DIC. 3.3. Expansion de la pomme par DIC. 3.4. Expansion de la pomme de terre par DIC. 3.5. Expansion de la carotte par DIC. 3.6. Expansion de la banane par DIC.
4. La quatrième partie concernera la synthèse, conclusion et perspectives

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS	I
NOMENCLATURE	II
EXPRESSIONS MESUREES, CALCULEES... ..	IV
INTRODUCTION	V
TABLE DES MATIERES	X
PARTIE I. BIBLIOGRAPHIE.....	1
CHAPITRE I.1. Thermodynamique et transferts : Éléments de base.....	1
<i>I.1.1. Introduction</i>	<i>1</i>
<i>I.1.2. Système thermodynamique.....</i>	<i>1</i>
I.1.2.1. Équilibre thermodynamique et transformations quasi-statiques.....	3
I.1.2.2. Sens d'évolution : Transformations réalisables et transformations irréalisables	3
<i>I.1.3. Phénomènes de transfert.....</i>	<i>5</i>
I.1.3.1. Modes de Transfert.....	5
I.1.3.1.1. Conduction	5
I.1.3.1.2. Convection	6
I.1.3.1.3. Rayonnement.....	6
I.1.3.1.4. Cas spécifiques	7
I.1.3.1.5. Propriétés thermiques des aliments	7
I.1.3.2. Transfert de matière	11
I.1.3.2.1. Variables de transfert de masse.....	11
I.1.3.2.2. Flux diffusionnel	12
I.1.3.2.3. Transfert de matière par perméabilité.....	14
CHAPITRE I.2. Problématique de l'expansion	15
<i>I.2.1. Generalites.....</i>	<i>15</i>
I.2.1.1. Technologies	15
I.2.1.2. Terminologie du taux d'expansion.....	15
<i>I.2.2. Principes.....</i>	<i>16</i>
<i>I.2.3. Opérations d'expansion.....</i>	<i>17</i>
I.2.3.1. Cuisson-Extrusion.....	17
I.2.3.2. Explosion-vapeur.....	19
I.2.3.3. Texturation par détente instantanée contrôlée	20
I.2.3.4. Texturation par les gaz sous pression	20
<i>I.2.4. Analyse fondamentale et modélisation</i>	<i>20</i>
I.2.4.1. Autovaporisation.....	20
I.2.4.2. Transition vitreuse	22
I.2.4.3. Conclusion.....	23
PARTIE II. MATERIEL ET METHODES	25
CHAPITRE II.1. Matieres Premieres et methodes des traitements.....	27
<i>II.1.1. Introduction</i>	<i>27</i>
<i>II.1.2. Matieres premieres.....</i>	<i>27</i>
II.1.2.1. Fromage Emmental.....	27
II.1.2.1.1. Généralités	27
II.1.2.1.2. Conservation	28
II.1.2.1.3. Composition	28
II.1.2.2. Tofu traditionnel	28
II.1.2.2.1. Généralités	28
II.1.2.2.2. Conservation	28
II.1.2.2.3. Composition	29
II.1.2.3. Pomme (Granny Smith).....	29
II.1.2.3.1. Description	29

II.1.2.3.2. Conservation	29
II.1.2.3.3. Composition	29
II.1.2.4. Pomme de terre	29
II.1.2.4.1. Caractéristiques.....	29
II.1.2.4.2. Conservation	30
II.1.2.4.3. Composition	30
II.1.2.5. Carotte	30
II.1.2.5.1. Caractéristiques.....	30
II.1.2.5.2. Conservation	31
II.1.2.5.3. Composition	31
II.1.2.6. Banane	31
II.1.2.6.1. Caractéristiques.....	31
II.1.2.6.2. Conservation	31
II.1.2.6.3. Composition	32
II.1.3. Méthodes de traitement.....	32
II.1.3.1. Séchage	32
II.1.3.2. Détente instantanée Contrôlée DIC	33
II.1.3.2.1. Procédé	33
II.1.3.2.2. Principales étapes techniques.....	33
II.1.3.2.3. Equipement DIC	34
II.1.3.2.4. Système d’acquisition	35
II.1.3.2.5. Caméra rapide	35
II.1.3.2.6. Thermocouple Type K	35
II.1.3.2.7. Capteur de pression	35
II.1.3.3. Étalonnages.....	36
II.1.4. Caractérisation des produits.....	36
II.1.4.1. Identifications structurelles et contenu en humidité.....	36
II.1.4.2. Taux d’Expansion relatif à trois dimensions (3D)	36
II.1.4.3. Expansion par l’image (2D : forme cubique)	37
II.1.4.4. Expansion volumique et taux d’expansion relatif	37
II.1.4.5. Détermination de la transition vitreuse par analyse par Calorimétrie différentielle à balayage – DSC	37
II.1.4.6. Analyse micro structurelle par Microscopie Electronique à Balayage MEB.....	40
CHAPITRE II.2. PLAN D’EXPÉRIENCES	41
II.2.1. <i>Méthodologie de plan d’expériences</i>	41
II.2.2. <i>Surface de réponse</i>	42
II.2.3. <i>Plan d’expériences dans le traitement DIC</i>	43
II.2.3.1.1. Fromage Emmental	43
II.2.3.1.2. Tofu	43
II.2.3.1.3. Pomme	44
II.2.3.1.4. Pomme de terre	44
II.2.3.1.5. Carotte	44
II.2.3.1.6. Banane	44
II.2.4. <i>Paramètres de réponse (variables dépendantes)</i>	44
PARTIE III. RESULTATS ET DISCUSSION	47
CHAPITRE III.1. Expansion du fromage emmental par DIC	49
III.1.1. <i>Paramètres opératoires</i>	49
III.1.2. <i>Résultats et discussion</i>	50
III.1.2.1. Taux d’expansion (ϵ_{3D})	50
III.1.2.2. Taux d’expansion surfacique (ϵ_{2D}).....	52
III.1.2.3. Taux d’expansion volumique (ϵ_v)	54
III.1.2.4. Durées d’expansion du fromage	56
III.1.2.5. Analyse des caractéristiques micro-structurelles par MEB.....	61

III.1.2.6. Détermination de la température de transition vitreuse T_g et de la fusion du fromage par l'analyse DSC	61
III.1.2.7. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	65
III.1.2.8. Détermination du taux d'échange de chaleur	66
III.1.3. <i>Calculs et corrélations</i>	67
III.1.4. <i>Conclusion</i>	72
CHAPITRE III.2. Expansion du Tofu par DIC.....	74
III.2.1. <i>Introduction</i>	74
III.2.2. <i>paramètres opératoires</i>	74
III.2.3. <i>Resultat et discussion</i>	75
III.2.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})	76
III.2.3.2. Taux d'expansion surfacique (ϵ_{2D}).....	78
III.2.3.3. Durées d'expansion du tofu	80
III.2.3.4. Analyse des caractéristiques micro-structurelles par MEB.....	84
III.2.3.5. Détermination de la température de transition vitreuse T_g et de la fusion du tofu par analyse DSC.....	85
III.2.3.6. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	87
III.2.3.7. Détermination du taux d'échange de chaleur	88
III.2.4. <i>Calculs et corrélations</i>	89
III.2.5. <i>Conclusion</i>	94
CHAPITRE III.3. Expansion de la Pomme par DIC	96
III.3.1. <i>Introduction</i>	96
III.3.2. <i>Paramètres opératoires</i>	96
III.3.3. <i>Résultats et discussion</i>	97
III.3.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})	98
III.3.3.2. Taux d'expansion surfacique (ϵ_{2D}).....	99
III.3.3.3. Taux d'expansion volumique (ϵ_v)	101
III.3.3.4. <i>Durées d'expansion de la pomme</i>	103
III.3.3.5. Analyse des caractéristiques micro-structurelles par MEB.....	107
III.3.3.6. Détermination de la température de transition vitreuse T_g et de la pomme par analyse DSC 108	
III.3.3.7. Détermination de la température de fusion de la pomme par DSC	111
III.3.3.8. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	111
III.3.3.9. Détermination du taux d'échange de chaleur	112
III.3.4. <i>Calculs, mesures et corrélations</i>	113
III.3.5. <i>Conclusion</i>	117
CHAPITRE III.4. Expansion de la Pomme de terre par DIC	119
III.4.1. <i>Introduction</i>	119
III.4.2. <i>Paramètres opératoires</i>	119
III.4.3. <i>Resultats et discussion</i>	120
III.4.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})	120
III.4.3.2. Taux d'expansion surfacique (ϵ_{2D}).....	122
III.4.3.3. Durées d'expansion de pomme de terre	123
III.4.4. <i>Calculs et corrélations</i>	126
III.4.4.1. Evolution de l'expansion	126
III.4.4.2. Détermination par analyse DSC et évolution de la température de transition vitreuse T_g de la pomme de terre	128
III.4.4.3. Détermination par analyse DSC et évolution de la température de fusion de la pomme de terre	131

III.4.4.4. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	131
III.4.4.5. Détermination du taux d'échange de chaleur	133
III.4.5. Conclusion.....	138
CHAPITRE III.5. Expansion de la Carotte par DIC.....	139
III.5.1. Introduction	139
III.5.2. Paramètres opératoires.....	139
III.5.3. Résultats et discussion.....	140
III.5.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})	140
III.5.3.2. Durées d'expansion de la carotte	142
III.5.3.3. Détermination de la température de transition vitreuse T_g de la carotte par analyse DSC	146
III.5.3.4. Détermination de la température de fusion de la carotte par analyse DSC.....	148
III.5.3.5. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	149
III.5.3.6. Détermination du taux d'échange de chaleur A_Q	150
III.5.4. Calcul et corrélation.....	151
III.5.5. Conclusion.....	155
CHAPITRE III.6. Expansion de la Banane par DIC.....	157
III.6.1. Introduction	157
III.6.2. Paramètres opératoires.....	157
III.6.3. Résultats et discussion.....	158
III.6.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})	159
III.6.3.2. Taux d'expansion volumique (ϵ_v)	161
III.6.3.3. Durées d'expansion de la banane	162
III.6.3.4. Détermination de la température de transition vitreuse T_g de la banane par analyse DSC	166
III.6.3.5. Détermination de la fusion de la banane par analyse DSC	168
III.6.3.6. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	169
III.6.3.7. Détermination du taux d'échange de chaleur	171
III.6.4. Calculs et corrélations.....	172
III.6.5. Conclusion.....	176
PARTIE IV. SYNTHESE, CONCLUSION ET PERSPECTIVES	178
CHAPITRE IV.1. Eléments de synthèse de l'étude de la Détente Instantanée Contrôlée DIC.....	179
IV.1.1. Introduction	179
IV.1.2. Etape de la DIC.....	179
IV.1.2.1. Etape de chauffage	179
IV.1.2.2. Etape de détente instantanée.....	180
IV.1.3. Transition vitreuse	181
IV.1.4. Principe de la méthode	181
IV.1.5. Résultats des essais	182
IV.1.5.1. Essais par la vapeur d'eau.....	182
IV.1.5.2. Essais par l'air comprimé	182
IV.1.5.3. Les étapes de taux d'expansion par fonction d'exponentielle.....	183
IV.1.6. Conclusion.....	184
IV.1.7. Résumés des résultats obtenus.....	184
IV.1.8. PERSPECTIVES	186
REFERENCE.....	187
ANNEXE	192

PARTIE I.
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I.1.

THERMODYNAMIQUE ET TRANSFERTS : ÉLÉMENTS DE BASE

I.1.1. INTRODUCTION

Les opérations unitaires industrielles impliquent souvent un ou plusieurs systèmes dont la transformation est réalisée à travers des phénomènes d'interactions multiples de transfert et de réactions thermiques, chimiques... Les procédés ayant lieu dans l'industrie font l'objet de nombreuses contraintes menant à des problématiques qui, très souvent, nécessitent un effort de recherche et d'analyse et un développement scientifique et technologique spécifique. Ces problèmes vont conduire à des modèles en corrélation étroite avec un certain nombre d'expériences. Il s'agit de coupler les performances du procédé à l'analyse de l'état d'un produit. L'ensemble peut complètement modifier le résultat en termes des réponses propres au procédé (cinétique, énergie consommée, impact environnemental...) et au produit final (qualité sensorielle, fonctionnelle...). Les problèmes de transfert de matière et d'énergie (chaleur) permettent d'établir les concepts de base de cette étude.

Nous consacrons le premier chapitre de ce mémoire à une présentation aussi simple, mais également aussi pertinente que possible, aux concepts du système thermodynamique et des processus de transfert, pour mieux aborder les problématiques d'autovaporisation, d'expansion et du séchage.

I.1.2. SYSTEME THERMODYNAMIQUE

À défaut de possibilités d'étude de l'univers dans sa totalité, tout système considéré quelle que soit sa taille, est principalement caractérisé par un nombre immensément grand de particules en mouvement de très grande vitesse aléatoire et à valeur moyenne particulièrement élevée (K. A. T. Allaf, 2013). Ce type de mouvement permet au système d'atteindre très rapidement une répartition homogène des particules ayant des vitesses également réparties dans toutes les directions (direction isotrope) et statistiquement homogènes. L'énergie cinétique du système est ainsi due aux deux types de mouvement des particules, macroscopique (déplacement du centre de masse, avec une énergie cinétique intégrale) et aléatoire (énergie cinétique de fluctuation, non nécessairement limitée au seul mouvement de translation). C'est la situation d'un système cédée à lui-même (système statique, sans perturbations issues du milieu extérieur) ou avec des perturbations intervenant à un « débit » assez faible pour que les états intermédiaires soient également statiques (on parle alors de transformations quasi-statiques). L'étude des systèmes thermodynamiques est un élément indispensable dans l'analyse des phénomènes et des processus physiques, chimiques, biologiques...

Très vite après qu'il soit isolé ou fermé, ou lors des transformations quasi-statiques, le système peut être caractérisé par sa densité d'énergie cinétique de fluctuation de translation (s'opérant généralement selon les trois dimensions) ; il est alors possible de définir le terme de « température » selon la relation :

Définition de la température à travers la densité d'énergie cinétique de fluctuation de translation :	$\frac{3}{2}RT = \frac{1}{2}M\langle v_t^2 \rangle$	Équation I-1
---	---	--------------

où

R est une constante dite constante des gaz parfaits

T est la température mesurée en Kelvin K

M est la masse molaire des particules formant le système considéré

$\langle v_t \rangle$ est la vitesse moyenne de translation des particules, vitesse aléatoire de direction isotrope et statistiquement homogène.

Le niveau de température a, bien avant sa définition en tant que quantité physique, été repéré à l'aide des outils « thermométriques » ; il s'agit alors de lier le niveau de température à ses impacts sur des comportements physiques (dilatation, thermoélectricité ...).

Dans le cas des fluides, le grand nombre de particules et le niveau de vitesse aléatoire de translation permettent de définir la pression en tant que paramètre étroitement couplé aux taux de quantité de mouvement cédée à l'unité de surface de la paroi délimitant le système.

La séparation entre le système et le milieu extérieur est appelée paroi. Elle peut tout autant être réelle au sens physique du terme ou virtuelle. Un système thermodynamique sera qualifié de :

Système isolés 'il n'y a aucun échange avec le milieu extérieur ; les transformations subies par ce système sont alors adiabatiques et la paroi doit être indéformable.

Système ouverts 'il y a un échange de matière et d'énergie entre le système et le milieu extérieur.

Système fermé si les échanges avec le milieu extérieur ne concernent que l'énergie (chaleur ou de travail), mais sans que la paroi ne soit traversée par de la matière.

Un système thermodynamique est défini par son énergie interne U, somme des énergies cinétiques de fluctuation et des énergies potentielles d'interactions internes des particules. La variation de l'énergie interne peut être obtenue à travers les énergies fournies par le milieu extérieur. Deux formes d'énergie/travail sont souvent considérées. La première est issue des travaux des forces à déplacement macroscopiquement repérable ; elle est dite énergie-ordonnée ou travail W. Le deuxième est issu soit des travaux des forces à mouvements aléatoires c'est-à-dire à faible temps de déplacement, soit des chocs avec les particules du milieu extérieur ; elle est dite énergie-fluctuation ou chaleur Q :

1 ^{er} principe de la conservation de l'énergie :	$\Delta U = Q + W$	Équation I-2
--	--------------------	--------------

Cette expression traduite, en d'autres termes la loi (le principe) de conservation de l'énergie ; on parle du premier principe de la thermodynamique.

I.1.2.1. Équilibre thermodynamique et transformations quasi-statiques

Un système est en équilibre thermodynamique lorsqu'il atteint les divers équilibres thermiques, mécaniques et chimiques. L'état d'un système en équilibre thermodynamique est déterminé par des valeurs identifiées de ses divers paramètres intensifs comme la pression et température. L'équilibre thermodynamique est déterminé à travers la potentielle thermodynamique comme l'énergie libre de Helmholtz du système à température et volume constants ou l'enthalpie libre de Gibbs pour le système à pression et température constantes.

La transformation d'un système peut, quelquefois, avoir lieu trop rapidement pour avoir accès aux paramètres thermodynamiques (exemple : le mouvement des particules n'a pas atteint le niveau complètement aléatoire et/ou n'est pas isotrope ; la pression au sens thermodynamique n'est pas établie) ; la transformation est alors dite non quasi-statique. Par contre, un système suit une transformation dite quasi-statique quand le temps de l'évolution du système, en interaction possible avec le milieu extérieur, permet l'identification de ses paramètres thermodynamiques à tout moment de la transformation. Il est alors possible de définir les modifications infinitésimales le long de toute la transformation.

I.1.2.2. Sens d'évolution : Transformations réalisables et transformations irréalisables

Un système isolé vis-à-vis du milieu extérieur évolue vers son équilibre thermodynamique intrinsèque. L'évolution d'un système en interaction avec le système/milieu extérieur a, généralement, pour objectif d'atteindre l'équilibre thermodynamique de l'ensemble des deux systèmes.

Une évolution ne respectant pas la conservation de l'énergie est dite « transformation irréalisable au sens du premier principe ».

Une transformation possible au sens du premier principe peut n'être réalisable que dans un sens d'évolution donné.

Ainsi, un système isolé du milieu extérieur initialement inhomogène en termes de concentration doit inévitablement évoluer vers un équilibre thermodynamique traduit par l'homogénéité de la composition ; l'évolution contraire n'est pas (spontanément) possible. Il en est de même pour un système isolé du milieu extérieur initialement inhomogène en termes de température ; il doit inévitablement évoluer dans le sens de l'équilibre thermodynamique c.à.d. la même température en tout point du système ; l'évolution contraire n'est pas (spontanément) possible.

Un système en échange avec le milieu extérieur ne peut subir une transformation spontanée assurant le simple passage de l'énergie-fluctuation (chaleur) du corps à température basse vers celui à température élevée. Une transformation permettant le passage de l'énergie-ordonnée ou travail W d'un système intégralement en énergie-fluctuation (chaleur) vers un autre système est réalisable indépendamment de la température de chacun des deux systèmes ; cependant, la transformation opposée, faisant passer de l'énergie-fluctuation (chaleur) d'un système en énergie-ordonnée (travail), n'est réalisable que d'une façon partielle : elle doit impérativement inclure le

transfert d'une certaine quantité de cette énergie-fluctuation vers un système froid (à température inférieure).

Il a été constaté que le sens d'évolution d'un système, isolé ou en interaction avec le milieu extérieur, est celui qui permet d'augmenter le « désordre » de l'Univers. Aucune transformation n'est « réalisable » que si elle génère une augmentation du désordre global, comportant le système et le milieu extérieur. La variation du désordre d'un système est définie comme étant proportionnelle au rapport entre l'énergie-fluctuation (chaleur) absorbée par un système considéré lors d'une transformation quasi-statique et la densité d'énergie cinétique de fluctuation d'entraînement des particules du système :

Variation du désordre d'un système :	$\frac{\text{Énergie/fluctuation (chaleur) absorbée (transformation quasistatique)}}{\text{Densité d'énergie de fluctuation d'entraînement des particules}}$	Équation I-3
--------------------------------------	--	--------------

A l'échelle microscopique, le désordre du système est lié à l'augmentation de la probabilité qu'ont les molécules d'occuper différentes positions. Le désordre peut donc être traduit (mesuré) par une fonction d'état appelée entropie S. Nous connaissons deux fonctions d'entropie : l'entropie de Shannon (théorie de l'information en informatique) et l'entropie topologique (systèmes dynamiques). L'entropie utilisée en thermodynamique est définie donc comme suit :

Définition de l'entropie	$dS = \frac{\delta Q}{T}$	Équation I-4
--------------------------	---------------------------	--------------

Ainsi, deux principes régissent la thermodynamique : le premier principe est celui de la conservation de l'énergie, le deuxième principe est un principe d'évolution. Ce dernier stipule que toute transformation réelle s'effectue systématiquement avec augmentation du désordre global (système+milieu extérieur) ; le degré du désordre étant mesuré par l'augmentation de l'entropie. On dit que toute transformation réelle est traduite par la création d'entropie au plan de l'ensemble de l'univers.

L'expression du deuxième principe formalise cette création d'entropie :

Évolution possible si l'entropie globale de l'univers augmente :	$\Delta S_{\text{global de l'univers}} = \Delta S_{\text{système}} + \Delta S_{\text{Extérieur}} > 0$	Équation I-5
---	---	--------------

Dans le cas de la transformation idéale réversible, il n'y a pas de création d'entropie :

Transformation réversible idéale si génération nulle de l'entropie globale de l'univers :	$\Delta S_{\text{global de l'univers}} = \Delta S_{\text{système}} + \Delta S_{\text{Extérieur}} = 0$	Équation I-6
--	---	--------------

L'accroissement du désordre, ou augmentation de l'entropie totale de l'univers avec le temps est un exemple de ce que l'on appelle la "flèche du temps". Une variation nulle de l'entropie totale de l'univers peut donc être considérée comme approche asymptotique

des transformations idéales réversibles ou des transformations instantanées. Ces dernières semblent indiquer l'impossibilité de générer un débit infini d'entropie globale de l'univers :

Débit fini d'entropie globale de l'univers →	$\left. \frac{\partial S}{\partial t} \right]_{t \rightarrow 0} = \text{quantité finie}$	Équation I-7
--	--	--------------

D'où :

La quantité d'entropie globale de l'univers générée lors d'une transformation instantanée	$\Delta S]_{t \rightarrow 0} = 0$	Équation I-8
---	-----------------------------------	--------------

I.1.3. PHENOMENES DE TRANSFERT

Tout système mis hors d'équilibre évolue vers un état d'équilibre selon l'ensemble des différents paramètres thermodynamiques. Nous considérerons par la suite deux cas simples de transfert de chaleur sous l'action d'une force motrice (driving force) liée généralement au gradient de température, ainsi que le transfert de matière sous l'action d'une force motrice (driving force) liée généralement au gradient de concentration.

I.1.3.1. Modes de Transfert

Les phénomènes de transfert de chaleur interviennent toujours à travers plusieurs types de concepts : au sein d'un produit généralement par conduction, par convection entre un fluide et la surface d'un corps et à distance avec le rayonnement thermique.

Le transfert de chaleur peut se manifester à travers l'énergie transmise traduite par une variation de température ou par un changement de phase. Des réactions chimiques, enzymatiques... ou d'autres manifestations peuvent quelquefois traduire le transfert de chaleur en question. La quantité de chaleur Q (dimension J), son taux de variation dit débit de chaleur \dot{Q} (dimension W) ou sa densité surfacique ou flux de chaleur $\vec{\varphi}$ (dimension W/m^2) sont souvent utilisés pour l'étude du transfert en question.

I.1.3.1.1. Conduction

La conduction est un mode de transport de chaleur qui a lieu au sein d'un même corps. Il s'agit du transfert de l'énergie cinétique de fluctuation thermique d'une molécule à une autre molécule adjacente. Ce transfert de chaleur a donc lieu de proche en proche, et son flux dépend tout naturellement de la nature des corps considérés d'où la caractéristique dite « conductivité » du corps en question.

Le transfert de chaleur par conduction est le seul à exister au sein d'un corps solide opaque. Dans le cas de liquides ou de gaz, le transport de la chaleur par conduction est très souvent négligeable.

Le flux de chaleur transféré par conduction dans une direction donnée est proportionnel au gradient de température dans cette direction, dirigé de la température élevée vers la température inférieure. Ce transfert est traduit par la loi de Fourier comme suit :

Loi de Fourier :	$\vec{\varphi} = -k\vec{\nabla}T$	Équation I-9
------------------	-----------------------------------	--------------

Avec

$\vec{\varphi}$: le vecteur flux de chaleur (Wm^{-2})

K : la conductivité du corps considéré exprimée en ($Wm^{-1} K^{-1}$).

I.1.3.1.2. Convection

Ce transfert se produit entre une surface (solide) et un fluide (corps en mouvement) ayant une certaine différence de température. Le transfert par convection existe comme conduction au sein de la couche limite de la phase mobile (fluide) en contact avec la surface solide, ayant des températures différentes.

Le débit de chaleur par convection d'une paroi de surface S vers un fluide est traduit phénoménologiquement par une relation de type :

Transfert par convection :	$\dot{Q} = hS(T_s - T_f)$	Équation I-10
----------------------------	---------------------------	---------------

Avec

\dot{Q} : le débit de chaleur (W)

H : est le coefficient de transfert par convection ($W m^{-2} °C^{-1}$)

S : est la surface d'échange (m^2)

T_s et T_f sont les températures respectives de la surface et du fluide ($°C$).

Le coefficient de transfert thermique (h) n'est pas une propriété spécifique des matériaux proprement dits, mais est utilisé comme un facteur de proportionnalité dans la loi de Newton. Sa détermination tient compte des caractéristiques du système et dépend plutôt de la définition propre de la convection en tant qu'opération de transfert de chaleur par conduction au sein de la couche limite du fluide en contact renouvelé avec la surface solide. Il s'agit donc de caractériser le milieu fluide de convection (viscosité, densité, conductivité thermique, et chaleur spécifique) et d'utiliser sa vitesse par rapport à la surface impliquée dans le processus de transfert de chaleur par convection. La forme et la texture de la surface du solide impliqué sont également importantes. Puisqu'il s'agit donc d'une caractéristique du système plutôt que de la matière, sa mesure est difficile. Une analyse dimensionnelle est généralement nécessaire et plusieurs expressions empiriques ont été développées pour résoudre ce problème. Certaines de ces expressions sont examinées dans les sections traitant de transfert de chaleur par convection de nombreux ouvrages. Une compilation en est donnée dans quelques manuels (ASHRAE, édition 1985). De plus amples informations concernant la mesure du coefficient de transfert de chaleur peuvent être trouvées dans la littérature (Arce et Sueur, 1980).

I.1.3.1.3. Rayonnement

Le transfert par rayonnement a généralement lieu entre deux surfaces de corps opaques ; cependant, les corps (gaz, liquides et solides) présentant une certaine transparence vis-à-

vis des ondes électromagnétiques sont capables d'émettre et d'absorber le rayonnement thermique. L'échange de rayonnement (émission, absorption) intervient à toute température et se poursuit même lorsque l'équilibre thermique est atteint, mais le débit net de chaleur échangé est alors nul. Ce type de transport de chaleur par ondes électromagnétiques est analogue à la propagation de la lumière, et ne nécessite donc aucun support matériel, contrairement aux autres écoulements. À basse température, le transport par rayonnement est négligeable, mais il peut devenir notable et prépondérant lorsque le niveau de température augmente. L'échange de chaleur par rayonnement peut être basé sur la exprimant l'émit tance totale du corps gris :

loi de Stefan-Boltzmann :	$M^o = \sigma_o \varepsilon T^4$	Équation I-11
---------------------------	----------------------------------	---------------

Avec :

- M^o est l'émit tance totale du corps gris,
- σ_o est appelée constante de Stefan-Boltzmann,
- T est la température de la surface exprimée en K.

Constante de Stefan-Boltzmann :	$\sigma_o = 5,67 \cdot 10^{-8} W m^{-2} K^{-4}$	Équation I-12
---------------------------------	---	---------------

1.1.3.1.4. Cas spécifiques

Le transfert thermique peut, dans quelques cas particuliers, être accompagné d'un transfert de matière et d'un changement de phase. Le flux de chaleur transféré en présence d'un changement de phase dépend de la nature et des propriétés physicochimiques des phases en présence. C'est le cas de l'ébullition, de la condensation, mais aussi des problèmes d'humidification, de séchage, et cristallisation.

1.1.3.1.5. Propriétés thermiques des aliments

La modélisation des processus de transfert de chaleur dépend tout naturellement de certaines propriétés physiques. Or, l'aliment est souvent considéré comme un milieu / un corps particulièrement complexe, rendant ainsi les techniques mathématiques plus élaborées, nécessitant notamment une plus grande précision de mesure ou de calcul des caractéristiques telle que la chaleur spécifique, la conductivité thermique, la diffusivité thermique, et le coefficient de transfert de chaleur de surface.

1.1.3.1.5.1. Chaleur spécifique

La chaleur spécifique c_v (respectivement c_p) est une caractéristique exclusive d'une substance, définie comme étant la quantité de chaleur nécessaire pour modifier, sous volume constant (respectivement sous pression constante), la température d'une unité de masse de matière d'une unité ; par conséquent, c_v et c_p sont souvent exprimées en $kJ \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$. Issue de cette définition propre de c_v et c_p , la quantité d'énergie-fluctuation (chaleur) Q nécessaire pour permettre à la température d'un corps de masse m de passer, sous volume constant (respectivement sous pression constante), d'une température initiale T_i à une température finale T_f est :

Chaleur sensible Q à volume constant :	$Q = mc_v(T_f - T_i)$	Équation I-13
--	-----------------------	---------------

Soit alors :

Chaleur massique à volume constant :	$c_v = \frac{1}{m} \left. \frac{\partial Q}{\partial T} \right _V$	Équation I-14
Chaleur sensible Q à pression constante :	$Q = mc_p(T_f - T_i)$	Équation I-15

Soit alors :

Chaleur massique à pression constante :	$c_p = \frac{1}{m} \left. \frac{\partial Q}{\partial T} \right _P$	Équation I-16
---	--	---------------

La valeur de $c_{v,p}$ peut quelquefois être considérée comme indépendante de la structure, de la densité ou de la température. Dans le cas des aliments, il a souvent été admis une forte corrélation entre $c_{v,p}$ et la composition spécifique. Ainsi, l'estimation de la valeur c_p peut être obtenue à travers une relation linéaire entre la chaleur spécifique de chaque composé et sa concentration dans l'aliment considéré. Cependant, la détermination précise de c_p d'une substance spécifique (alimentaire ou non alimentaire), fait souvent appel à la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Des données complètes ont ainsi pu être obtenues, et des tableaux dressant les valeurs de c_p pour de nombreux produits sont disponibles dans la littérature (*American Society of Heating, Refrigeration and Air-Conditioning Engineers, Inc, 1985*).

Cependant, dans le cas des aliments, une difficulté supplémentaire peut être signalée ; elle est due à la variation possible de la teneur en eau et de la composition des aliments ce qui est capable d'affecter (considérablement) la valeur c_v (respectivement c_p). Les données présentées dans la littérature sont donc signalées pour des contenus spécifiques d'eau et de formulation, ce qui réduit leur utilité. Le moyen le plus pratique pour trouver la valeur de c_v (respectivement c_p) consiste le plus souvent dans l'adoption d'expressions empiriques mathématiques simplifiées. Ces expressions peuvent normalement être considérées selon la relation générale suivante :

Chaleur massique à volume constant (respectivement à pression constante) d'un matériau de n constituants (Choi and Okos, 1986a) :	$c_{v,p} = \sum_{i=1}^n (C_i c_{(v,p)i})$	Équation I-17
---	---	---------------

où C_i est la concentration massique de chaque constituant i et $c_{(v,p)i}$ sa chaleur spécifique correspondante.

Ces expressions peuvent varier d'un produit à l'autre et, même parfois, d'un auteur à l'autre. Certaines de ces expressions sont basées uniquement sur la teneur en eau, ayant la forme $c_{v,p} = c_{(v,p)s} + c_{(v,p)w} W$, où W est la teneur en eau (base sèche) et les constantes $c_{(v,p)s}$ et $c_{(v,p)w}$ sont définis en fonction de la situation et du produit (en J/g base sèche K^{-1}). Des exemples de ces expressions sont les suivantes:

(Siebel, 1982)	$c_p = 0,837 + 3,349 W$	Équation I-18
----------------	-------------------------	---------------

(Dominguez, 1974)	$c_p = 1,382 + 2,805 W$	Équation I-19
(Lamb, 1976)	$c_p = 1,470 + 2,720 W$	Équation I-20

Des expressions plus complexes, prenant en compte les autres composants alimentaires en plus de l'eau, selon précisément l'Équation 1-5, ont été développées, et quelques exemples d'expressions génériques également disponibles sont présentés ci-dessous :

(Charm, 1971)	$c_p = 2,309X_f + 1,256X_s + 4,187 X_W$	Équation I-21
(Heldman, 1981)	$c_p = 1,424X_c + 1,549X_p + 1,675X_f + 0,837X_a + 4,187 X_W$	Équation I-22

où c_p est exprimée en $\text{kJ kg}^{-1} \text{ matériau total K}^{-1}$; X_c est synonyme de la fraction massique des hydrates de carbone, X_p de celle des protéines, X_f des graisses, X_a des cendres, et X_W de l'eau.

I.1.3.1.5.2. Conductivité thermique

La conductivité thermique (k) exprimée en $\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ est la caractéristique indiquée dans la loi de Fourier pour la conduction de la chaleur. Elle peut directement être mesurée pour un corps donné à l'aide d'une série de thermocouples et d'un système de chauffage à l'une des faces ou en un point donné, tel que décrit en détail par (Mohsenin, 1980) Certaines données ont été recueillies et peuvent être trouvées dans la littérature (*American Society of Heating, Refrigeration and Air-Conditioning Engineers, Inc, 1985*).

La conductivité thermique des aliments dépend principalement de la composition de l'aliment, mais des facteurs tels que l'orientation des fibres et des espaces vides ont une influence sur les chemins d'écoulement de chaleur, tout particulièrement au sein d'un aliment. Dans la recherche de la valeur de k , il est par conséquent, important de déterminer, en plus de la composition, l'état structurel de la matière. Comme pour c_p , certaines expressions empiriques ont été établies pour calculer les valeurs de la conductivité thermique k de différents aliments. Quelques exemples sont:

Pour les fruits et légumes:

(Sweat, 1974)	$k = 0,148 + 0,493 X_W$	Équation I-23
---------------	-------------------------	---------------

où X_W est la fraction massique de l'eau.

Pour les solutions de saccharose, jus de fruits et le lait:

(Riedel, 1949)	$k = 1,73 \cdot 10^{-3} (326,8 + 1,0412 T - 0,00337T^2) (0,44 + 0,5 X_W)$	Équation I-24
----------------	---	---------------

où T est la température exprimée en degrés Celsius.

D'autres expressions plus générales applicables pour les mélanges sont du type:

	$k = \sum_i (k_i X_i^V)$	Équation I-25
--	--------------------------	---------------

où k_i est la conductivité thermique de la composante i et X_i^V sa fraction volumique.

Lorsque la chaleur circule à travers les emballages ou des matériaux de couches de composés, un coefficient de conductivité thermique totale est nécessaire. Cette expression peut être calculée à travers les conductivités thermiques individuelles.

Pour la chaleur circulant parallèlement à deux couches, le coefficient de conductivité thermique totale est donnée par :

(Hallstrom, 1988)	$k_T = k_1(1 - c) + k_2c$	Équation I-26
-------------------	---------------------------	---------------

où c est la fraction volumique de matériau à deux.

D'autre part, si le flux de chaleur est perpendiculaire à l'orientation des couches du matériau:

(Hallstrom, 1988)	$k_T = \frac{k_1k_2}{ck_1 + (1 - c)k_2}$	Équation I-27
-------------------	--	---------------

Dans le cas de mélanges de matériaux dont la taille des particules et l'orientation sont aléatoires, la valeur de la conductivité thermique totale se trouve comprise entre les deux valeurs de courant parallèle et de débit perpendiculaire, respectivement. Pour les mélanges de plus de deux composants, la même méthode est suivie, en prenant deux matériaux à la fois.

I.1.3.1.5.3. Diffusivité thermique

La diffusivité thermique α (exprimée en $m^2 s^{-1}$) est une caractéristique thermo-physique traduisant la capacité d'un matériau à stocker la chaleur au cours de son transfert, ou, autrement, montrant comment la chaleur se diffuse au sein du matériau lors de son chauffage. α est calculée à partir de la conductivité thermique k , la chaleur spécifique c_p et la masse volumique ρ du matériau par :

	$\alpha = \frac{k}{\rho c_p}$	Équation I-28
--	-------------------------------	---------------

Bien que la méthode recommandée pour déterminer la diffusivité thermique est un calcul basé sur les valeurs mesurées expérimentalement de la conductivité thermique, de la chaleur spécifique et de la masse volumique, quelques auteurs ont proposé des expressions de calcul de la diffusivité thermique, tout particulièrement pour les aliments (Choi, 1986) basées sur la teneur en eau et/ou la température. Quelques exemples sont :

(Martens, 1980)	$\alpha = 5,7363 \cdot 10^{-8} \frac{W}{1 + W} + 2,8 \cdot 10^{-10} T$	Équation I-29
-----------------	--	---------------

où la diffusivité thermique α est exprimée en $m^2 s^{-1}$, W est la teneur massique en eau (base sèche) et T est la température exprimée en Kelvin.

(Dickerson, 1969)	$\alpha = \frac{8,8 \cdot 10^{-8} + W\alpha_W}{1 + W}$	Équation I-30
-------------------	--	---------------

Où α_W est la diffusivité thermique de l'eau à la température considérée.

Pendant, comme dans le cas d'autres caractéristiques physiques, la diffusivité thermique des mélanges peut être calculée selon une expression générale de type :

(Choi and Okos, 1985b)	$\alpha = \sum_i \alpha_i X_i$	Équation I-31
------------------------	--------------------------------	---------------

où α_i est la diffusivité thermique de la composante i et X_i sa fraction massique. Or, les données α_i ne sont pas souvent disponibles dans la littérature et la diffusivité thermique peut être calculée à partir d'autres caractéristiques thermiques des matériaux.

1.1.3.2. Transfert de matière

Le transfert de matière peut être défini comme la migration d'une substance à travers un mélange sous l'influence d'une force motrice (driving force) de type divers : gradient de concentration (transfert diffusionnel) ou gradient de pression totale (transfert par perméabilité) pour atteindre l'équilibre thermodynamique (mécanique, chimique...). De nombreuses opérations d'ingénierie alimentaire, chimiques et biochimiques, telles que le séchage, l'absorption, l'humidification, la distillation, la cristallisation, l'aération, etc. font intervenir des principes de transfert de matière. Les opérations unitaires intervenant dans de nombreuses transformations des aliments, font appel à des phénomènes de transfert de masse (séchage, lyophilisation, déshydratation osmotique, salage ou dessalage, extraction, cuisson, friture, séparations membranaires, étuvage, transmission de vapeur d'eau, de gaz ou de contaminants à travers un film d'emballage, etc. La stabilité alimentaire et la préservation de la qualité des aliments nécessitent également une maîtrise des phénomènes de transfert de masse des composantes environnementales dans leur migration qui peut affecter le taux de réactions. Parmi les composants impliqués dans ces processus de transfert de masse citons eau, sucres, sel, huiles, protéines, acides, saveur et arômes, oxygène, dioxyde de carbone, monomères résiduels ou additifs et polymères, ainsi que des toxines dangereuses, cancérigènes ou produites par des microorganismes. En outre, les phénomènes de transfert de masse jouent un rôle important dans la mise à l'échelle des processus à des installations pilotes ou industrielles et dans le contrôle et l'optimisation des processus.

1.1.3.2.1. Variables de transfert de masse

Les processus de transfert de masse font appel à divers paramètres tels que la concentration, la vitesse et les variables de flux, qu'il faudrait généralement définir et relier par un ensemble d'équations de base.

1.1.3.2.1.1. Concentration

La concentration d'un mélange en chacun de ses divers composants peut être exprimée de façons différentes en masse ou moles. La concentration massique d'un composé i par unité de volume du mélange ρ_i (kgm^{-3}), ou la fraction massique ω_i sont données respectivement par :

	$\rho_i = \frac{m_i}{V}$	Équation I-32
--	--------------------------	---------------

	$\omega_i = \frac{m_i}{m} = \frac{\rho_i}{\rho}$	Équation I-33
--	--	---------------

avec :

	$\rho = \frac{m}{V}$	Équation I-34
--	----------------------	---------------

où m et m_i sont les masses respectives du mélange et du composant i.

La concentration molaire d'un composé i par unité de volume du mélange c_i (mol m⁻³), ou la fraction molaire x_i sont données respectivement par :

	$c_i = \frac{n_i}{V}$	Équation I-35
--	-----------------------	---------------

	$x_i = \frac{n_i}{n} = \frac{c_i}{c}$	Équation I-36
--	---------------------------------------	---------------

avec :

	$c = \frac{n}{V} = \sum_1^j c_i$	Équation I-37
--	----------------------------------	---------------

	$x = \sum_1^j x_i = 1$	Équation I-38
--	------------------------	---------------

où n et n_i sont respectivement les nombres de moles du mélange et du composant. Les relations évidentes suivantes sont souvent utilisées dans la résolution des équations issues des lois de transfert utilisées.

	$\omega = \sum_1^j \omega_i$	Équation I-39
--	------------------------------	---------------

	$\rho_i = M_i c_i$	Équation I-40
--	--------------------	---------------

La masse molaire M_i du constituant i (kg /mole) permet, de toute évidence, d'établir les relations entre les paramètres massiques et molaires.

I.1.3.2.2. Flux diffusionnel

Un système thermodynamique est systématiquement caractérisé par un nombre très important de particules. Ces particules sont en mouvement d'agitation normalement de très grande vitesse moyenne impliquant une situation quasi statique, à mouvement aléatoire, isotrope et statistiquement homogène des particules. La température traduit la densité de l'énergie cinétique moyenne de fluctuation aléatoire avec une situation isotrope et homogène des mouvements de translation des particules ; d'où la notion de température « absolue » du système.

I.1.3.2.2.1. Diffusion moléculaire

L'agitation (dite thermique) aléatoire, isotrope et homogène des particules permet à un système initialement non homogène en composition (différence de composition dans l'espace, c'est à dire présence d'un gradient de composition, de suivre une évolution ayant pour objet d'homogénéiser la composition « moléculaire » du système. Un transfert de matière a ainsi lieu par diffusion d'un constituant dans les autres.

Dans le cas de systèmes binaires gazeux, on peut évaluer le flux de diffusion moléculaire à partir des structures moléculaires des constituants à l'aide d'une théorie relativement compliquée mais cependant très avancée que l'on appelle la théorie cinétique des gaz. La diffusion moléculaire existe également dans les liquides et les solides mais les théories sont dans ces cas moins avancées et restent encore semi-empiriques.

I.1.3.2.2.2. Expression macroscopique

I.1.3.2.2.2.1. Diffusion de Fick

La diffusion moléculaire est établie à travers la loi de Fick. Il s'agit donc d'une loi de transfert ayant le gradient de concentration comme « driving force » et un coefficient de diffusion (dite diffusivité D exprimée en $m^2 s^{-1}$) comme caractéristique du système diffusionnel. Allaf [1982] a cherché à développer les diverses formes du transfert moléculaire sous une formulation unique simplifiée impliquant le flux relatif de la matière (exprimé en rapport de masses ou de nombres de moles) selon une vitesse relative des (deux) composés considérés :

Formulation de Allaf (1982) :	$\frac{\rho_1}{\rho_2} (\vec{v}_1 - \vec{v}_2) = -D \vec{\nabla} \left(\frac{\rho_1}{\rho_2} \right)$	Équation I-41
-------------------------------	--	---------------

ρ_1 (respectivement ρ_2) est la masse présente dans une unité de volume et \vec{v}_1 (respectivement \vec{v}_2) la vitesse macroscopique du composé 1 (respectivement du composé 2). D est la diffusivité du binaire considéré.

Dans le cas du flux diffusionnel moléculaire (milieu immobile) et pour des mélanges binaires gazeux idéaux ou des solutions liquides diluées, la diffusivité D dépend de la température et de la pression, mais est pratiquement constante indépendamment de la composition du mélange binaire. Sa valeur peut être prévue théoriquement dans le cas de mélanges binaires gazeux à partir de la théorie cinétique des gaz. Pour les liquides ioniques ou non, il existe des relations théoriques et semi-empiriques.

L'équation I-39 peut être appliquée pour des milieux tout autant mobiles qu'immobiles. Cependant, lors d'un mouvement turbulent, le transfert de matière doit principalement être lié à la turbulence proprement dite. On peut cependant noter la persistance du flux diffusionnel, mais à un taux nettement plus intensifié dépendant considérablement de l'écoulement turbulent du système fluide considéré. La diffusion de Fick peut alors être maintenue et la relation établie reste valable mais avec une diffusivité qui n'est pas liée aux seules propriétés intrinsèques du fluide. La diffusivité correspondante dite turbulente ou apparente doit être estimée (mesurée) expérimentalement.

1.1.3.2.2.2. Diffusion de Knudsen

Dans le cas des gaz, il faut également distinguer le flux diffusionnel moléculaire ordinaire du flux diffusionnel du type Knudsen. Ce type d'écoulement diffusionnel est observé lorsque le libre parcours moyen des molécules de gaz est supérieur aux dimensions géométriques de l'enceinte dans laquelle se trouve le mélange gazeux. Dans ces conditions, le nombre de chocs des molécules avec la paroi devient supérieur au nombre de chocs entre molécules, d'espèces identiques ou différentes. La formulation générale de la loi de Fick reste globalement valable, mais chacune des espèces se déplace indépendamment des autres, et le coefficient de diffusion de Knudsen, issu d'une caractéristique intrinsèque de l'espèce considérée, peut être estimé par la théorie cinétique des gaz.

1.1.3.2.3. Transfert de matière par perméabilité

Dans les cas où existe un gradient de pression totale (exemples de transfert membranaire, instauration d'une différence de pression totale entre un produit et le milieu extérieur, entre le pore et son environnement au sein d'un milieu poreux, cas de la vapeur d'eau générée dans un milieu surchauffé par microondes ou par vapeur d'eau surchauffée, cas d'une opération de Déshydratation par Détentes Successives DDS avec une pression de vapeur supérieure à la pression extérieure, etc.), un transfert de matière a lieu par perméabilité de type Darcy ; le gradient de pression totale en est le « driving force » :

Loi générale de Darcy :	$\rho V = -\frac{K}{\nu} \frac{\partial P}{\partial r}$	Équation I-42
-------------------------	---	---------------

Le coefficient de perméabilité K (m^2) dépend principalement de la structure de la matrice solide mais également de la nature de la matière transférée (densité, taille moléculaire...). Cependant, c'est singulièrement la viscosité de la matière qui intervient (ν est la viscosité cinématique exprimée en $m^2 s^{-1}$).

CHAPITRE I.2. PROBLEMATIQUE DE L'EXPANSION

I.2.1. GENERALITES

I.2.1.1. Technologies

L'expansion par agents chimiques, par génération de gaz dont la vapeur, par détente, rapide ou progressive, vers une pression relativement faible (atmosphérique ou vide) devient un processus de plus en plus important dans diverses industries dont l'alimentaire. Les technologies considérées sont de plus en plus nombreuses. En plus de la cuisson-extrusion, du puffing, et de la Détente Instantanée Contrôlée DIC, plusieurs spécificités peuvent être avancées. Ainsi, des injections de vapeur ou de gaz spécifiques ont été envisagées comme technologies additives à la cuisson-extrusion. Les variantes de la Détente Instantanée Contrôlée DIC peuvent être au nombre de trois :

1. Variante de DIC direct : il s'agit de débiter par une mise progressive sous vide. La vapeur, généralement saturée, est ensuite injectée dans le réacteur, y est maintenue à une pression donnée se terminant par détente normale instantanée vers le vide.
2. DVC (Directe Vapeur Contrôlée) : L'injection de vapeur a lieu sans passage par l'étape de vide.

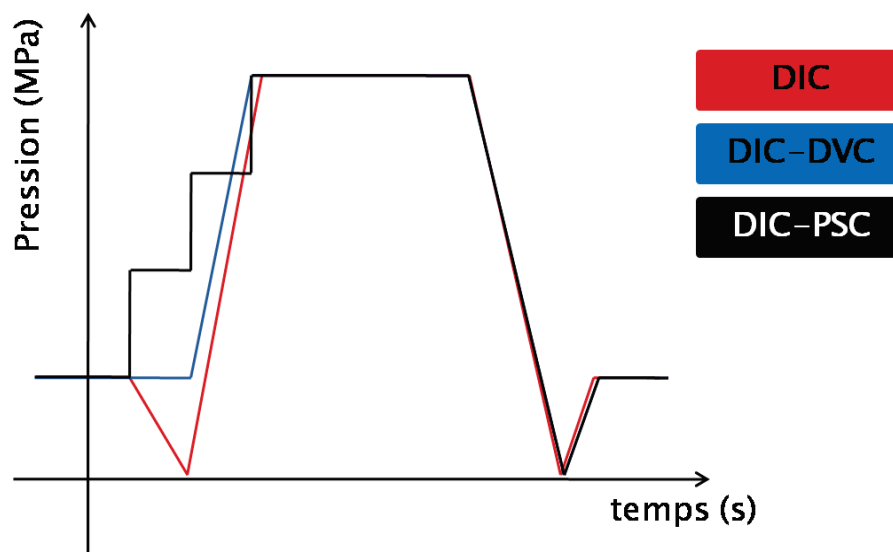


Figure I-1. Expansion non atmosphérique

3. PSC (Progressive Steam Compression), Il s'agit d'une injection directe progressive de la vapeur maintenue à deux ou plusieurs niveaux de pression, se terminant par une détente vers le vide.

I.2.1.2. Terminologie du taux d'expansion

La terminologie du taux d'expansion dépend généralement de la technologie utilisée. Ainsi, le taux d'expansion d'un produit (céréales...) ayant subi le puffing a été défini et relativement bien connu et largement utilisé pour mieux aborder le procédé. Le taux d'expansion du *puffing* selon (R. Chinnaswamy & Bhattacharya, 1984), est noté comme

étant le « *puffing index* » et est défini comme le rapport des densités apparentes de la matière première et du produit soufflé (Lai & Cheng, 2004). Ce paramètre est largement utilisé par (Sullivan, 1984) dans ses recherches visant la définition du processus relativement bien connu et largement utilisé du puffing proprement dit. Ce paramètre est essentiel dans tous les exemples d'utilisation du puffing dans la fabrication du riz expansé (K. Hoke, Housova, J., Houska, M., 2005), de la farine de riz étuvé (Lai & Cheng, 2004), de transformation thermique de matières amylacées (amylose et amylopectine) voire une certaine gamme de fruits et légumes (Kozempel, Sullivan, Craig, & Konstance, 1989) et (K. Hoke et al., 2007).

Dans le cas de la cuisson-extrusion, le taux d'expansion a été abordé selon trois types d'approche : le taux d'expansion volumique (TER = Total Expansion Ratio), le taux d'expansion axiale (AER = Axial Expansion Ratio) et le taux d'expansion radiale (RER = Radial Expansion Ratio). (Willett & Shogren, 2002) Utilise l'expansion radiale RER en calculant le rapport de l'aire de section transversale de la mousse au rayon de la filière. Il a été suggéré que l'expansion radiale de l'amidon extrudé dépend de l'élasticité à chaud.

Le taux d'expansion par DIC est une valeur permettant d'analyser l'effet global du traitement sur la structure du produit avant et après le traitement. Le taux d'expansion absolu (ϵ_{abs}) est défini comme étant le rapport entre le volume massique spécifique du produit et le volume massique intrinsèque de la matière :

Taux d'expansion absolu	$\epsilon_{abs} = \frac{\rho_{int}}{\rho_{spec}}$	Équation I-43
-------------------------	---	---------------

Un taux d'expansion relatif (ϵ_{rel}) doit donc être défini comme étant le rapport des masses volumiques spécifiques avant et après soufflage :

Taux d'expansion relatif	$\epsilon_{rel} = \frac{\rho_{spec} \text{ (produit initial)}}{\rho_{spec} \text{ (produit expansé)}}$	Équation I-44
--------------------------	--	---------------

I.2.2. PRINCIPES

Dans de nombreuses opérations d'expansion, la génération d'un gaz au sein de la matrice (poreuse) solide peut être due à une réaction thermochimique, microbiologique de fermentation ou enzymatique (génération de CO₂...), à des phénomènes de détente de gaz ou à des phénomènes de changement de phase (évaporation de liquides). La production de vapeur d'eau est souvent réalisée par chauffage volumique (microondes, vapeur extérieure surchauffée, autovaporisation...), etc. Le gaz ainsi généré sera responsable du processus d'expansion de la matrice, tout spécifiquement quand les caractéristiques rhéologiques de la structure « solide » sont adéquates (comportement viscoélastiques...). Il se peut cependant que des phénomènes de migration du gaz en question interviennent au sein de la structure selon un transfert de type Darcy ou une diffusion de type Fick. Cette migration entrant en général en compétition avec les processus d'expansion ne peut être négligeable que dans les cas des produits spécifiques de faible diffusivité ou de faible perméabilité. Toutefois, quand la génération volumique de gaz est très rapide, l'effet de migration devient particulièrement négligeable au profit

du processus mécanique d'expansion ; d'où l'intérêt spécifique d'une autovaporisation par détente instantanée.

Au cours des dernières années du siècle dernier, de nombreuses opérations unitaires d'expansion ont été définies, tout particulièrement dans l'industrie agroalimentaire. Les plus connues sont le *puffing*, l'extrusion, l'explosion-vapeur et, plus récemment, la Détente Instantanée Contrôlée DIC. Il s'agit dans les diverses techniques de procéder à une mise sous haute pression et/ou haute température suivie d'une détente très rapide vers la pression atmosphérique dans les cas du puffing, de l'extrusion et de l'explosion-vapeur ou vers le vide pour la DIC. Une version de la DIC permettant la texturation par gaz sous pression sera également abordée.

I.2.3. OPERATIONS D'EXPANSION

I.2.3.1. Cuisson-Extrusion

L'extrusion est un procédé continu, d'élaboration de produits extrêmement divers largement utilisés dans différents secteurs industriels (plasturgie, agroalimentaire...). Il s'agit généralement d'homogénéiser un mélange en termes de composition, d'opérer des transformations thermomécaniques et/ou thermochimiques, et, enfin, d'agir sur la structure comme moyen de modification des propriétés physiques et fonctionnelles. Selon la technique utilisée, l'opération peut regrouper différentes fonctions : transport de matière, mélange, malaxage, compression, cisaillement, chauffage, réactions chimiques, cuisson, stérilisation, dégazage, mise en forme, refroidissement, séchage... Deux principales étapes distinctes doivent être considérées :

1. la première aboutit à la mise du mélange sous haute température et haute pression obtenues grâce à une vis d'Archimède (cas de l'extrudeur monovis) ou à deux vis (cas de l'extrudeur bivis). Cette étape peut conduire à des modifications importantes au niveau de la matière traitée : transformations thermochimiques de gélatinisation des composants amyliques, dénaturation des protéines, ... Le chauffage peut être obtenu par échange thermique (présence d'un fourreau...) et souvent principalement couplé aux cisaillements. Cette étape se termine enfonçant le produit homogène à haute température et haute pression à travers un orifice de petite dimension : la filière.
2. La deuxième étape débute juste à la sortie de la filière et à la mise du matériau sous pression atmosphérique (détente rapide vers la pression atmosphérique). Il s'agit de l'étape d'expansion éventuelle, d'étirement et/ou de texturation... généralement suivie d'opérations de séchage et de refroidissement de la matière ainsi texturée.

En tant qu'opération agroalimentaire, la cuisson-extrusion consiste donc à réaliser durant une très courte durée, un traitement simultané aux deux plans mécanique et thermique des matières premières ou un mélange de matières premières, généralement hydratées. Le traitement mécanique consiste à mélanger, cisiller et compresser (jusqu'à 30 MPa) avant de subir la détente vers la pression atmosphérique. Un cuiseur-extruder peut donc faire figure de réacteur thermochimique fonctionnant en continu. La deuxième étape de l'opération de l'expansion du produit à la sortie de la filière : l'eau étant restée à l'état

liquide sous haute pression de travail, malgré un niveau de température élevée, subit, dès l'expulsion du produit hors de la filière, une autovaporisation instantanée d'une partie de l'eau contenue dans le produit, fonction de la différence de température entre l'état initial et l'état d'équilibre final. Ce phénomène se traduit généralement par une expansion.

Le concept de l'expansion ainsi adopté par une partie de la technique de cuisson-extrusion a largement été utilisé dans l'industrie agroalimentaire dans la production d'une gamme impressionnante de céréales soufflées, aliments de collocation et aliments pour animaux (Leon & Robert, 2006). Le degré de développement de l'expansion détermine sa structure extrudée et par conséquent sa texture. Il adonc été essentiel de développer les connaissances sur les mécanismes impliqués dans le processus d'expansion en vue de les manier et être en mesure de le contrôler (Rangan Chinnaswamy, 1993).

Ainsi, au cours de la dernière décennie, plusieurs auteurs ont étudié l'expansion lors de l'extrusion de farines de céréales et les facteurs qui influent sur elle (Desrumaux, Bouvier, & Burri, 1998). Certains auteurs ont proposé différentes solutions afin d'améliorer l'expansion, telles que l'utilisation du dioxyde de carbone (Ferdinand, Clark, & Smith, 1992) ou d'agents gonflants (Ganjyal & Hanna, 2006). Plusieurs études ont indiqué que la fusion d'une partie des composants de la matrice implique une expansion spécifique, notamment non isotrope, dépendant notamment de la composition de la matrice utilisée (Bouzaza, Arhaliass, & Bouvier, 1996).

Dans le secteur agroalimentaire, la cuisson-extrusion a principalement été appliquée aux produits amylacés (Harper, 1981). Ces produits à base d'amidon, tels que les céréales de petit déjeuner par exemple, semblent être les seuls produits adaptés à ce niveau de température en termes de sensibilité thermique, de comportement thermo-rhéologique et de transition vitreuse. Le taux d'expansion devra dépendre de la différence de pression entre l'intérieur du pore et l'extérieur ; elle dépend donc du taux d'eau évaporée, soit donc des niveaux de température initial (juste avant la filière) et d'équilibre final (ici voisin de 100°C si l'on admet une activité de l'eau du produit ainsi obtenu voisine de 1) :

L'état de porosité devra donc dépendre du taux d'expansion (aspect quantitatif) mais également de l'état de distribution, de taille et de forme des pores au sein de la structure. Ces divers paramètres devraient permettre l'identification de l'expansion et déterminer les principales propriétés structurales, texturales et sensorielles, d'une part (Bourne, 1975) et les divers comportements fonctionnels. L'expansion est due à la différence de pression causée par la vaporisation instantanée de l'eau au sein du pore. En raison de la forte chute de pression à la sortie de la filière, l'eau commence à s'évaporer et génère des noyaux de vapeur. Un noyau ayant accumulé de la vapeur peut devenir une bulle stable (Cisneros, 1999). Poussée par la quantité d'eau évaporée, la bulle stable est capable de croître (Kokini, 1992) selon un processus dépendant étroitement des propriétés rhéologiques de la matière, et de leur évolution en fonction de la température, de l'humidité et du passé hydro-thermique (possibilité de l'état fondu de l'amidon juste à la sortie de la filière).

L'influence du processus de nucléation sur le développement et la distribution de taille des pores a été signalée par de nombreux auteurs. Bien que la nucléation soit censée être

d'une importance cruciale pour l'expansion et les propriétés structurales, physiques et fonctionnelles du produit, rares sont les études portant sur les mécanismes de nucléation. Plusieurs chercheurs ont étudié l'effet de nucléation hétérogène, induite par des agents de nucléation (Leung et al 2012; Wang et al. 2010; Zhai et al. 2011; Zheng et al. 2010). En particulier dans le traitement des polymères, le développement d'une structure poreuse uniforme nécessite souvent l'utilisation d'additifs (Shafi et al., 1996). D'autres auteurs ont cherché à améliorer la structure des pores des aliments extrudés à l'aide d'agents gonflants tels que le dioxyde de carbone (Ferdinand et al., 1992) généralement en provenance du bicarbonate de sodium (Hoseney et al., 1992; Lai et al., 1989; Parsons et al. 1996) dont les effets vis-à-vis de l'expansion dépendent fortement de la température (Singh et al., 2000). Ainsi, alors que l'effet sur l'expansion est positif à 125°C, il est particulièrement négatif sur 175°C. Ainsi, l'étude des mécanismes de nucléation hétérogène assistée par des particules (Wang et al., 2010 ;Zhai et al., 2011) montre que la pression locale est le paramètre le plus critique affectant la nucléation.

La pression P_v de la vapeur d'eau à l'intérieur de la matrice d'amidon peut être donnée calculée selon le Tableau VI-1 ou suivant avec l'équation d'Antoine :

Equation d'Antoine	$\log P_v = A - \frac{B}{C + T}$	Équation I-45
--------------------	----------------------------------	---------------

Où P_v est la pression de vapeur d'eau en bar, T est la température de l'eau (en K) et $A = 5,09938$, $B = 1681$, et $C = -43,037$ sont les paramètres d'Antoine de l'eau généralement valables pour des températures au-dessus de 100°C.

Malgré l'intérêt porté au domaine de faible teneur en humidité (normalement de 5 à 30% base sèche), le niveau de température de l'extrusion (de 130 à 200°C), conduit à l'idée que $a_w \approx 1$ pour toutes les matrices étudiées. Par conséquent, la détermination de la pression de vapeur d'eau à l'intérieur des matrices considérées est une approximation suffisante. Cependant, de nombreux auteurs une certaine différence avec la pression mesurée. En effet, Wu & Schwartzberg (1994) ont montré que la mesure de la pression de vapeur au sein des pores d'une matrice amyliacée chauffée à 180°C était inférieure de moins de 10% à celle calculée pour de l'eau pure.

1.2.3.2. Explosion-vapeur

En tant qu'opération énergétique, l'explosion-vapeur peut être considérée comme une version de cuisson-extrusion spécifique aux agro ressources de type cellulosique. Il s'agit de matériaux souvent destinés à des réactions enzymatiques en vue de la production de bioéthanol. Les transformations enzymatiques ayant ainsi la diffusion comme processus limitant, nécessitent une certaine expansion de la structure. On procède à une opération de traitement thermomécanique des matières premières naturellement hydratées à des pressions voisines de 3 MPa) avant d'être expulsées vers la pression atmosphérique : l'eau initialement à l'état liquide sous haute pression et haute température, subit, là aussi, une autovaporisation instantanée d'une partie de l'eau contenue dans le produit. La quantité de vapeur ainsi générée est fonction de la différence de température entre l'état initial (voisine de 200°C) et l'état d'équilibre final (100°C correspondant à la pression atmosphérique). Ce phénomène se traduirait également par une expansion.

I.2.3.3. Texturation par détente instantanée contrôlée

Le traitement par Détente Instantanée Contrôlée DIC consiste en l'établissement d'une étape de haute température (généralement de 60°C à 165°C)-haute pression de vapeur d'eau (de 0,05 à 1 MPa) – courte durée (de 10 s à 1 min), suivie d'une détente abrupte vers le vide (jusqu'à 1,5 kPa) impliquant un taux de détente $\Delta P/\Delta t$ supérieur à $2 \cdot 10^5 \text{ Pa s}^{-1}$. Cette opération implique une autovaporisation d'eau, induisant ainsi un effet de refroidissement et de texturation. En outre, la décompression vers le vide fournit une plus grande différence de température entre les deux états juste avant et juste après la décompression. Le montant de la vapeur produite est donc largement suffisante pour développer le produit par auto-vaporisation avec une température de traitement plus basse (Iguedjtal, Louka, & Allaf, 2008; Louka & Allaf, 2004), avec une plus grande probabilité d'atteindre ainsi la transition vitreuse.

Issue de travaux théoriques concernant l'expansion de polymères organiques par voie thermomécanique (Karim Allaf, 1988) et des études sur les processus d'instantanéité (ALLAF, 2002), la DIC a fait l'objet de nombreuses applications (ALLAF, 1989, 1993, 1994 et 1998, et ALLAF & VIDAL, 1989) et plusieurs travaux de thèses de doctorat concernant le séchage (Sahyoun, 1996), le séchage/texturation (Haddad, 2007), l'étuvage (HABBA, 1997), le séchage du poisson (Juhel, 2000), la débactérisation (Debs-Louka, 2000), le traitement du bois archéologique (Sanya, 2000), le séchage de produits pharmaceutiques (Rakotazafy, 2001), la pulvérisation sous vide (Delgado-Rosas, 2002), le traitement de légumineuses (HADAD, 2002) et le traitement du riz (DIONG THAI CONG, 2003). Les diverses applications industrielles ont montré la capacité de la DIC d'associer la haute qualité à une réduction de consommation d'énergie.

I.2.3.4. Texturation par les gaz sous pression

Des recherches récentes sur la DIC ont montré la possibilité d'utiliser des gaz tels que l'air, l'anhydride carbonique et le protoxyde d'azote à des pressions élevées de 0,1 à 1 MPa. Des modifications de texture peuvent ainsi être observées; d'autres mécanismes (micromécaniques, chimiques...), encore peu développés, ont été étudiés dans le cas de matériaux particulièrement thermosensibles tels que les poudres laitières.

I.2.4. ANALYSE FONDAMENTALE ET MODELISATION

I.2.4.1. Autovaporisation

Les trois premières opérations de texturation ont en commun un processus d'expansion par génération par autovaporisation d'une certaine quantité d'humidité contenue dans la matière. En effet, les produits se trouvant à une température dépassant largement le niveau d'équilibre thermique final, font l'objet, juste lors de la décompression, d'une libération abrupte d'une certaine quantité de vapeur. Le volume des « gaz » ainsi générés est capable d'induire au sein du produit des contraintes de forte amplitude. En effet, l'autovaporisation de l'état de sur-chauffage vers l'état d'équilibre thermodynamique du système génère une quantité de vapeur m_v dont on déduit la valeur de ΔW ; le signe traduit la diminution de l'humidité de la matière. Soit :

Diminution de la teneur d'humidité par autovaporisation :	$\Delta W = \frac{m_v}{m_s} = \frac{(c_{p,s} + W_i c_{p,W})(T_e - T_t)}{L}$	Équation I-46
---	---	---------------

Où :

m_v est la masse de vapeur générée par détente de la pression de traitement (pression initiale), à la pression finale.

m_s est la masse de matière sèche du produit traité.

W_i est l'humidité initiale du produit traité en % de matière sèche.

$c_{p,s}$ et $c_{p,W}$ sont les chaleurs massiques respectives de la matière sèche et de l'eau.

L est la chaleur latente d'évaporation de l'eau.

T_t et T_e sont les températures respectives de traitement et d'équilibre après la détente.

La vapeur générée devrait, dans des conditions normales avec l'hypothèse de gaz parfait, occuper un volume V_v déterminé par :

Volume normal de la vapeur générée :	$V_v = \frac{m_s \Delta W T_e}{M_W P_f} = \frac{m_s R_{GP} T_e (c_{p,s} + W_i c_{p,W})(T_t - T_e)}{M_W P_f L}$	Équation I-47
--------------------------------------	--	---------------

Où

M_W et ρ_W sont respectivement la masse molaire et la masse volumique de l'eau.

P_f est la pression finale (pression extérieure) après la détente.

R_{GP} est la constante des gaz parfaits

L'hypothèse selon laquelle le volume occupé par la vapeur juste au moment de sa génération est déterminé par la différence entre le volume propre et le volume intrinsèque de la matière V_a permet d'écrire :

Volume initial occupé par l'humidité :	$V_a = m_s \left(\frac{1}{\rho_{spécifique}} - \frac{1}{\rho_{intrinsèque}} \right)$	Équation I-48
--	---	---------------

Les contraintes maximales que devrait pouvoir causer la génération de vapeur sont généralement corrélées avec la différence maximale de pressions interne et externe :

Différence maximale de pression générée :	$\Delta P_{max} = \frac{m_s \Delta W R_{GP} T_e}{M_W V_a} - P_f = \frac{R_{GP} T_e (c_{p,s} + W_i c_{p,W})(T_t - T_e)}{M_W \left(\frac{1}{\rho_{spécifique}} - \frac{1}{\rho_{intrinsèque}} \right) L} - P_f$	Équation I-49
---	--	---------------

La différence maximale de pression ΔP_{max} entre l'intérieur du pore et le milieu extérieur est d'une importance particulière dans l'analyse fondamentale commune des diverses opérations de texturation par cuisson-extrusion, explosion-vapeur, puffing et DIC. En effet, la différence de pression ΔP est l'élément moteur dans l'évolution temporelle de la taille du pore :

Evolution temporelle du rayon du pore :	$\mu 2\pi R \frac{dR}{dt} = \frac{1}{2} \pi R^2 \Delta P$	Équation I-50
---	---	---------------

Avec :

R est le rayon du pore

μ est la viscosité apparente de la matrice à la température et l'humidité considérées.

La vitesse d'évolution du pore est ainsi proportionnelle à la différence de pression ΔP entre l'intérieur du pore et le milieu extérieur et inversement proportionnelle à la viscosité. Or, comme la différence de pression ΔP dépend de la valeur initiale et évolue en fonction de la taille du pore, on peut ainsi écrire une relation similaire à celle utilisée par Arahlias et al. (2009) :

Temps vs l'évolution du rayon du pore :	$dt = 4\mu \frac{dR}{R\Delta P}$	Équation I-51
---	----------------------------------	---------------

Le comportement rhéologique de la matière lors de l'expansion proprement dite est d'une importance particulière. En effet, le couplage entre la quantité d'eau auto vaporisée (responsable des contraintes intérieures traduites par ΔP) et un comportement viscoélastique de la matière (traduit ici par la viscosité μ) permet d'établir le degré d'expansion. Lorsque le processus du chauffage est principalement réalisé par vapeur saturée sous pression (cas de la DIC), l'augmentation de température est étroitement corrélée à une augmentation de l'humidité de la matière :

Augmentation de la teneur en eau lors du chauffage par vapeur saturée :	$\Delta W_{cond} = \frac{m_v}{m_s} = \frac{(c_{p,s} + W_o c_{p,w})(T_t - T_i)}{L}$	Équation I-52
---	--	---------------

le signe+de ΔW_{cond} traduit l'augmentation de l'humidité de la matière ; où :

m_v est la masse de vapeur condensée sur la surface du produit capable d'assurer le passage de la température initiale T_i à la température de traitement T_t .

m_s est la masse de matière sèche du produit traité.

W_o est l'humidité initiale du produit à traiter en % de matière sèche :

L'humidité du matériau juste avant la détente est W_i :	$W_i = W_o + \Delta W_{condensation}$	Équation I-53
---	---------------------------------------	---------------

1.2.4.2. Transition vitreuse

Les niveaux élevés d'humidité et/ou de température juste avant la détente augmentent souvent la possibilité d'un comportement viscoélastique de la matière. La préservation de la nouvelle structure alvéolée et le maintien de la texture expansée sont étroitement liés à la transition vitreuse de la matière ; la détente responsable de la diminution de l'humidité et de la température de la matière permet souvent d'augmenter la probabilité de la transition vitreuse de la matière. En effet, les mesures expérimentales de la température de transition vitreuse obtenue à chaque teneur en humidité peuvent être corrélées avec la relation de Gordon-Taylor (Gordon & Taylor, 1952), formulée selon Allaf (K. Allaf, 1982) :

$$T_g(W) = \frac{T_{g,m} + kW T_{g,w}}{1 + kW}$$

avec W est la teneur d'humidité (base sèche), $T_{g,m}$ et $T_{g,w}$ sont les températures de la transition vitreuse respectivement du matériau sec et de l'eau pure. Notons que $T_{g,w}$ est suggérée par Orford et al., (Orford, Parker, & Ring, 1990) comme étant : $T_{g,w} = -139^\circ\text{C}$.

Finalement, k est le paramètre de corrélation de Gordon-Taylor, dépendant du matériau considéré. La courbe ci-après définit la transition vitreuse pour une valeur spécifique $k=1$:

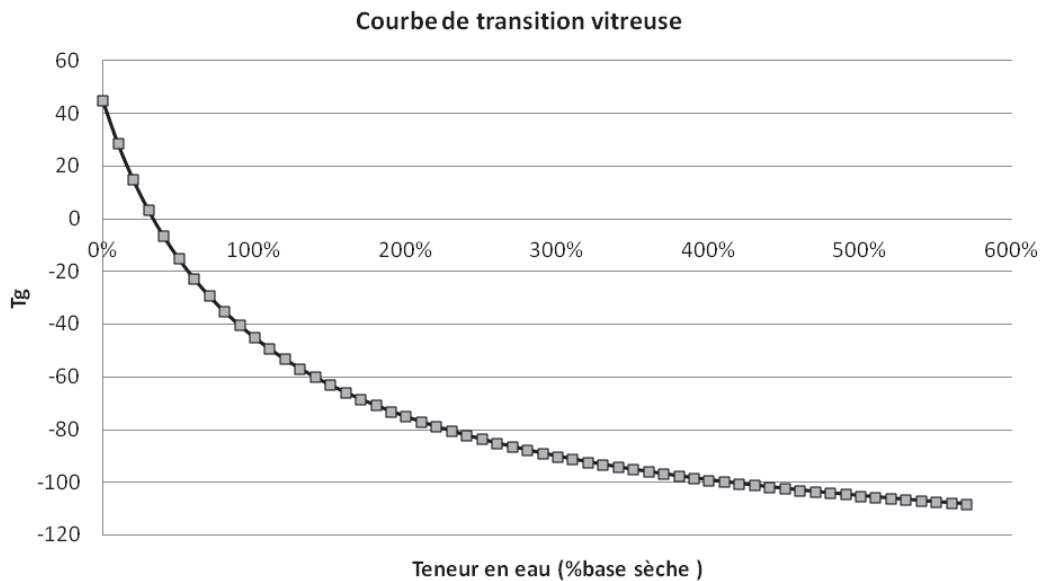


Figure I-2. Evolution de la température de transition vitreuse en fonction de l'humidité.

I.2.4.3. Conclusion

La texturation par autovaporisation doit donc être abordée d'une façon parfaitement similaire dans les cas du *puffing*, de l'extrusion, de l'explosion vapeur et de la DIC. La quantité d'humidité condensée sur la surface du produit est spécifique à la DIC du fait du chauffage possible par vapeur saturée (Equation I-46).

La quantité d'eau évaporée est un paramètre particulièrement important ; il s'agit du principal outil définissant la pression responsable des contraintes au sein de la matière lors de la détente. La valeur initiale de la différence de pression lors d'une détente instantanée permet de traduire le degré du processus d'expansion. La quantité d'eau évaporée dépend principalement de la température de traitement T_t et de la température d'équilibre T_e à la pression finale à la suite de la détente :

- $T_e=100^\circ\text{C}$ dans les cas du *puffing*, de l'extrusion et de l'explosion vapeur (détente vers la pression atmosphérique)
- T_e varie dans le cas de la DIC en fonction du niveau de la pression de détente ; elle peut, à titre indicatif, être pratiquement voisine de 34°C pour une pression finale de 5 kPa.

Afin de comparer ces diverses opérations d'expansion par vapeur d'eau, nous avons considéré le cas d'un produit initialement à la température de traitement T_t . La valeur de la différence de pression initiale ΔP_{init} dépend du volume du « vide » (porosité) de la matière considérée. Nous avons retenu, à titre d'exemple, une matière de masse volumique sèche propre $\rho_{propre} = 850 \text{ kg/m}^3$ et de masse volumique intrinsèque $\rho_{intrinsèque} = 1350 \text{ kg/m}^3$. Dans les cas du *puffing*, de l'extrusion et de l'explosion vapeur (détente vers la pression atmosphérique), ainsi que de la Détente Instantanée Contrôlée DIC, l'expansion peut se produire en raison du changement de température et de pression et suivant l'état rhéologique de la matière menant à une transformation certaine

pour des aliments. L'avantage de la technique DIC réside, en tout premier lieu, en la capacité de cette technologie de largement étendre les possibilités de traitement de divers produits alimentaires vers ceux sensibles à la chaleur tout en préservant, d'une façon très satisfaisante, les qualités du produit final (composition biochimique, couleur et saveur) tout en maîtrisant la possibilité d'expansion et l'obtention de nouvelles formes et une texture plus poreuse (Schwartzberg, Wu, Nussinovitch, & Mugerwa, 1995).

PARTIE II.
MATERIEL ET METHODES

CHAPITRE II.1.

MATIERES PREMIERES ET METHODES DES TRAITEMENTS

II.1.1. INTRODUCTION

Les matières premières que étudiées au cours de mes travaux de recherche ont concerné des produits agroalimentaires avec un intérêt particulier accordé au processus et taux d'expansion de ces produits en morceaux.

Il y a six produits que nous avons traités pendant les travaux de thèses ; fromage Emmental, tofu traditionnel, pomme, pomme de terre, carotte, et banane.

La méthode de traitement qui a été adoptée pour les diverses matières considérées, a concerné une première étape de séchage, en vue de réduire le contenu initial d'eau dans le produit, suivi d'un traitement par DIC et se terminant par une opération de séchage final.

II.1.2. MATIERES PREMIERES

II.1.2.1. Fromage Emmental

II.1.2.1.1. Généralités

Le Fromage est un des plus anciens des aliments manufacturés ; beaucoup de variétés et de nombreux types de fromage existent de par le monde. La diversité du fromage est la conséquence de multiples facteurs, notamment le type de la source de lait utilisé (vache, brebis, chèvre, renne, bufflonne, yack...). Le fromage utilisé dans le cadre de notre étude est de l'emmental ; il s'agit d'un fromage de lait de vache né dans la vallée de l'Emme, en Suisse, d'où son nome (Tal signifie « vallée » en allemand).

Le fromage emmental ont, normalement, à l'image d'autres fromage suisses, de grands trous, appelés communément les yeux des fromage. Ces ouvertures apparaissent grâce à des bulles de gaz carbonique générées par la fermentation par l'action de bactéries spécifiques, avec un fromage non encore « rigidifié » en cours d'affinage ; ces bulles demeurent prisonnières dans la pâte jusqu'à sa transition vitreuse.

Les meules de fromage emmental sont, généralement, de 70 cm à 1 m de diamètre, de 60 kg à 130 kg de masse et de 45% de teneur minimale en matières grasses. La croûte naturelle sèche, lavée et brossée, est de couleur ocre ou jaune. La pâte cuite, pressée et dure, est de couleur ivoire à jaune pâle, avec des trous (yeux) dont la taille va de celle d'une cerise à celle d'une noix. Les yeux doivent être ronds, nets et bien répartis dans la masse. La saveur, généralement douce, peut être plus prononcée avec la durée de l'affinage.

La fabrication particulière se caractérise par l'association de deux fermentations qui se succèdent dans le temps. La fermentation lactique due aux *Streptococcus thermophilus*, *Lactobacillus delbrueckii* et *Lactobacillus helveticus*, et se déroule pendant les premières 24 heures qui suivent l'emprésurage. Cette fermentation conduit à l'abaissement du pH du caillé vers 5,4 -5,5, vers la sixième heure du pressage, le pH final du fromage étant de

5,1 -5,3. Elle joue donc un rôle important dans la conservation et la qualité des fromage à pâte cuite et pressée en inhibant les micro-organismes d'altération.

II.1.2.1.2. Conservation

La conservation du fromage est réalisée dans l'emballage d'origine ou dans du papier-film alimentaire capable de préserver sa tendreté et son goût fruité. La température de conservation idéale est de 8 °C. Les fromages de type suisse doivent contenir un pourcentage maximal d'humidité de 40,0% et un pourcentage minimal de matière grasse du lait de 27,0%. Ces valeurs sont exprimées sur une base humide.

II.1.2.1.3. Composition

Tableau II-1. La composition du fromage

Fromage	Humidité	Protéines	Matières grasses	Glucides	Minéraux	Calcium
Emmental	37,7 %	30,4 %	28,8 %	0,2 %	2,8 %	1,2 %
Type suisse*	37,2 %	28,4 %	27,4 %	3,4 %	3,5 %	0,9 %
Emmental**	37,3 %	28,0 %	29,0 %	-	-	1,0 %

* Source ("Composition des aliments " Plateform web d'analyses nutritionnelles", 2012)et selon ("Composition nutritionnelle des aliments TABLE Ciqual 2012," 2012; "Le Fromage : plaisir et santé à votre portée," 2010).

** Produit utilisé dans le cadre de la présente étude (acheté au magasin en France)

II.1.2.2. Tofu traditionnel

II.1.2.2.1. Généralités

Le Tofu est un produit à base de soja, d'eau, d'un coagulant et d'un agent de caillage. Ce produit, riche en protéines et calcium, est bien connu pour sa capacité d'absorber de nombreuses saveurs, des épices et des marinades. Connu depuis plus de 2000 ans, le tofu est un aliment traditionnel en Chine et au Japon : on le trouvait déjà dans la cuisine mongole deux siècles avant Jésus-Christ. Ce sont des moines bouddhistes qui l'importent au Japon vers le VIII^e siècle. Ces moines ne consomment pas de viande, et le doufu constitue une alternative intéressante aux produits animaux dans l'alimentation végétarienne. La cuisine japonaise intègre alors très largement cet aliment et lui donne le nom de tofu. On le retrouve aujourd'hui dans de très nombreuses préparations et recettes de cuisine asiatique.

En Europe, c'est vers les XVII^{ème} et XVIII^{ème} siècles que le tofu fait son apparition, grâce aux marchands ambulants. Puis il se démocratise au XX^{ème} siècle, avec l'arrivée de populations migrantes d'origine asiatique. Depuis quelques années, on le trouve très facilement : dans les épiceries asiatiques, les magasins bio, et même en grande distribution.

II.1.2.2.2. Conservation

Une fois le tofu fabriqué et l'emballage ouvert, le « tofu ferme » est conservé à température de froid positif dans un récipient hermétique, souvent recouvert d'eau. Par renouvellement de cette eau tous les jours ou les 2 jours, le tofu peut se conserver pour une dizaine de jours. En ce qui concerne le tofu soyeux, il se conserve 3 à 4 jours au réfrigérateur (+2 à +4 °C) dans un contenant fermé.

II.1.2.2.3. Composition

Dans 100 gr de Tofu, il y a du calcium, du fer et du phosphore, avec une légère quantité de Magnésium, Sélénium et Zinc.

Tableau II-2. Composition moyenne du tofu

Produit	Energie (kcal)	Eau	Protéine	Lipide	Glucides	Fibre	Sucre
Tofu	271	50,52	17,19	20,18	10,49	1,1	2,72

Source : ("Composition des aliments " Plateform web d'analyses nutritionnelles", 2012)

II.1.2.3. Pomme (Granny Smith)

II.1.2.3.1. Description

La pomme que nous avons utilisée dans cette étude est une pomme très populaire apparue et cultivée en Australie (1868) qui s'appelle Granny Smith (du nom de la grand-mère Marie-Ana Smith). En France, la pomme Granny Smith est très consommée après « Golden délicate » et « Gala » avec 10% de la production nationale.

Les Granny Smith sont des pommes de calibre moyen, récoltées avant la pleine maturité quand elles sont encore de couleur « vert pomme ». Certaines ayant bénéficié d'un temps de maturation plus long ont des reflets roses.

Elles ont un goût assez acidulé, sont très fermes, croquantes, juteuses, excellentes à cuire ou à croquer. À peau assez épaisse, elles sont aussi appréciées en salade, car la chair ne brunit pas aussi vite que les autres variétés.

II.1.2.3.2. Conservation

Les pommes vertes Granny Smith sont des pommes de calibre moyen. Elles peuvent être conservées pendant 4 à 5 mois à une température de 10 °C, et ont une forte concentration d'antioxydants. Les analyses scientifiques montrent qu'un antioxydant comme la quercétine (C₁₅H₁₀O₇) est présent principalement dans la pelure. Il est donc préférable de croquer la pomme avec sa pelure ce qui implique qu'elle soit cultivée pour ne pas contenir trop de produits chimiques phytosanitaires. Ainsi, le contenu en antioxydants de la somme de chair+pelure a été 3,898 µmol TE/100g.

II.1.2.3.3. Composition

La composition de la pomme Granny Smith par 100 g est donnée

Tableau II-3. Composition de la Pomme « Granny Smith »

Produit	Energie (kcal)	Eau	Protéine	Lipide	Glucides	Fibre	Sucre
Pomme Granny Smith	48	86,67	0,27	0,13	12,76	1,3	10,1

Source ("Composition des aliments " Plateform web d'analyses nutritionnelles", 2012; USDA, 2013).

II.1.2.4. Pomme de terre

II.1.2.4.1. Caractéristiques

Tubercule comestible de l'espèce *Solanum tuberosum*, la pomme de terre est originaire de la cordillère des Andes dans le sud-ouest de l'Amérique du Sud. La pomme de terre est déjà utilisée depuis des centaines d'années pour l'alimentation. A n'importe quelle

saison, elle est une source importante de glucides, de protéines et de vitamines, avec, cependant, une faible proportion de sucre et un léger apport en vitamine B1, B6 et C.

II.1.2.4.2. Conservation

La pomme de terre peut être conservée et stockée à l'abri de la lumière, de la chaleur et de l'humidité. Les pommes de terre consommables sont seulement celles qui n'ont pas germé. En vue de leur consommation, les pommes de terre doivent être débarrassées de leur germe, ainsi que de la partie verte autour du germe et sous la peau puisqu'il s'agit, en effet, de solanine, une substance toxique.

II.1.2.4.3. Composition

La pomme de terre se présente comme un légume particulier, de composition originale. Elle renferme en effet près de 20 g de glucides aux 100 g, soit 3 à 6 fois plus que les autres légumes frais, et plus de 20 % de matière sèche (contre 10 % environ dans les végétaux frais). La pomme de terre peut, de ce fait, assurer un apport énergétique plus élevé : 85 kcal (355 kJ) aux 100 g. Ses glucides sont constitués essentiellement d'amidon (90 %), et de petites quantités de glucose, saccharose et fructose. La cuisson permettra à cet amidon d'être assimilé par l'organisme (grâce à l'hydratation et à l'éclatement des molécules).

Parmi les minéraux, abondants, dominant largement le potassium (370 mg/100 g), le phosphore (50 mg/100 g) et le magnésium (21 mg/100 g), ce qui est un taux élevé parmi les légumes. On relève aussi un large éventail d'oligo-éléments, comme le fer (0,4 mg/100 g), le zinc et le cuivre.

La teneur en vitamine C est appréciable, puisqu'elle peut atteindre 30 à 40 mg pour des pommes de terre nouvelles, juste après la récolte, et reste de l'ordre de 10 à 15 mg pour les pommes de terre de consommation courante.

Enfin, les fibres alimentaires dépassent 2 %, et sont constituées surtout par des hémicelluloses et des pectines (peu de fibres de structure fibreuse, comme celluloses ou lignine). La composition de la pomme de terre que nous avons utilisée dans le traitement par 100 g est la suivante :

Tableau II-4. Composition de La Pomme de Terre.

Produit	Eau	Glucides	Fibres alimentaires	Protéines	Lipides
Pomme de terre*	77,5 %	17,9 %	1,9 %	1,86 %	0,1 %
Pomme de terre**	-	18,3 %	1,8 %	1,9 %	0,1 %

* Source ("Composition des aliments " Plateform web d'analyses nutritionnelles", 2012).

** produit que nous avons acheté au magasin en France.

II.1.2.5. Carotte

II.1.2.5.1. Caractéristiques

La Carotte est un plant herbacé bisannuel qui peut atteindre 30 cm de haut, à racine pivotante, épaisse et allongée ; ce produit est normalement utilisé comme nourriture et pour l'alimentation des animaux. Elle est de couleur rouge pourpre.

Les carottes sont souvent consommées crues, râpées, en salade seule ou en association avec d'autres légumes comme le céleri-rave ou la betterave. Cuites, elles entrent dans la

composition des potées, des soupes, des purées. Coupées en rondelles, elles accompagnent les plats en sauce. Elles peuvent être aussi consommées seules, cuites à la vapeur ou à l'étouffée (carottes Vichy). Enfin, on peut en faire des gâteaux ou du jus.

II.1.2.5.2. Conservation

La Carotte peut être conservée au réfrigérateur pendant une semaine. D'autres variétés se conservent plus longtemps, dans un endroit frais à l'abri de la lumière. Cet aliment présente une faible teneur en eau, mais il possède un potentiel énergétique fort, et contient de la Vitamine B9, B1 et un léger taux de vitamines B2 et B3.

II.1.2.5.3. Composition

La composition moyenne de carotte pour 100 g peut être estimée selon le tableau suivant :

Tableau II-5. Composition de Carotte.

Produit	Energie (kcal)	Eau	Protéine	Lipide	Glucides	Fibre	Sucre
Carotte	41	88,29	0,83	0,24	9,58	2,8	4,74

Source ("Composition des aliments " Plateform web d'analyses nutritionnelles", 2012; USDA, 2013)

II.1.2.6. Banane

II.1.2.6.1. Caractéristiques

La banane est un fruit dont la peau de couleur jaune ou verte est facile à détacher. Les bananes mûres sont riches en potassium et sucre, elles sont très nourrissantes (90 kcal/100 g) et très digestes en raison de leur faible teneur en graisses. Elles sont souvent utilisées dans les plats, surtout dans les desserts, et peuvent être mélangées avec de nombreux types de nourriture. Une banane a, en moyenne, une masse de 125 g, avec 75 % d'eau et 25 % de matière sèche. Il y a une couche protectrice externe (un peeling ou la peau) avec de nombreux longs cors des fines, dans le sens de la longueur qui s'étend entre la peau et la partie comestible intérieure. Cette dernière de couleur jaune, se fend facilement dans la longueur en trois sections ou carpelles.

Les bananes sont naturellement légèrement radioactives, en raison de leur teneur en potassium avec de petites quantités de l'isotope potassium-40 d'origine naturelle. Cet aliment présente une proportion de glucides importante comparée aux autres éléments. Elle possède un potentiel énergétique élevé. La part de sucre est considérable, elle peut mettre en valeur un apport considérable en vitamines B6, une quantité très importante de vitamines B9, un taux léger de vitamines B2 et B3. L'étude des minéraux montre un apport important en Magnésium, une quantité légère de Phosphore.

II.1.2.6.2. Conservation

La banane ne peut pas se conserver au réfrigérateur parce qu'elle noircit immédiatement au contact du froid. Le début de leur mûrissage peut être retardé en milieu frais et aéré, à condition que la température ne descende pas en dessous de 12,5 °C et que l'atmosphère soit renouvelée. Pour atténuer leur rapidité de mûrissement, on peut également suspendre les bananes à un crochet, ou à défaut les placer dans un panier ajouré.

En effet, la banane, en vieillissant, produit de l'éthylène, qui a pour effet de ramollir les cellules de banane et de détruire les chloroplastes : c'est la raison pour laquelle la banane, en mûrissant, passe du vert au jaune, et se ramollit. L'éthylène favorise également la transformation de l'amidon en sucres solubles. Ainsi, placer une banane dans un lieu aéré permet au gaz éthylène de s'échapper, tandis que, si on la place dans un sac en papier, le gaz s'accumule et accélère le mûrissement.

II.1.2.6.3. Composition

La composition moyenne de la banane permet d'établir dans 100 g :

Tableau II-6. Composition de la Banane.

Produit	Energie (kcal)	Eau	Lipide	Glucides	Fibre	Sucre
Banane	89	74,91	1,09	0,33	22,84	2,6

Source ("Composition des aliments " Plateform web d'analyses nutritionnelles", 2012; USDA, 2013)

II.1.3. METHODES DE TRAITEMENT

Les produits que nous utilisons sont passés par trois étapes de traitement :

1. Une première étape de séchage ; il consiste en la réduction du contenu d'eau dans le produit naturel.
2. Une deuxième étape de traitement par DIC ; l'objectif est de modifier la structure naturelle qui, au cours de la première étape de séchage, a subi un compactage en raison du phénomène de retrait.
3. Une dernière étape de séchage final ; il s'agit d'aboutir à un produit de faible humidité permettant ainsi d'aboutir à la préservation microbiologique, enzymatique, chimique et, surtout, structurelle et texturale du produit fini.

La diminution du contenu d'eau en-dessous d'un certain niveau permet généralement d'assurer la transition vitreuse du produit et la rigidification de la structure.

II.1.3.1. Séchage

Au cours de la première étape, le séchage peut être réalisé par l'une de nombreuses méthodes conventionnelles et/ou modernes. Le séchage conventionnel par air chaud est très souvent utilisé dans le procédé industriel en raison de sa simplicité et du faible coût énergétique. Dans le cadre de présent travail, nous avons principalement utilisé une étuve de type MEMMERT GmbH & Co KG (modèle 800, SCHWABACH, ALLEMAGNE) dans laquelle la ventilation est assurée par un flux d'air sec ; l'opération de séchage est généralement réalisée dans des conditions permettant aux transferts externes de ne pas être les processus limitants (flux d'air de vitesse moyenne de $1 \pm 0,1 \text{ m s}^{-1}$, de température de $40 \text{ }^\circ\text{C}$ et de pression partielle d'humidité initiale de $267 \pm 5 \text{ Pa}$).

II.1.3.2. Détente instantanée Contrôlée DIC

II.1.3.2.1. Procédé

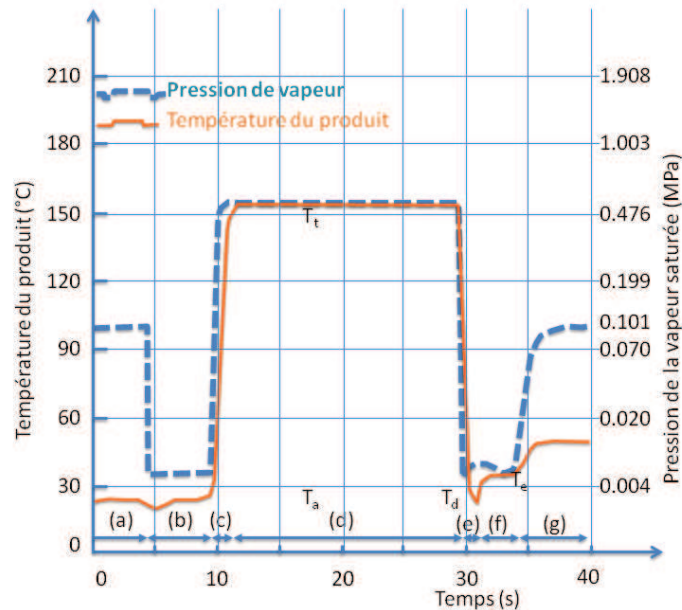


Figure II-1. Évolution de la température et de la pression lors d'un traitement DIC : (a) pression atmosphérique ; (b) vide initial ; (c) injection de vapeur saturée ; (d) maintien de la pression de vapeur saturée et température de traitement constante ; (e) détente abrupte vers le vide ; (f) maintien du vide ; (g) retour à la pression atmosphérique. (Karim Allaf., 2012).

Le traitement par Détente Instantanée Contrôlée DIC est de type « haute température courte durée » (HTST) qui consiste à faire subir à un produit partiellement humide une pression de vapeur ($P < 10$ bars) à haute température (inférieure à 180 °C) durant une courte durée (inférieure à la minute) suivie d'une chute abrupte de pression vers le vide (3-5 kPa, Δt de 20-200 ms). Cette chute de pression est caractérisée par une très grande vitesse ($\Delta P / \Delta t > 2,5 \cdot 10^5$ Pa s^{-1}).

Les principales étapes de la DIC sont présentées comme suit (Figure II-1) :

- Mise du produit dans l'enceinte de traitement sous pression atmosphérique
- Instauration d'un vide initial
- Injection de vapeur (souvent saturée)
- Maintien du niveau de pression en vue d'atteindre l'homogénéité de l'humidité et de la température
- Détente abrupte vers le vide
- Maintien du vide
- Retour à la pression atmosphérique.

II.1.3.2.2. Principales étapes techniques

II.1.3.2.2.1. Mise sous vide :

Il s'agit de connecter l'enceinte au système de pompage sans pour autant chercher à ce que cette mise sous vide soit impérativement instantanée. Le pompage direct de l'enceinte de traitement est alors moins coûteux en énergie mécanique que le pompage

du réservoir à vide à grand volume à la suite de sa connexion avec l'enceinte de traitement.

II.1.3.2.2.2. Injection de la vapeur :

Instaurer une pression de vapeur d'eau, pour assurer en quelques secondes une température maîtrisée du produit ($T < 200^{\circ}\text{C}$, $P < 2 \text{ MPa}$) maintenue durant quelques secondes ou dizaines de secondes.

II.1.3.2.2.3. Détente instantanée vers le vide :

Instaurer un passage ultra-rapide ($< 100 \text{ ms}$), du système vers le vide. Ce passage réalisé en quelques millièmes ou centièmes de seconde assure l'autovaporisation d'une partie de son eau induisant ainsi un refroidissement du produit avec la possibilité d'un « soufflage » parfaitement maîtrisé (expansion) du produit.

II.1.3.2.2.4. Remise à la pression atmosphérique :

Cette étape peut être utilisée pour assurer un refroidissement encore plus intensifié de la matière à travers un fin flux d'air extérieur dont la détente (instantanée) ainsi réalisée permet sa propre chute de température ; le flux d'air implique le refroidissement de la surface de la matière par contact et par évaporation éventuelle d'une quantité supplémentaire résiduelle d'eau du produit.

II.1.3.2.3. Equipement DIC

Avant de commencer le traitement, la machine DIC a été munie d'un système d'acquisition, d'une installation de caméra rapide, de thermocouples à très faible temps de réponse, de capteurs de pression également à très faible temps de réponse et, finalement, d'un système d'éclairage des produits mis dans la chambre de traitement.

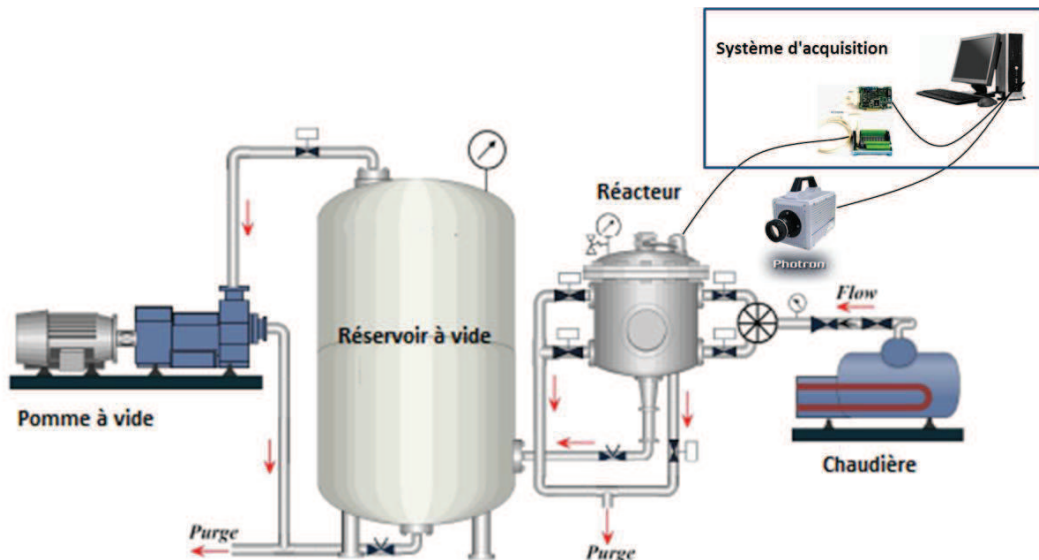


Figure II-2. Installation de traitement DIC

La machine DIC a, en tout premier lieu, été testée et vérifiée ainsi que le générateur de vapeur d'eau. Les systèmes d'éclairage et de chauffage du hublot en face du réacteur ont

été définis et installés en vue d'avoir des images plus claires et de réduire la condensation dans le réacteur.

II.1.3.2.4. Système d'acquisition

Le système d'acquisition et de traitement des données a été connecté aux divers capteurs de pression, aux thermocouples type K et à la caméra rapide. Deux méthodes de traitement des données ont été adoptées :

1. la première a concerné la température et la pression. Une carte PCI 1710 HG (National Instrument) et le contrôle par logiciel LabVIEW et le logiciel driver Ni-DAQ, ont été utilisés par l'intermédiaire d'une interface USB 9215 (national Instrument) avec 6 canaux une résolution de 16 bits (temps de conversion 6 canaux = 10 μ s).
2. La deuxième nous a permis de traiter simultanément la température, la pression et les images (1000 images par secondes). Un logiciel Photron Fastcam-1024PCI et une carte d'acquisition Photron Fastcam-1024PCI ont permis l'enregistrement des images de la caméra rapide Nikon Fastcam 1024pci MODEL 100K, S /N 145524406.

La principale raison pour laquelle nous avons adoptée les deux méthodes est liée à la capacité d'acquisition. En effet, l'acquisition par LabVIEW n'est pas limitée par la mémoire d'enregistrement d'un cycle entier. Par contre, le logiciel Photron, enregistrant les images et les données n'a pas une mémoire suffisante pour permettre l'enregistrement au-delà de quelques secondes, ce qui ne permet pas nécessairement d'atteindre le moment de la détente proprement dite.

II.1.3.2.5. Caméra rapide

Nous avons utilisé une caméra rapide de type FASTCAM X 1024 100K N&B avec la résolution plein format 1024 x1024 pixels, enregistrement 1000 images par seconde. Elle a été calibrée avec une lentille 24 -70 mm F.2.8 DG micro SIGMA AF filtre size 82 et une lentille 105 mm F2.8 DG micro SIGMA AF filtre size 58.

Le système d'éclairage utilisé permet en plus de l'obtention de bonnes images, un certain chauffage du hublot du réacteur grâce à 6 ampoules de 100 W, chacune.

II.1.3.2.6. Thermocouple Type K

Nous avons utilisé deux thermocouples type K, le premier pour mesurer la température de vapeur dans l'autoclave et le deuxième pour la température dans le produit. Les thermocouples ont été connectés aux convertisseurs analogiques universels Loreme 35ig, version rapide avec un temps de réponse inférieur à 200 ms.

II.1.3.2.7. Capteur de pression

La chambre de traitement des produits et le réservoir à vide sont séparés/connectés par l'intermédiaire d'électrovannes à ouverture instantanées commandée simultanément par un boîtier électronique. Le réservoir à vide possède un volume de 350 litres. Le vide est assuré par une pompe à vide Alcatel SD 2500. Le niveau minimum de vide atteint était de

900 Pa. Autoclave est équipée d'un capteur de pression BAUMER (-1 ; 9 bars), alimenté par une tension de 20 V travaillant dans une boucle de courant de 4 à 20 mA. Temps de réponse à $\leq 5 \text{ ms}$

II.1.3.3. Étalonnages

Avant de commencer des traitements, nous avons eu à réaliser la calibration de pression et de température. Nous avons fait la calibration des deux thermocouples, « glass textile isolation type K » et « plastique isolation type K » à l'aide d'un thermomètre HI 98501 de 0,3 °C de précision. Le chauffage progressif du réacteur avec calcul de la température. La même méthode de calibration a été utilisée avec la pression, en faisant appel à un transmetteur de pression BAUMER PBSN12B79RA1440321.

II.1.4. CARACTERISATION DES PRODUITS

A la suite de leur traitement par DIC, les produits sont analysés en termes d'expansion (3D, 2D, volumique), DSC, MEB. Les résultats sont considérés comme réponses utilisées dans le traitement statistiques par Analyse par Statgraphics.

II.1.4.1. Identifications structurelles et contenu en humidité

Nous avons mesuré la dimension produits avant et après de traitement et calculer l'humidité après de séchage, comme indiqué dans le tableau II-7 :

Tableau II-7. Caractérisation du Produit

Produits	Dimensions	Séchage pré-traitement DIC	Humidité après séchage
Fromage Emmental	20x15x15 mm	40°C-12 h	5,5 %
Tofu traditionnel	14x15x10 mm	40°C-12 h	8,8 %
Pomme de terre	15x15x10 mm	40°C-6 h	9,68 %
Pomme (Granny Smith)	20x15x15 mm	40°C-24 h	8,2 %
Carotte	Ø20x5 mm	40°C-14 h	9,0%
Banane	Ø30x15 mm	40°C-38 h	7,11 %

II.1.4.2. Taux d'Expansion relatif à trois dimensions (3D)

Le taux d'expansion 3D est calculé à partir des mesures à l'aide d'un pied à coulisse des trois dimensions des échantillons de forme cubique (hauteur, longueur et épaisseur) ou du diamètre et de l'épaisseur des échantillons de forme cylindrique.

Taux d'expansion en 3D (cube)	$\varepsilon_{3D} = \frac{(h.l.e)_{DIC}}{(h.l.e)_{non-traitée}}$	Équation II-1
Taux d'expansion en 3D (ronde)	$\varepsilon_{3D} = \frac{(D^2.e)_{DIC}}{(D^2.e)_{non-traitée}}$	Équation II-2

Avec :

- h est la hauteur de l'échantillon (mm)
- l est la longueur de l'échantillon (mm)
- é est l'épaisseur de l'échantillon (mm)
- D est le diamètre de l'échantillon (mm)

II.1.4.3. Expansion par l'image (2D : forme cubique)

Pour l'analyse du taux d'expansion par 2D, nous avons calculé la taille des sections par adobe Photoshop dans les conditions réelles des images.

Taux d'expansion en 2D (cube)	$\varepsilon_{2D} = \frac{(h.e)_{DIC}}{(h.e)_{non-traitée}}$	Équation II-3
-------------------------------	--	---------------

II.1.4.4. Expansion volumique et taux d'expansion relatif

La mesure de la masse spécifique (apparente) d'un échantillon ne peut pas être réalisée selon la méthode d'Archimède en raison des interactions entre l'eau et la matière. Il s'agit d'utiliser du sable de 200-600 microns et de se servir d'un système de tapotage (Autotap Quatia Chrome, type DA-3), pour aboutir au vrai volume occupé par l'échantillon proprement dit (réaliser 1000 fois le tapotage pour chaque échantillon). Le volume propre (spécifique, apparent) de l'échantillon peut être noté comme étant le volume du sable « déplacé » :

Volume du sable déplacé ou volume spécifique de l'échantillon :	$V_{\text{échantillon}} = \frac{(m_{s,1} - m_{s,2})}{\rho_s}$	Équation II-4
---	---	---------------

Donc, la masse volumique spécifique est ainsi donnée comme étant :

Masse volumique spécifique :	$\rho_{\text{spéc}} = \frac{m_{\text{échantillon}}}{V_{\text{échantillon}}}$	Équation II-5
------------------------------	--	---------------

Avec :

$\rho_{\text{spécifique}}$ est la masse volumique de l'échantillon (g cm^{-3})

$m_{\text{échantillon}}$ est la masse de l'échantillon (g)

$V_{\text{échantillon}}$ est le volume de l'échantillon (cm^3)

$m_{s,1}$ est la masse du sable et l'éprouvette (g)

$m_{s,2}$ est la masse finale du sable, l'éprouvette et produits (g)

ρ_s est densité du sable (g cm^{-3})

Ainsi, le taux d'expansion relatif (ε_{rel}) peut être calculé d'après le rapport des masses volumiques spécifiques avant et après soufflage :

Taux d'expansion relatif	$\varepsilon_{rel} = \frac{\rho_{\text{spec}} (\text{produit initial})}{\rho_{\text{spec}} (\text{produit expansé})}$	Équation II-6
--------------------------	---	---------------

II.1.4.5. Détermination de la transition vitreuse par analyse par Calorimétrie différentielle à balayage – DSC

L'analyse par calorimétrie différentielle à balayage permet de mesurer la variation d'enthalpie d'un échantillon soumis à un traitement thermique. Cette technique permet généralement d'identifier les transformations physiques de phase (fusion, solidification,

transition de phase...). En effet, il existe alors une certaine quantité de chaleur échangée avec l'échantillon à une température maintenue constante.

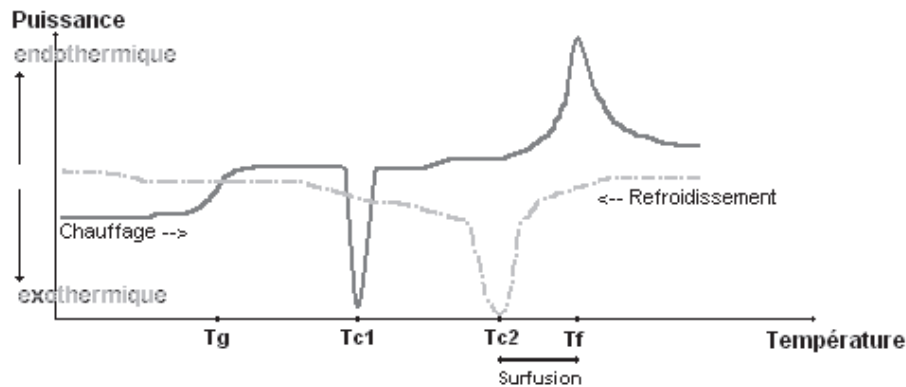


Figure II-3. Phénomène de DSC d'un Polymère cristallisable trempé

Le changement de chaleur entre l'échantillon et l'équipement dépend de la nature endothermique ou exothermique du processus de transition.

En mesurant la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence, le calorimètre différentiel à balayage peut identifier le niveau de la transition concernée et également quantifier la chaleur absorbée ou libérée au cours de cette transition. Cette technique peut également être utilisée pour observer des changements de phase plus subtils, comme les transitions vitreuses.

La température de transition vitreuse (T_g) d'une matière est souvent décrite comme représentant l'intervalle de température à travers lequel la matière passe d'un état caoutchouteux à un état vitreux, solide (rigide).

La température de transition vitreuse reste l'un des principaux mystères de la science des matériaux. C'est un paramètre difficile à cerner. Aucune théorie (dont celle fondée sur le volume libre, sur la thermodynamique, sur la cinétique, ou plus récemment sur des statistiques complexes, sur un modèle de paysage d'énergie) ne parvient à expliquer entièrement le phénomène macroscopique qui se produit au voisinage de T_g . La température de transition vitreuse dépend de nombreux facteurs, dont la structure moléculaire ; sa mesure exacte n'est pas aisée.

En dessous de T_g , la conformation moléculaire est figée et gelée, la mobilité devient très faible, même dans l'état d'équilibre thermodynamique.

La transition vitreuse ressemble à une transition thermodynamique de 2^{ème} ordre bien qu'elle n'occasionne pas de changement brusque de l'enthalpie. Elle n'a lieu que dans la phase amorphe, elle est donc relativement peu visible dans les polymères fortement cristallins (Meste, Champion, Roudaut, Blond, & Simatos, 2002; Welti-Chanes et al., 1999).

La transition vitreuse donne un saut dans le « sens endothermique ». La fusion (endothermique) est un pic observé dans les semi-cristallins et dont l'aire permet de remonter au taux de cristallinité. La courbe est plus ou moins fine, en raison de la dispersité de tailles des chaînes. Selon l'histoire thermique du matériau, il y peut y avoir cristallisation lorsqu'on monte en température pour finir de cristalliser, mais aussi en descendant à une température inférieure à la température de fusion et que le matériau devient solide à nouveau. Un retard est courant à cause de la surfusion.

La corrélation entre la transition vitreuse et le changement de phase d'un polymère peut classée selon quatre catégories :

Tableau II-8. Catégories de Phase d'un Polymère

Caractéristiques	Élastomère	Thermoplastique amorphe	Thermoplastique semi-cristallin	Thermodurcissable
Propriétés mécaniques	Élastique à $T > T_g$	Élastique à $T > T_g$	Plastique à $T > T_g$	Rigide, peu déformable
Température d'utilisation	$T > T_g$	$T < T_g$	$T > T_g$	$T < T_g$
Structure des chaînes	Chaînes réticulées	Chaînes linéaires	Chaînes linéaires	Chaînes réticulées
Ramollissement/fusion	Infusible	Ramollissement	Ramollissement puis fusion plus ou moins franche	Infusible
Diffractométrie de Rayons x	Amorphe	Amorphe	Semi-cristallin	Amorphe

Le diagramme d'état peut être partagé en trois catégories ; la transition vitreuse, la fusion et la fluidification.

En tant que transition de phase de 2^{ème} ordre, la transition vitreuse ne s'accompagne pas d'un changement d'état. Elle n'est pas très visible dans le cas de polymères très cristallins.

La fusion est une transition du 1^{er} ordre : il y a effectivement un changement d'état du matériau, qui passe de caoutchouteux à liquide. Il n'y a fusion que pour les polymères semi-cristallins.

La fluidification est une transition du second ordre qui se traduit par la fluidification de la partie amorphe des polymères à une dimension.

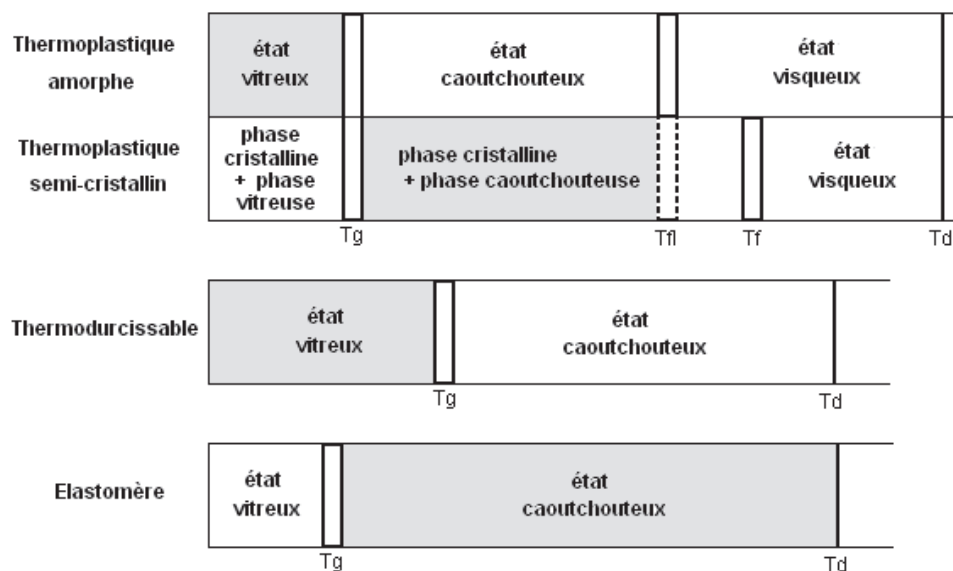


Figure II-4. Diagrammes d'état des polymères.

II.1.4.6. Analyse micro structurale par Microscopie Electronique à Balayage MEB

L'analyse de la microstructure est effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB), modèle FEI Quanta 200FEG au centre commun d'analyse (CCA), de l'Université de La Rochelle. Les échantillons sont placés sur un stand couvert d'une couche de carbone adhésif, sous un vide partiel avec une accélération due à une tension de 20 kV.

Cette analyse nous a permis d'observer le produit témoin et celui traité (expansé) par DIC, en surface et en coupe transversale.

CHAPITRE II.2. PLAN D'EXPÉRIENCES

II.2.1. METHODOLOGIE DE PLAN D'EXPERIENCES

La méthode des plans d'expériences est un outil indispensable pour conduire une étude de façon optimale. Elle est utilisée, dans de nombreux domaines industriels ou de recherche, pour la conception et l'amélioration des produits. Il convient dès lors d'intégrer les nouveaux aspects développés par l'émergence de nouveaux logiciels spécialement programmés pour les plans d'expériences : construction des plans, programmation séquentielle des essais, calcul de l'influence des variables sur la grandeur d'intérêt, estimation des statistiques d'évaluation des résultats, représentations graphiques diverses et nombreuses en 2 et 3 dimensions pour illustrer les résultats.

Dans nos travaux, nous avons utilisé la méthode des plans d'expériences, défini les paramètres opératoires et analysé les réponses à partir du logiciel Statgraphics. Pour affiner l'étude de facteurs, déceler leurs influences et modéliser plus précisément leur relation avec la réponse étudiée (qualité, performance), un plan de « surface de réponse » peut être utilisé. La méthode de plan composite central (composite center design) a été choisie avec, généralement, 5 niveaux de variation et une réponse d'ordre 2 traduite également par une surface de réponse.

Un plan composite central se compose de trois parties principales :

1. Un plan factoriel complet à deux niveaux (-1) et (+1) qui permet de retrouver comme points expérimentaux toutes les combinaisons possibles de deux niveaux choisis des k facteurs, soit 2k points. L'utilisation du plan factoriel complet se limite à l'étude de l'effet des paramètres selon un modèle linéaire.
2. Des répétitions au point central (niveau 0) en vue d'estimer la reproductibilité (et la répétabilité) des expériences. Nous avons adopté une répétition de $(k+2^{(k-1)}+1)$ fois ; soit dans le cas du plan à deux paramètres opératoires dans nos expériences : $(2+2^{(2-1)}+1)=5$ fois.
3. Des points axiaux complètent les points factoriels en permettant de définir les effets quadratiques des facteurs. Cette approche permet d'ajuster l'allure de variation de la variable réponse en fonction des paramètres opératoires à l'intérieur du domaine. Ces points représentent deux essais par paramètre opératoire retenu et sont situés sur les axes de chaque variable à une distance α de part et d'autre du centre. La valeur de α est fixée par la méthode statistique selon le nombre de paramètres expérimentaux k : $\alpha = 2^{k/4}$

Pour k=2 comme dans la figure II-3, $\alpha = 2^{2/4} = 1,41421$.

L'analyse du produit nous permet d'effectuer le calcul de la surface de réponse comme objectif central du domaine d'étude. La comparaison des valeurs expérimentales permet d'obtenir le point optimum. Pour tous les résultats, nous avons utilisé le traitement par logiciel Statgraphics Version Centurion XV. Le logiciel permet l'interprétation des résultats obtenus dans le domaine avec un modèle polynomial d'ordre 1 ou 2 à plusieurs facteurs.

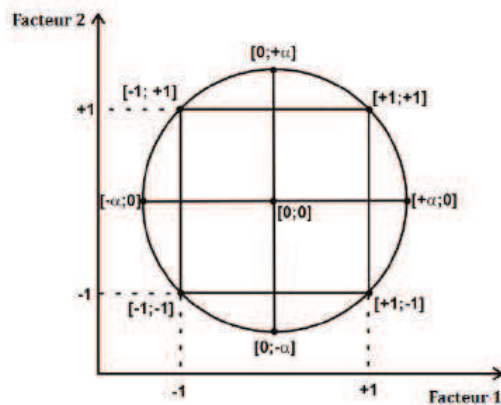


Figure II-5. Plan composite centre à 2 facteurs

Quand un modèle de deuxième ordre est adapté à la réponse, l'étape finale consiste à déterminer le point de la réponse minimale ou maximale (ou proche d'une valeur donnée). Le modèle de deuxième ordre pour les k facteurs peut être écrit comme :

Variable réponse mesurée	$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i x_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq i}}^n \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon$	Équation II-7
--------------------------	--	---------------

Où :

Y : est la variable réponse mesurée,

β_i : sont les coefficients de régression,

x_i : sont les facteurs (variables opératoires),

k : est le nombre de facteurs

ε : est l'erreur aléatoire.

II.2.2. SURFACE DE REPONSE

Il est important pour améliorer les performances des systèmes, d'augmenter le rendement des expérimentations sans en augmenter le coût. Le procédé utilisé à cet effet est appelé optimisation. Dans la pratique générale, la détermination des conditions de fonctionnement, il s'agit de procéder à changer un paramètre considéré comme variable indépendante, tout en gardant les autres paramètres à un niveau constant. C'est ce qu'on appelle « une variable à la fois ». L'inconvénient majeur de cette technique est qu'elle ne tient pas compte des effets interactifs entre les variables et, finalement, elle ne décrit pas les effets complets des paramètres sur le processus. Afin de surmonter ce problème, des études d'optimisation sont réalisées en utilisant la méthodologie des surfaces de réponse.

La méthode de surface de réponse consiste en un ensemble de techniques statistiques et mathématiques utiles pour le développement, l'amélioration et l'optimisation des processus dans lequel une réponse d'intérêt est influencée par plusieurs variables et l'objectif est d'optimiser cette réponse. La méthode de surface de réponse à une application importante dans la conception, le développement et la formulation de nouveaux produits, ainsi que dans l'amélioration de la conception des produits existants.

La méthode de surface de réponse présente plusieurs avantages par rapport aux méthodes expérimentales classiques ou d'optimisation dans le quel une variable à la fois technique est utilisée. Tout d'abord, la méthode de surface de réponse offre une grande quantité d'information à partir d'un nombre réduit d'expériences (Baş & Boyacı, 2007). En effet, les méthodes classiques prennent beaucoup de temps et un grand nombre d'expériences sont nécessaires pour expliquer le comportement d'un système. Deuxièmement, dans la méthode de surface de réponse, il est possible d'observer l'effet d'interaction des variables indépendantes sur la réponse considérée. Dans nos travaux, un logiciel (Statgraphics) a été utilisé en vue de l'analyse statistique de l'ensemble des résultats expérimentaux. Le nombre d'essais généralement nécessaires peut être ainsi considérablement réduit.

II.2.3. PLAN D'EXPERIENCES DANS LE TRAITEMENT DIC

Des essais préliminaires effectués avec chacun des produits considérés nous ont conduits à identifier le domaine de variation pertinente des paramètres opératoires. Les plans d'expériences adoptés dans le cadre de notre étude avec le traitement DIC sont exposés ci-après pour les divers cas considérés : fromage emmental (Tableau II-10), tofu (tableau II-11), pomme (tableau II-12), pomme de terre (Tableau II-13), carotte (tableau II-14) et banane (tableau II-15).

Tableau II-9. Paramètre de Plan d'expérience

Produit	Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)		Temps (s)	
	Minimum	Maximum	Minimum	Maximum
Fromage Emmental	0,30	0,50	40,0	50,0
Tofu	0,50	0,60	40,0	50,0
Pomme	0,20	0,30	18,0	25,0
Pomme de terre	0,50	0,60	20,0	30,0
Carotte	0,30	0,40	20,0	40,0
Banane	0,30	0,50	30,0	40,0

II.2.3.1.1. Fromage Emmental

Tableau II-10. Plan d'expériences de Fromage Emmental

Points	Pression de vapeur d'eau (MPa)	Temps de traitement thermique (s)
+ α	0,50	50,00
+1	0,47	48,53
Point central 0	0,40	45,00
-1	0,33	41,46
- α	0,30	40,00

II.2.3.1.2. Tofu

Tableau II-11. Plan d'expériences de tofu

Points	Pression de vapeur d'eau (MPa)	Temps de traitement thermique (s)
+ α	0,60	50,00
+1	0,59	48,53
Point central 0	0,55	45,00
-1	0,51	41,46
- α	0,50	40,00

II.2.3.1.3. Pomme

Tableau II-12. Plan d'expériences de la pomme

Points	Pression de vapeur d'eau (MPa)	Temps de traitement thermique (s)
+ α	0,30	25,00
+1	0,26	23,97
Point central 0	0,25	21,50
-1	0,21	19,03
- α	0,20	18,00

II.2.3.1.4. Pomme de terre

Tableau II-13. Plan d'expériences de pomme de terre

Points	Pression de vapeur d'eau (MPa)	Temps de traitement thermique (s)
+ α	0,60	30,00
+1	0,59	28,53
Point central 0	0,55	25,00
-1	0,51	21,46
- α	0,50	20,00

II.2.3.1.5. Carotte

Tableau II-14. Plan d'expériences de Carotte

Points	Pression de vapeur d'eau (MPa)	Temps de traitement thermique (s)
+ α	0,40	40,00
+1	0,38	37,07
Point central 0	0,35	30,00
-1	0,31	22,92
- α	0,30	20,00

II.2.3.1.6. Banane

Tableau II-15. Plan d'expériences de Banane

Points	Pression de vapeur d'eau (MPa)	Temps de traitement thermique (s)
+ α	0,50	40,00
+1	0,47	38,53
Point central 0	0,40	35,00
-1	0,33	31,46
- α	0,30	30,00

II.2.4. PARAMETRES DE REPONSE (VARIABLES DEPENDANTES)

Tableau II-16. Observer dea Analyaea

L'analyse	Expansion 3D	Expansion 2D	Expansion volumique	Tg par DSC	Analyse micro-structurale par MEB
Fromage Emmental	X	X	X	X	X
Tofu	X	X		X	X
Pomme	X	X	X	X	X
Pomme de terre	X	X		X	
Carotte	X			X	
Banane	X		X	X	

Le tableau II-16 présente un récapitulatif des analyses effectuées sur chaque produit étudié et, ainsi, les paramètres de réponse utilisés dans l'étude statistique des plans d'expériences.

Vu la forme circulaire des échantillons de la carotte et de la banane, l'analyse du taux d'expansion par traitement d'image était difficilement réalisable, seuls les produits sous forme cubique ont été analysés par cette méthode. De même, l'analyse par tapotage n'est adaptée pour le Tofu, la pomme de terre et la carotte. Toutes les analyses ont été répétées trois fois.

PARTIE III.
RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE III.1.

EXPANSION DU FROMAGE EMMENTAL PAR DIC

Comme pour tout traitement de Détente Instantanée Contrôlée DIC, l'expansion du fromage dépend étroitement des conditions opératoires de pression de vapeur d'eau saturée définissant la température, du temps de traitement et de l'humidité initiale (juste avant le traitement thermique) du fromage en question. L'expansion du fromage a une importance particulière dans la fabrication d'un snacking spécifique caractérisé par une très longue durée de conservation du fromage après son séchage, tout autant que pour la fabrication de poudre de très grande qualité en raison de la structure de granules expansés. Le degré d'expansion et la qualité du produit fini dépendent donc, tout naturellement, des conditions opératoires adoptées.

La texture de l'emmental après le traitement DIC est très importante, parce que le but final de cette expérience est d'aboutir à un produit croquant et savoureux. La composition du produit est principalement déterminée par trois principaux composés qui sont l'eau, la protéine et la matière grasse. Cette dernière qui représente souvent 50% environ de la matière sèche, n'est pas souvent facile à enlever malgré une certaine faible éviction de lipide au cours de la première étape de séchage. Une première constatation intéressante du traitement du fromage (emmental) concerne la possibilité d'expulsion par DIC d'une quantité importante de la matière grasse.

L'objectif du présent chapitre est de présenter les lois empiriques issues des résultats expérimentaux traduisant l'effet des paramètres opératoires de la DIC sur l'effet d'expansion de l'Emmental. L'enregistrement des images par caméra rapide permet de suivre l'évolution de l'expansion d'une façon précise en ms au cours de la détente. Cette mesure est ensuite enregistrée par les logiciels Photron et labVIEW. Ensuite, le calcul des taux d'expansion par 3D, 2D et volumique, permet l'analyse du processus de l'expansion principalement par caméra rapide, en corrélation avec l'analyse des caractéristiques du produit. Ainsi, la détermination de la microstructure par MEB et de la température de transition vitreuse par DSC seront corrélés avec le calcul des quantités de vapeur générée par autovaporisation, des coefficients de transfert de chaleur et de la différence entre la température d'équilibre thermodynamique et la température minimale atteinte par le produit et l'enceinte au cours de la détente proprement dite.

III.1.1. PARAMETRES OPERATOIRES

Le nombre des paramètres opératoires de l'opération de Détente Instantanée Contrôlée DIC est particulièrement important. Cependant des études antérieures (Sabah...) et des essais préliminaires nous ont permis de limiter les conditions opératoires et de mieux définir les domaines de variation des paramètres DIC à la pression de vapeur d'eau saturée (de 0,3 à 0,5 MPa) et la durée du traitement thermique (de 40 à 50 s).

La taille et l'humidité initiale des échantillons d'emmental ont beaucoup d'effet sur le traitement. Dans cette série d'expériences, ces deux paramètres ont été maintenus constants comme étant respectivement 20mm*15mm*15mm et 5,5% base sèche.

III.1.2. RESULTATS ET DISCUSSION

Les taux d'expansion 3D, 2D et volumique sont corrélés ensemble malgré, normalement, quelques différences entre les trois méthodes de calcul. Seule l'expansion volumique semble cependant présenter des valeurs systématiquement plus petites que les deux expansions 3D et 2D.

Tableau III-1. Taux d'expansion du Fromage

Essais	Taux d'expansion en 3D	Taux d'expansion en 2D	Taux d'expansion volumique
DIC-1	2,71	3,99	2,72
DIC-2	3,3	4,49	2,05
DIC-3	2,85	3,97	2,43
DIC-4	2,68	3,65	1,99
DIC-5	3,24	4,35	2,78
DIC-6	2,79	4,17	2,53
DIC-7	2,71	3,99	2,43
DIC-8	2,06	3,61	1,82
DIC-9	1,8	2,92	1,5
DIC-10	2,17	2,48	2,01
DIC-11	2,82	3,87	2,11
DIC-12	2,54	4,09	1,58
DIC-13	2,71	3,70	1,88

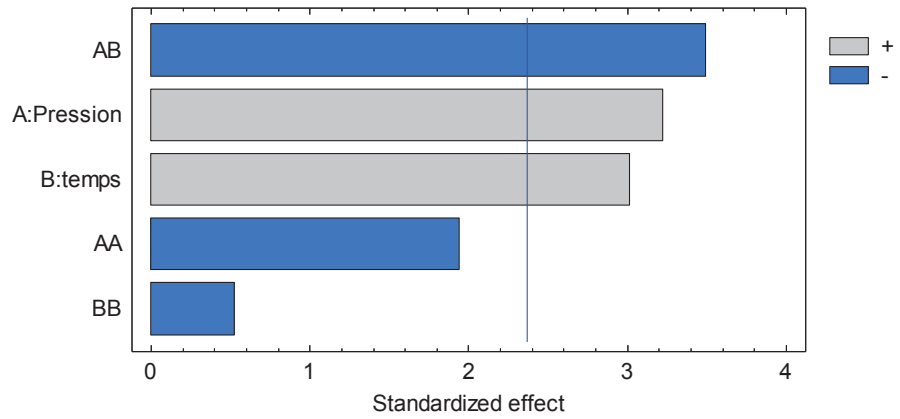
Des valeurs relativement élevées du taux d'expansion du fromage emmental sont obtenues quelles que soient les conditions opératoires des traitements DIC prévues dans le cadre du plan d'expériences préalablement défini (13 essais). Une pression de 0,4 MPa de vapeur saturée et un temps de traitement thermique de 40-45 s ont permis une bonne expansion. Une valeur minimale du taux d'expansion de 1,8 a été obtenue dans l'essai identifié par DIC-9 alors que la valeur maximale de 4,49 a correspondu à l'essai DIC-2.

L'analyse statistique (Statgraphics) permet d'établir les effets de chacun des paramètres opératoires sur les trois types de taux d'expansion considérés en tant que variables dépendantes (paramètres de réponse).

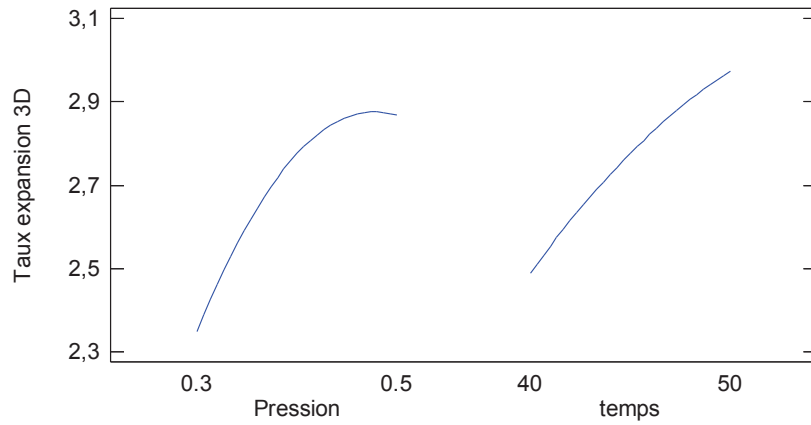
III.1.2.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})

Le calcul du taux d'expansion 3D peut être réalisé et l'impact des paramètres opératoires que sont la pression de vapeur d'eau saturée et du temps de traitement thermique déterminé à travers la méthode (AACC, 2000) décrit par (Arimi, Duggan, O'Riordan, et al., 2008). Les différentes présentations ci-après (Pareto chart, interactions, surface de réponse et tendances globales) expriment le P-Valeur 0,05, et l'augmentation du taux d'expansion ϵ_{3D} avec la pression de vapeur d'eau et le temps de traitement thermique.

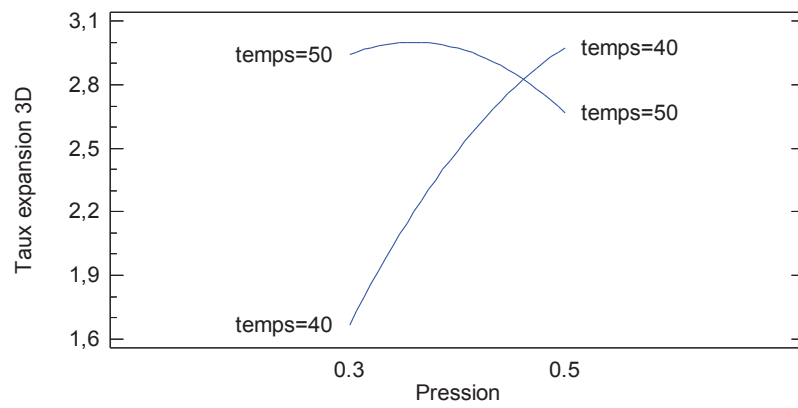
Standardized Pareto Chart for Taux expansion 3D



Main Effects Plot for Taux expansion 3D



Interaction Plot for Taux expansion 3D



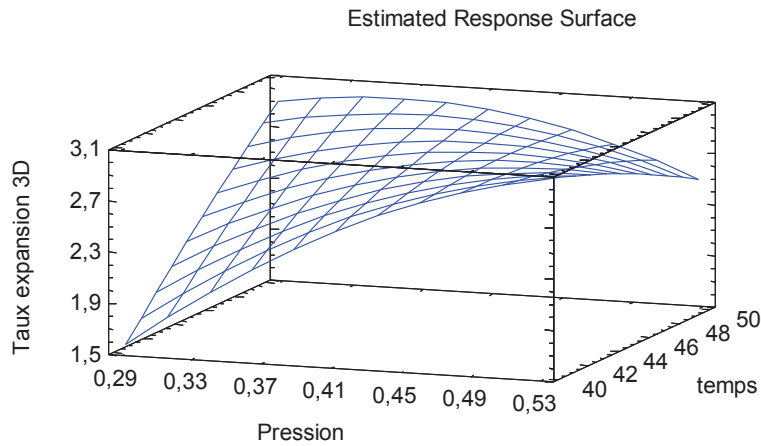


Figure III-1. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion; caa du fromage emmental.

L'interaction entre le taux d'expansion 3D, analysée à la valeur de 2,8 est obtenue avec la pression de vapeur d'eau saturée de 0,45 MPa. Le standard de Pareto montre que la pression et le temps ont une influence bien supérieure que celle due à leur combinaison.

Le niveau optimal établi à partir des diverses réponses statistiques se situe à une valeur de 3,17 obtenue à la pression de 5,4 MPa, et un temps de traitement de 37,9 s :

$$\varepsilon_{3D} = -21,0106 + 5,16213P + 0,526955t - 0,167237P^2 - 0,0792385Pt - 0,00179577t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\varepsilon_{3D} = -14,829 + 3,82423P + 0,365336t - 0,0792385Pt$$

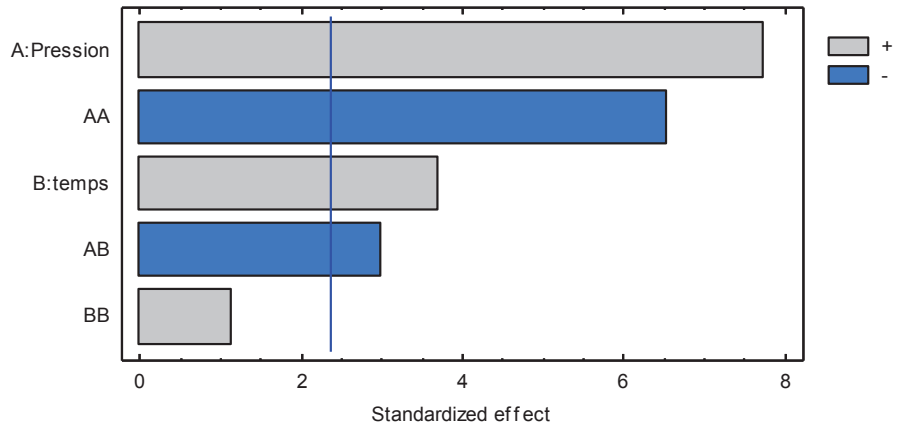
où P est en MPa et t est en s

La validation du modèle permet de vérifier les résultats expérimentaux tout en estimant les valeurs des traitements non réalisés dans le cadre du plan d'expériences considéré.

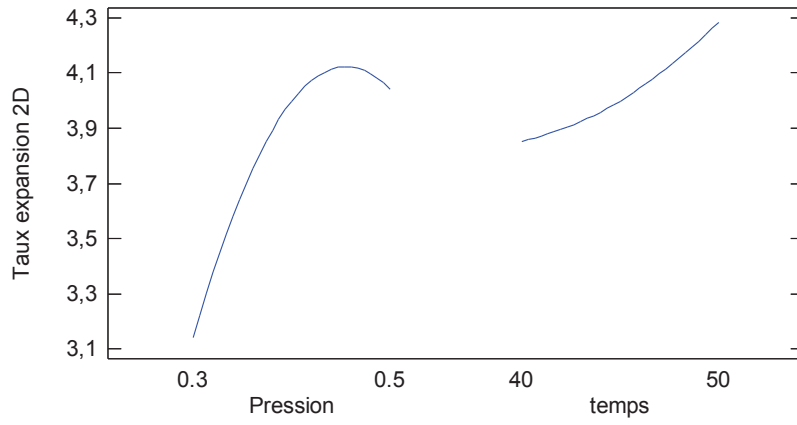
III.1.2.2. Taux d'expansion surfacique (ε_{2D})

Le taux d'expansion 2D (ε_{2D}) est calculé par analyse d'images à l'aide de la méthode préalablement utilisée pour le calcul similaire dans le cas de la cuisson-extrusion (Arhaliass et al., 2009). Là également, le taux d'expansion 2D (ε_{2D}) dépend positivement de la pression de vapeur d'eau ainsi que du temps de traitement thermique. Le taux d'expansion 2D atteint sa valeur maximale pour une pression de vapeur d'eau de 0,45 MPa et pour un temps maximal de traitement thermique. Le temps de traitement thermique des produits dans la chambre de traitement provoque une modification de structure de fromage. L'interaction des deux paramètres opératoires est directe sur la valeur du taux d'expansion 2D. Plus le produit est chauffé dans l'autoclave, plus le transfert d'énergie calorifique au sein de la matière est homogène, ce qui devrait assurer un effet d'expansion également homogène dans le produit ainsi traité par DIC.

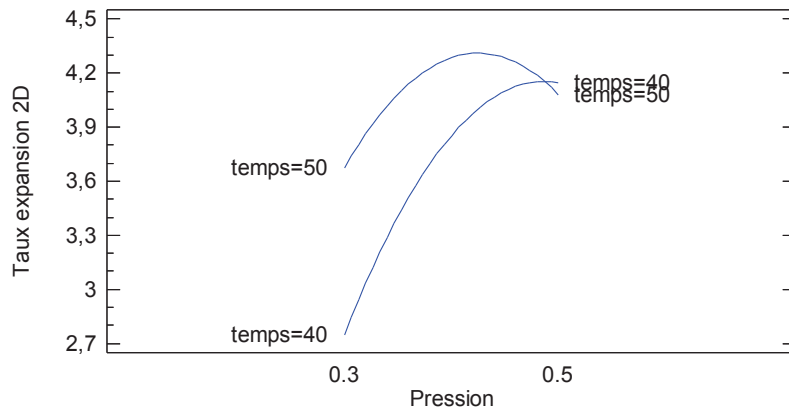
Standardized Pareto Chart for Taux expansion 2D



Main Effects Plot for Taux expansion 2D



Interaction Plot for Taux expansion 2D



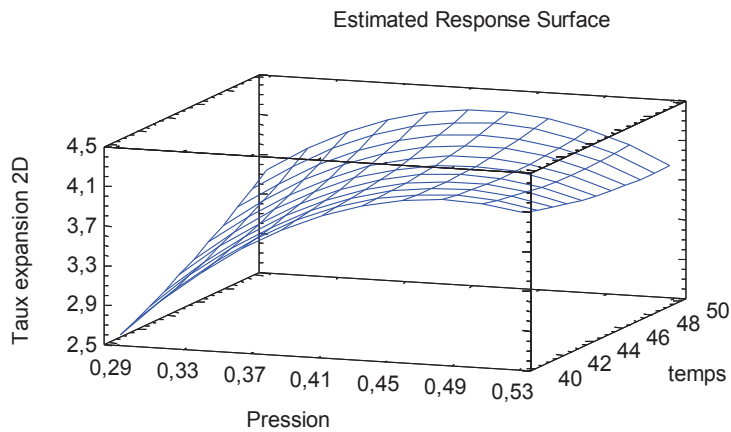


Figure III-2. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion 2D; caa du fromage emmental.

La valeur maximale de ($\varepsilon_{2D}=4,45$) est obtenue avec une pression de vapeur d'eau saturée de 0,412 MPa et un temps de traitement de 52 s. Le modèle empirique est le suivant :

$$\varepsilon_{2D} = -9,45649 + 5,93623P - 0,0129367t - 0,407694P^2 - 0,04942Pt + 0,00282028t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

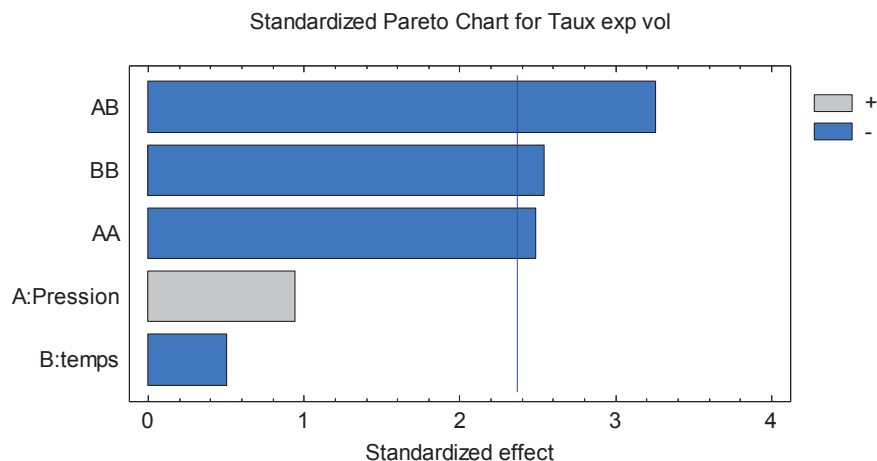
$$\varepsilon_{2D} = -15,2657 + 6,00981P + 0,240889t - 0,41689P^2 - 0,04942Pt$$

où P est en MPa et t est en s

La validation du modèle permet de vérifier les résultats expérimentaux tout en estimant les valeurs des traitements non réalisés dans le cadre du plan d'expériences considéré.

III.1.2.3. Taux d'expansion volumique (ε_v)

Le taux d'expansion volumique ε_v a été calculé selon la méthode adoptée par Louka & Allaf, (2004). A défaut d'utiliser un liquide pour le calcul de la masse volumique par la méthode d'Archimède, il s'agit d'utiliser le sable. La méthode est simple et facile à appliquer bien que les résultats de mesure soient peu précis, car ils dépendent de la taille du grain sable et du système géométrique utilisable.



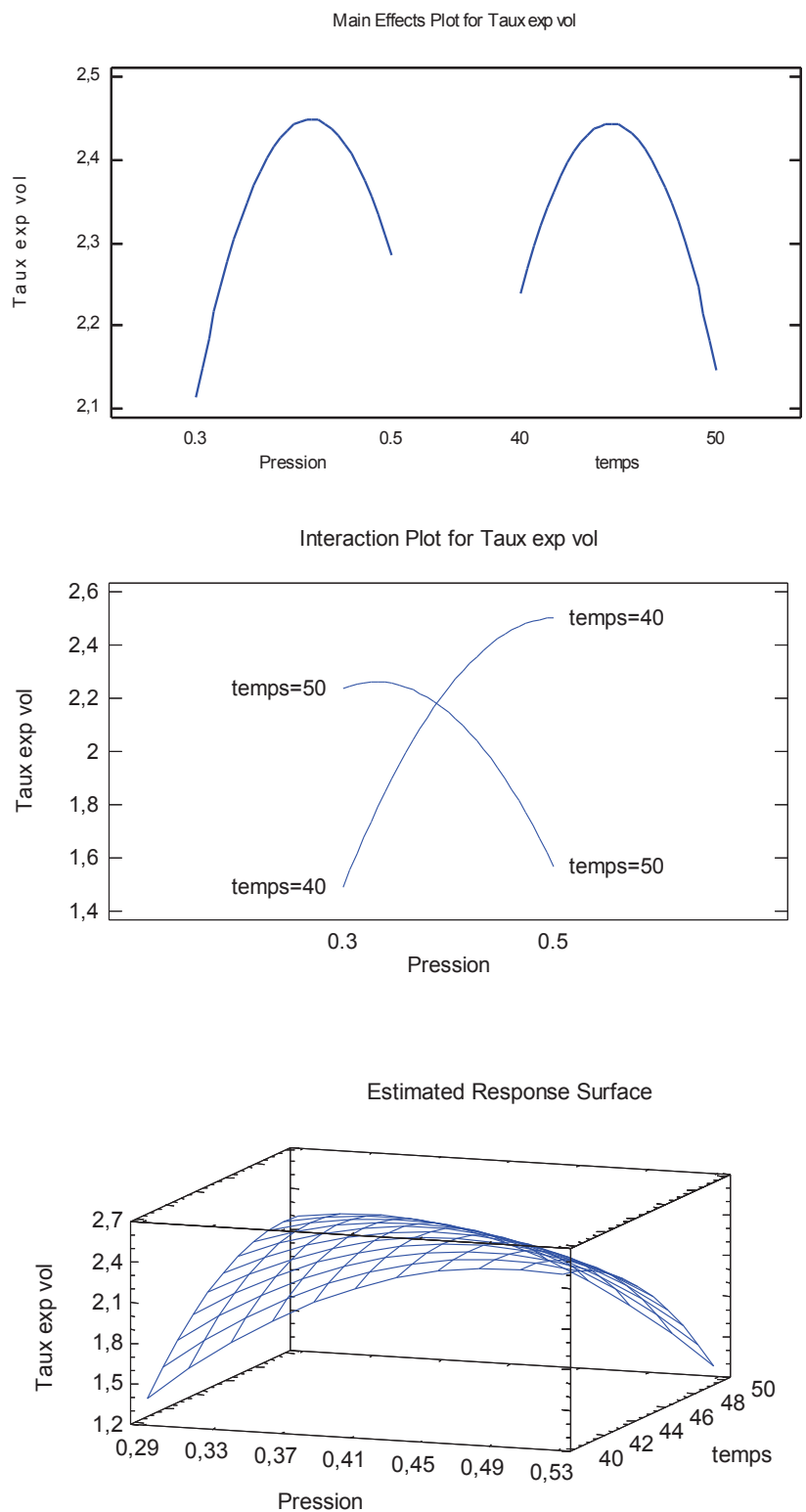


Figure III-3. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion volumique; caa du fromage emmental.

Les effets de la pression de vapeur d'eau saturée et du temps de traitement thermique par DIC sur le taux d'expansion volumique ne sont pas linéaires (voir Pareto chart). Le degré de précision dans la mesure de l'expansion volumique doit être élevé en vue d'une

bonne identification du modèle empirique recherché. La valeur du taux d'expansion volumique est inférieure à celles de 3D et 2D. Le modèle empirique obtenu est :

$$\varepsilon_v = -36,8005 + 5,83735P + 1,22688t - 0,244268P^2 - 0,08437Pt - 0,00998557t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\varepsilon_v = -36,8728 + 5,75079P + 1,23618t - 0,244268P^2 - 0,08437Pt - 0,00998557t^2$$

où P est en MPa et t est en s.

L'utilisation du sable dans le calcul de ε_v ne permet pas les mêmes précisions que la méthode d'Archimède. Cependant le modèle permet d'optimiser le traitement DIC à une pression de 0,4 MPa avec la valeur expansée de 2,72, avec une valeur moyenne des points centraux du plan d'expériences de $\varepsilon_v = 2,33 \pm 0,07$ contre $\varepsilon_{3D} = 2,71 \pm 0,39$ et $\varepsilon_{2D} = 3,99 \pm 0,30$.

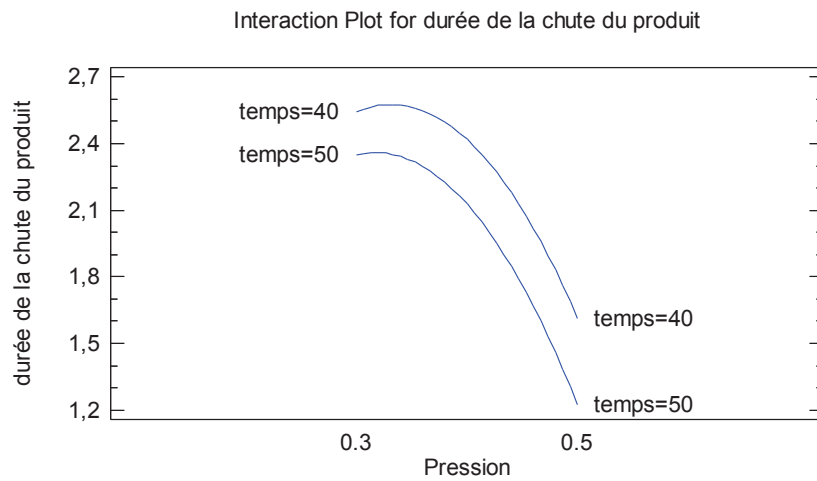
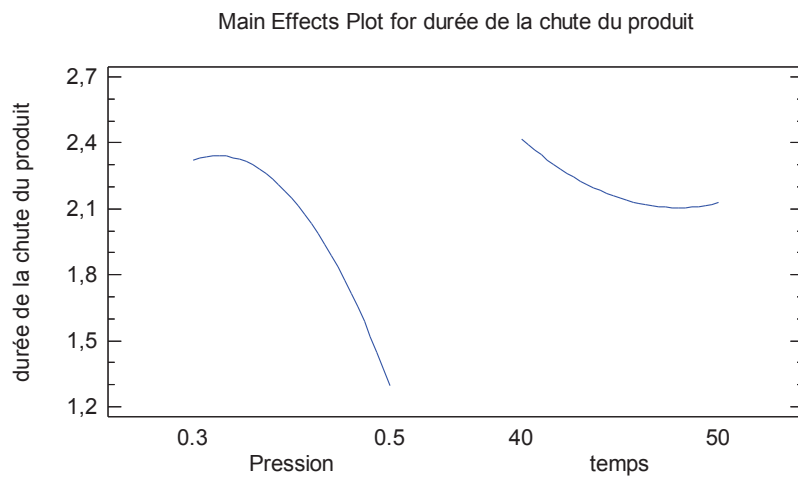
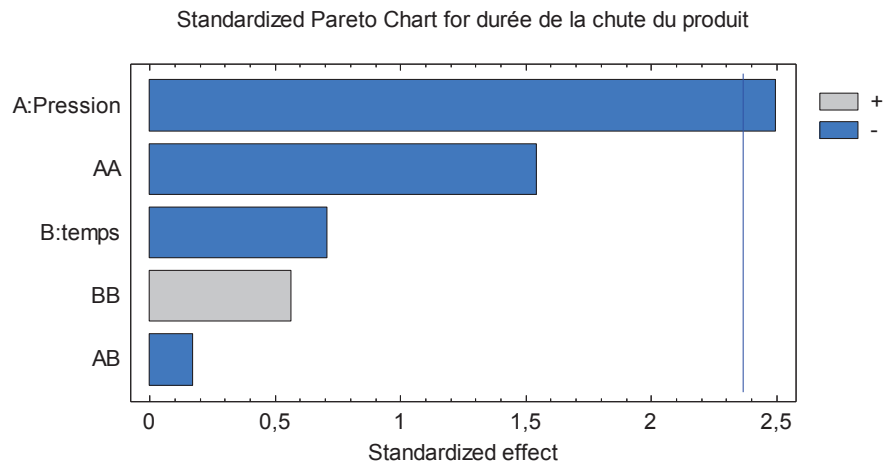
III.1.2.4. Durées d'expansion du fromage

La durée de chute de température du produit est un temps de thermocouple à commencer dès la chute jusqu'à la température stable pendant la détente dans le produit ou le réacteur. La durée de la chute de pression est un temps de pression à commencer de la chute jusqu'à la pression stable après la détente.

Tableau III-2. Durée de la chute de température et de pression lors de la détente (cas du fromage).

Essais	$\tau_{T, \text{pdt}}$: Durée de chute de température du produit (s)	$\tau_{T, \text{react}}$: Durée de chute de température du réacteur (s)	$\tau_{P, \text{react}}$: Durée de chute de pression (s)
DIC-1	2,74	0,92	0,88
DIC-2	2,20	0,92	0,88
DIC-3	1,16	0,96	0,84
DIC-4	2,34	0,88	1
DIC-5	1,28	0,94	0,92
DIC-6	2,28	0,84	1
DIC-7	1,72	0,82	0,9
DIC-8	2,94	0,90	0,96
DIC-9	2,3	0,90	1
DIC-10	2,3	0,70	0,96
DIC-11	2,84	0,78	0,98
DIC-12	1,12	0,92	0,94
DIC-13	0,98	0,88	0,86

L'analyse Statgraphics de la durée de chute de température du produit montre l'impact du niveau de la pression de vapeur d'eau saturée ; la Figure III-4 montre que la durée de chute de température du produit est d'autant plus courte qu'augmente la pression de vapeur d'eau saturée juste avant la détente proprement dite. Ainsi, la durée de chute de température du produit a été la plus rapide avec l'essai DIC 13 (0,98 s) et la plus lente avec l'essai DIC 8 (2,94 s). La durée de chute de température du réacteur est systématiquement plus faible que la durée de chute de température du produit.



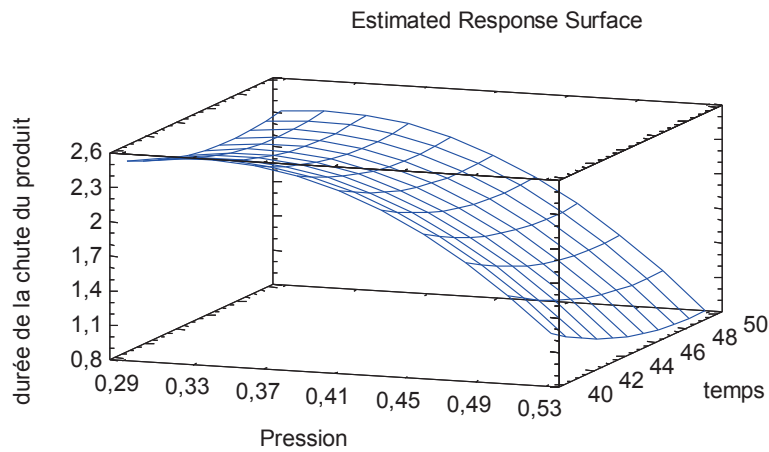


Figure III-4. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la durée de la chute de température de produit; caa du fromage emmental.

Le modèle empirique de la durée de chute de la température du produit est $\tau_{T,pdt}$:

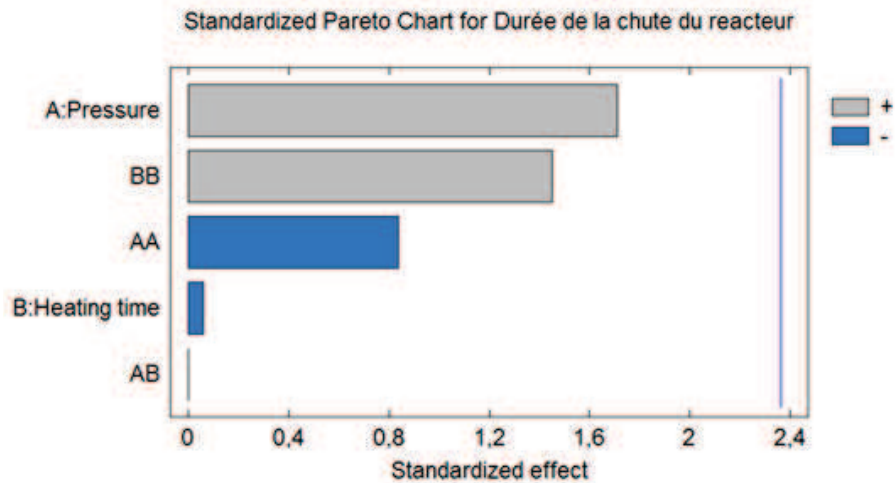
$$\tau_{T,pdt} = 8,37448 + 2,65867P - 0,438264t - 0,340251P^2 - 0,01Pt + 0,00499002t^2$$

Le modèle empirique simplifié de la durée de chute de la température du produit est :

$$\tau_{T,pdt} = 4,06877 - 0,513346P$$

où P est en MPA et t est en s

Le Pareto Chart de la durée de chute de température et de la durée de chute de pression du réacteur montre l'absence d'effet (Figure III-5) ;



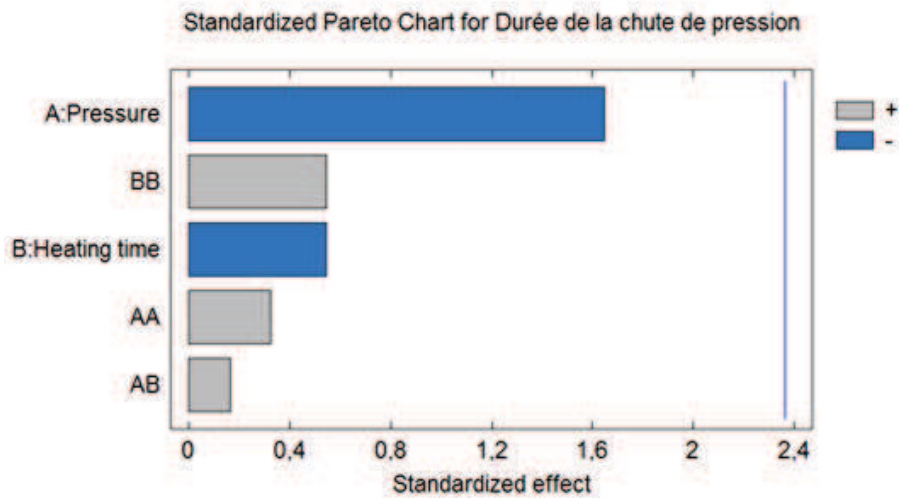


Figure III-5. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la durée de la chute de température de préaiaon et réacteur; caa du fromage emmental.

Les observations du changement de volume juste à la suite du début de détente ont permis de montrer la réalisation de l'expansion en moins de 200 ms (Figure III-6). La majeure part de l'expansion a lieu en un temps bien inférieur à 50 ms. Les images ainsi enregistrées montrent l'évolution de l'expansion avec un rythme de 1 image par ms, pendant la période de quelques centaines de ms juste à la suite de la détente. Le suivi de la taille du produit est possible et le processus d'expansion peut être signalé dès les premières images (voir images de 0 et 8 ms de la Figure III-6).

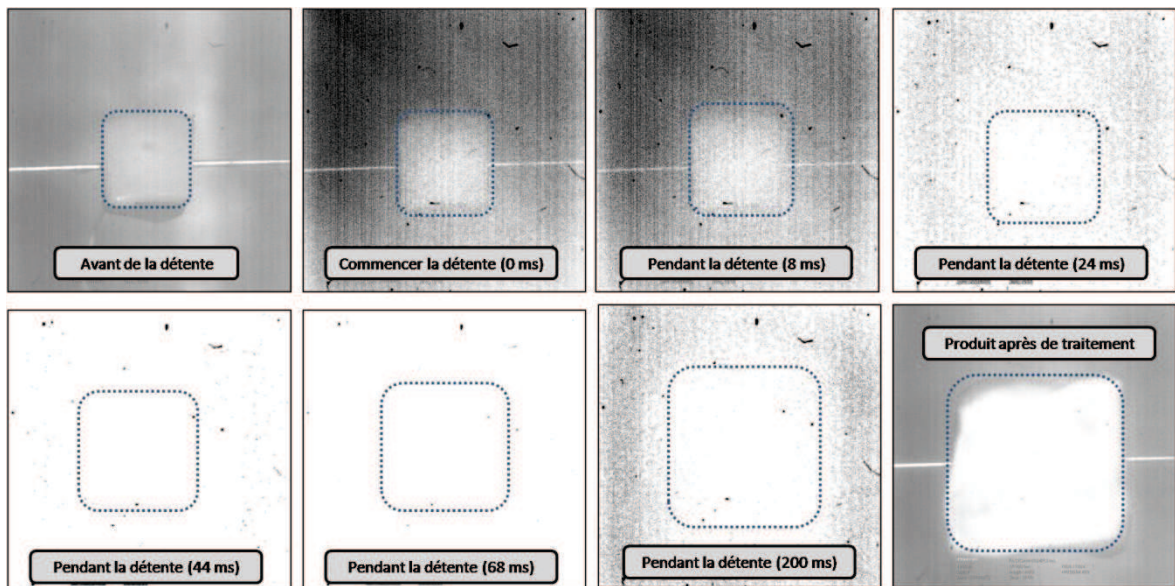


Figure III-6. Evolution du volume au coura de la détente (caa du fromage DIC-2).

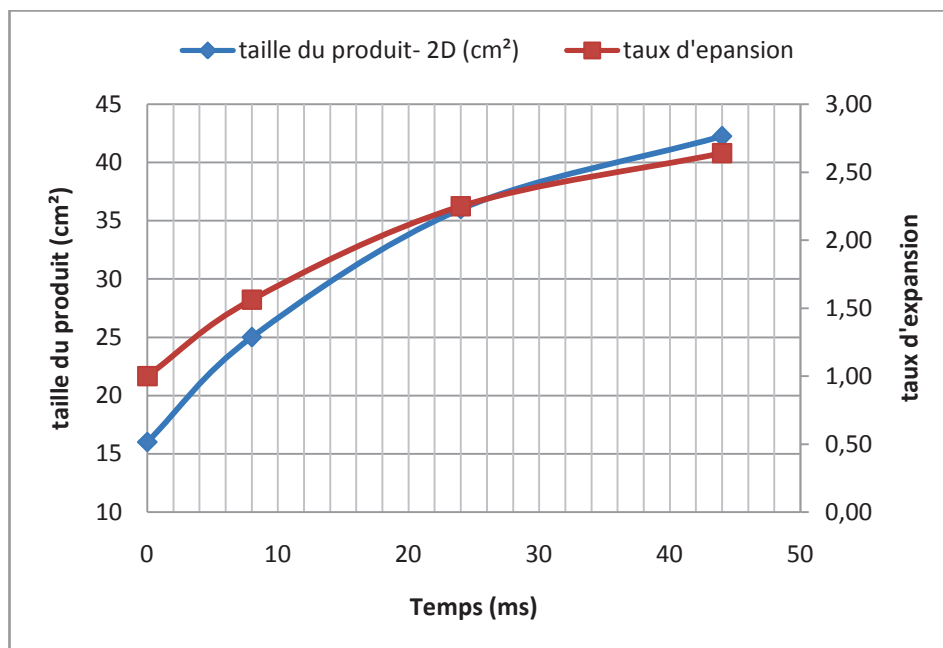


Figure III-7. Evolution de la taille de l'échantillon au cours du traitement du fromage DIC 2.

Au cours de la période allant de 44 et 68 ms, une grande condensation dans l'autoclave en raison du changement d'état de la vapeur en fines gouttelettes d'eau (brouillard) intervient dans le passage très rapide de haute pression vers le vide. Le hublot ne permet alors d'accéder à une bonne qualité d'image. Il a cependant été possible d'identifier l'évolution de la taille de l'échantillon. Les images prises avec le point DIC-2 montrent une très grande expansion du produit considéré (fromage emmental).

La corrélation entre le taux d'expansion et l'évolution de la taille du produit au cours de la détente, a systématiquement été établie. Nous pouvons établir le taux d'expansion au cours des première 50 ms (Figure III-7).

Effectivement, la comparaison des échantillons avant et après le traitement Figure III-8, le produit final est croquant et gardant la forme maximale après de traitement. Le changement de couleur plus claire par rapport le produit initial. La taille et le taux d'expansion du produit sont corrélés entre eux. Notons également le net refroidissement du produit pendant cette durée.

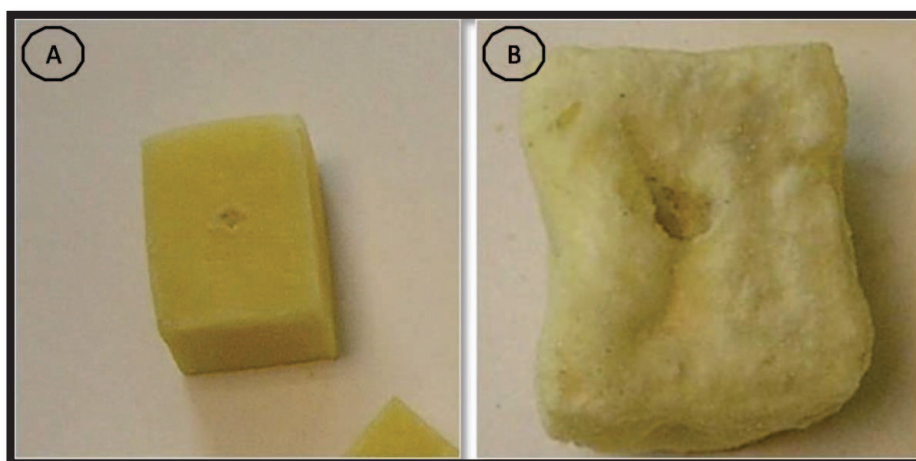


Figure III-8. Fromage avant (A) et après (B) traitement DIC.

La taille et le taux d'expansion du produit final après le traitement DIC permettent de définir les principales propriétés fonctionnelles. Ces deux paramètres dépendent du temps et de la température donc de la pression de la vapeur d'eau saturée.

III.1.2.5. Analyse des caractéristiques micro-structurelles par MEB

Les caractéristiques de microstructure de l'emmental après le traitement DIC, ont été établies à travers une microscopie électronique à balayage MEB.

La comparaison du produit avant d'être traité (témoin : Figure III-9 (A)) et du produit traité (Figure III-9 (B)) montre une différence de structure passant d'un assemblage très dense à un assemblage nettement plus poreux. D'autre part, les tâches blanches indiquent une présence de graisse dans le fromage non traité, alors que le produit expansé par DIC montre, du fait du traitement thermique ainsi que de l'effet de l'expulsion de molécules non volatiles telles que les lipides.

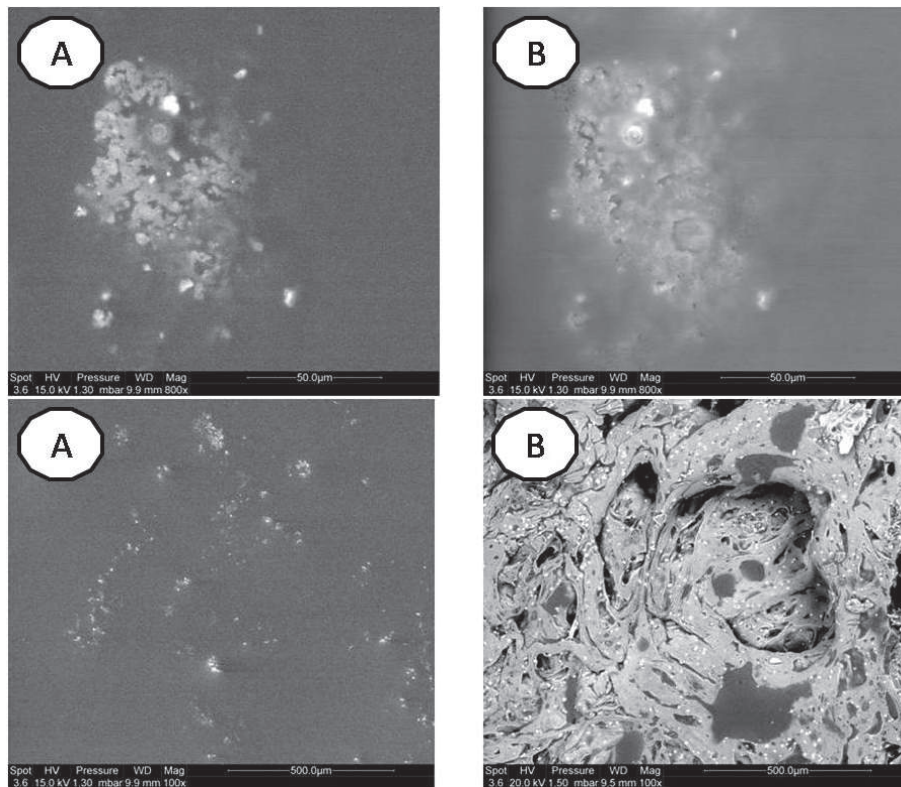


Figure III-9. Microstructure de l'échantillon de fromage emmental avant (A) et après (B) traitement DIC-2.

L'état très serré de la structure du fromage avant le traitement montre une absence presque complète de toute alvéolation à l'opposé du produit texturé par DIC avec des alvéoles ouverts. La taille du fromage devient ainsi plus de 4 fois supérieure.

III.1.2.6. Détermination de la température de transition vitreuse T_g et de la fusion du fromage par l'analyse DSC

La mesure de la température de transition vitreuse T_g de l'emmental a été réalisée à l'aide du système DSC. Les valeurs de la température T_g ont été établies comme valeur moyenne de trois répliques (Tableau III-4). Dans le cas des divers échantillons considérés, T_g montre de petites différences allant de 32 à 36°C, malgré la modification de composition (différentes pertes de contenu en lipide) et de structure (différents taux

d'expansion). Il est cependant à noter que ces mesures ont été réalisées à une teneur en humidité voisine de 7 % base sèche. En effet, la température de transition vitreuse dépend systématiquement de l'humidité et, dans une certaine mesure, de la vitesse de changement de température lors du traitement du produit.

Sur le diagramme DSC (Figure III-10), les diverses températures T_g et T_c ont été déterminées. Le résultat concernant la transition vitreuse du produit reste cependant difficile à déterminer avec une grande précision.

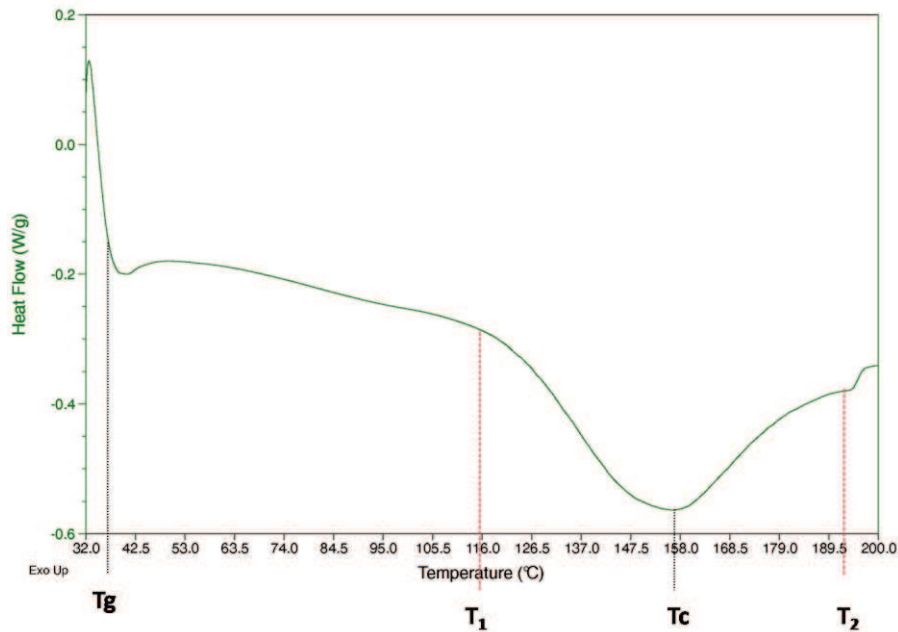


Figure III-10. Diagramme DSC : Transition Vitreuse T_g de l'échantillon DIC 2, T_1 , T_c et T_2

En effet, sur le diagramme DSC, le point T_g est un point qui précède l'inflexion ; son identification très difficile dépend tout particulièrement de la vitesse de variation de température. Dans l'espace entre T_1 et T_2 , on détermine le point de fusion (T_c) d'une façon généralement complètement reproductible.

La transition vitreuse T_g correspond au point d'inflexion le plus élevé dans le flux de chaleur. La reproduction de la mesure permet d'aboutir à une valeur moyenne de température de vitreuse, avec la descente de la courbe qui traduit un phénomène exothermique alors que la montée de la courbe décrit un phénomène endothermique.

La température de transition vitreuse T_g est aperçue sur le diagramme DSC entre 30 et 40 °C. La pente de la courbe se maintient stable jusqu'à 116 °C pour accuser ensuite une descente plus prononcée jusqu'au 158 °C, niveau de fusion (comme déjà expliqué dans la partie bibliographie (Figure II-3)).

La transition vitreuse est toujours liée à la mobilité de l'eau dans la matière. Dans la présente expérimentation, l'humidité est maintenue stable. Cependant l'évolution de l'humidité en fonction de l'activité de l'eau est corrélée avec l'isotherme de sorption. Plusieurs modèles ont été proposés ; leur applicabilité à différents types d'aliments et à une gamme entière activité de l'eau permet de mieux représenter les isothermes de sorption (Aggarwal, 2001; Sá, Figueiredo, & Sereno, 1999).

Les résultats montrent que la température de transition vitreuse et les caractéristiques de phase associées peuvent être déterminées par DSC reproductible. A partir de ces diagrammes d'état, de nombreuses informations concernant ces matériaux peuvent être identifiées. Ces diagrammes d'état présentent les mêmes caractéristiques générales que celles rapportées antérieurement pour les fruits et légumes.

Tableau III-3. Température de Transition vitreuse, différence entre la température minimale et la température d'équilibre et flux de transfert de chaleur du fromage lors de la détente vers le vide.

Essais	Différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}=(T_{\text{min}}-T_{\text{ébullition}})$	Température de Transition vitreuse (°C)	Taux d'échange de chaleur (kW/m ²)
DIC-1	-13,77	35,66	116,67
DIC-2	-13,01	34,63	161,43
DIC-3	-35,22	36,35	593,21
DIC-4	-22,47	35,66	216,89
DIC-5	-35,98	34,63	530,99
DIC-6	-13,98	34,63	266,16
DIC-7	-19,50	33,26	360,50
DIC-8	-13,72	32,57	123,35
DIC-9	-11,42	33,26	180,55
DIC-10	-35,00	32,26	266,87
DIC-11	-34,23	33,26	217,64
DIC-12	-33,39	33,6	668,05
DIC-13	-36,57	34,63	764,39
Non traité		37,04	

La méthode d'identification par DSC de la température de transition vitreuse T_g telle qu'elle a été définie (Figure III-10) montre une nette différence entre le niveau de la matière fraîche et le fromage traité par DIC (Tableau III-8. Les résultats statistiques obtenus par Statgraphics montrent, à travers du Pareto Chart, l'absence de l'effet de la pression de vapeur d'eau et du temps de traitement thermique comme paramètre opératoire sur T_g considérée comme paramètre de réponse.

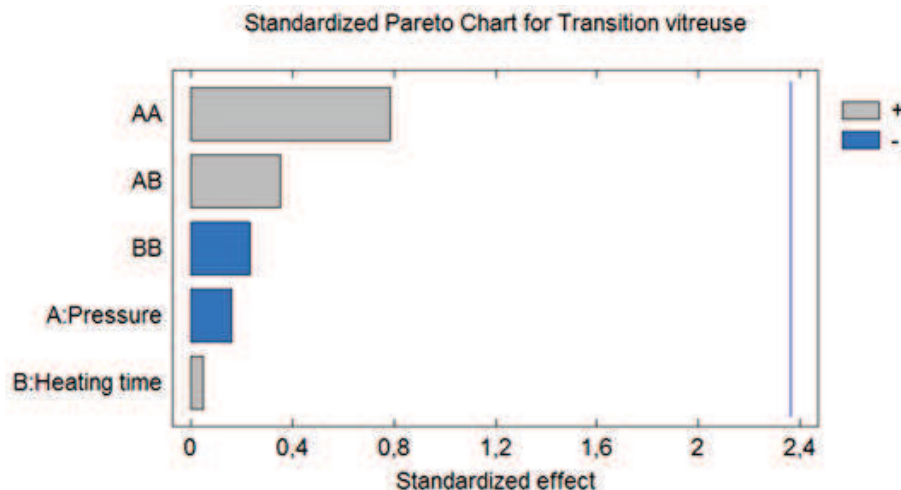


Figure III-11. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la transition vitreuse ; T_g du fromage emmental.

La Figure III-12 montre clairement que la température de transition vitreuse du produit frais (non traité par DIC) est supérieure à celle des produits traités par DIC. La valeur T_g des échantillons de fromage non traités par DIC ($T_{g_{\text{frais}}} = 37,04^\circ\text{C}$) plus élevée que celle

des échantillons ayant préalablement subi la DIC ($Tg_{DIC} = 34,18 \pm 1,2^{\circ}C$) montre que le traitement DIC peut changer de température de transition vitreuse.

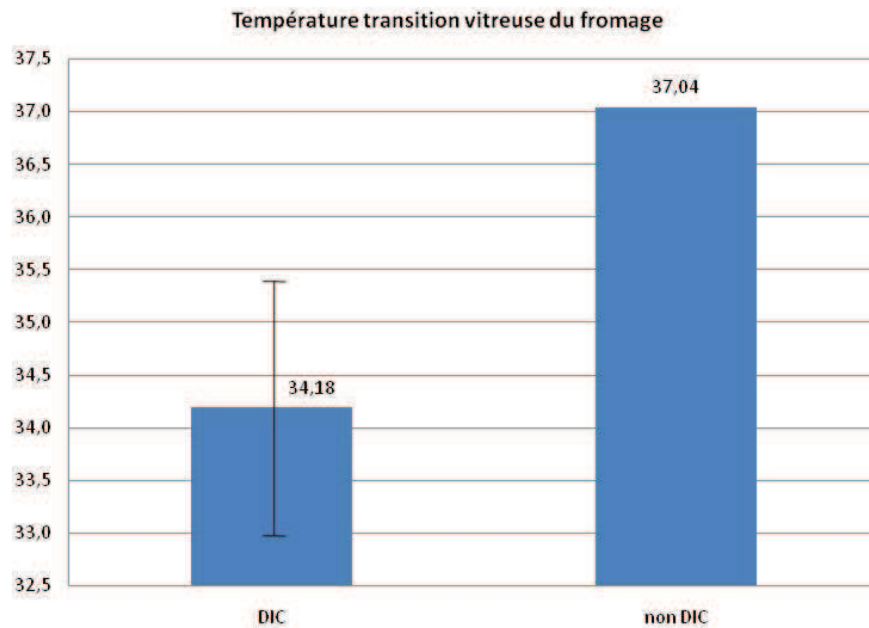


Figure III-12. Température transition vitreuse du Fromage

La structure amorphe issue du refroidissement très rapide de ces échantillons devrait « faciliter » la transition vitreuse des échantillons frais logiquement plus aptes à avoir une structure cristallisée ; une étude spécifique devrait pouvoir confirmer une telle hypothèse.

La fusion du fromage s'opère à un niveau supérieur à celle du tofu. En effet, malgré la diminution du contenu en lipide à la suite de la DIC, le fromage maintient un contenu de gras largement supérieur et ses caractéristiques thermo-physiques en restent distinctes.

Le phénomène de fusion du produit dépend étroitement du traitement DIC. La Figure III-13, montre la grande différence de fusion du produit non traité par comparaison avec le produit traité. En tant qu'opération endothermique, la fusion est souvent accompagnée de condensation de vapeur. La modification de structure pendant le changement signalé sur le diagramme DSC, le flux de chaleur évolue par rapport à la température selon la composition du produit.

La différence entre le fromage traité par DIC du fait du séchage antérieur et le fromage non traité peut se situer au plan de la vitesse de refroidissement du produit considéré. En plus de l'analyse enthalpique différentielle, l'évolution thermique montre une grande distinction au plan de la fusion proprement dite.

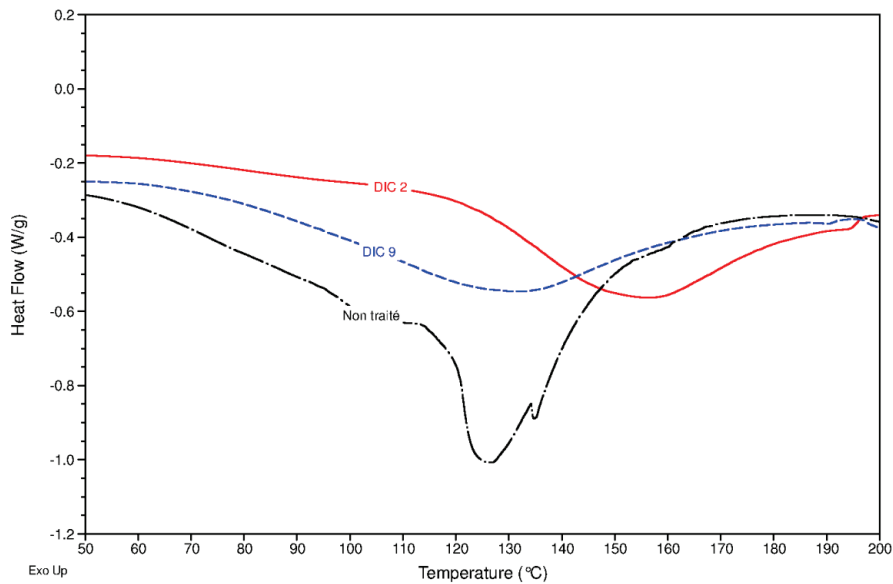


Figure III-13. Phénomène de fusion du fromage emmental dans un diagramme DSC.

III.1.2.7. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$

L'analyse de l'évolution de température au cours de la détente proprement dite est d'un intérêt particulier. La température minimale du produit devrait, pour une transformation quasi-statique, être limitée par la température d'ébullition à la pression considérée.

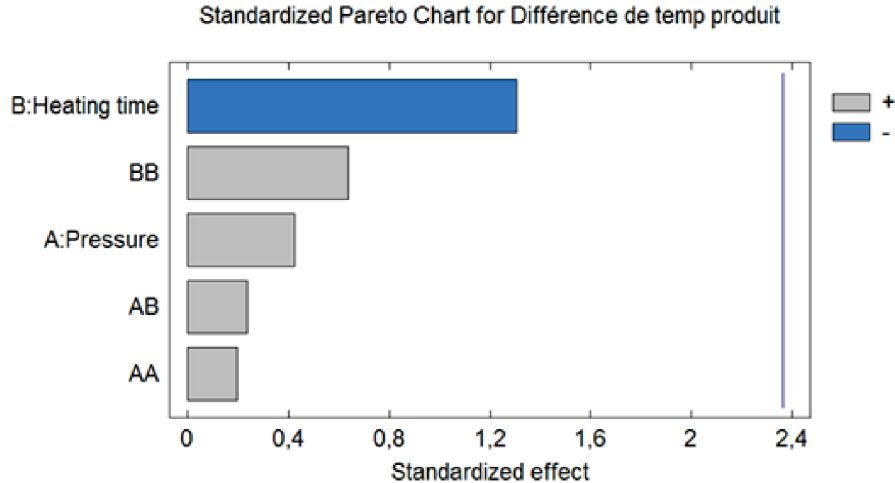


Figure III-14. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la différence de température du produit; caa du fromage emmental.

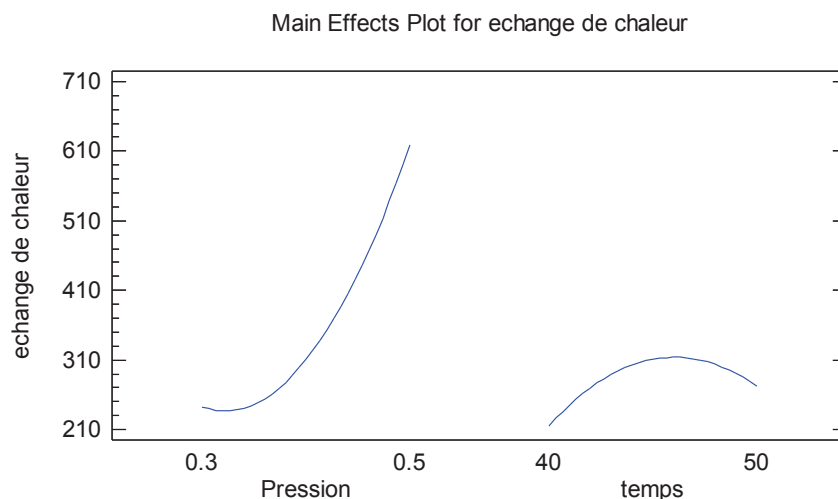
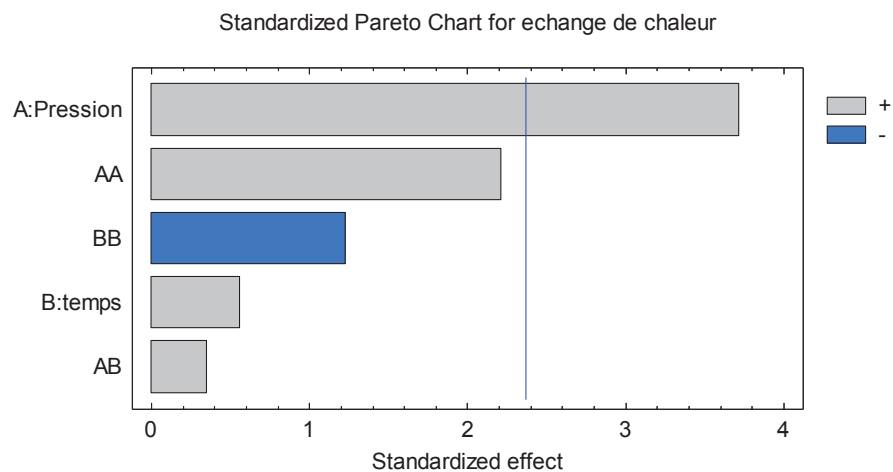
La possibilité d'avoir une quantité négative de la différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ devrait traduire l'éventualité selon laquelle la température du produit baisserait, probablement par autovaporisation, dépasserait le niveau d'ébullition avant de retrouver l'état d'équilibre du système. Le tableau de corrélation (Tableau III-5) montre que cette différence est d'autant plus accentuée que la température initiale est plus élevée. Plus le produit est en état de surchauffe et plus il est loin de l'équilibre, plus la possibilité de dépassement du niveau d'équilibre (température d'ébullition) est envisageable.

III.1.2.8. Détermination du taux d'échange de chaleur

En plus des valeurs de cette différence de température, le Tableau III-3 dresse le taux d'échange de chaleur au cours de la détente proprement dite. L'ordre de grandeur de cette quantité (de 117 à 764 kW/m²) met en évidence un taux largement supérieur à ce que la convection et les autres modes de transfert de chaleur permettent généralement d'atteindre.

Selon le standard de Pareto, le taux d'échange de chaleur pendant la détente proprement dite augmente avec la pression : plus la pression est élevée, plus le taux d'échange de chaleur est important.

L'analyse statistique de l'impact des paramètres opératoires DIC, à savoir la pression de vapeur d'eau saturée P et du temps de traitement thermique t sur le taux d'échange de chaleur en tant que variable dépendante a permis de mettre en évidence le modèle empirique suivant :



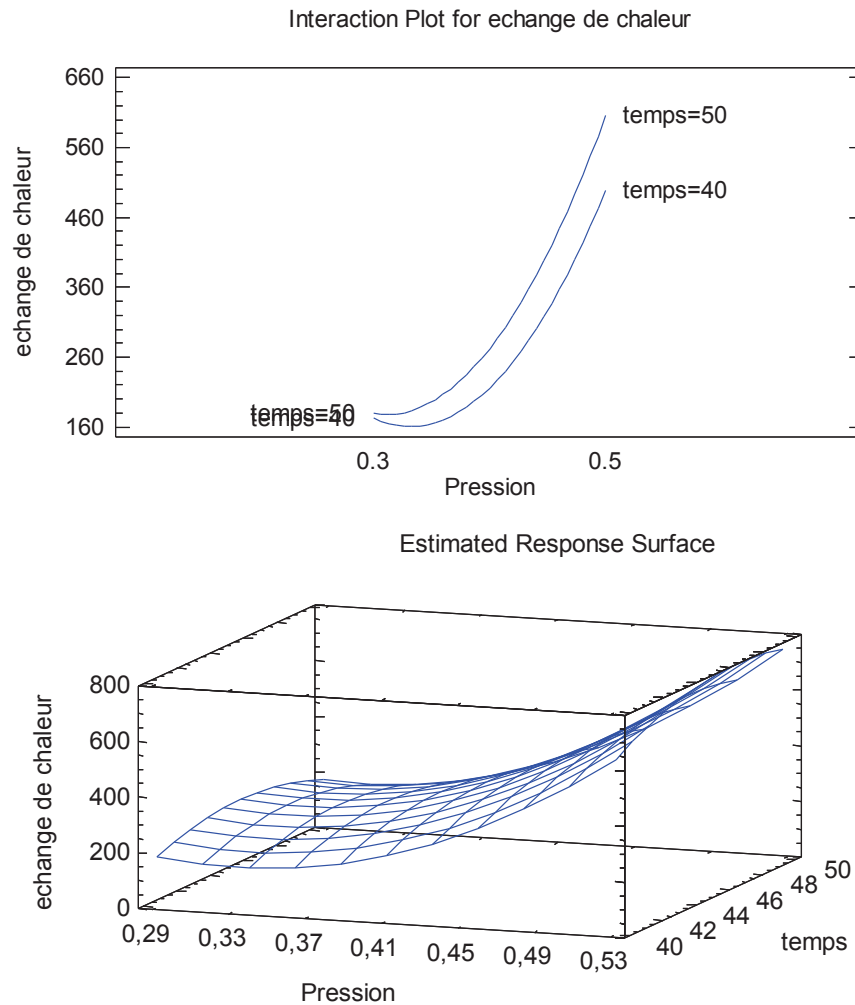


Figure III-15. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'échange de chaleur ; caa du fromage.

$$\begin{aligned} \text{Taux d'échange de chaleur} &= -3133,96 - 2710,34P + 366,042t + 306,836P^2 + 15,8595Pt \\ &\quad - 4,56658t^2 \end{aligned}$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\text{Taux d'échange de chaleur} = -700,218 + 458,028P$$

où P est en MPa et t est en s

La valeur optimale du taux d'échange de chaleur est 2366,4 avec une pression de 0,54 MPa et un temps de traitement de 49,4 s.

III.1.3. CALCULS ET CORRELATIONS

Les diverses caractéristiques du produit ont été réunies sur le Tableau III-4, avec, ensuite, l'insertion et l'utilisation de la surface d'échange (initiale et finale), de la chaleur latente de vaporisation, de la masse (initiale et finale), du taux d'expansion, de la température (maximale, minimale et finale), de la différence température entre T_{\min} et $T_{\text{ébullition}}$ et de la durée de la chute de température (produit, réacteur) et de pression. Le Tableau III-5 est consacrée à l'établissement de la corrélation de l'ensemble de ces données. La pression

de vapeur saturée est, de toute évidence, en stricte corrélation avec la température du réacteur. La surface d'échange est corrélée avec la masse (initiale et finale) du fait du changement de taille du produit. L'énergie nécessaire au changement de température et surtout à la génération de vapeur est traduite par le coefficient de transfert de chaleur pendant le traitement. Le taux d'échange de chaleur est en corrélation étroite avec la durée de détente proprement dite, se traduisant ainsi par le flux de chaleur par unité de surface et unité de temps.

Le taux d'échange de chaleur lors de la détente atteint des valeurs particulièrement élevées comprises, dans le cas présent, entre 117 et 764kW/m². Nous pouvons noter une certaine corrélation avec le niveau de pression de vapeur d'eau saturée, soit donc avec la température initiale juste avant la détente.

Une autre quantité mérite d'être signalée ; il s'agit de la différence de température entre le minimum atteint par le produit (ou respectivement par l'ambiance du réacteur) et le niveau d'équilibre lié à la pression dans le réacteur (température d'ébullition à la pression considérée). Les valeurs négatives qui sont souvent obtenues pourraient permettre de supposer que dans les conditions de la détente instantanée, la transformation thermodynamique n'atteignant son équilibre qu'ultérieurement, le corps et l'atmosphère devraient pouvoir « dépasser » le niveau d'équilibre de la température avant de le rejoindre par la suite. Notons alors que la valeur de cette différence de température a, dans le cas présent, été signalée comme pouvant atteindre -37°C. Les fluctuations propres aux capteurs ne pourraient, que difficilement, être à l'origine de cette observation. Ces valeurs ont une grande corrélation avec respectivement le niveau minimal et le niveau final de la température du produit.

Tableau III-4. Calcul et préaentation dea donnéea dea paramètrea de traitement

Paramètre Fromage	DIC-1	DIC-2	DIC-3	DIC-4	DIC-5	DIC-6	DIC-7	DIC-8	DIC-9	DIC-10	DIC-11	DIC-12	DIC-13
Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	0,40	0,40	0,40	0,30	0,50	0,40	0,40	0,40	0,30	0,258	0,40	0,50	0,541
Temps de traitement thermique t (s)	45,00	52,07	45,00	50,00	40,00	45,00	45,00	37,93	40,00	45,00	45,00	50,00	45,00
Chaleur latente de vaporisation (kJ/kg)	2132,9	2132,9	2132,9	2163,2	2107,4	2132,9	2132,9	2132,9	2163,2	2177,3	2132,9	2107,4	2095,9
Surface d'échange initial ($10^{-3}m^2$)	1,44	1,30	1,22	1,51	1,19	1,33	1,35	1,30	1,28	1,35	1,18	1,30	1,30
Surface d'échange final ($10^{-3}m^2$)	3,22	2,00	2,63	2,95	2,58	2,61	2,41	2,19	2,18	2,26	2,32	2,54	2,33
Masse initiale (g)	2,91	3,15	2,98	4,00	2,70	3,30	3,27	3,29	3,07	3,48	2,64	3,26	3,17
Masse finale (g)	2,46	2,71	2,51	3,38	2,29	2,80	2,77	2,83	2,67	3,03	2,23	2,74	2,69
Mv ($10^{-1}g$)	1,59	1,58	3,63	3,16	3,60	4,05	3,82	2,39	2,37	3,74	3,03	4,13	4,24
ρ spec (initial) ($10^{-2}g/cm3$)	8,41	7,39	8,05	7,78	6,85	6,28	8,44	7,37	6,12	6,77	6,64	7,62	6,85
ρ spec (final) ($10^{-2}g/cm3$)	3,59	3,66	3,42	3,47	2,80	2,84	3,55	3,21	2,78	3,01	2,79	3,35	2,91
ΔP (10^6Pa)	2,72	2,06	5,91	5,04	7,60	7,89	6,13	4,48	3,48	6,05	5,68	7,14	7,46
Cp (kJ/kg K)	2,1												
Q (kJ) *1)	0,46	0,46	0,84	0,77	0,81	0,81	0,84	0,47	0,53	0,83	0,73	0,97	0,98
Q' (kW) *2)	0,17	0,21	0,72	0,33	0,63	0,36	0,49	0,16	0,23	0,36	0,26	0,87	1,00
Taux d'échange de chaleur (kW/m^2) *3)	116,67	161,43	593,21	216,89	530,99	266,16	360,50	123,35	180,55	266,87	217,64	668,05	764,39
Taux d'expansion en 3D	2,71	3,30	2,85	2,68	3,24	2,79	2,71	2,06	1,80	2,17	2,82	2,54	2,71
Taux d'expansion relatif par volumique	2,72	2,05	2,43	1,99	2,78	2,53	2,43	1,82	1,50	2,01	2,11	1,58	1,88
Taux d'expansion en 2D	3,99	4,49	3,97	3,65	4,35	4,17	3,99	3,61	2,92	2,48	3,87	4,09	3,70
Transition vitreuse (Tg)	35,66	34,63	36,35	35,66	34,63	34,63	33,26	32,57	33,26	32,26	33,26	33,6	34,63
Tmax produit (°C)	128	125	167	140	178	167	166	130	142	148	170	180	181
Tmin produit (°C)	52	55	33	48	35	50	45	62	60	34	39	38	34
Tfinal produit (°C)	77	79	56	66	57	55	59	64	71	48	65	66	60
Tmax réacteur (°C)	169	167	165	157	180	172	170	170	160	154	170	184	181
TMin réacteur (°C)	35	37	35	35	39	37	42	41	39	42	39	39	38
TFinal réacteur (°C)	55	79	56	51	39	42	63	45	61	45	45	68	63
PMax (kPa)	336,04	334,34	345,83	267,53	444,87	300,60	335,19	340,24	255,79	205,27	355,13	469,31	481,83
PMIn (kPa)	9,81	5,37	9,87	10,72	4,34	1,06	6,71	10,06	8,23	9,45	11,21	7,44	7,44
PFInal (kPa)	17,78	20,57	20,88	23,31	24,22	16,13	15,77	30,67	24,40	21,67	26,65	24,22	23,37

Température d'ébullition à la pression finale	65,95	68,38	68,63	70,53	71,20	64,38	64,02	75,49	71,34	69,26	72,91	71,20	70,57
Différence de température													
$\Delta T_{\text{min-ébullition du produit}}$	-13,77	-13,01	-35,22	-22,47	-35,98	-13,98	-19,50	-13,72	-11,42	-35,00	-34,23	-33,39	-36,57
Différence de température													
$\Delta T_{\text{min-ébullition du réacteur}}$	11,53	10,84	-12,79	-4,34	-14,23	-9,57	-4,53	-11,86	-0,78	-21,72	-7,77	-5,67	-10,40
Durée de la chute de température du produit (s)	2,740	2,200	1,160	2,340	1,280	2,280	1,720	2,940	2,300	2,300	2,840	1,120	0,980
Durée de la chute de température du réacteur (s)	0,920	0,920	0,960	0,880	0,940	0,840	0,820	0,900	0,900	0,700	0,780	0,920	0,880
Durée de la chute de pression (s)	0,880	0,880	0,840	1,000	0,920	1,000	0,900	0,960	1,000	0,960	0,980	0,940	0,860

Enregistrement par

Photron

Labview

Nom de fichier

6400 x 3 réplications x 13 points = 249 600 points, l'image

10000 x 3 réplications x 13 points = 390 000 points

l'omega HDD/1.Fromage_emmental

Exemples des calculs :

- Chaleur sensible à pression constante : $Q = mc_p(T_f - T_i)$; $Q = 2,91 \text{ g} \cdot 2,1 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} \cdot \text{K} \cdot (128 - 55)$; $Q = 0,46 \text{ kJ}$
- Débit chaleur par convection : $\dot{Q} = \frac{Q}{t(\text{durée de temps})}$; $\dot{Q} = \frac{0,46 \text{ kJ}}{2,74}$; $\dot{Q} = 0,17 \text{ kW}$
- Taux d'échange de chaleur : $A_{\text{echchaleur}} = \frac{\dot{Q}}{A}$; $A_{\text{echchaleur}} = \frac{0,17 \text{ kW}}{1,44 \cdot 10^{-3}}$; $A_{\text{echchaleur}} = 116,67 \frac{\text{kW}}{\text{m}^2}$

III.1.4. CONCLUSION

Le processus de modification de structure et de changement de volume par la méthode de Détente Instantanée Contrôlée DIC est d'un intérêt particulier. Les conditions opératoires et les caractéristiques du produit interagissent mutuellement pour aboutir au meilleur résultat textural. Le processus de traitement doit étroitement dépendre de la composition propre du produit, tout particulièrement ici du contenu en huile qui évolue selon les conditions de séchage (température, durée...). Les taux d'expansion (ε_{3D} , ε_{2D} et ε_v), ainsi que de nombreuses quantités calculées concernant le processus proprement dit ont été analysées en tant que paramètres de réponses c.à.d. des variables dépendantes en fonction des paramètres opératoires (variables indépendantes). Des études antérieures et des essais préliminaires ont permis d'effectuer l'étude par la méthode du plan d'expériences à cinq niveaux afin d'aboutir à un modèle empirique d'ordre 2. Les variables indépendantes retenues ont été la pression de vapeur d'eau saturée P et le temps de traitement thermique t , avec les domaines de variation et 0,3 à 0,5 MPa et de 40 à 50 s, respectivement. L'analyse statistique a été réalisée à l'aide de traitement par Statgraphics.

La valeur optimale du taux d'expansion ε_{3D} , a été établie à une valeur de 3,17 à 0,54 MPa de pression et 38s de temps de traitement.

Le taux d'expansion surfacique ε_{2D} est calculé par analyse d'images. Sa valeur maximale est obtenue pour une pression de 0,45 MPa et un temps de traitement thermique t de 49s. Le taux d'expansion volumique ε_{2D} est d'un intérêt particulier à cause de sa pertinence et du niveau de précision obtenue. En effet, la méthode faisant appel à la détermination du volume des échantillons disposés dans un bain de sable est simple et facile, mais risque d'aboutir à des résultats de mesure peu précis, car ils dépendent de la taille du grain sable et du système géométrique dans lequel sont disposés l'échantillon et le sable. Nos résultats ont permis d'aboutir cependant, à des précisions très satisfaisantes, supérieures à celles de ε_{3D} et ε_{2D} . Le taux d'expansion permet de définir les principales propriétés fonctionnelles ; la taille du fromage devient ainsi plus de 4 fois supérieure.

Par la suite, l'analyse de Pareto a permis la validation du modèle empirique dans chacun des réponses considérées ; elle permet de vérifier les résultats expérimentaux tout en estimant les valeurs des traitements non réalisés dans le cadre du plan d'expériences considéré.

La durée de chute de température du produit et du réacteur et la durée de chute de pression sont des paramètres intéressants dans l'estimation du temps du processus d'expansion par DIC. Au cours de la détente proprement dite, nous constatons que la température dans le produit est systématiquement inférieure à celle du réacteur. La vitesse de chute de pression dépend de la vitesse d'ouverture de la vanne principale de connexion entre la chambre de traitement et le réservoir à vide. L'analyse de standard de Pareto sur la durée de chute de température du produit montre plus d'effet que la durée de chute de température et de pression du réacteur.

L'évolution du volume et le processus d'expansion du produit ont eu lieu principalement au cours des premiers 50 ms de la chute de pression. Le fromage débute son expansion au bout de 24 ms.

L'analyse micro-structurale du fromage est très intéressante ; en plus d'une répartition uniforme des pores ainsi générés, on note une nette diminution de la quantité de gras au cours du séchage et du traitement DIC menant au gonflement du produit.

La détermination de la température de transition vitreuse T_g par analyse calorimétrique différentielle DSC se distingue par sa simplicité. Elle correspond dans le diagramme au point d'inflexion le plus élevé dans le flux de chaleur. Nous avons constaté que la transition vitreuse des divers échantillons de fromage traités par DIC est obtenue à une température inférieure à celle obtenue avec les échantillons ayant subi un simple séchage ($T_{g_{\text{non traité}}} = 37,04^\circ\text{C}$ et $T_{g_{\text{DIC}}} = 34,18 \pm 1,2^\circ\text{C}$). Ceci devrait pouvoir être dû à l'augmentation de présence d'une structure amorphe en raison du refroidissement très rapide des échantillons lors du traitement DIC ; cette structure devrait faciliter la transition vitreuse d'échantillon par comparaison avec des produits à structure plus cristallisée.

Le flux de chaleur évolue selon la composition du produit, sans qu'il y ait nécessairement d'effet significatif des paramètres opératoires (Pareto Chart).

La différence de température au cours de la détente est d'un intérêt particulier pour le processus d'expansion proprement dit. La température minimale du produit devrait, au cours d'une détente lente (transformation quasi statique) être limitée à la température d'ébullition à la pression finale considérée. Toutes les valeurs constatées de la différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ sont négatives permettant ainsi d'envisager le dépassement de l'équilibre thermique au cours du refroidissement lors du traitement par DIC. Les valeurs déterminées du taux d'échange de chaleur sont très élevées se situant entre 117 à 764 kW/m².

CHAPITRE III.2.

EXPANSION DU TOFU PAR DIC

III.2.1. INTRODUCTION

La recherche d'aliments à structure modifiée à l'aide de la méthode de Détente Instantanée Contrôlée (DIC) a connu un très grand développement au cours des dernières années en raison de leur commodité pour les consommateurs et de la possibilité d'obtention d'une très large gamme de produits finis se distinguant par leur forme et leur texture. Cette texturation dépend, de toute évidence, non seulement de la composition des aliments considérés, mais également des conditions de traitement, des niveaux de sur chauffage et d'évolution hydro-thermique de la matière considérée. Des études antérieures sur l'évolution des propriétés structurelles des aliments à l'aide d'autres procédés ont été réalisées et ont principalement porté sur du pop-corn (J. Singh & Singh, 1999; R. P. Singh, 2006).

Des expériences similaires ont été réalisées sur des produits à base de soja. Des essais préliminaires réalisés avec le séchage couplé à la texturation par DIC ont mis en évidence le grand impact de la composition sur le processus d'expansion lors de la DIC et sur les propriétés fonctionnelles au cours du séchage qui intervient par la suite. Dans la réalisation de nombreux snacking, l'amidon est le polymère principal et le composant responsable de la formation d'une matrice expansée (Gimeno, Moraru, & Kokini, 2004).

La teneur initiale en humidité est également importante. En effet, la génération de vapeur à partir de l'eau sur chauffée doit être à l'origine de la fourniture de la pression nécessaire pour induire (et maintenir) une expansion lors du traitement par DIC. D'autres composants tels que les matières grasses et les protéines semblent également influencer le processus d'expansion. La graisse solide favorise l'expansion, mais la graisse liquide a un effet opposé (Ernault, Moraru, & Kokini, 2002) alors que les protéines affectent l'expansion grâce à leur effet sur la distribution de l'eau dans la matrice (Gimeno et al., 2004).

L'objectif de ce chapitre est en tout premier lieu de présenter les résultats expérimentaux de l'expansion du tofu par DIC. Le processus d'expansion a été suivi par caméra rapide et est ensuite enregistré par les logiciels Photron et labVIEW. Ensuite, sont élaborés le calcul du taux d'expansion par 3D et 2D, le traitement des résultats des durées de l'expansion par caméra rapide, l'analyse des caractéristiques micro-structurelles du produit par MEB et l'analyse de la transition vitreuse par DSC. L'ensemble de ces données et résultats est analysé en termes de traitement des données et de corrélations éventuelles.

III.2.2. PARAMETRES OPERATOIRES

Les essais et les études préliminaires ont permis d'identifier les paramètres opératoires du traitement DIC et le domaine de variation présentant un intérêt dans l'étude de l'expansion du tofu. La caractérisation du tofu avant et après son expansion et les données issues du suivi du processus proprement dit, sont corrélées ensemble. Le domaine de variation de la pression de vapeur d'eau saturée est défini de 0,5 à 0,6 MPa et le temps de traitement thermique va de 40 à 50 s.

Concernant la base des produits, le tofu est à base de grain du soja qui à continent de la protéine. Nous avons utilisé plus de pression pour destruction de la structure du tofu pour entre de la vapeur dans le tofu sèche, le tofu a commencé expansion à partir 0,5 MPa.

La taille des échantillons des produits a beaucoup d'effet dans le traitement. Dans la présente série d'expériences, la taille des échantillons a été maintenue constante pour tous les échantillons considérés.

III.2.3. RESULTAT ET DISCUSSION

L'étude du traitement du tofu par DIC a concerné 13 essais réalisés sur la base d'un plan d'expériences avec une pression de vapeur saturée allant de 0,5 à 0,6 MPa et un temps de traitement thermique de 40 à 50 s. Ces domaines ont été adoptés à la suite de travaux préliminaires, et par comparaison avec d'autres produits à base de soja généralement moins concentrés en matière grasse ; le niveau élevé de pression et donc de température n'implique pas de dégradation des principales molécules de ce produit. Les limites supérieures de pression à 0,6 MPa et de temps à 50 s, sont dictées par la nécessité d'éviter la dégradation thermique du produit et son changement de couleur (produit brûlé). La corrélation entre la pression et le temps est très importante dans le choix des paramètres du traitement. Le Tableau III-6 montre les résultats d'expansion du tofu.

Tableau III-6. Diverses taux d'expansion 3D et 2D du Tofu

Essais	Taux d'expansion en 3D	Taux d'expansion en 2D
DIC-1	3,20	3,47
DIC-2	3,15	3,45
DIC-3	3,36	3,84
DIC-4	3,63	4,12
DIC-5	2,79	3,55
DIC-6	2,53	3,05
DIC-7	3,20	3,73
DIC-8	3,10	3,51
DIC-9	4,45	4,49
DIC-10	3,04	3,52
DIC-11	2,32	2,91
DIC-12	2,34	3,61
DIC-13	3,08	3,91

Le maximum d'expansion du tofu, a été obtenu avec DIC-9 (0,62 MPa, et 45 s) suivi de DIC-7 et DIC-8. Une première analyse simplifiée des résultats montre que plus la pression et donc la température sont hautes, plus le taux d'expansion est élevé.

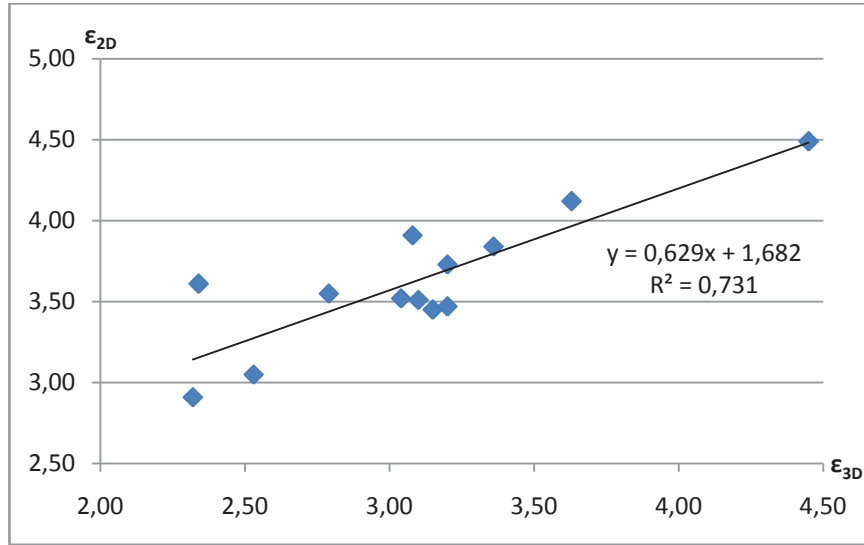
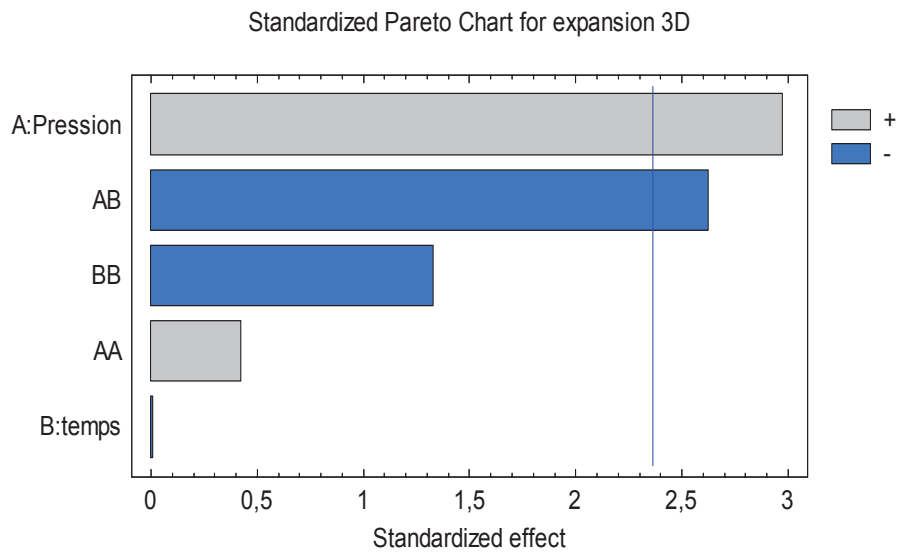


Figure III-16. Courbe de corrélation des taux d'expansion ϵ_{2D} et ϵ_{3D}

III.2.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})

Le taux d'expansion 3D du tofu ne dépend que très légèrement du temps du traitement thermique à travers l'interaction entre la pression et le temps. C'est principalement la pression de vapeur d'eau saturée qui a un effet particulièrement significatif; les traitements statistiques par *Statgraphics* confirment cette observation à travers Pareto Chart, les principales tendances, les interactions et la surface de réponse (Figure III-17) :



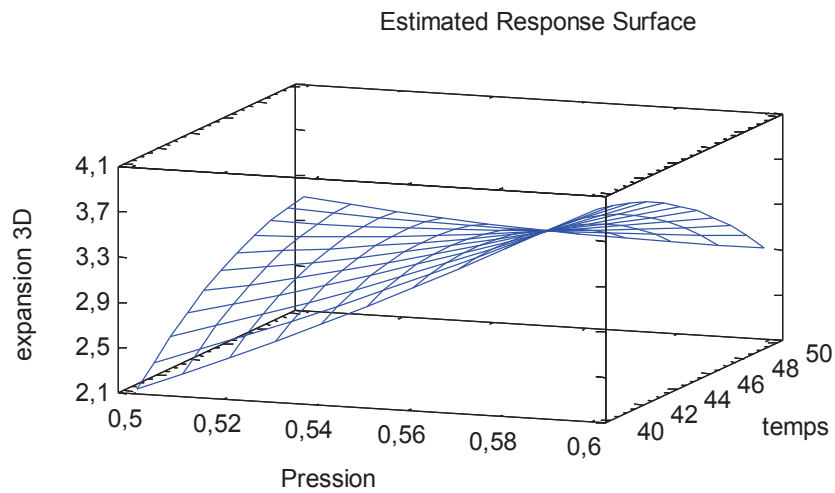
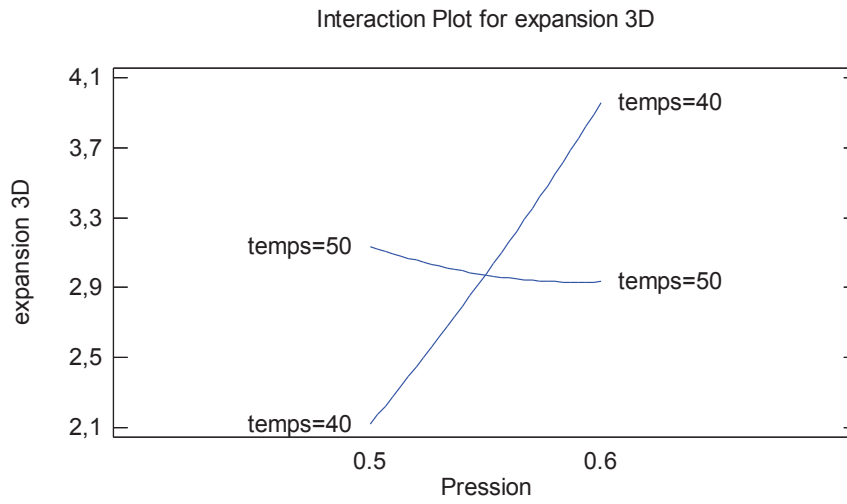
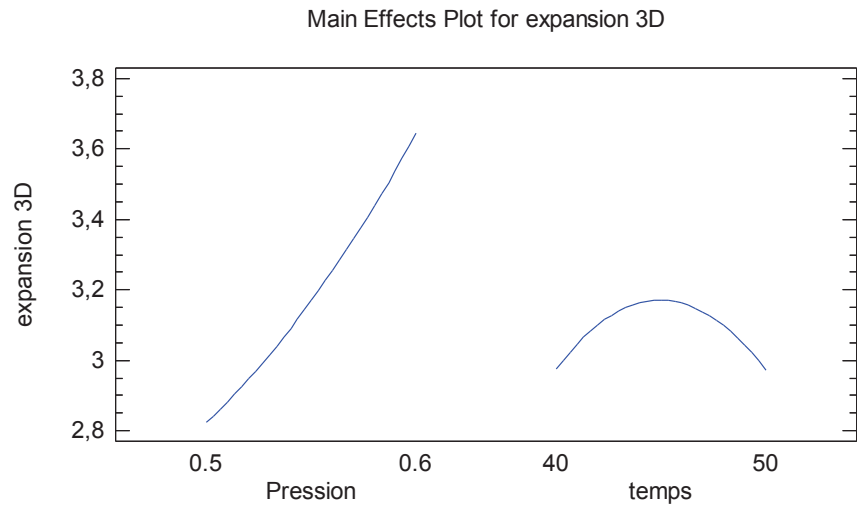


Figure III-17. Analyse statistique par Statgraphica du taux d'expansion 3D du tofu en fonction des paramètres opératoires de pression de vapeur d'eau et du temps de traitement thermique.

Le modèle empirique obtenu est le suivant :

$$\varepsilon_{3D} = -60,281 + 7,25976P + 1,83275t + 0,251844P^2 - 0,204661Pt - 0,00785956t^2$$

Le modèle empirique simplifié est limité aux paramètres dont l'effet semble significatif ; il s'agit ici de la pression P et de son interaction avec le temps t :

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\varepsilon_{3D} = -52,0771 + 10,03P + 1,12564t - 0,204661Pt$$

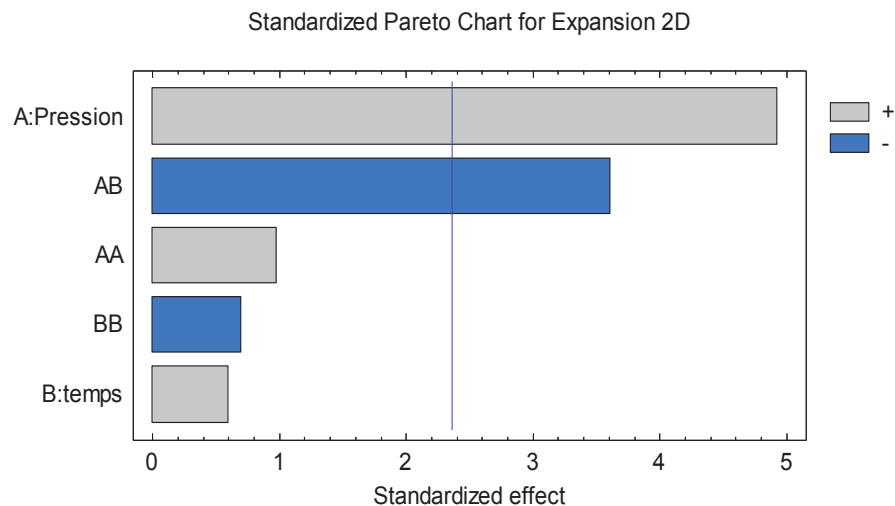
où P est en MPa et t est en s.

Malgré l'interaction entre pression et temps de traitement en ce qui concerne le taux d'expansion ε_{3D} , peu d'effet peut être dû au temps de traitement dans la limite du domaine étudié dans le plan d'expériences réalisé ici. L'effet des paramètres opératoires P et t sur le taux d'expansion ε_{3D} semble principalement lié au seul paramètre opératoire pression P selon une relation principalement linéaire, pour laquelle plus la pression est élevée, plus le taux d'expansion ε_{3D} est élevé, dans le domaine de 0,4 MPa à 0,5 MPa et un temps de traitement de 40 à 50 s.

L'optimum (maximum d'expansion) est obtenu pour une pression de 0,57 MPa et un temps de 49 s.

III.2.3.2. Taux d'expansion surfacique (ε_{2D})

L'évolution du taux d'expansion ε_{2D} ne semble pas trop différente de celle du taux d'expansion par ε_{3D} du fait de la grande corrélation entre ces deux paramètres de réponse (Figure III-18). L'effet sur le graphique de Pareto est ainsi globalement similaire avec la pression qui joue le rôle du principal paramètre opératoire du tofu. Plus la pression est élevée, plus le taux d'expansion ε_{2D} est élevé malgré un certain effet de la combinaison entre pression et temps.



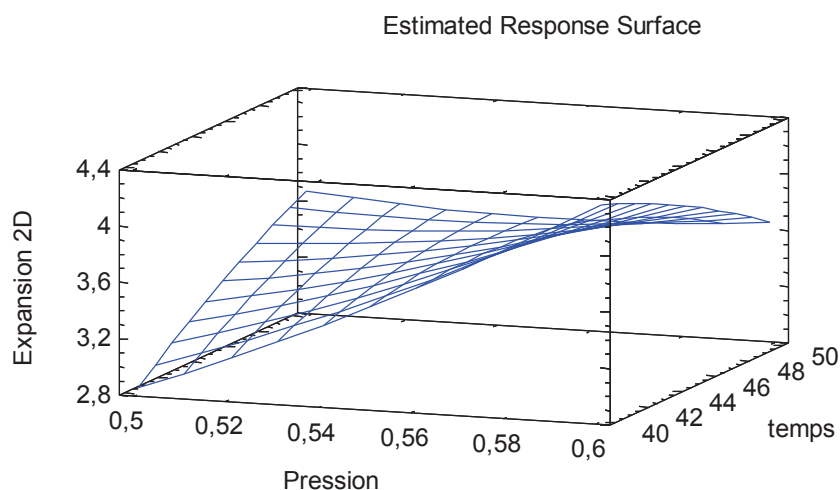
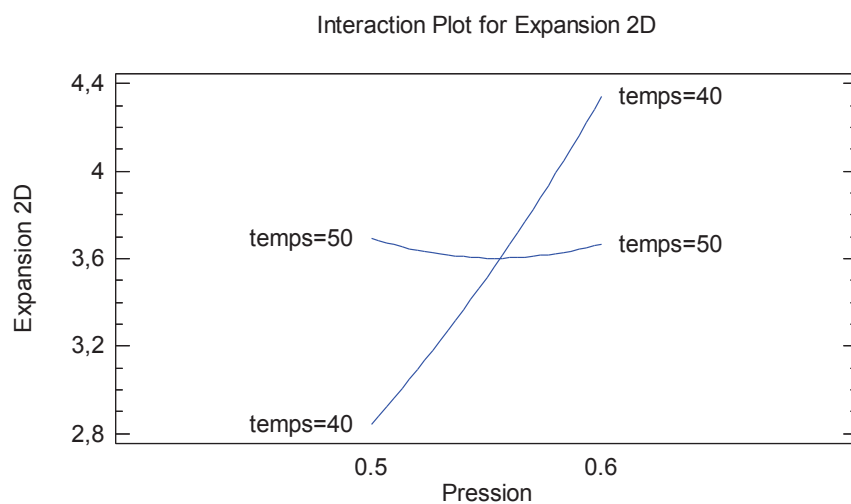
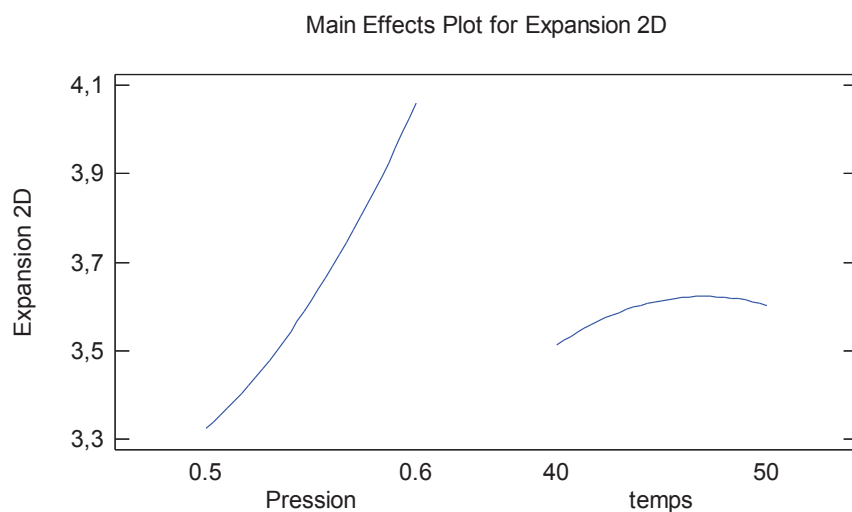


Figure III-19. Analyses statistiques par Statgraphics du taux d'expansion 2D du tofu en fonction des paramètres opératoires de pression de vapeur d'eau et du temps de traitement thermique.

$$\varepsilon_{2D} = -33,6087 + 4,14807P + 1,04844t + 0,313079P^2 - 0,15236Pt - 0,00223856t^2$$

En se limitant aux seuls paramètres à effet significatif, c'est-à-dire ici la pression P et son interaction avec le temps t, un modèle empirique simplifié peut être obtenu :

$$\varepsilon_{2D} = -38,1282 + 7,59194P + 0,83798t - 0,15236Pt$$

où P est en MPa et t est en s.

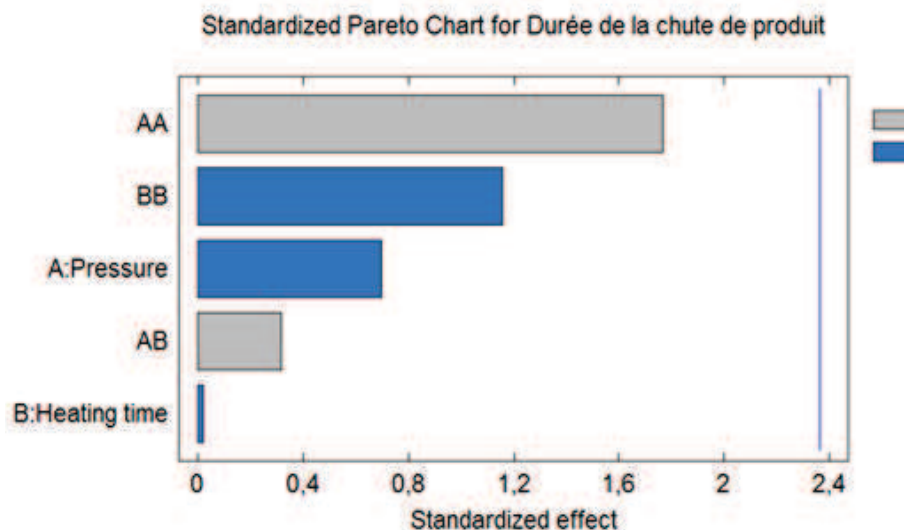
Selon de figure de Pareto, le taux d'expansion par ε_{2D} sera plus intéressant parce qu'avec calcul des images peut avoir le taux d'expansion directement sans contact par produit. Pour résultat sont pareil comme taux d'expansion ε_{3D} , la pression et corrélation entre pressions et la détente sont très influence pendant de traitement, mais la détente n'est pas des effets du tout pendant de traitement. La valeur moyenne des points centraux du plan d'expériences est $\varepsilon_{3D} = 3,20 \pm 0,27$ alors que $\varepsilon_{2D} = 3,73 \pm 0,36$.

III.2.3.3. Durées d'expansion du tofu

Le temps d'expansion est un temps pendant la chute de pression, ce temps nous l'avons calculé pour avoir le différend entre avant et après de traitement de l'expansion. Ce phénomène est très important pour avoir des changements sur les caractéristiques du produit avec une chute de température, la pression et un changement de l'état.

Tableau III-7. Durée de la chute de température et de pression lors de la détente (cas du Tofu)

Essais	$\tau_{T,pdt}$: Durée de chute de température du produit (s)	$\tau_{T,react}$: Durée de chute de température du réacteur (s)	$\tau_{P,react}$: Durée de chute de pression (s)
DIC-1	1,06	0,86	0,86
DIC-2	0,86	0,86	0,86
DIC-3	0,96	0,76	0,82
DIC-4	0,96	0,86	0,74
DIC-5	0,78	0,78	0,84
DIC-6	1,16	0,96	1,54
DIC-7	0,96	0,80	0,74
DIC-8	0,66	0,66	0,80
DIC-9	1,04	0,74	0,78
DIC-10	1,04	0,74	0,86
DIC-11	1,04	0,90	0,94
DIC-12	0,94	0,88	0,90
DIC-13	0,94	0,90	0,90



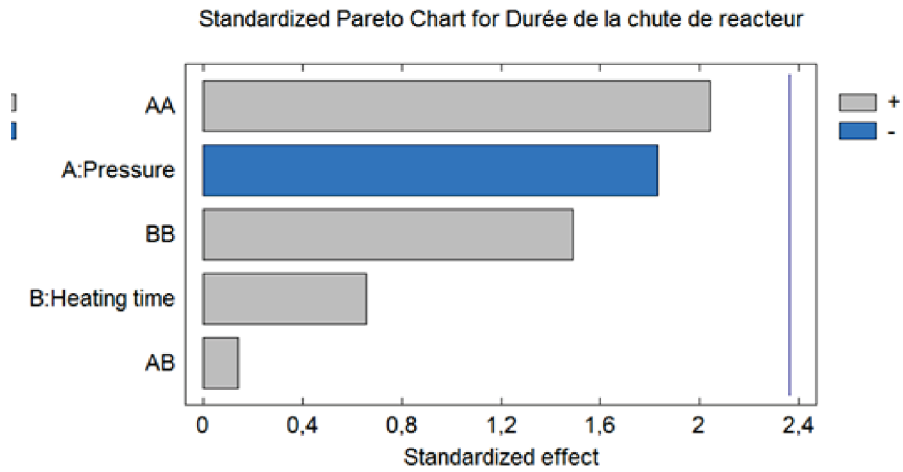
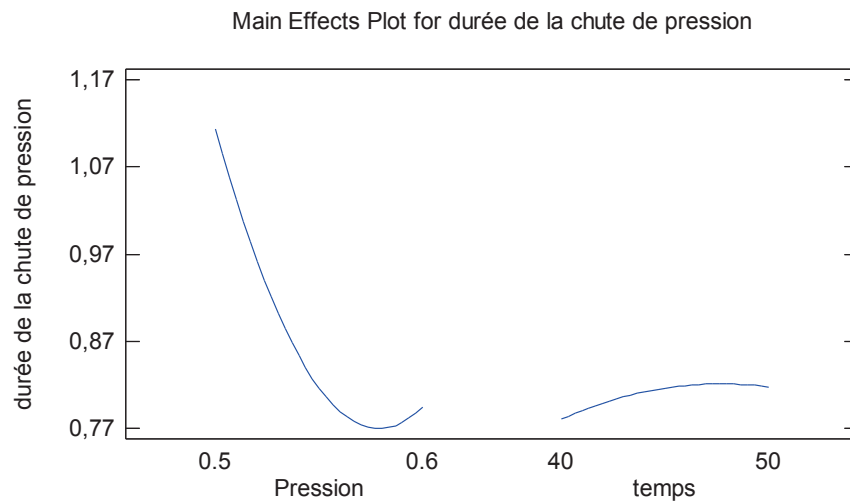
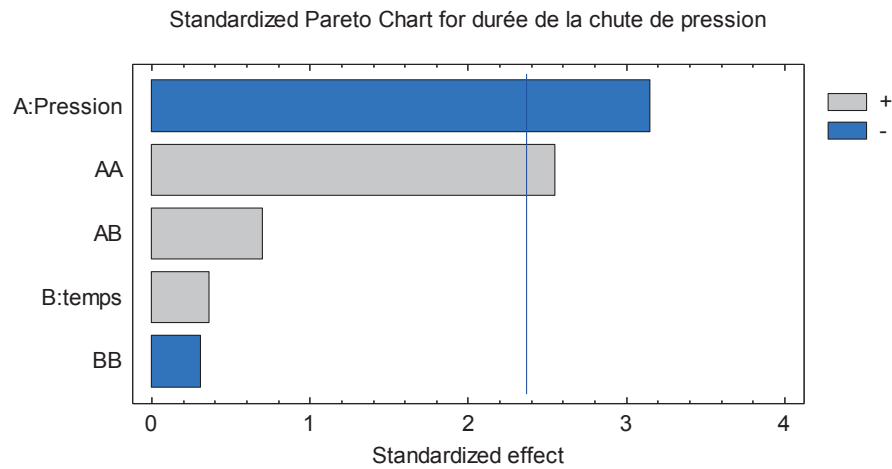


Figure III-20. Analyse de l'impact du paramètre opératoire DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la durée de la chute de température du produit et de réacteur ; caa du tofu.

Selon le tableau la durée de la chute minimum du temps de chute indiquera le temps global nécessaire pour assurer l'expansion du produit, et également pour le temps nécessaire à l'obtention de l'équilibre thermique et de pression du réacteur. Les durées mises en jeu apparaissent comme allant entre 660 et 1540 ms.



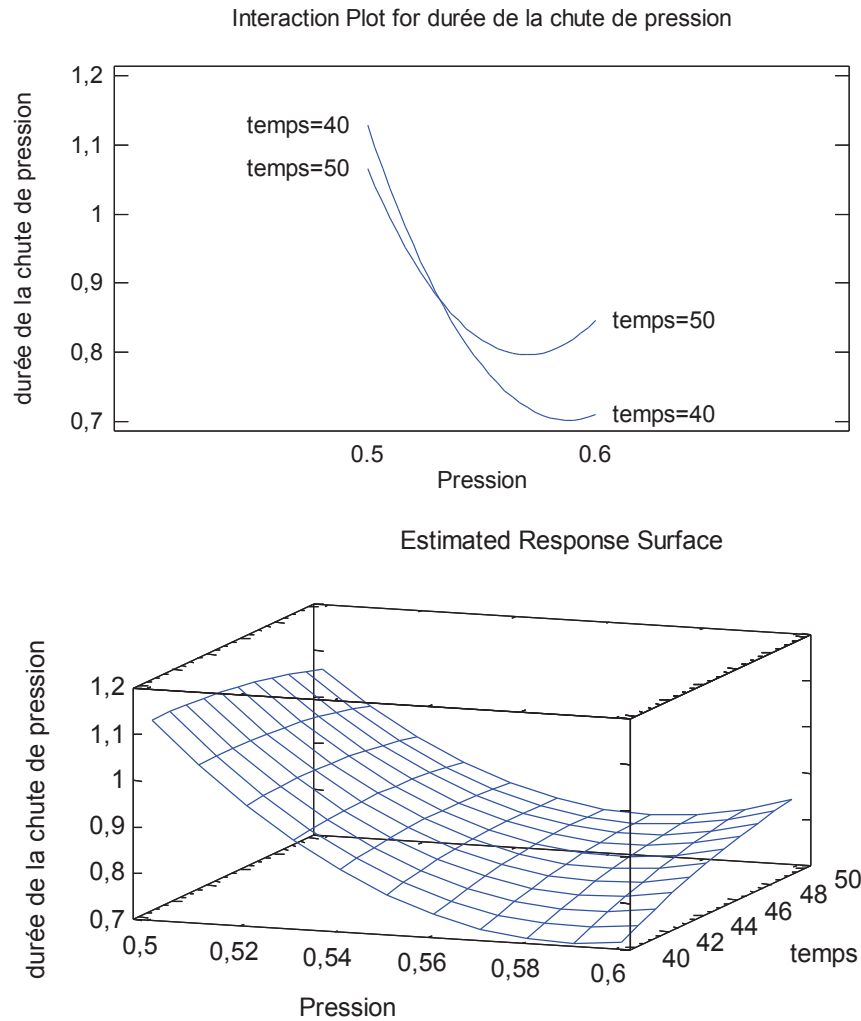


Figure III-21. Analyse de l'impact du paramètre opératoire DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la durée de la chute de température de la pression ; caa du tofu.

La durée de la chute de température produit et réacteur ne sont pas d'effet pendant de traitement. La dure de la chute de température de pression est très influence sur la pression. Le plus pression pendant de traitement peut avoir moins d'effet mais la corrélation entre pression-pression peut avoir le plus d'effet pendant de traitement. Le modèle empirique de la durée de chute de la pression $\tau_{P,react}$ est :

$$\tau_{P,react} = 22,7235 - 7,30167P - 0,045996t + 0,552998P^2 + 0,02Pt - 0,00066997t^2$$

Le modèle empirique de la durée de chute de la pression $\tau_{P,react}$ peut être simplifié :

$$\tau_{P,react} = 19,5497 - 6,4978P + 0,561737P^2$$

où P est en MPa et t est en s

La chute de température du produit est plus lente par comparaison avec le temps de chute dans le réacteur ; il s'agit donc d'une plus grande inertie thermique du produit malgré le maintien des parois à des températures élevées suite à la détente. La durée de chute de pression dépend nécessairement de la quantité de vapeur présente dans le réacteur mais surtout de la différence de pression entre le réacteur et le réservoir à vide ; plus la pression initiale est élevée, plus la détente est rapide.

L'observation fine de l'évolution du volume de l'échantillon montre une grande expansion, ayant principalement lieu au cours de la première étape de la détente (50ms).

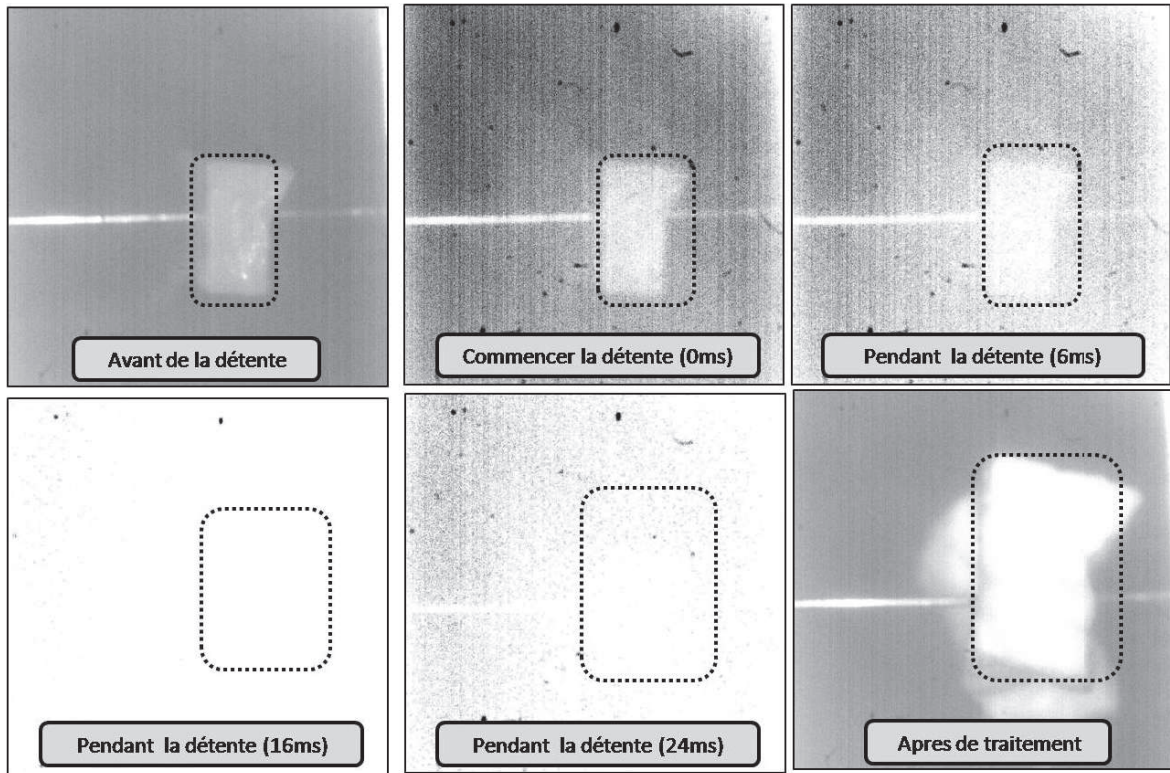


Figure III-22. Procéaava d'expansion du Tofu (DIC 11)

La Figure III-22 montre une expansion débutant dès les 6 ms et qui évolue d'une façon très rapide pour atteindre un niveau particulièrement élevé en 24 ms.

La Figure III-23 concerne l'évolution du volume de l'échantillon DIC 9. Là, également, l'expansion se produit en une durée particulièrement faible, mais ne semble débuter que vers 20 ms après la détente. Le niveau d'expansion, obtenu 30 ms après, est relativement nettement plus important.

L'image suivant (Figure III-24) montre le produit avant et après traitement. Le niveau d'expansion ainsi obtenu est d'un grand intérêt parce que le tofu expansé ainsi obtenu se distingue par une grande croustillance et des possibilités d'obtention de poudres à granules expansés.

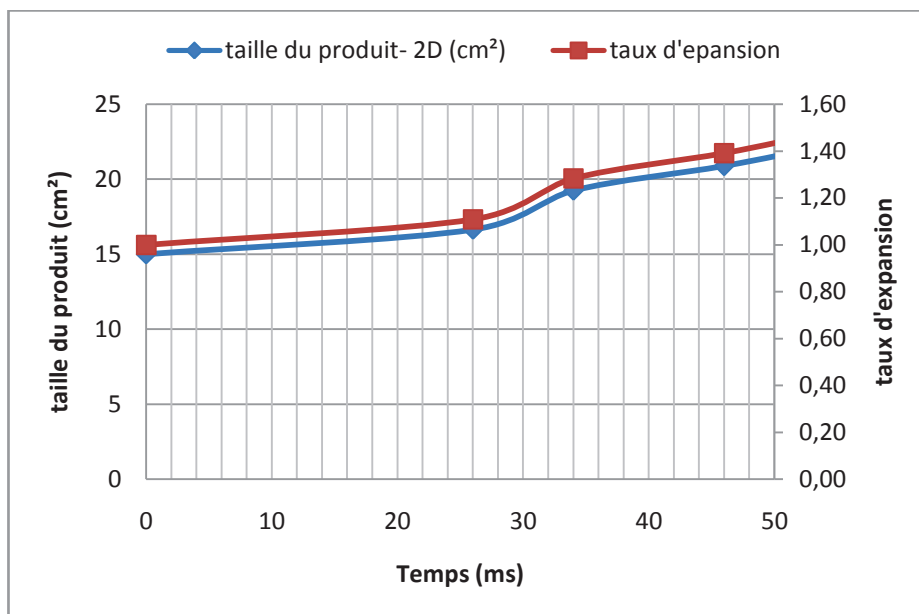


Figure III-23. Evolution du volume et du taux d'expansion d'un échantillon de tofu (DIC 9).

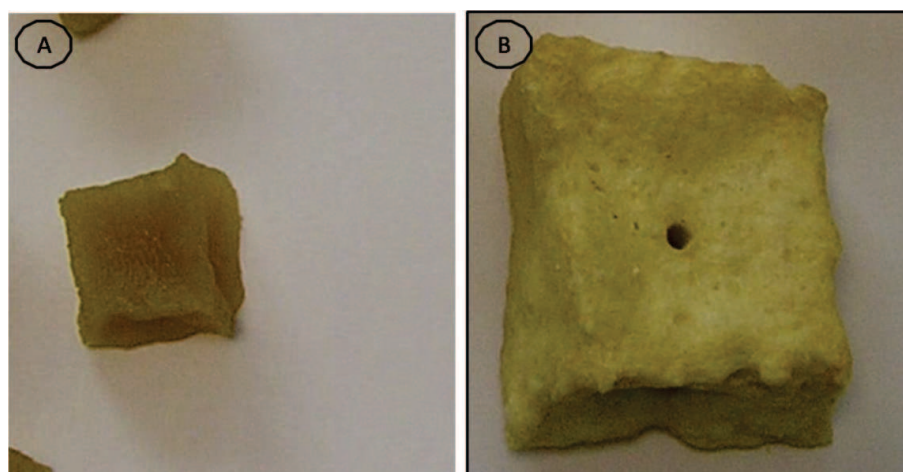


Figure III-24. (A). Tofu avant de Traitement et (B) après de Traitement

III.2.3.4. Analyse des caractéristiques micro-structurelles par MEB

Les analyses micro-structurelles du tofu à l'aide de la microscopie électronique à balayage MEB (Figure III-25), montrent une très grande différence entre un tofu témoin non traité et l'échantillon traité expansé et poreux. A la suite du processus de DIC, la composition du tofu ne change pas ; seule la structure subit une expansion. La différence se situe tout également au plan de la surface et du volume (intérieur) du tofu. Le traitement par DIC du produit se limite ici à l'expansion du produit dont les propriétés rhéologiques évoluent en fonction de la température (comportement viscoélastique), sans modification chimique notable (absence de lipide...).

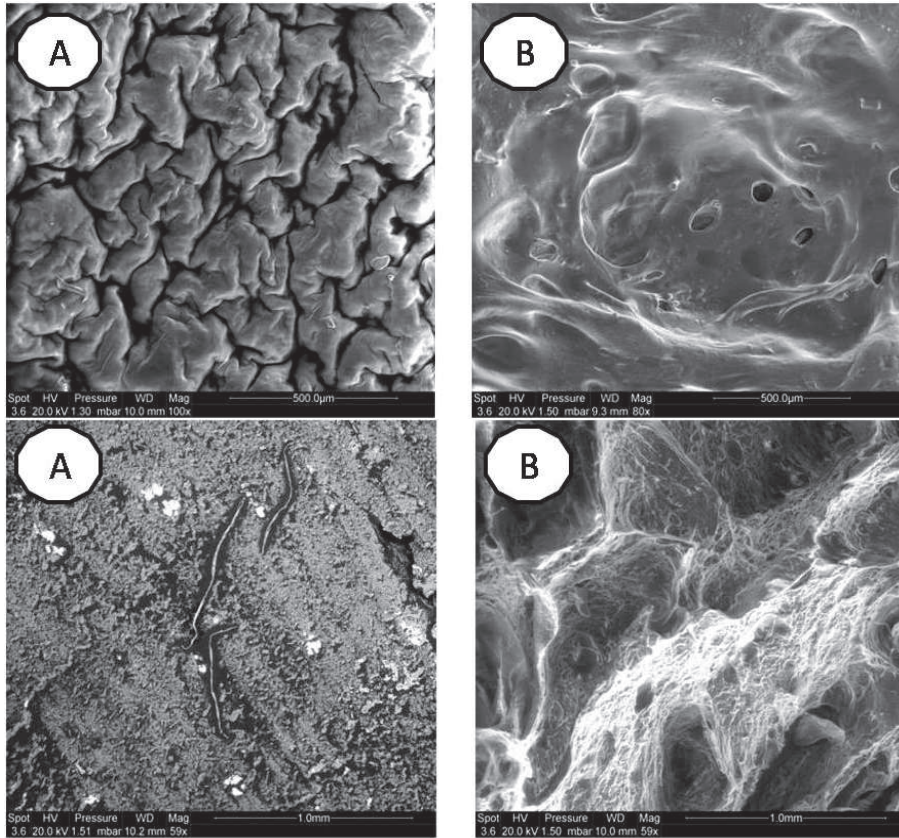


Figure III-25. Microattracture du tofu en état de surface et de volume pour le témoin (A : surface et coupe) et l'échantillon traité par DIC (B : surface et coupe).

La structure du matériau subit ainsi une nette expansion avec une énorme surface spécifique du produit.

III.2.3.5. Détermination de la température de transition vitreuse T_g et de la fusion du tofu par analyse DSC

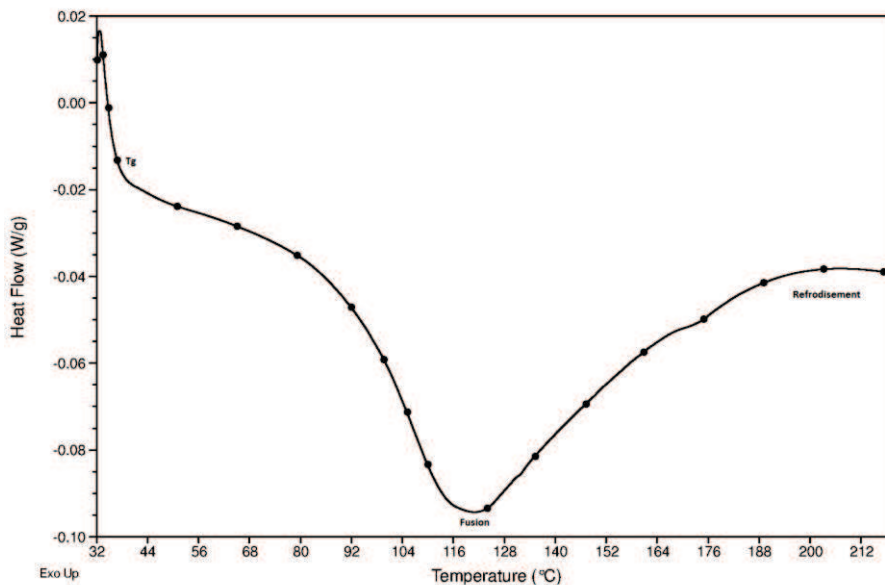


Figure III-26 Transition vitreuse de la matière non traitée de tofu.

Nous avons cherché à déterminer, à partir du diagramme DSC établi avec chacun des produits la transition vitreuse, comme préalablement indiqué ; c'est la température de passage de la matière entre l'état caoutchouteux et l'état vitreux, rigide. La fusion du tofu dépend également des traitements subis par la matière ; la Figure III-27 met en évidence ce phénomène tout particulièrement au plan de l'impact du traitement sur le niveau du flux de chaleur. Ainsi, le tofu non traité présente une absence de fusion avec un flux de chaleur plus petit que celui correspondant aux tofus ayant subi le *swell-drying*.

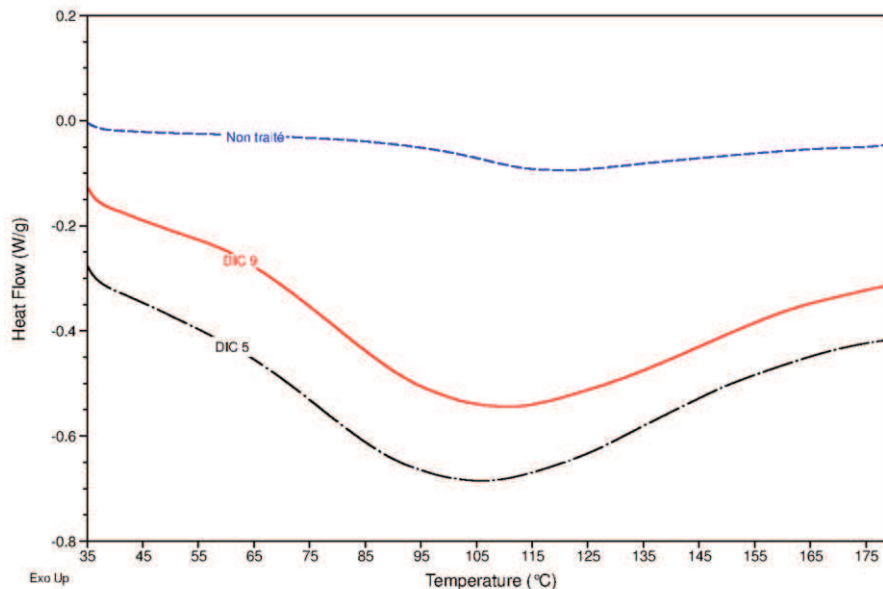


Figure III-27. Phénomène de Fusion du tofu sur DSC

Selon le Tableau III-8, la température de transition vitreuse se situe à 38,07 °C pour le tofu frais et à 32-37 °C pour les divers échantillons de tofu différemment traités par DIC.

Tableau III-8. Température de transition vitreuse, différence entre la température minimale et la température d'ébullition et flux de transfert de chaleur du tofu lors de la détente vers le vide du Tofu

Essai	Différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}} = (T_{\text{min}} - T_{\text{ébullition}})$	Température de transition vitreuse Tg (°C)	Taux d'échange de chaleur (kW/m ²)
DIC 1	-61,84	37,09	670,67
DIC 2	-40,00	33,95	813,95
DIC 3	-31,23	37,09	624,46
DIC 4	-13,93	34,40	650,23
DIC 5	-18,04	32,92	736,96
DIC 6	-55,15	35,44	499,95
DIC 7	-7,84	26,57	526,12
DIC 8	-32,32	35,44	967,30
DIC9	-16,88	36,87	441,25
DIC 10	-20,42	36,30	474,18
DIC 11	5,47	37,45	331,36
DIC 12	-32,03	35,16	575,93
DIC 13	-22,49	35,73	585,89
Non traité		38,07	

L'analyse statistique (Figure III-28) de la température de transition vitreuse Tg comme paramètre de réponse du plan d'expériences considéré montre que les paramètres opératoires DIC, dans les domaines de variation considérés, n'y ont aucun effet valable.

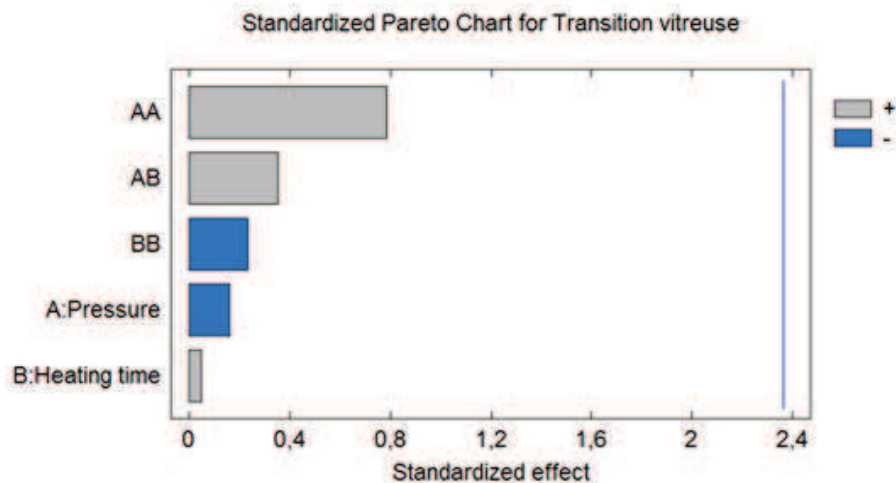


Figure III-28. Analyse de l'impact du paramètre opératoire DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la transition vitreuse du produit.

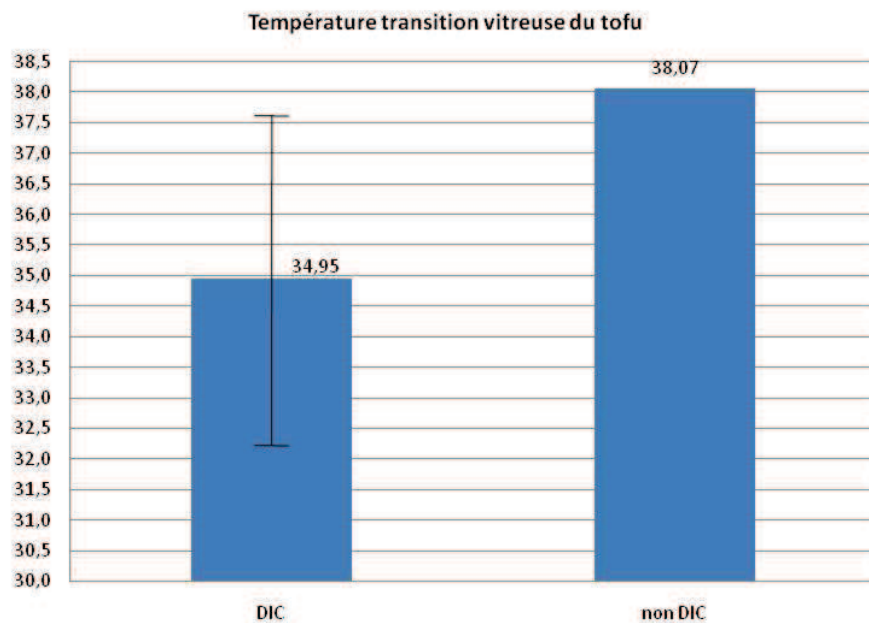


Figure III-29. Température transition vitreuse du tofu traité (valeur moyenne) et non traité par DIC.

Cependant, alors que la température de transition vitreuse du produit non traité est de 38,07°C, la valeur moyenne de la température de transition vitreuse des échantillons ayant déjà subi le traitement DIC est $T_g = 34,95 \pm 2,85^\circ\text{C}$. La température de transition vitreuse du tofu dépend donc du traitement *swell-drying* (couplant séchage et expansion par DIC). La baisse du niveau de la température de transition vitreuse serait probablement due à la structure amorphe capable d'être obtenue du fait du refroidissement instantané lors de la détente et l'autovaporisation par DIC.

III.2.3.6. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$

Dans le cas de l'expansion par détente instantanée contrôlée DIC, la chute de température lors de la détente proprement dite doit être analysée par comparaison avec le niveau de la température d'ébullition à la pression du vide considérée. Malgré une

activité de l'eau généralement inférieure à 1, la température d'ébullition pourrait être considérée comme le niveau d'équilibre « final » que devrait atteindre le produit. Une valeur négative de la différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ devrait traduire le passage du produit d'une température initiale élevée vers un niveau inférieur à la température d'ébullition avant de la retrouver ultérieurement comme état d'équilibre du système.

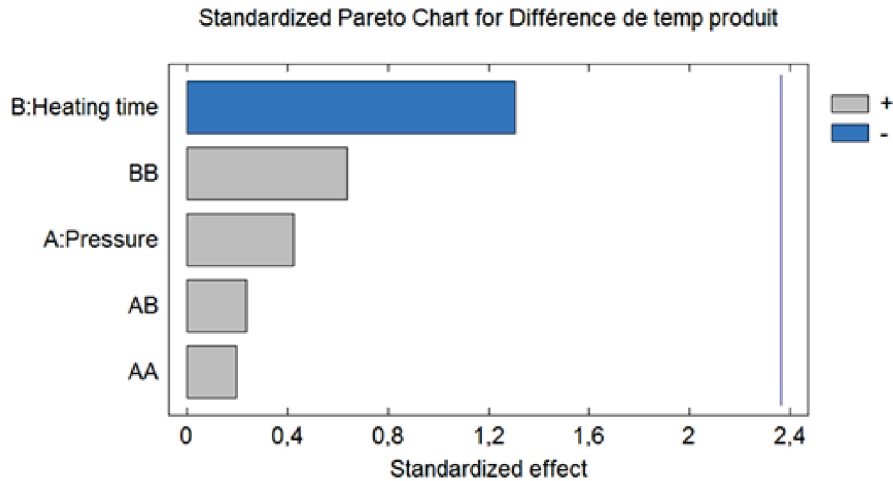


Figure III-30. Analyse de l'impact du paramètre opératoire DIC sur la différence $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ de température minimale du tofu et de température d'ébullition à la pression considérée.

Selon le Tableau III-8, la différence de température minimale du tofu et de température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ se situe à $-27 \pm 18^\circ\text{C}$ pour les divers échantillons de tofu différemment traités par DIC avec un minimum de $-61,84^\circ\text{C}$.

L'analyse statistique (Figure III-30) montre que les paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique dans les domaines de variation considérés) n'ont aucun effet significatif sur la différence de température minimale du tofu et de température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ considérée comme paramètre de réponse du plan d'expériences considéré.

III.2.3.7. Détermination du taux d'échange de chaleur

Le taux d'échange de chaleur A_Q du tofu semble indépendant des paramètres opératoires alors qu'il varie de 331 kW/m^2 à un point optimal de 967 kW/m^2 ; ce dernier est obtenu avec une pression de vapeur d'eau saturée de $0,6 \text{ MPa}$ (soit une température de 165°C) et un temps de traitement thermique de 52 s .

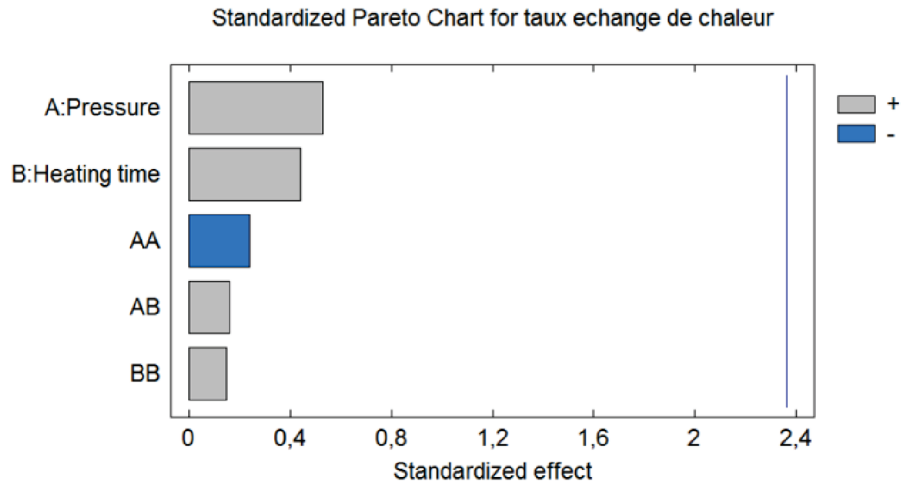


Figure III-31. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'échange de chaleur ; caa du tofu.

La valeur moyenne et l'écart-type du taux d'échange de chaleur A_Q pour tous les points DIC permettent de postuler, dans le cas du tofu, $A_Q = 607 \pm 167 \text{ kW m}^{-2}$. D'autre part, A_Q évolue de toute évidence avec la durée de chute de température du produit ; plus la durée de chute de température du produit est faible et plus le taux d'échange de chaleur est important (Figure III-32).

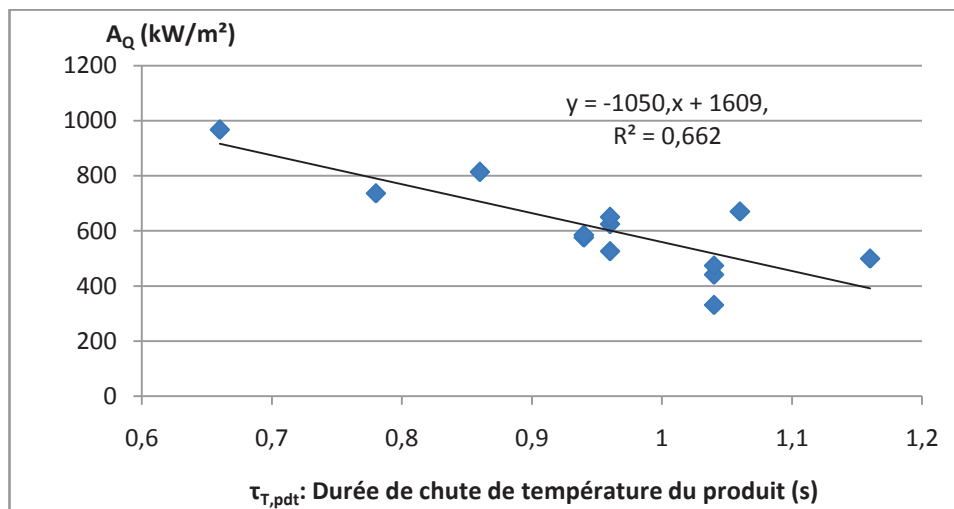


Figure III-32. Analyse de l'évolution du taux d'échange de chaleur en fonction du temps de chute de température du produit ; caa du tofu.

III.2.4. CALCULS ET CORRELATIONS

Le Tableau III-9 dresse les données issues des calculs de la surface d'échange (initiale et finale), de la chaleur latente de vaporisation, de la masse (initiale et finale), des taux d'expansion, de la température (max, min, et finale), des différences de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ entre T_{min} du produit et $T_{\text{ébullition}}$ dépendant de la pression de l'ambiance, et ensuite des durées de chute des températures du produit et du réacteur et de chute de pression.

Le Tableau III-10 dresse l'ensemble des corrélations linéaires entre les divers paramètres de traitement et de réponse.

La corrélation entre la différence maximale de pression ΔP et la température finale T_f du réacteur ou du produit et de la température minimale T_{\min} du produit. Comme fondée sur le calcul, ΔP dépend également de la chaleur Q utilisée dans l'autovaporisation et la masse de vapeur ainsi générée.

La corrélation est identifiée entre la durée de chute de pression et la surface d'échange initiale. Plus la surface d'échange initiale est grande, plus la chute de pression est rapide, probablement en raison de la durée de génération de vapeur. Le taux d'expansion est d'autant plus important que la surface d'échange finale est plus grande.

Tout naturellement, la masse de vapeur générée est bien corrélée avec la masse initiale et le niveau de la pression initiale traduisant la température initiale, ainsi que l'énergie-chaleur échangée en tant que quantité et débit.

La température finale du produit est corrélée avec la température finale de réacteur. La température dans le produit est plus faible que la température dans l'autoclave. Il serait donc évident que le refroidissement du produit n'est nullement dû à des phénomènes de transfert de chaleur avec le milieu extérieur. De même, la température dans l'autoclave a une plus courte durée de chute. La durée de chute de température de produit est bien corrélée avec le taux d'échange de chaleur. La durée de chute de pression est corrélée avec les pressions initiale et finale.

Tableau III-9. Calcul et pr eentation dea donn ee dea param tre dea traitement

Param�tre tofu	DIC-1	DIC-2	DIC-3	DIC-4	DIC-5	DIC-6	DIC-7	DIC-8	DIC-9	DIC-10	DIC-11	DIC-12	DIC-13
Pression de vapeur d'eau satur�e (MPa)	0,55	0,55	0,55	0,60	0,55	0,479	0,55	0,55	0,62	0,55	0,50	0,60	0,50
Temps de traitement thermique t (s)	45,00	52,07	45,00	40,00	37,92	45,00	45,00	45,00	45,00	45,00	40,00	50,00	50,00
Surface d'�change initial (10^{-3} m^2)	1,02	1,07	1,09	1,07	1,10	0,999	1,14	0,909	1,16	1,00	0,962	1,07	0,923
Surface d'�change final (10^{-3} m^2)	2,51	2,37	2,18	2,11	1,99	2,23	2,15	1,98	3,02	1,98	1,82	2,06	1,87
Chaleur latente de vaporisation-L (10^3 kJ/kg)	2,10	2,10	2,10	2,09	2,10	2,11	2,10	2,10	2,09	2,10	2,11	2,09	2,11
Masse initiale (g)	1,94	2,17	1,98	2,17	2,08	1,81	1,89	1,81	1,76	1,76	1,75	1,85	1,68
Masse finale (g)	1,38	1,60	1,46	1,63	1,59	1,37	1,42	1,36	1,35	1,33	1,33	1,38	1,21
Mv (10^{-1} g)	3,23	3,16	3,13	3,36	3,06	2,67	2,70	2,72	2,82	2,54	2,38	2,82	2,61
ΔP (10^7 Pa)	1,83	1,97	1,83	2,23	1,81	1,62	1,62	1,46	1,77	1,48	1,21	1,77	1,50
Cp (kJ/kg K)	2,52												
Q (kJ)	0,72	0,74	0,65	0,66	0,63	0,57	0,57	0,58	0,53	0,49	0,33	0,57	0,50
Q' (kW)	0,68	0,87	0,68	0,69	0,81	0,49	0,60	0,87	0,51	0,47	0,31	0,61	0,54
Taux d'�change de chaleur (kW/m^2)	670,66	813,94	624,46	650,22	736,95	499,95	526,11	967,30	441,25	474,18	331,36	575,93	585,88
Taux d'expansion en 3D	3,15	3,15	3,35	3,62	2,78	2,53	3,20	3,09	4,44	3,03	2,31	2,34	3,07
Taux d'expansion en 2D	3,47	3,45	3,83	4,12	3,54	3,04	3,73	3,50	4,48	3,51	2,90	3,60	3,91
Transition vitreuse (Tg)	37,09	33,95	37,09	34,4	32,92	35,44	26,57	35,44	36,87	36,3	37,45	35,16	35,73
T _{max} produit (�C)	173	166	171	164	158	163	158	168	169	162	155	165	170
T _{min} produit (�C)	25	30	40	42	38	36	37	41	49	51	80	41	50
T _{final} produit (�C)	52	61	57	53	52	56	55	59	53	58	85	55	56

T _{max} réacteur (°C)	173	177	172	181	180	174	173	168	184	175	176	181	174
T _{Min} réacteur (°C)	35	36	34	34	36	39	37	42	41	43	40	44	38
T _{Final} réacteur (°C)	50	42	45	38	52	43	43	52	48	48	66	45	50
P _{Max} (kPa)	474,11	491,13	455,51	496,12	473,93	397,81	479,76	443,77	535,58	452,28	437,33	514,78	412,40
P _{Min} (kPa)	16,44	3,61	6,23	1,97	6,29	15,77	8,84	11,82	1,06	12,00	11,27	13,34	7,81
P _{Final} (kPa)	54,19	22,03	24,83	9,39	8,90	66,96	3,91	26,84	17,35	24,46	29,08	26,47	25,80
Température d'ébullition à la pression finale	86,94	69,55	71,64	56,29	55,55	91,63	45,31	73,04	65,55	71,38	74,51	72,79	72,33
Différence de température (T _{min} -T _{ébullition}) du produit °C	-61,84	-40,00	-31,23	-13,93	-18,04	-55,15	-7,84	-32,32	-16,88	-20,42	5,47	-32,03	-22,49
Différence de température (T _{min} -T _{ébullition}) du réacteur°C	-34,90	-8,77	-14,89	-3,34	-3,97	-35,65	9,67	-14,33	-12,17	-13,80	10,53	-17,81	-15,83
Durée de la chute de température du produit (s)	1,060	0,860	0,960	0,960	0,780	1,160	0,960	0,660	1,040	1,040	1,040	0,940	0,940
Durée de la chute de température du réacteur (s)	0,860	0,860	0,760	0,860	0,780	0,960	0,800	0,660	0,740	0,740	0,900	0,880	0,900
Durée de la chute de pression (s)	0,860	0,860	0,820	0,740	0,840	1,540	0,740	0,800	0,780	0,860	0,940	0,900	0,900

Enregistrement par :

Photron

Labview

Nom de fichier

6400 x 3 réplifications x 13 points = 249 600 points et l'image

10000 x 3 réplifications x 13 points = 390 000 points

lomega DD/2.tofu

Tableau III-10. Corrélation du Tofu

Coef corrélation du Tofu	Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	Temps de traitement thermique t (s)	Surface d'échange initial (m²)	Surface d'échange final (m²)	Chaleur latente de vaporisation-L (kJ/kg)	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Mv (g)	ΔP (Pa)	Q (kJ)	Q (kW)	Taux d'échange de chaleur (kW/m²)	Taux d'expansion en 3D	Taux d'expansion en 2D	Transition vitreuse (Tg)	Tmax produit (°C)	Tmin produit (°C)	Tfinal produit (°C)	Tmax réacteur (°C)	Tmin réacteur (°C)	Tfinal réacteur (°C)	PMax (kPa)	PMin (kPa)	Pfinal (kPa)	Température d'ébullition	Différence de température (Tmin -Tebullition) produit	Différence de température (Tmin -Tebullition) réacteur	Durée de la chute de température du produit (s)	Durée de la chute de température du réacteur (s)	Durée de la chute de pression (s)
1	0,00	0,63	0,51	-0,99	0,33	0,37	0,50	0,58	0,33	0,30	0,14	0,59	0,72	-0,06	0,22	-0,23	-0,44	0,59	0,09	0,09	-0,37	0,93	-0,50	-0,52	0,14	0,13	-0,20	-0,45	-0,64	
0,00	1	-0,11	0,17	0,00	-0,17	-0,29	0,13	0,13	0,24	0,14	0,18	0,00	0,09	0,02	0,51	-0,33	-0,16	-0,15	0,23	-0,34	0,05	0,08	0,19	0,28	-0,43	-0,35	-0,01	0,16	0,07	
0,63	0,17	1	0,58	-0,63	0,455	0,51	0,44	0,55	0,35	0,11	-0,18	0,48	0,51	-0,42	-0,09	-0,30	-0,40	0,57	-0,29	-0,46	0,74	-0,53	-0,46	0,16	0,25	0,14	-0,14	-0,30		
0,51	0,17	0,58	1	-0,47	0,10	0,09	0,40	0,43	0,37	0,07	-0,07	0,72	0,51	0,12	0,46	-0,38	-0,39	0,37	-0,14	-0,30	0,58	-0,31	0,11	0,08	-0,32	-0,31	0,30	-0,15	-0,06	
-0,99	0,00	-0,63	-0,47	1	-0,41	-0,44	-0,57	-0,65	-0,40	-0,35	-0,19	-0,52	-0,66	0,10	-0,21	0,32	0,50	-0,57	-0,07	0,47	-0,90	0,43	0,47	0,42	-0,05	-0,07	0,19	0,41	0,56	
0,33	-0,17	0,45	0,10	-0,41	1	0,97	0,72	0,74	0,77	0,67	0,49	0,14	0,11	-0,28	-0,01	-0,52	-0,29	0,23	-0,65	-0,51	0,40	-0,43	-0,31	-0,36	-0,14	-0,14	-0,29	0,02	-0,26	
0,37	-0,29	0,51	0,09	-0,44	0,97	1	0,63	0,68	0,66	0,62	0,43	0,15	0,11	-0,32	-0,16	-0,42	-0,24	0,32	-0,55	-0,47	0,42	-0,50	-0,38	-0,44	-0,01	0,24	-0,31	-0,05	-0,23	
0,50	0,13	0,44	0,40	-0,57	0,72	0,63	1	0,96	0,94	0,73	0,59	0,46	0,50	-0,14	0,55	-0,85	-0,81	0,14	-0,55	-0,75	0,43	-0,33	-0,11	-0,16	-0,51	-0,36	-0,22	-0,11	-0,25	
0,58	0,13	0,55	0,43	-0,65	0,74	0,68	0,96	1	0,87	0,61	0,44	0,48	0,56	-0,19	0,43	-0,77	-0,79	0,35	-0,50	-0,84	0,52	-0,44	-0,19	-0,25	-0,39	-0,27	-0,11	-0,04	-0,21	
0,33	0,24	0,35	0,37	-0,40	0,77	0,66	0,94	1	0,80	0,67	0,28	0,25	0,25	-0,19	0,51	-0,92	-0,68	-0,02	-0,57	-0,69	0,33	-0,18	0,03	-0,04	-0,64	-0,39	-0,24	-0,05	-0,14	
0,30	0,14	0,11	0,07	-0,35	0,67	0,62	0,73	0,61	0,80	1	0,95	0,17	0,17	-0,25	0,33	-0,72	-0,49	-0,18	-0,32	-0,41	0,25	-0,24	-0,23	-0,22	-0,37	-0,11	-0,77	-0,39	-0,33	
0,14	0,18	-0,18	-0,07	-0,19	0,49	0,43	0,59	0,44	0,67	0,95	1	0,07	0,05	-0,13	0,38	-0,62	-0,39	-0,35	-0,19	-0,27	0,05	-0,09	-0,10	-0,06	-0,41	-0,19	-0,81	-0,39	-0,25	
0,59	0,00	0,48	0,72	-0,52	0,14	0,15	0,46	0,48	0,28	0,17	0,07	1	0,86	0,01	0,48	-0,20	-0,44	0,25	-0,29	-0,36	0,51	-0,69	-0,36	0,34	0,08	0,03	0,00	-0,48	-0,48	
0,72	0,09	0,51	0,51	-0,66	0,11	0,11	0,50	0,56	0,25	0,17	0,05	0,86	1	-0,08	0,45	-0,19	-0,58	0,42	-0,18	-0,45	0,60	-0,70	-0,54	-0,49	0,19	0,07	-0,10	-0,39	-0,57	
-0,06	0,02	-0,42	0,12	0,10	-0,28	-0,32	-0,14	-0,19	-0,19	-0,25	-0,13	0,01	-0,08	1	0,44	0,31	0,27	0,06	0,16	0,40	-0,16	0,15	0,50	0,72	-0,25	-0,48	0,24	0,05	0,20	
0,22	0,51	-0,09	0,46	-0,21	-0,01	-0,16	0,55	0,43	0,51	0,33	0,38	0,48	0,45	0,44	1	-0,49	-0,47	-0,20	-0,22	-0,30	0,09	-0,05	0,31	0,41	-0,63	-0,66	-0,02	-0,15	-0,11	
-0,23	-0,33	-0,30	-0,38	0,32	-0,52	-0,42	-0,85	-0,77	-0,92	-0,72	-0,62	-0,20	-0,19	0,31	-0,49	1	0,80	0,14	0,36	0,70	-0,22	-0,05	-0,16	-0,03	0,74	0,53	0,19	0,07	-0,02	
-0,44	-0,16	-0,40	-0,39	0,50	-0,29	-0,24	-0,81	-0,79	-0,68	-0,49	-0,39	-0,44	-0,58	0,27	-0,47	0,80	1	-0,12	0,21	0,73	-0,31	0,14	0,07	0,17	0,47	0,47	0,11	0,22	0,10	
0,59	-0,15	0,57	0,37	-0,57	0,23	0,32	0,14	0,35	-0,02	-0,18	-0,35	0,25	0,42	0,06	-0,20	0,14	-0,12	1	0,06	-0,16	0,67	-0,50	-0,32	-0,29	0,18	0,22	0,22	-0,12		
0,09	0,23	-0,29	-0,14	-0,07	-0,65	-0,55	-0,55	-0,50	-0,57	-0,32	-0,19	-0,29	-0,18	0,16	-0,22	0,36	0,21	0,06	1	0,30	0,02	0,38	0,08	0,19	0,13	-0,04	-0,05	-0,20	0,13	
-0,37	-0,34	-0,46	-0,30	0,47	-0,51	-0,47	0,75	-0,84	-0,69	-0,41	-0,27	-0,36	-0,45	0,40	-0,30	0,70	0,73	-0,16	0,30	1	-0,29	0,30	0,12	0,23	0,35	0,25	-0,05	-0,06	-0,02	
0,93	0,05	0,74	0,58	-0,90	0,40	0,42	0,43	0,52	0,33	0,25	0,05	0,51	0,60	-0,16	0,09	-0,22	-0,31	0,67	0,02	-0,29	1	-0,51	-0,52	-0,48	0,16	0,23	-0,13	-0,29	-0,61	
-0,50	0,08	-0,53	-0,31	0,43	-0,43	-0,50	-0,33	-0,44	-0,18	-0,24	-0,09	-0,69	-0,70	0,15	-0,05	-0,05	0,14	-0,50	0,38	0,30	0,30	1	0,72	0,64	-0,47	-0,49	0,26	0,26	0,52	
-0,52	0,19	-0,46	0,11	0,47	-0,31	-0,38	-0,11	-0,19	0,03	-0,23	-0,10	-0,36	-0,54	0,50	0,31	-0,16	0,07	-0,32	0,08	0,12	-0,52	0,72	1	0,95	-0,75	-0,80	0,50	0,47	0,79	
-0,45	0,28	-0,56	0,08	0,42	-0,36	-0,44	-0,16	-0,25	-0,04	-0,22	-0,06	-0,34	-0,49	0,72	0,41	-0,03	0,17	-0,29	0,19	0,23	-0,48	0,64	0,95	1	-0,69	-0,79	0,40	0,37	0,67	
0,14	-0,43	0,16	-0,32	-0,05	-0,14	-0,01	-0,51	-0,39	-0,64	-0,37	-0,41	0,08	0,19	-0,25	-0,63	0,74	0,47	0,29	0,13	0,35	0,16	-0,47	-0,75	-0,69	1	0,91	-0,13	-0,20	-0,47	
0,13	-0,35	0,25	-0,31	-0,07	0,14	0,24	-0,36	-0,27	-0,39	-0,11	-0,19	0,03	0,07	-0,48	-0,66	0,53	0,47	0,18	-0,04	0,25	0,23	0,23	-0,49	-0,80	-0,79	0,91	1	-0,29	-0,19	-0,54
-0,20	-0,01	0,14	0,30	0,19	-0,29	-0,31	-0,22	-0,11	-0,24	-0,77	-0,81	0,00	-0,10	0,24	-0,02	0,19	0,11	0,22	-0,05	-0,05	-0,13	0,26	0,50	0,40	-0,13	-0,29	1	0,57	0,50	
-0,45	0,16	-0,14	-0,15	0,41	0,02	-0,05	-0,15	-0,04	-0,05	-0,39	-0,39	-0,48	-0,39	0,05	-0,15	0,07	0,22	0,22	-0,20	-0,06	-0,29	0,26	0,47	0,37	-0,20	-0,19	0,57	1	0,60	
-0,64	0,07	-0,30	-0,06	0,56	-0,26	-0,23	-0,25	-0,21	-0,14	-0,33	-0,25	-0,48	-0,57	0,20	-0,11	-0,02	0,10	-0,12	0,13	-0,02	-0,61	0,52	0,79	0,67	-0,47	-0,54	0,50	0,60	1	

III.2.5. CONCLUSION

Dans le cas du tofu, la différence de texture générée par DIC n'est due à aucune modification de la composition du produit. En effet, le tofu est à base de protéine de soja sans réelle présence de concentrés en matière grasse. L'expansion par DIC du tofu a été étudiée dans un domaine de pression établi à partir des essais et études préliminaires (0,5- 0,6 MPa).

Les taux d'expansion ε_{2D} et ε_{3D} de tofu ne dépend que très légèrement du temps du traitement thermique à travers l'interaction entre la pression et le temps. Plus la pression et le temps de traitement sont élevés, plus le taux d'expansion est élevé, dans le domaine de 0,4 à 0,5 MPa et de 40 à 50 s. La valeur moyenne des 5 points centraux du plan d'expérience est $\varepsilon_{3D} = 3,20 \pm 0,27$ alors que $\varepsilon_{2D} = 3,73 \pm 0,36$.

La durée de chute de température du produit et du réacteur et la durée de chute de pression se situent entre 660 et 1540 ms. La durée de chute de température du produit et la durée de chute de température du réacteur ne sont pas affectées par les paramètres du traitement. La chute de température du produit est plus lente par comparaison avec celle du réacteur. La durée de la chute de pression dépend nécessairement de la différence de pression entre le réacteur et le réservoir à vide.

Le changement d'expansion du tofu a été principalement réalisé au cours de 30 ms après de la détente. La composition (taux de lipide) du tofu ne changent pas pendant de traitement; seules les caractéristiques micro-structurelles évoluent au cours de l'expansion dépendant des propriétés rhéologiques qui évoluent en fonction de la température (comportement viscoélastique), sans modification chimique notable (absence de lipide..).

La détermination de la température de transition vitreuse est réalisée à partir des diagrammes DSC. La fusion du tofu dépend également du traitement subi par la matière. La valeur moyenne de la température de transition vitreuse des échantillons ayant déjà subi le traitement DIC est $T_g = 34,95 \pm 2,85^\circ\text{C}$, alors qu'elle est $T_g = 38,07^\circ\text{C}$ pour la matière n'ayant subi qu'un simple séchage.

La différence entre la température minimale du tofu et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ se situe à $-27 \pm 18^\circ\text{C}$ pour les divers échantillons de tofu différemment traités par DIC avec un minimum de $-61,84^\circ\text{C}$.

Le taux d'échange de chaleur lors de la détente atteint des valeurs particulièrement élevées (de 300 à 1000 kW/m²). La différence de température du produit et de réacteur n'a pas de corrélation valable avec les conditions opératoires considérées.

CHAPITRE III.3.

EXPANSION DE LA POMME PAR DIC

III.3.1. INTRODUCTION

L'expansion a joué un rôle fondamental dans l'amélioration de la qualité finale des produits alimentaires séchés. Son objectif est de fournir de meilleures caractéristiques fonctionnelles (durée de déshydratation et de réhydratation, poudre à granules expansés) et organoleptiques (texture, couleur) des produits séchés à l'air. Le principe du processus d'expansion par vapeur d'eau est basé sur une autovaporisation de l'humidité contenue dans le produit, générant ainsi une libération brusque des contraintes mécaniques du fait de la différence de pression interne et externe. Ainsi, un produit ayant un comportement viscoélastique à haute température, se dilate sous l'effet des contraintes de la vapeur générée à la suite décompression, créant ainsi une structure poreuse dans le produit.

La première idée de l'expansion par autovaporisation de la pomme suit un cycle de traitement classique, par une mise sous pression de la vapeur à une température assez élevée suivie d'une décompression instantanée vers le vide. Avec un tel cycle, le traitement des aliments sensibles à la chaleur est très délicat. Ainsi, le niveau de haute température et la durée ont été limités.

En effet, les recherches effectuées sur l'expansion des denrées alimentaires par décompression vers la pression atmosphérique remontent à 1950. Mais seules des produits peu sensibles à la chaleur ont pu être traités (ex. cubes de pommes de terre à 163 °C pendant quelques minutes : Harrington et Griffiths, 1950). Depuis lors, l'amélioration de la qualité des produits expansés est produite.

L'expansion des produits alimentaires thermiquement sensibles par vapeur a déjà été développée à travers la Détente Instantanée Contrôlée DIC par Allaf et collaborateurs (Amor, Lamy, Andre, & Allaf, 2008; Louka & Allaf, 2004; Louka, Juhel, & Allaf, 2004; Mounir, Halle, & Allaf, 2011), avec développement de méthodes générant une haute qualité du fait de la bonne maîtrise du processus d'expansion proprement dit.

L'objectif de ce chapitre est d'abord de présenter de nouvelles données expérimentales sur l'effet d'expansion de la pomme traité par DIC. Une mesure de l'expansion par caméra rapide est effectuée. Cette mesure est ensuite enregistrée par les logiciels Photron et labVIEW. Ensuite, interviennent le calcul des taux d'expansion ε_{3D} , ε_{2D} et volumique ε_v , l'analyse du processus d'expansion par caméra rapide, l'analyse des caractéristiques structurelles du produit par MEB, la détermination de la température de transition vitreuse par DSC et, finalement, le traitement des résultats et données.

III.3.2. PARAMETRES OPERATOIRES

Le nombre d'essais dans le plan d'expériences adopté est de 13 établi à partir de deux variables indépendantes (la pression de vapeur d'eau saturée P exprimée en MPa et le temps de traitement thermique t exprimée en s), dont la variation est réalisée sur cinq niveaux de 0,2 à 0,3 MPa et de 18 à 25 s, respectivement.

Le niveau de pression de vapeur d'eau saturée (donc de température) et la durée de traitement de la pomme a été choisi nettement plus faible que le cas du fromage et du tofu, en raison de la thermo-fragilité du matériau en question. La composition principale de la pomme a déjà été vérifiée comme indépendante du traitement DIC ainsi réalisé. Seule l'expansion de la matrice semble ainsi intervenir. Des essais préliminaires nous ont confirmé la possibilité de dégradation thermique de la pomme quand le traitement DIC s'opère à des températures et des durées supérieures (produit brûlé).

En vue de réduire considérablement les possibilités de brunissement et d'oxydation souvent de type enzymatique, les tranches de pomme subissent un prétraitement par solution d'eau citronnée. Nous avons utilisé le citron Pulco à raison de 25% par litre d'eau.

La première étape de séchage est réalisée sous un flux d'air de 1,2 m s⁻¹, une température de 40°C et une humidité initiale de l'air correspondant à 260 Pa. L'humidité finale des échantillons a été fixée à 12% base sèche comme niveau adéquat au traitement des pommes par DIC (travaux antérieurs et vérification préliminaire au traitement réalisé dans les recherches en question). Notons qu'à la suite de l'expansion par DIC, le produit subit un complément de séchage dans des conditions identiques pour aboutir à un niveau d'humidité permettant la préservation et le stockage des échantillons de pomme sous température ambiante.

III.3.3. RESULTATS ET DISCUSSION

Les taux d'expansion de la pomme ont été identifiés dans le cas des 13 essais du plan d'expériences défini avec la pression de vapeur saturée 0,2 à 0,3 MPa et le temps de traitement thermique de 18 à 26 s. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec DIC-4 (Taux d'expansion $\varepsilon_{3D}= 3,16$ et Taux d'expansion volumique $\varepsilon_v=2,07$), et avec DIC-13 (Taux d'expansion en $\varepsilon_{2D}=1,39$).

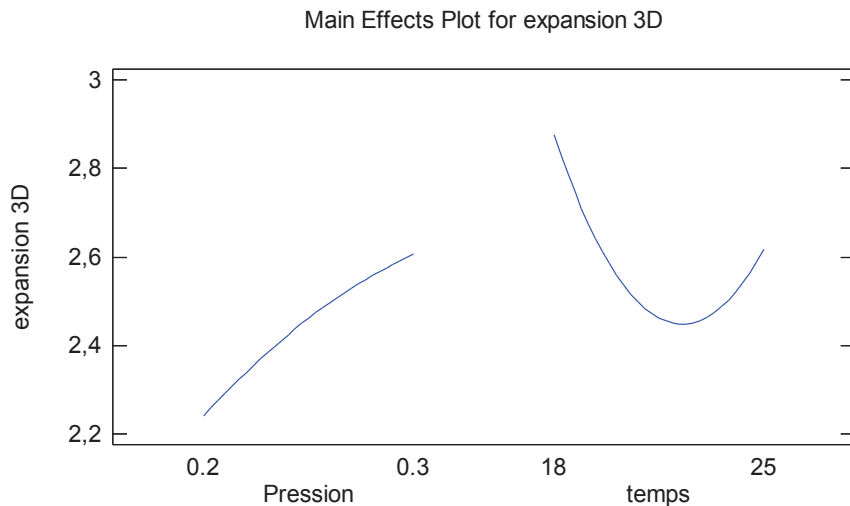
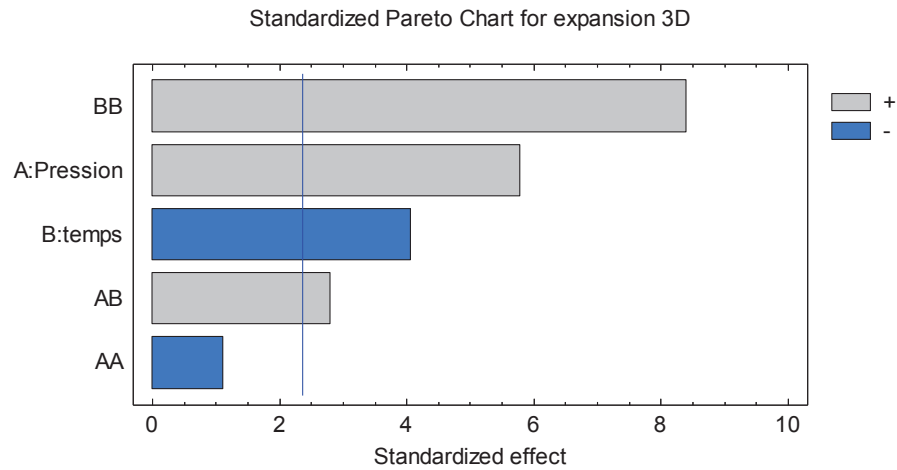
Tableau III-11. Taux d'expansion de la Pomme

Essais	Taux d'expansion ε_{3D}	Taux d'expansion ε_{2D}	Taux d'expansion volumique ε_v
DIC-1	2,89	1,14	1,86
DIC-2	2,97	1,30	1,98
DIC-3	2,33	1,31	1,62
DIC-4	3,16	1,21	2,07
DIC-5	2,90	1,05	1,84
DIC-6	2,20	1,15	1,56
DIC-7	2,59	1,23	2,08
DIC-8	2,78	1,11	1,84
DIC-9	2,46	1,25	1,87
DIC-10	2,47	1,38	1,87
DIC-11	2,18	1,21	1,13
DIC-12	2,46	1,33	1,87
DIC-13	2,59	1,39	1,87

Les résultats des taux d'expansion du Tableau III-11 ont été traités au plan statistique à l'aide du logiciel Stratgraphics.

III.3.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})

Selon les résultats traduits par la Figure III-33, le taux d'expansion ϵ_{3D} présente, dans un standard de Pareto, les paramètres opératoires P et t, ainsi que t2 et Pt comme ayant des effets significatifs. L'expansion semble d'autant plus importante que la pression est élevée ; les calculs de la quantité de vapeur auto-générée et des contraintes mécaniques proportionnelles à la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur de chacun des pores confirment cette constatation. L'effet négatif du temps de traitement sur la valeur d'expansion pourrait être dû à une certaine dégradation thermique pendant le traitement alors qu'un minimum d'expansion est obtenu à un temps voisin de 22 s ; cette valeur devrait être liée aux caractéristiques rhéologiques de la matière évoluant normalement considérablement en fonction de la température et de l'humidité de la matière. Les termes à effets significatifs (pression, temps et leur corrélation) permettent d'optimiser les conditions opératoires de traitement.



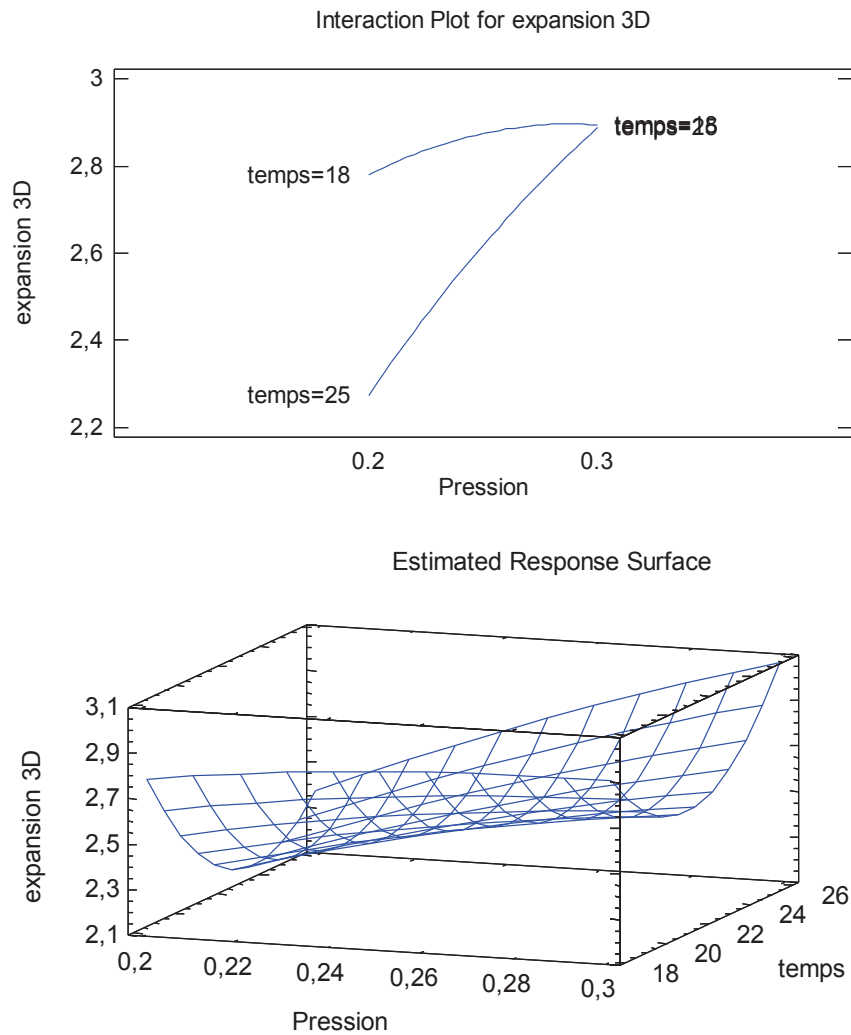


Figure III-33. Analyse de l'impact de paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion en 3D; cas de pomme.

Le modèle empirique du taux d'expansion ε_{3D} , est déterminé par :

$$\varepsilon_{3D} = 15,9715 - 0,413236P - 1,21438t - 0,151504P^2 + 0,0714286Pt + 0,023235t^2$$

La modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\varepsilon_{3D} = 17,0785 - 1,17076P - 1,23172t + 0,0714286Pt + 0,0236383t^2$$

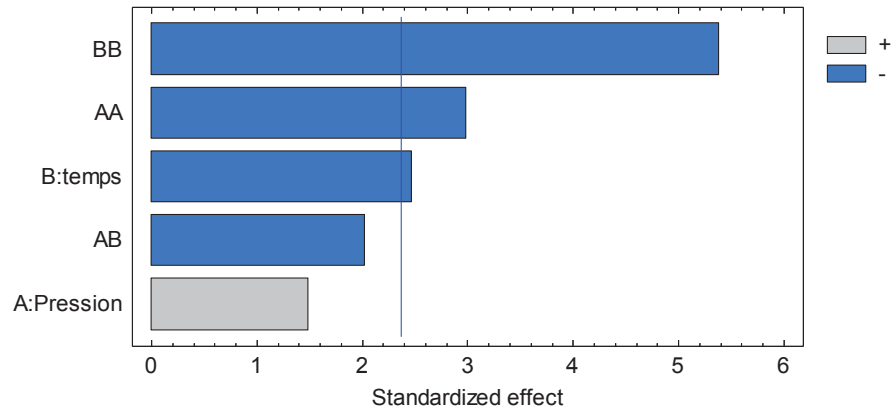
où P est en MPa et t est en s

Nous avons noté, à travers le calcul de la quantité de pression exercée, l'importance de la quantité considérée sur le taux d'expansion. La valeur optimale d'expansion de la pomme est de 3,2 pour la pression de vapeur saturée $P=0,25$ MPa et un temps de traitement $t=16,5$ s.

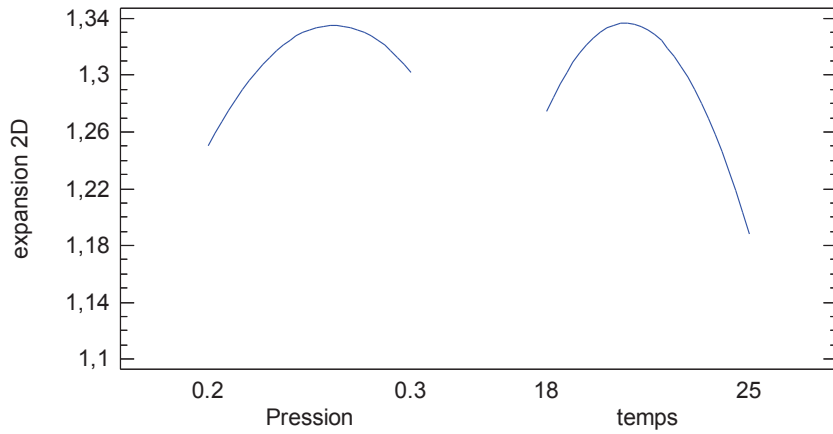
III.3.3.2. Taux d'expansion surfacique (ε_{2D})

Le taux d'expansion surfacique (ε_{2D}) a été directement calculé par comparaison avec l'image initiale en vue de la détermination de la valeur d'expansion directement.

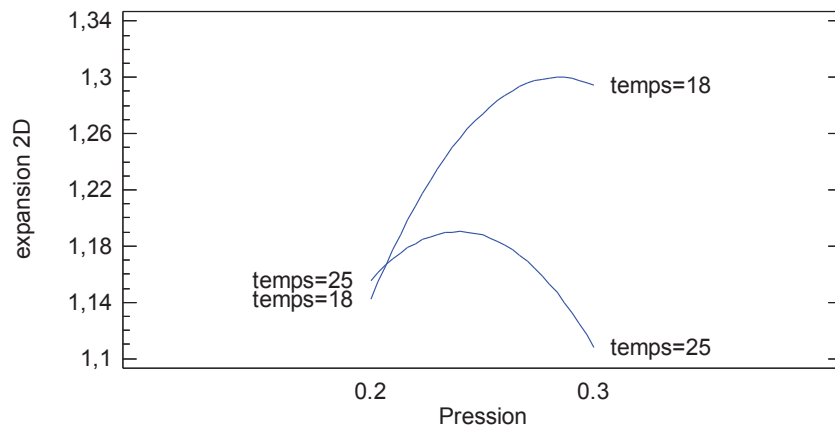
Standardized Pareto Chart for expansion 2D



Main Effects Plot for expansion 2D



Interaction Plot for expansion 2D



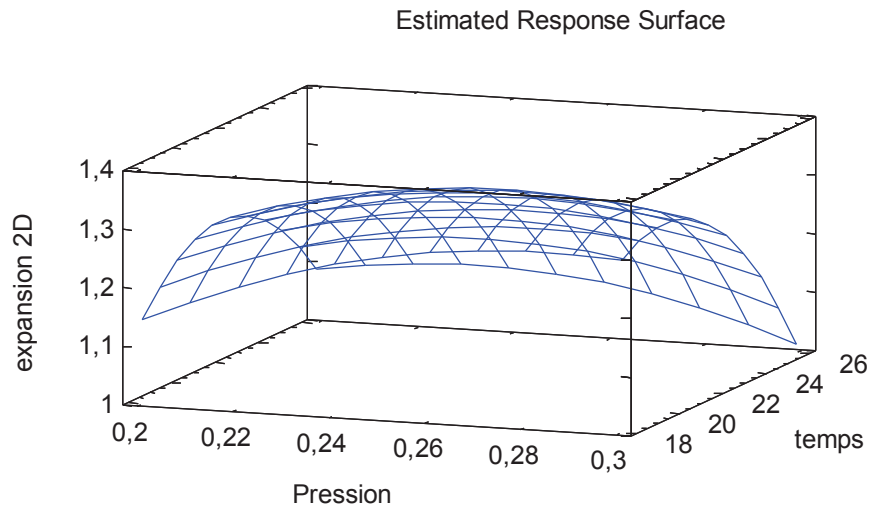


Figure III-34. Analyse de l'impact de paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion en 2D; cas de pomme.

Le modèle empirique de taux d'expansion ε_{2D} comme suivant,

$$\varepsilon_{2D} = -5,27924 + 1,7863P + 0,413598t - 0,223997P^2 - 0,028571Pt - 0,008245t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant;

$$\varepsilon_{2D} = -3,61335 + 1,11998P + 0,342169t - 0,223997P^2 - 0,008245t^2$$

où P est en MPa et t est en s

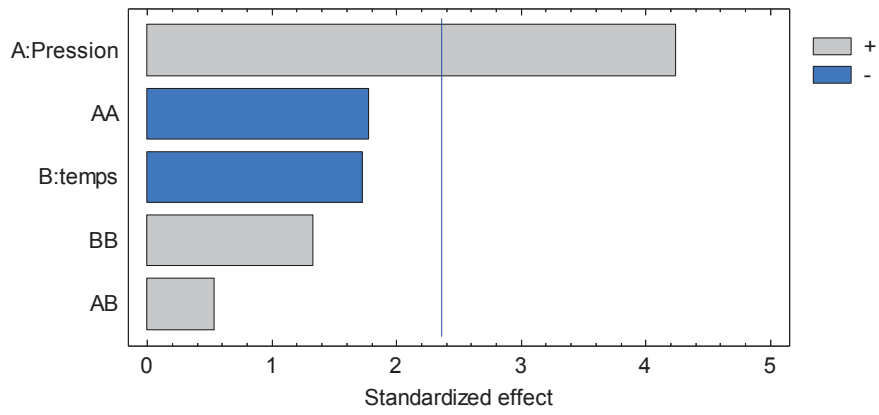
Le Pareto-Chart montre que les termes quadratiques des paramètres opératoires de pression et de temps sont significatifs alors que l'impact de la pression et de la combinaison le temps-pression n'est pas significatif.

Le taux d'expansion par images (ε_{2D}) a une valeur maximale de 1,39, pour l'essai DIC-13 à 0,25 MPa et 21,5 s. La valeur optimale issue des calculs statistiques est de 1,34 avec une pression de 0,27 MPa et un temps de 20,5 s.

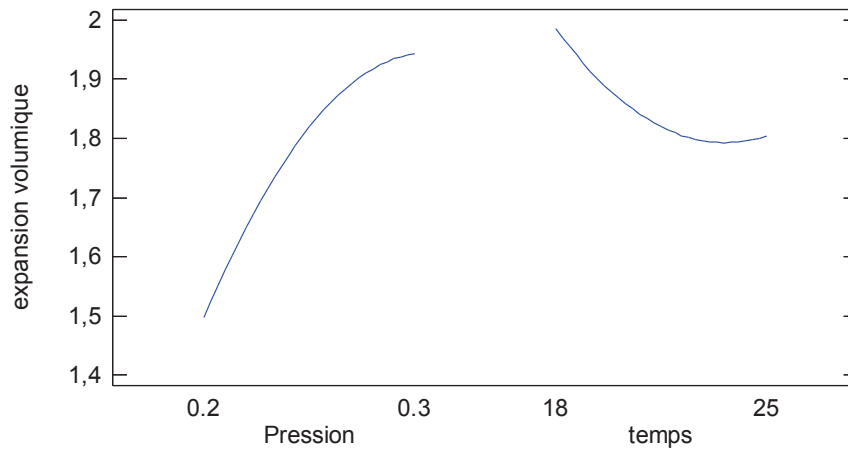
III.3.3.3. Taux d'expansion volumique (ε_v)

Le taux d'expansion par calcul de volumique, obtenu selon la méthode de (Louka & Allaf, 2004) présente une très bonne précision, malgré la dépendance du volume du produit, de la quantité et de la nature du sable et de la forme du cône utilisé. Le taux d'expansion volumique dépend principalement (exclusivement) de la pression de vapeur d'eau saturée utilisée. Plus la pression est élevée, plus le taux d'expansion volumique est significatif.

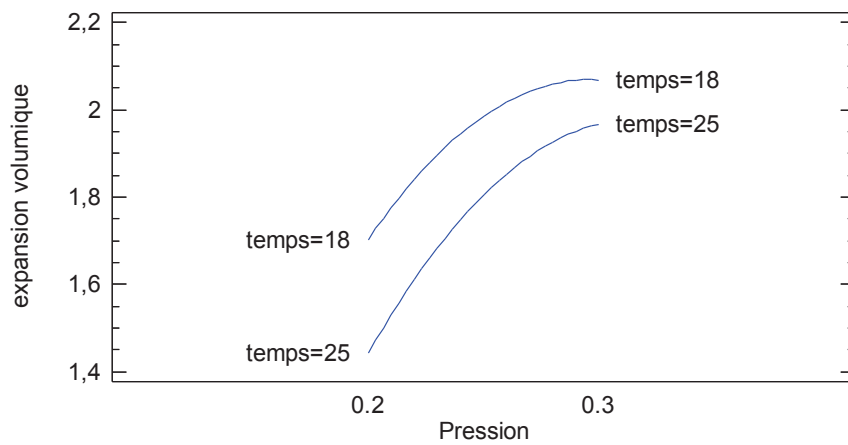
Standardized Pareto Chart for expansion volumique



Main Effects Plot for expansion volumique



Interaction Plot for expansion volumique



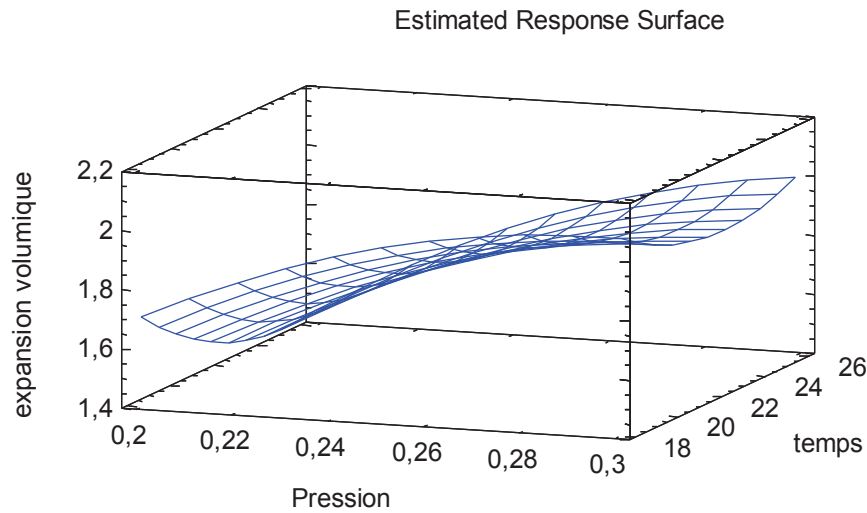


Figure III-35. Analyse de l'impact de paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion volumique ; caa de pomme.

Le modèle empirique de taux d'expansion volumique est donné par :

$$\varepsilon_v = 2,82094 + 1,95444P - 0,346314t - 0,399999P^2 + 0,0228571Pt + 0,00612253t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant ;

$$\varepsilon_v = 0,689927 + 0,445875P$$

où P est en MPa et t est en s

Dans le domaine de variation considéré, La graphique réponse de surface montre la valeur optimum pour le calcul de taux d'expansion par volumique 2,15, la pression optimum a obtenu 0,29 MPa et 16,5 s le thermique de traitement. Le plus de pression et moins de temps sont de bons paramètres pour le taux d'expansion par volumique. La valeur moyenne des points centraux du plan d'expériences est $\varepsilon_{3D} = 2,46 \pm 0,34$ contre $\varepsilon_v = 1,02 \pm 0,16$ et $\varepsilon_{2D} = 1,33 \pm 0,06$.

L'interaction pression entre de temps qui n'a pas d'effet parce que la valeur est trop petite, si la pression est augmentée et le temps moins peut être avoir la belle de taux d'expansion par volumique.

III.3.3.4. Durées d'expansion de la pomme

Les durées d'expansion pour la pomme « Granny Smith » sont des paramètres de réponse très importants dans le processus d'expansion. Dans la série d'expériences de traitement de la pomme, les durées de chute de la température du produit et du réacteur et de chute de pression ont été mesurées et dressées

Tableau III-12. Durée de la chute de température et de pression lors de la détente (caa de la pomme).

Essais	$\tau_{T,pdt}$: Durée de chute de température du produit (s)	$\tau_{T,réact}$: Durée de chute de température du réacteur (s)	$\tau_{P,réact}$: Durée de chute de pression (s)
DIC-1	1,04	0,44	0,62
DIC-2	2,40	0,90	1,28
DIC-3	2,56	1,56	1,62
DIC-4	2,34	0,54	0,84

DIC-5	2,40	0,70	1,06
DIC-6	2,40	0,64	1,84
DIC-7	2,34	0,78	1,14
DIC-8	2,72	0,72	1,10
DIC-9	2,24	0,60	0,96
DIC-10	2,68	0,68	1,14
DIC-11	2,46	0,60	0,72
DIC-12	2,68	0,58	1,10
DIC-13	2,40	0,60	1,12

La durée de chute de température du produit $\tau_{T, \text{pdt}}$ varie de 1,04 (DIC-1) à 2,7 (DIC-8, DIC-10 et DIC-12). La durée de chute de température du réacteur $\tau_{T, \text{réact}}$ varie de 0,44 (DIC-1) à 2,72 s (DIC-2) ; enfin celle de chute de pression $\tau_{P, \text{réact}}$ varie de 0,62 (DIC-1) à 1,84 (DIC-6). Une corrélation de l'ordre de 0,74 est signalée entre ces deux paramètres et $\tau_{T, \text{réact}}$ et $\tau_{P, \text{réact}}$ (Figure III-36).

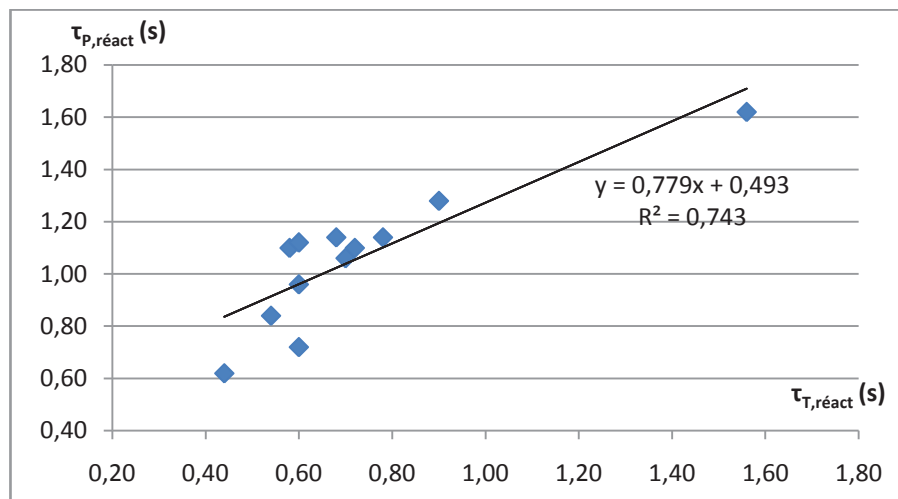


Figure III-36. Corrélation entre la durée de chute de pression $\tau_{P, \text{réact}}$ et la durée de chute de température $\tau_{T, \text{réact}}$ du réacteur.

Ces valeurs indiquent les durées des étapes du processus d'expansion et permettent de comparer les processus pouvant ainsi avoir lieu. La chute de pression et de température du réacteur est normalement plus rapide que celle de la température du produit. En effet, le milieu gazeux doit avoir une plus petite inertie thermique que le milieu solide. L'impact des paramètres opératoires P (pression) et t (temps) devrait être recherché à partir des analyses statistiques réalisées ici par Statgraphics. Malgré les différences qui existent entre les divers essais (DIC-1, DIC-13), ces analyses statistiques ne montrent aucun impact effectif entre ces paramètres opératoires et les paramètres de réponse considérés. Pourtant, une certaine tendance négative entre pression et durée de chute de température du produit existe ; plus la pression augmente, plus la chute de température du produit est rapide.

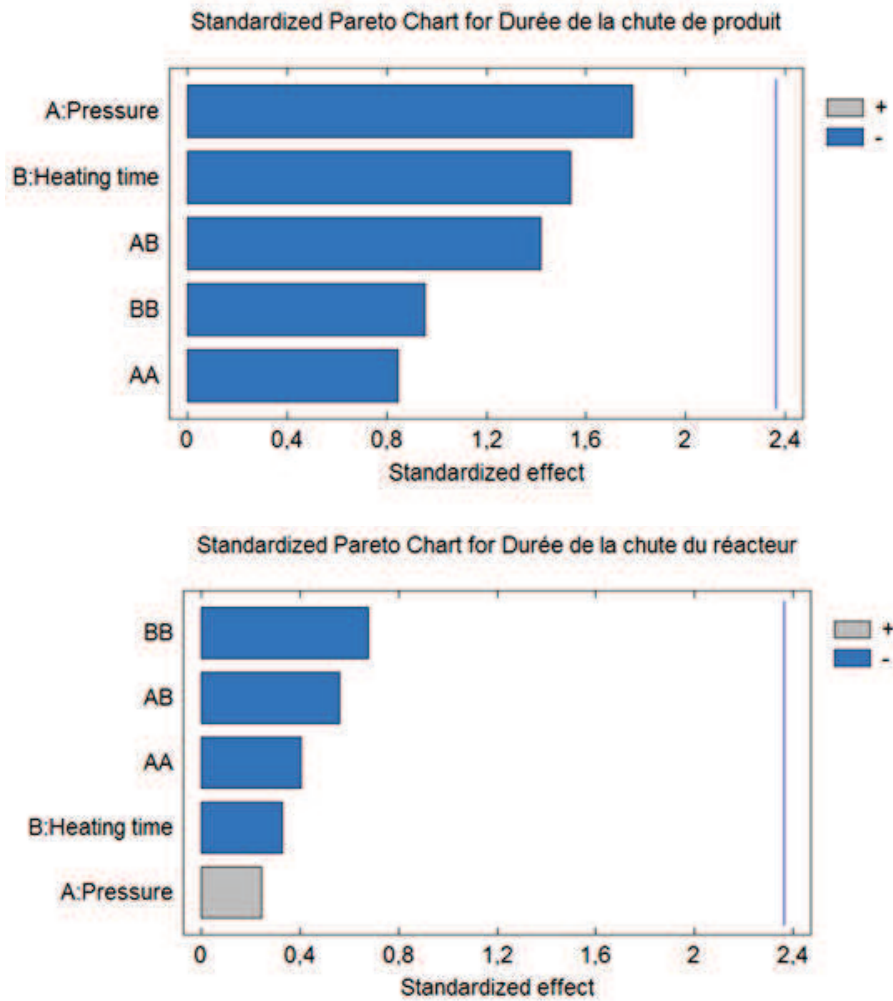


Figure III-37. Analyse de l'impact des paramètres opératoire DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la durée de la chute de température du produit $\tau_{T, \text{pdt}}$ et de réacteur $\tau_{T, \text{réact}}$; caa de la pomme.

Les durées de la chute de température du produit et du réacteur semblent donc indépendantes des paramètres opératoires DIC.

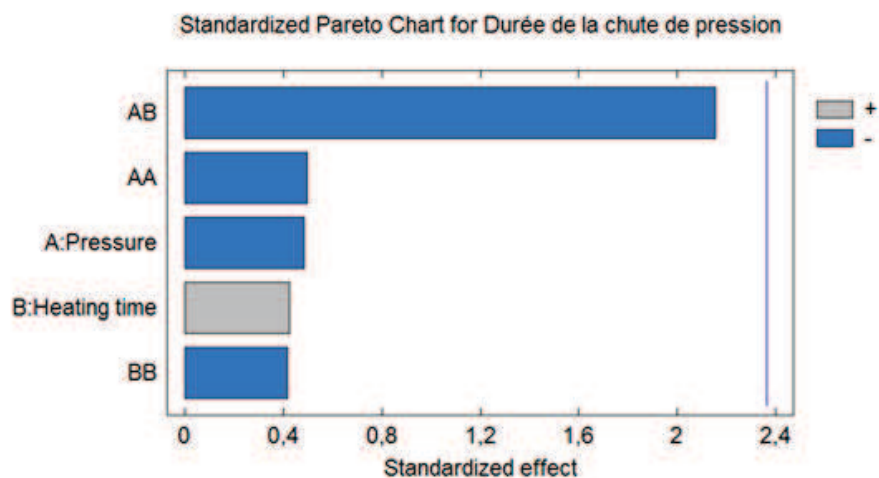


Figure III-38. Analyse de l'impact des paramètres opératoire DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la durée de la chute de pression $\tau_{p, \text{réact}}$; caa de la pomme.

Une observation similaire est constatée dans le cas de la durée de chute de pression $\tau_{P,réact}$ (Figure III-38) ; aucun impact des termes P et t et leurs combinaisons n'est significatif à l'exception d'un tout petit effet négatif accordé au terme Pt.

L'observation du processus d'expansion (Figure III-39) permet de situer la majeure part de l'opération avant les premières 50 ms qui suivent la détente. Le taux d'expansion de pomme semble plus stable par comparaison aux autres produits. La pomme s'adapte très rapidement au changement de taille du produit dès la réalisation de la détente au cours du traitement.

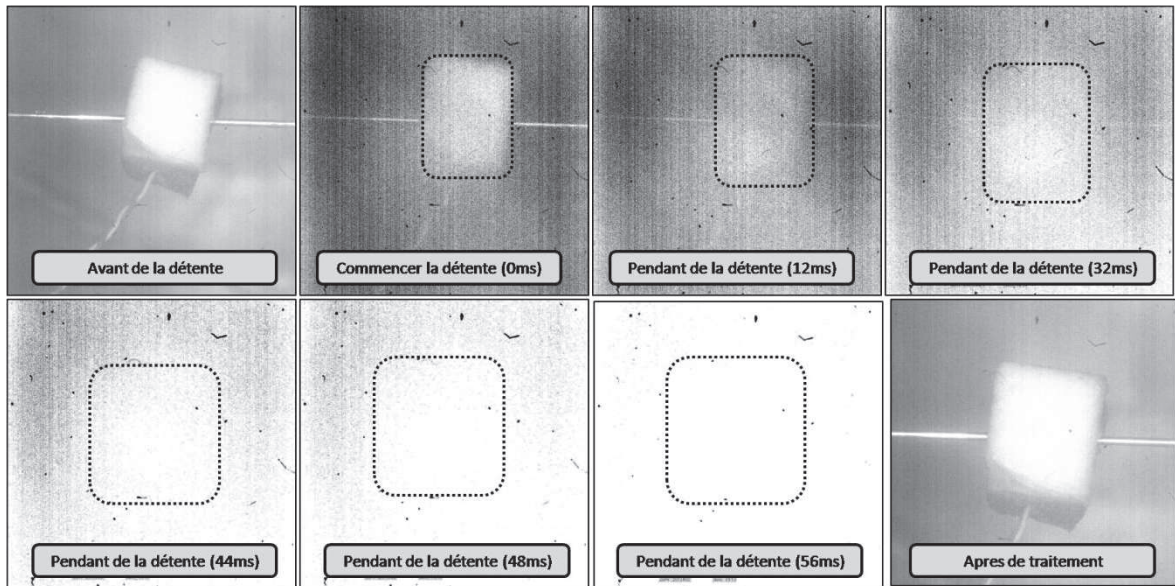


Figure III-39. Phénomène d'expansion de la Pomme (essai DIC 4)

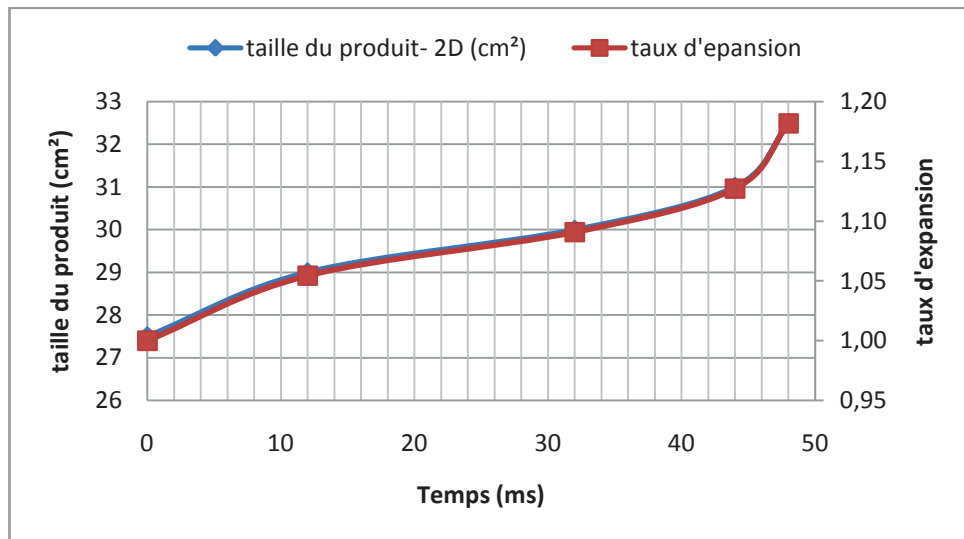


Figure III-40. Evolution de la taille et du taux d'expansion de la pomme (essai DIC 4).

La Figure III-39 montre l'évolution du volume de la pomme juste à la suite de la détente. L'expansion de la pomme est plus visible durant cette durée de traitement (44 ms). L'injection et la détente instantanée de la vapeur dans le réservoir à vide impliquent une grande condensation en très fines gouttelettes ; d'où un phénomène de brouillard constaté principalement entre 48 et 56 ms réduisant la visibilité et la qualité de l'image à travers le hublot.

La Figure III-40 a été établie pour l'essai DIC-4 ; elle reprend et confirme les observations des images prises par caméra ultra-rapide. Dans le cas de la pomme, l'expansion proprement dite et son maintien grâce à la transition vitreuse s'opèrent en nettement moins de temps (environ 50 ms) que la chute puis l'équilibre de temps du produit (température) et du réacteur (température et pression) qui nécessitent de 1 à plusieurs secondes environ.

La Figure III-41 montre le produit (A) comme pomme ratatinée à la suite du séchage par air chaud et du phénomène de retrait qui l'accompagne. Le produit (B) est bien gonflé et expansé grâce au traitement DIC convenable capable non seulement de produire une solution au phénomène du retrait, mais surtout un maintien du volume ainsi obtenu (rigidification de la nouvelle structure) et une qualité organoleptique (couleur) et nutritionnelle très intéressante du produit fini.

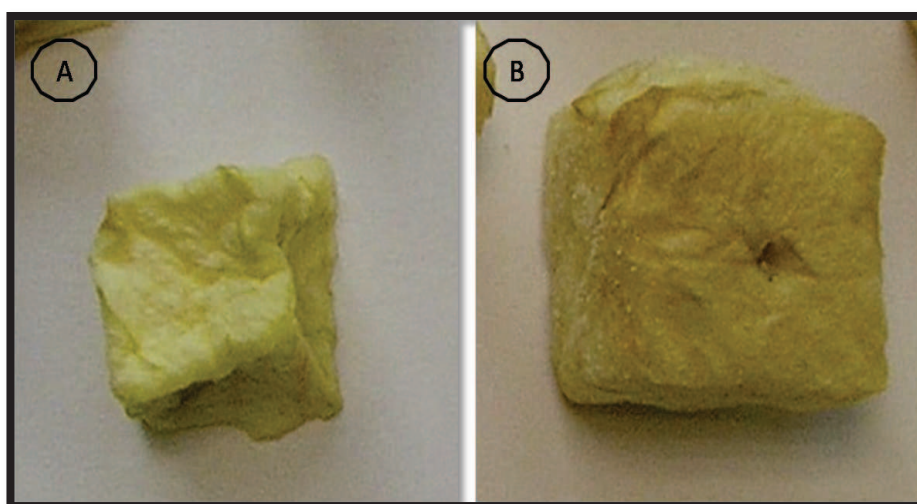


Figure III-41. Pomme (A) avant et (B) après traitement

D'autres études sensorielles spécifiques ont, d'ores et déjà montré que la valeur des taux d'expansion du produit fini était étroitement corrélée avec la qualité texturale (croustillance) du produit fini à la suite d'un traitement DIC bien optimisé.

III.3.3.5. Analyse des caractéristiques micro-structurelles par MEB

Les différentes prises d'image par microscopie électronique à balayage MEB montrent une grande modification de la structure sans signaler de présence visible d'une quelconque modification de composition. Des études antérieures avaient d'ores et déjà montré que les seules modifications chimiques du produit (pomme) sont décelées en termes de traces (vitamines, augmentation de la disponibilité d'antioxydants...).

La Figure III-42 montre la « bonne » modification de structure de la pomme ; il semble que la chair et la fibre, à la suite du traitement DIC optimisé, obtiennent une « simple » amélioration de forme et une meilleure structure du produit.

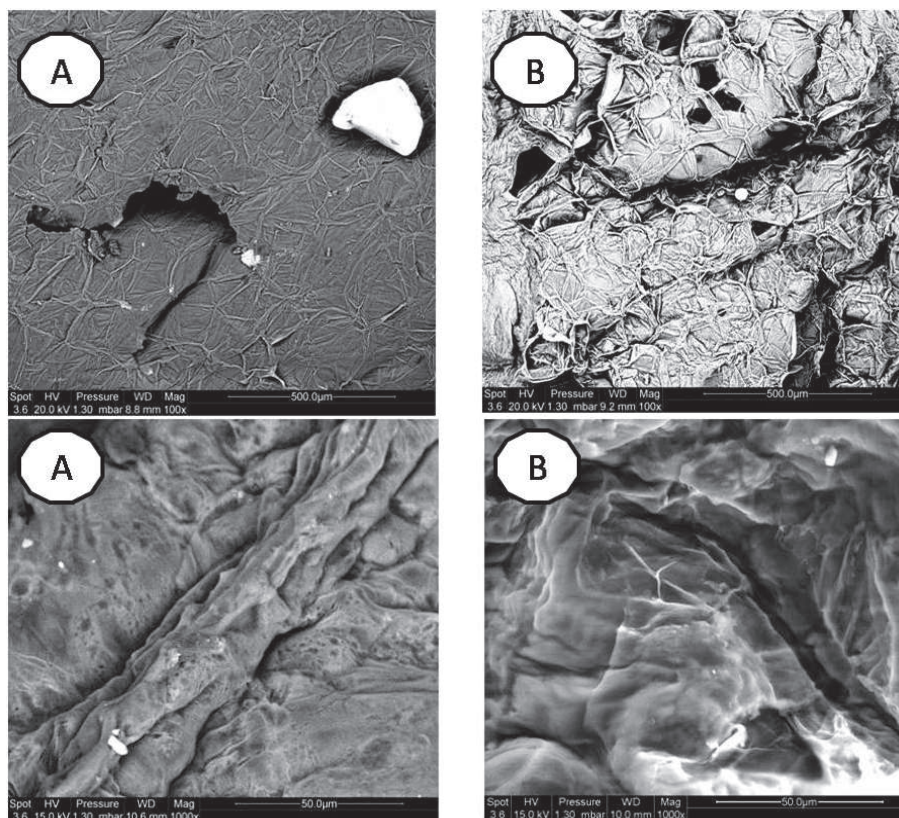


Figure III-42. Microstructure de l'échantillon de pomme (témoin : A surface et coupe) et (traité par DIC : B surface et coupe).

La pomme traitée par DIC se caractérise par de bons taux d'expansion qui, bien que de valeur relativement bien inférieure à celle du fromage et du tofu, ont un impact qualitatif (sensoriel, nutritionnel et fonctionnel) particulièrement appréciable. L'expansion obtenue en de très courte durée (~50 ms) est maintenue au cours du reste de l'opération (quelques secondes) et des étapes de séchage et de stockage qui s'en suivent ; la transition vitreuse joue, là aussi, un très grand rôle.

III.3.3.6. Détermination de la température de transition vitreuse T_g et de la pomme par analyse DSC

La transition vitreuse de pomme a souvent été étudiée et déterminée par l'intermédiaire de plusieurs méthodes opératoires (Aggarwal, 2001; Aguilera, Cuadros, & del Valle, 1998; Cooper & Johnson, 1994). La détermination de T_g permet généralement de mieux identifier la température de stockage en vue d'une bonne préservation du produit.

L'analyse calorimétrique différentielle DSC a, d'ores et déjà, été réalisée pour permettre d'identifier la température de transition vitreuse de la pomme et d'autres produits alimentaires. Selon la Figure III-43, la température transition vitreuse est déterminée dans le cas de la pomme sur un diagramme DSC allant de 25 à 95°C avec une vitesse de chauffage de 2 °C min⁻¹ (Aggarwal, 2001). Dans les cas que nous avons étudiés, le diagramme DSC a été établi sur la zone de variation de 25 à 200 °C (pour identifier, si possible, le phénomène de fusion de la pomme) ; la vitesse de chauffage a, par contre, été maintenue de 2 °C min⁻¹.

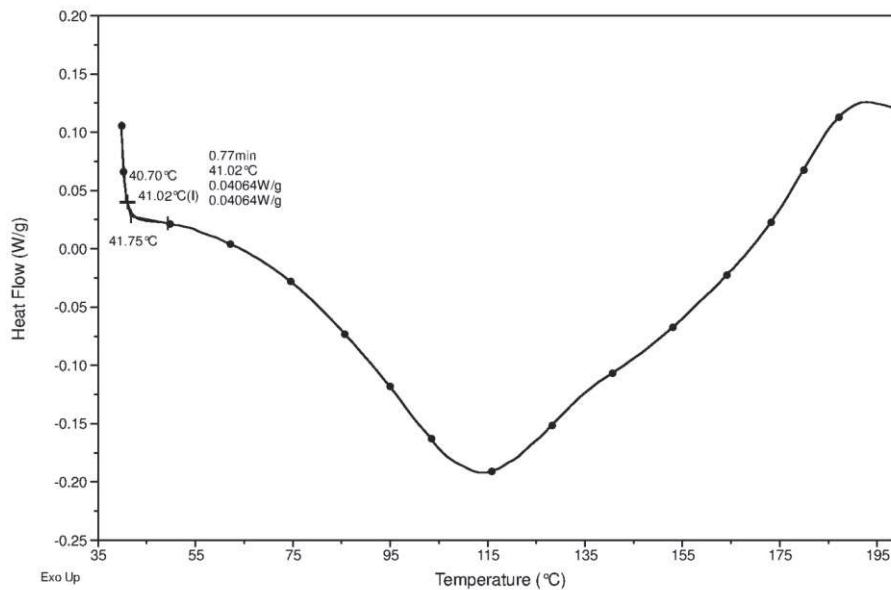


Figure III-43. Transition vitreuse de la pomme non traitée par DIC

(C.VOEGEL-TURENNE, 2001) ont étudié par Analyse thermomécanique Dynamique ATMD, l'évolution des propriétés mécaniques, texturales et rhéologiques de la pomme Granny Smith au cours du séchage, en fonction de la teneur en eau. Une valeur critique de teneur en eau a été mise en évidence, définissant deux phases au cours du procédé de séchage. Lors de la première phase, de l'état de départ (8,2 % MS masse sèche) jusqu'à environ 100% MS, le produit se ramollit et perd de son élasticité et de sa viscosité. Il se trouve à l'état caoutchouteux couplé à un affaissement (phénomène de retrait). Lors de la deuxième phase, en-dessous de 100% MS, le produit durcit et gagne en élasticité et en viscosité. Bien que sa température de transition vitreuse T_g augmente, elle est maintenue à un niveau inférieur à 45°C. Pour des domaines de séchage à des températures humides supérieures à 45°C, la pomme se trouve toujours à l'état caoutchouteux. Dans le cadre de la présente étude, les résultats expérimentaux ont permis de confirmer la température de transition vitreuse de la pomme T_g , voisine de 41 °C.

A l'aide des mesures par ATMD de la transition vitreuse réalisées sur la matière non traitée par DIC et n'ayant subi qu'une opération de séchage à faible température (air chaud à 40°C), la température de transition vitreuse de la pomme (humidité de 10% base sèche, environ) a été déterminée comme étant voisine de $39 \pm 2,5$ °C. Les divers échantillons de pomme séchée, non expansée par DIC montrent, dans le cadre de notre étude, une température de transition vitreuse T_g mesurée par DSC, pratiquement similaire, à savoir $T_g=41,42$ °C.

La température de transition vitreuse des pommes traitées par DIC est très différente. Ainsi, les échantillons de pomme DIC 4, ont une température de transition vitreuse de 31,75°C.

Malgré d'importantes variations de structure et de taux d'expansion, la température de transition vitreuse des divers échantillons de pomme différemment traités par DIC montre de très légères variations. Les analyses statistiques des résultats du **Erreur ! Référence non valide pour un signet.** concernant l'ensemble des essais réalisés dans le cadre du plan d'expériences en question, ont montrée pour les divers échantillons de

pommes séchées, expansées par DIC puis ayant subi un séchage final, une température de transition vitreuse T_g pratiquement indépendante des paramètres opératoires DIC, à savoir la pression de vapeur d'eau saturée P et temps de traitement thermique t (Figure III-44).

Tableau III-13. Température de transition vitreuse, différence entre la température minimale et la température d'équilibre et flux de transfert de chaleur de la pomme lors de la détente vers le vide.

Essais	Différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	T_g : température de transition vitreuse ($^{\circ}\text{C}$)	A_Q : Taux d'échange de chaleur (kW/m^2)
DIC 1	-7,60	31,83	212,69
DIC 2	7,63	32,87	109,06
DIC 3	14,46	30,88	74,11
DIC 4	15,11	31,75	113,23
DIC 5	5,95	30,87	110,06
DIC 6	9,23	31,35	117,94
DIC 7	1,62	30,31	111,73
DIC 8	13,39	31,91	72,38
DIC9	1,25	31,91	103,10
DIC 10	6,06	31,34	110,57
DIC 11	-0,01	30,88	74,77
DIC 12	2,66	32,07	89,77
DIC 13	38,21	31,59	59,84
Non traite		41,42	

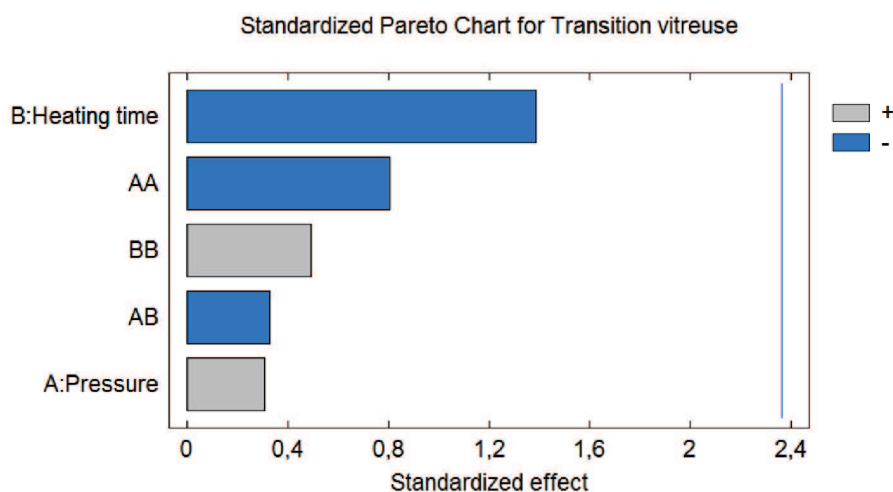


Figure III-44. Analyse de l'impact des paramètres opératoire DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la transition vitreuse de la pomme.

Le calcul de la valeur moyenne et de l'écart-type de la transition vitreuse T_g des pommes traitées par DIC, a permis d'obtenir une valeur de T_g ($T_g = 31,19 \pm 1,2^{\circ}\text{C}$) complètement différente de celle de la pomme n'ayant subi qu'un simple séchage.

La différence de température de transition vitreuse ainsi identifiée pourrait être accordée à une présence de structure amorphe en quantités relatives supérieures dans le cas des divers produits DIC en raison du refroidissement « instantané » lors de l'autovaporisation et la détente.

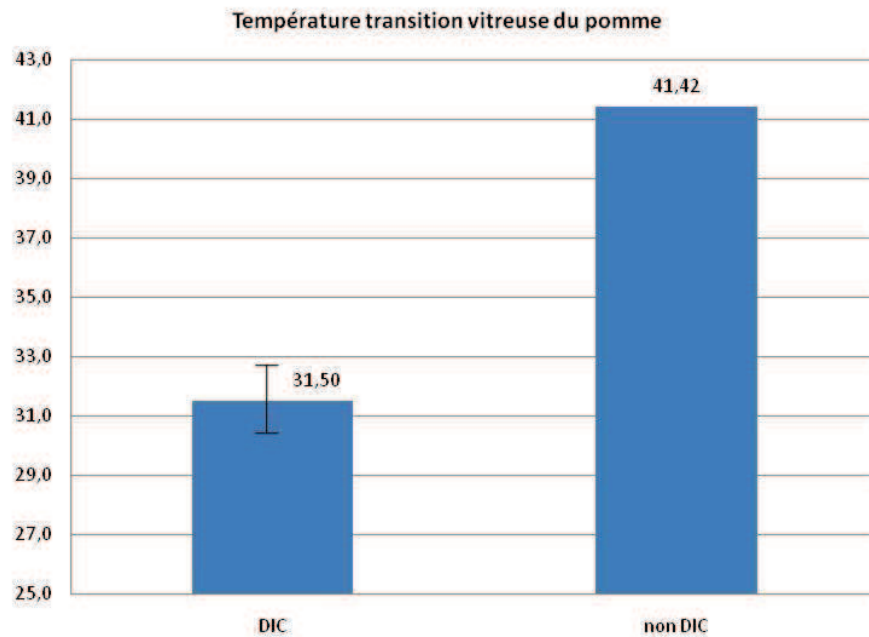


Figure III-45. Température transition vitreuse de la pomme

III.3.3.7. Détermination de la température de fusion de la pomme par DSC

Le phénomène de fusion de la pomme n'a été signalé que pour les échantillons ayant été traités par DSC allant à haute température (200°C). Aucun phénomène de fusion n'a été identifié pour les échantillons analysés jusqu'à 95 °C.

III.3.3.8. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$

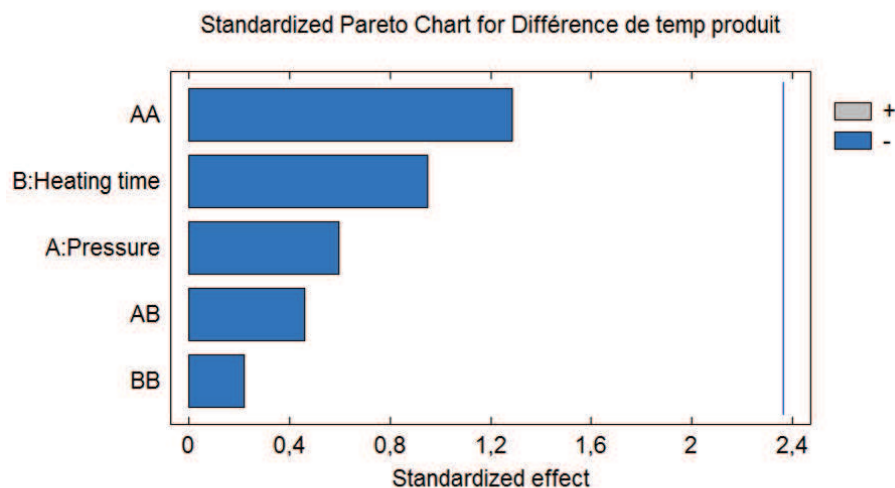


Figure III-46. Analyse de l'impact des paramètres opératoire DIC sur la différence de température minimale du pomme et de température d'ébullition à la produit considère $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$; caa de la pomme.

L'analyse statistique (Figure III-46) montre que le paramètre opératoires DIC (pression de vapeur saturée P et temps de traitement thermique t, dans les domaines de variation

considérés) n'ont pas d'effet significatif sur la différence $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ entre la température minimale du produit traité et la température d'ébullition à la pression considérée; $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ est considéré comme paramètre de réponse du plan d'expériences considéré.

III.3.3.9. Détermination du taux d'échange de chaleur

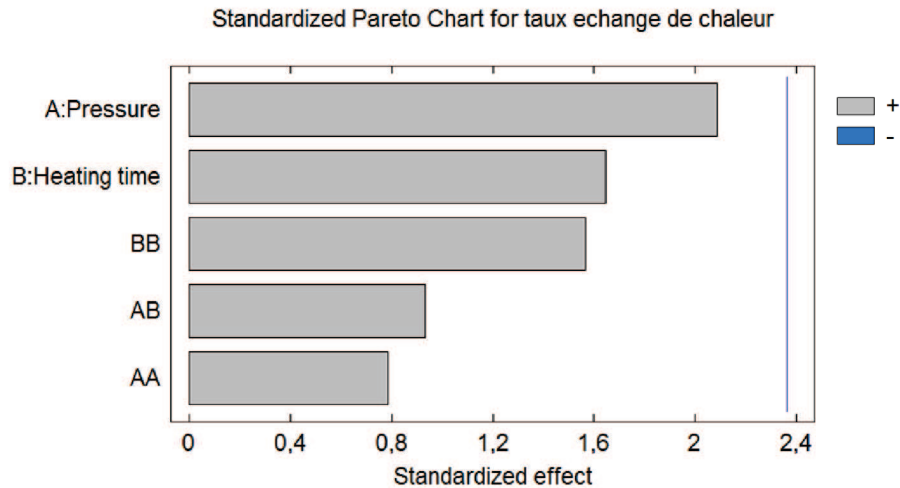


Figure III-47. Analyse de l'impact des paramètres opératoire DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'échange de chaleur ; caa de la pomme.

Le taux d'échange de chaleur A_Q de la pomme semble indépendant des paramètres opératoire alors qu'il varie de 60 kW/m² à un point optimal de 212 kW/m² ; ce dernier est obtenu avec une pression de vapeur d'eau saturée de 0,32 MPa et un temps de traitement thermique 26 s. Selon la Figure III-47 (diagramme Pareto), plus la pression de traitement est élevée et donc la température initiale est élevée, plus le taux d'échange de chaleur A_Q est élevé.

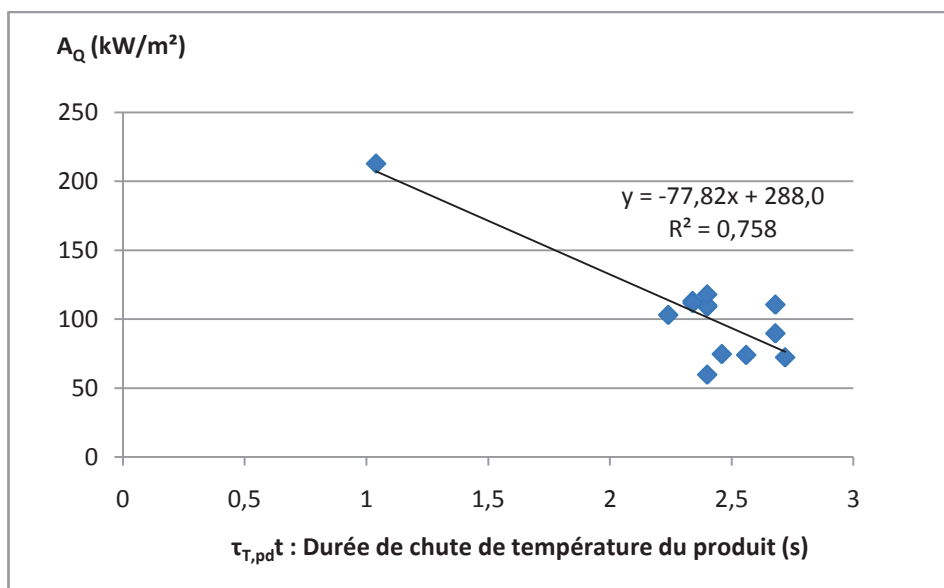


Figure III-48. Analyse de l'évolution du taux d'échange de chaleur en fonction du temps de chute de température du produit ; caa de la pomme.

Là également, A_Q augmente avec les faibles durées de chute de température du produit (Figure III-48).

III.3.4. CALCULS, MESURES ET CORRELATIONS

Les données du Tableau III-14, réunissent le calcul et les mesures de la surface d'échange (initiale et finale), de la chaleur latente de vaporisation, de la masse (initiale et finale), du taux d'expansion, de la température (maximale juste avant la détente, minimale et finale du produit et de l'ambiance), la différence température entre T_{\min} (du produit et du réacteur) et $T_{\text{ébullition}}$ à la pression considérée, les durées de chute de température et de pression, etc.

Le Tableau III-15 de corrélation de ces paramètres (opérateurs indépendants et réponses ou variables dépendantes) montre de nombreuses tendances. Ainsi, le taux d'expansion volumique a une bonne corrélation avec la pression de vapeur d'eau saturée soit donc avec la température initiale du produit. La surface d'échange de chaleur a un grand effet sur la masse d'eau évaporée du fait de leur dépendance directe versus la masse de l'échantillon ; elle a une importante implication sur le débit de chaleur A_Q . Cette dernière est en corrélation avec la quantité de chaleur Q et la durée de la chute de température du produit juste après la détente. Le taux d'échange de chaleur sur la pomme allant de 60 à 212 kW/m², augmente globalement avec la pression initiale, alors que la différence de température entre le niveau minimal atteint par le produit (respectivement par le réacteur) et la température d'ébullition à la pression considérée peut être corrélée avec la température et la pression initiales de traitement.

Tableau III-14. Calcul et présentation de donnée de paramètre de traitement

Paramètre Pomme	DIC-1	DIC-2	DIC-3	DIC-4	DIC-5	DIC-6	DIC-7	DIC-8	DIC-9	DIC-10	DIC-11	DIC-12	DIC-13
Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	0,30	0,30	0,25	0,25	0,25	0,20	0,321	0,20	0,25	0,25	0,179	0,25	0,25
Temps de traitement thermique t (s)	25,00	18,00	21,50	16,55	26,45	25,00	21,50	18,00	21,50	21,50	21,50	21,50	21,50
Surface d'échange initial (10^{-4} m^2)	9,09	8,58	7,12	7,21	7,50	7,89	7,42	5,66	7,16	8,24	8,04	8,54	8,64
Surface d'échange final (10^{-3} m^2)	1,53	1,49	1,17	1,36	1,37	1,48	1,36	1,17	0,994	1,78	1,18	1,43	1,36
Chaleur latente de vaporisation-L (10^3 kJ/kg)	2,16	2,16	2,18	2,18	2,18	2,20	2,16	2,20	2,18	2,18	2,21	2,18	2,18
Masse initiale (g)	0,6565	0,6430	0,4412	0,6256	0,5892	0,7381	0,5529	0,3823	0,4714	0,7898	0,4902	0,6454	0,4645
Masse finale (g)	0,5850	0,5790	0,4081	0,5567	0,5174	0,6637	0,5050	0,4341	0,3530	0,6783	0,4433	0,5823	0,4269
Mv (10^{-2} g)	6,64	7,67	4,86	6,59	7,07	8,00	6,91	4,32	5,73	8,18	4,95	7,32	6,12
ρ spec (initial) (10^{-2} g/cm^3)	1,77	1,94	2,14	1,51	2,11	1,84	1,98	2,75	2,10	1,78	1,56	1,83	1,65
ρ spec (final) (10^{-2} g/cm^3)	2,16	2,39	2,04	2,13	1,97	1,95	1,89	1,55	1,64	2,07	1,65	1,91	1,74
ΔP (10^6 Pa)	2,48	3,56	2,06	2,46	3,20	3,24	3,04	1,75	2,14	3,55	1,66	2,79	2,51
Cp (kJ/kg K)	3,64												
Q (kJ)	0,20	0,22	0,13	0,19	0,19	0,22	0,19	0,11	0,16	0,24	0,14	0,20	0,12
Q' (kW)	0,19	0,09	0,05	0,08	0,08	0,09	0,08	0,04	0,07	0,09	0,06	0,07	0,05
Taux d'échange de chaleur (kW/m^2)	212,68	109,05	74,10	113,22	110,06	117,93	111,73	72,37	103,09	110,56	74,76	89,77	59,83
Taux d'expansion en 3D	2,88	2,96	2,33	3,15	2,89	2,20	2,58	2,78	2,45	2,47	2,17	2,45	2,59
Taux d'expansion relatif par volumique	1,86	1,98	1,62	2,06	1,83	1,56	2,08	1,84	1,87	1,87	1,13	1,87	1,87
Taux d'expansion en 2D	1,13	1,29	1,31	1,20	1,05	1,15	1,23	1,11	1,25	1,38	1,21	1,32	1,38
Transition vitreuse (Tg)	31,83	32,87	30,88	31,75	30,87	31,35	30,31	31,91	31,91	31,34	30,88	32,07	31,59

T _{max} produit (°C)	141	168	163	159	160	156	171	161	163	157	145	158	173
T _{min} produit (°C)	57	73	79	75	67	72	75	81	66	72	62	71	99
T _{final} produit (°C)	65	79	79	79	69	73	77	85	71	79	67	73	100
T _{max} réacteur (°C)	141	159	145	148	147	144	159	148	147	148	131	140	148
T _{min} réacteur (°C)	45	34	27	38	31	28	32	38	40	37	25	32	36
T _{Final} réacteur (°C)	60	59	54	67	49	56	64	60	67	54	59	58	60
P _{Max} (kPa)	188,8	270,5	171,7	201,6	192,1	158,7	286,6	178,1	187,6	208,4	128,0	182,6	195,3
P _{Min} (kPa)	6,60	1,73	4,89	10,54	10,66	4,83	3,43	5,74	5,50	5,43	5,13	7,14	2,52
P _{Final} (kPa)	16,10	16,68	15,89	11,82	13,22	14,92	26,77	19,78	16,93	18,08	13,82	20,51	13,03
Température d'ébullition (°C)	64,35	64,91	64,14	59,60	61,27	63,14	73,00	67,72	65,15	66,22	61,96	68,33	61,06
Différence de température (T _{min} -T _{ebullition}) produit	-7,60	7,63	14,46	15,11	5,95	9,23	1,62	13,39	1,25	6,06	-0,01	2,66	38,21
Différence de température (T _{min} -T _{ebullition}) réacteur	0,76	14,16	15,19	19,26	7,59	9,75	4,43	17,58	5,58	12,59	5,52	4,39	38,77
Durée de chute de température du produit (s)	1,04	2,4	2,56	2,34	2,4	2,4	2,34	2,72	2,24	2,68	2,46	2,68	2,4
Durée de chute de température du réacteur (s)	0,44	0,9	1,56	0,54	0,7	0,64	0,78	0,72	0,6	0,68	0,6	0,58	0,6
Durée de chute de pression (s)	0,62	1,28	1,62	0,84	1,06	1,84	1,14	1,1	0,96	1,14	0,72	1,1	1,12

Enregistrement par

Photron

Labview

Nom de fichier

6400 x 3 répétitions x 13 point = 249 600 point et l'image

10000 x 3 répétitions x 13 point = 390 000 point

l'omega HDD/3.pomme

III.3.5. CONCLUSION

L'expansion par autovaporisation de la pomme suit un cycle de traitement classique, par une mise sous pression de la vapeur à une température assez élevée suivie d'une décompression instantanée vers le vide. La dure du traitement de la pomme a été choisie nettement plus faible que le cas du fromage et du tofu, en raison de la thermo-fragilité des matériaux en question. La variation est réalisée sur le niveau de pression de la vapeur d'eau saturée 0,2 à 0,3 MPa et de 18 à 25 s de temps thermique de traitement.

Les taux d'expansion ε_{3D} et ε_{2D} sont obtenus aux points DIC 4 et DIC 13. Le standard Pareto, nous avons obtenu que plus de temps et en étant plus réactif pour avoir la valeur taux d'expansion pendant de traitement cette valeur devient de plus en plus significative. La pression, le temps et corrélation entre pression-temps sont significatif. La valeur optimum de la pomme est 3,2, la pression de la vapeur d'eau saturée 0,25MPa et 16,5 s le temps thermique de traitement.

La valeur taux d'expansion surfacique a obtenu le point optimum 1,34 avec 0,27MPa la pression de la vapeur d'eau saturée et 20,05s temps traitement de thermique. La valeur moyenne de taux d'expansion par volumique sur le point central de plan d'expériences est $\varepsilon_{3D} = 2,46 \pm 0,34$ contre $\varepsilon_v = 1,02 \pm 0,16$ et $\varepsilon_{2D} = 1,33 \pm 0,06$.

La durée de la chute de température à partir 400 à 2720 ms, cette valeur indique le temps pour le processus d'expansion pendant de traitement. La durée de chute de température du produit et réacteur ne sont pas d'effet pendant de traitement. La même condition sur la durée de la chute de pression.

La détermination de température de transition vitreuse à partir de DSC qui a indique la température de passage de la matière entre l'état caoutchouteux et l'état vitreux, rigide. La température transition vitreuse pour le produit traite est plus élevée par rapport produit traite comme le produit avant. La valeur de température transition vitreuse (Tg) de 30-32°C sur le produit non traite et 41,42 pour le traite.

La détermination de la différence de température n'a aucun effet significatif sur le standard Pareto. Le taux d'échange de chaleur de la pomme semble Independent des paramètres opératoires alors qu'il varie de 60kW/m² au un point optimal 212 kW/m².

CHAPITRE III.4.

EXPANSION DE LA POMME DE TERRE PAR DIC

III.4.1. INTRODUCTION

La modification du contenu en humidité de la matière première par séchage (généralement par air chaud) se présente comme première étape préparatrice du processus d'expansion par DIC. Au cours du séchage post-texturation, les mêmes phénomènes de transfert de chaleur et de matière ont lieu mais avec une diffusivité thermique et surtout, une diffusivité de matière complètement modifiées. En effet, dans tout processus de séchage, il existe presque toujours un transfert combiné de chaleur et de matière. L'élimination de l'eau est généralement accompagnée d'un rétrécissement de la matière en raison de la nature comportementale du matériau (caoutchouteux) qui conduit à une grave déformation de nombreux matériaux au cours de leur séchage. Ce rétrécissement induit également une augmentation de la conductivité thermique, et donc de transfert de chaleur, et une diminution de la perméabilité et donc de la capacité de diffusion de l'eau et de la vapeur à l'intérieur de la matière. À ce niveau, le transfert de masse devient le facteur limitant qui ralentit considérablement le séchage et amplifie par conséquent la dégradation thermique.

La présence du produit à un niveau de température élevée pour une durée relativement importante induit nécessairement une certaine dégradation thermique étroitement liée au degré de la perte de taille et de structure ; l'intensification de l'opération de séchage, en particulier dans son étape finale, semble inévitablement nécessiter l'adoption d'une opération d'expansion. L'expansion du produit par la génération de vapeur semble nécessiter l'absorption d'une certaine quantité de chaleur, qu'il faudrait par la suite transformer en source de génération de vapeur d'eau capable d'induire des contraintes mécaniques agissant sur la matière à travers une certaine différence de pression ΔP . L'expansion par « puffing », telle qu'il a été développée par (Gray & Chinnaswamy, 1995), (Kozempel et al., 1989; Sullivan, 1984), avec une détente vers la pression atmosphérique ne semble possible que dans quelques cas de produits céréaliers ou amylacés.

L'objectif de ce chapitre est de présenter les résultats expérimentaux de l'expansion par DIC de la pomme de terre. Le processus d'expansion a été suivi par caméra rapide avec des images enregistrées par les logiciels Photron et labVIEW. Ensuite, sont élaborés des mesures et des calculs des températures, des niveaux de pression, des taux d'expansion par 3D et 2D, des caractéristiques micro-structurelles du produit par MEB et surtout de l'analyse de la transition vitreuse par DSC. L'ensemble de ces données et résultats est analysé en termes de traitement des données et l'établissement et la compréhension préliminaire des corrélations éventuelles.

III.4.2. PARAMETRES OPERATOIRES

La variété de pomme de terre a été choisie en fonction de l'application et l'utilisation finale du produit. Une étape de blanchiment de 15 min sous 100°C a précédé le séchage initial en vue de réduire le brunissement de la pomme de terre. Les essais d'expansion par DIC ont été préalablement réalisés à partir des études antérieures. Quelques essais

préliminaires ont permis d'identifier le domaine de 0,5 à 0,6 MPa pour la pression de vapeur d'eau saturée et le domaine de 20 à 30 s le temps de traitement thermique.

III.4.3. RESULTATS ET DISCUSSION

Les taux d'expansion de la pomme de terre ont été identifiés et mesurés (ϵ_{3D} et ϵ_{2D}) pour les divers essais du plan d'expériences à deux paramètres et cinq niveaux de variation.

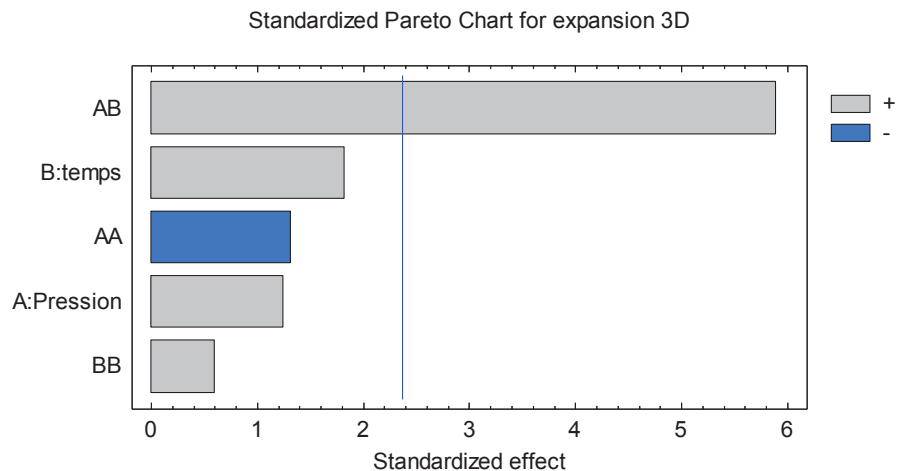
Tableau III-16. Taux d'expansion de la pomme de terre

Essais	ϵ_{3D} : Taux d'expansion en 3D	ϵ_{2D} : Taux d'expansion en 2D
DIC-1	1,70	1,49
DIC-2	1,73	1,61
DIC-3	1,87	1,59
DIC-4	1,73	1,43
DIC-5	1,87	1,37
DIC-6	1,61	1,60
DIC-7	1,85	1,46
DIC-8	1,76	1,57
DIC-9	1,55	1,55
DIC-10	1,77	1,48
DIC-11	1,86	1,57
DIC-12	1,62	1,52
DIC-13	2,07	1,30

Les résultats obtenus sont dressés (Tableau III-16) pour être par la suite analysés et traités statistiquement par l'intermédiaire du logiciel Statgraphics. Selon les résultats obtenus, la plus grande valeur du taux d'expansion $\epsilon_{3D}=2,07$ est obtenue pour une pression DIC de 0,6 MPa et un traitement thermique de 30 s. Le meilleur taux d'expansion $\epsilon_{2D}=1,61$ est obtenu avec un traitement DIC de 0,5 MPa durant 25 s.

III.4.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})

Le taux d'expansion ϵ_{3D} de la pomme de terre semble dépendre du seul terme d'interaction Pression*temps de traitement (Figure III-49).



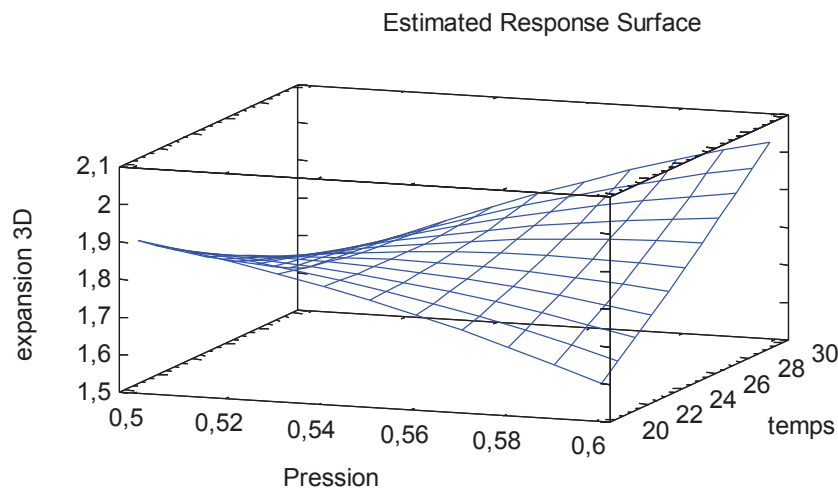
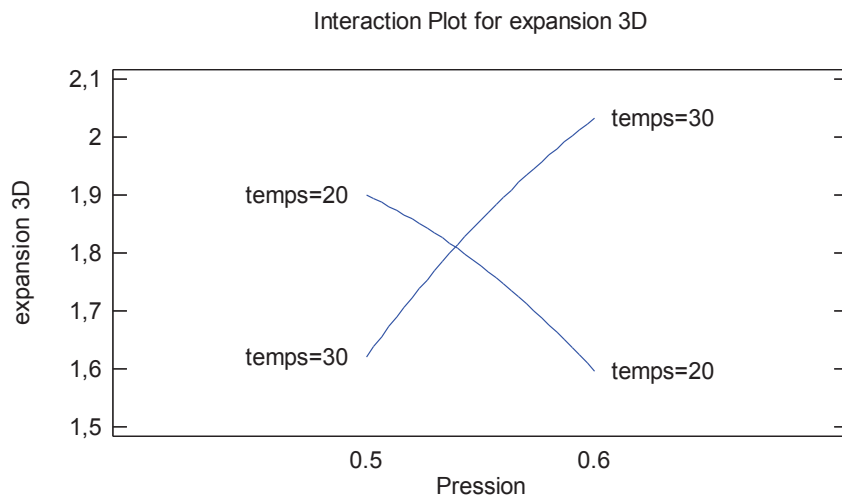
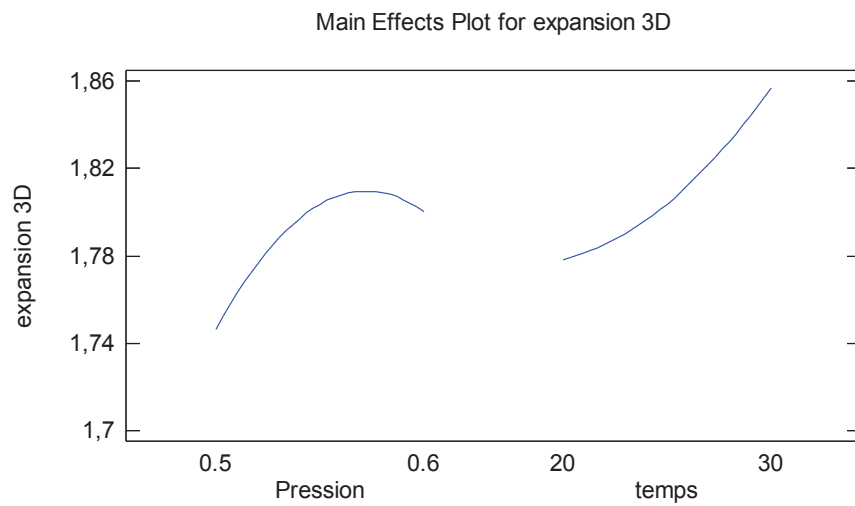


Figure III-49. Analyse de l'impact de paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion ϵ_{3D} ; caa de la pomme de terre.

Le modèle empirique est obtenu :

$$\epsilon_{3D} = 7,83284 - 0,400859P - 0,413762t - 0,121534P^2 + 0,07165Pt + 0,000550641t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être :

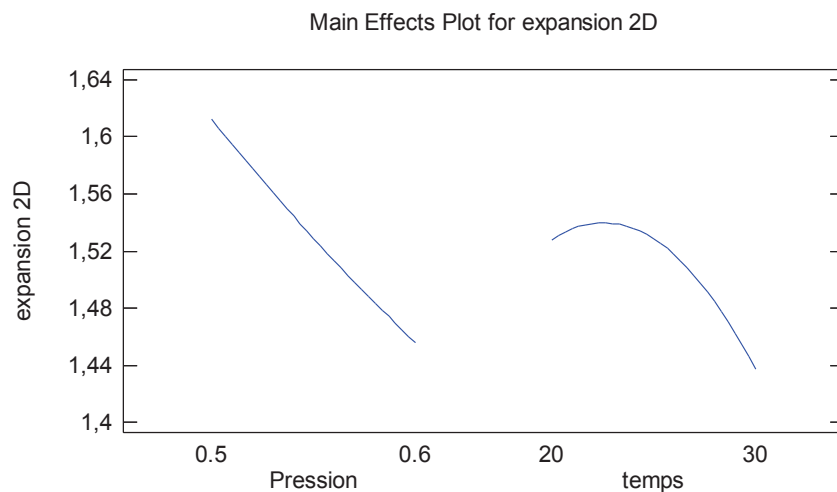
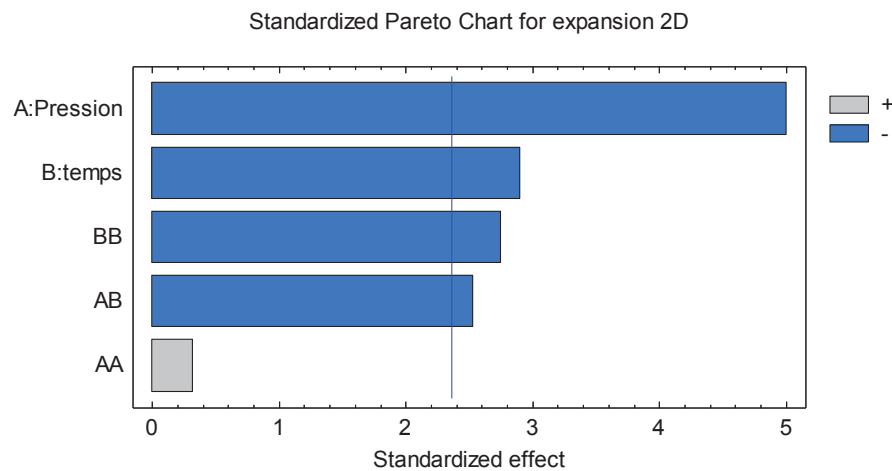
$$\varepsilon_{3D} = 11,6453 - 1,79125P - 0,394075t + 0,07165Pt$$

où P est en MPa et t est en s.

L'optimum de l'expansion 3D est obtenu pour une pression de vapeur d'eau saturée de 0,55 MPa avec un temps de traitement de 30 s.

III.4.3.2. Taux d'expansion surfacique (ε_{2D})

Le calcul du taux d'expansion ε_{2D} ne doit, en principe, différer de celui de ε_{3D} . Cependant, les paramètres présentés sur le graphique de Pareto (Figure III-50) à savoir la pression de vapeur d'eau saturée, et le temps de traitement thermique en termes linéaires, de deuxième ordre de u temps et de combinaison entre les deux, sont significatifs. Le point de taux d'expansion optimal est obtenu à $\varepsilon_{2D} = 1,6$ avec une pression de 0,48 MPa et un temps de traitement thermique de 26 s.



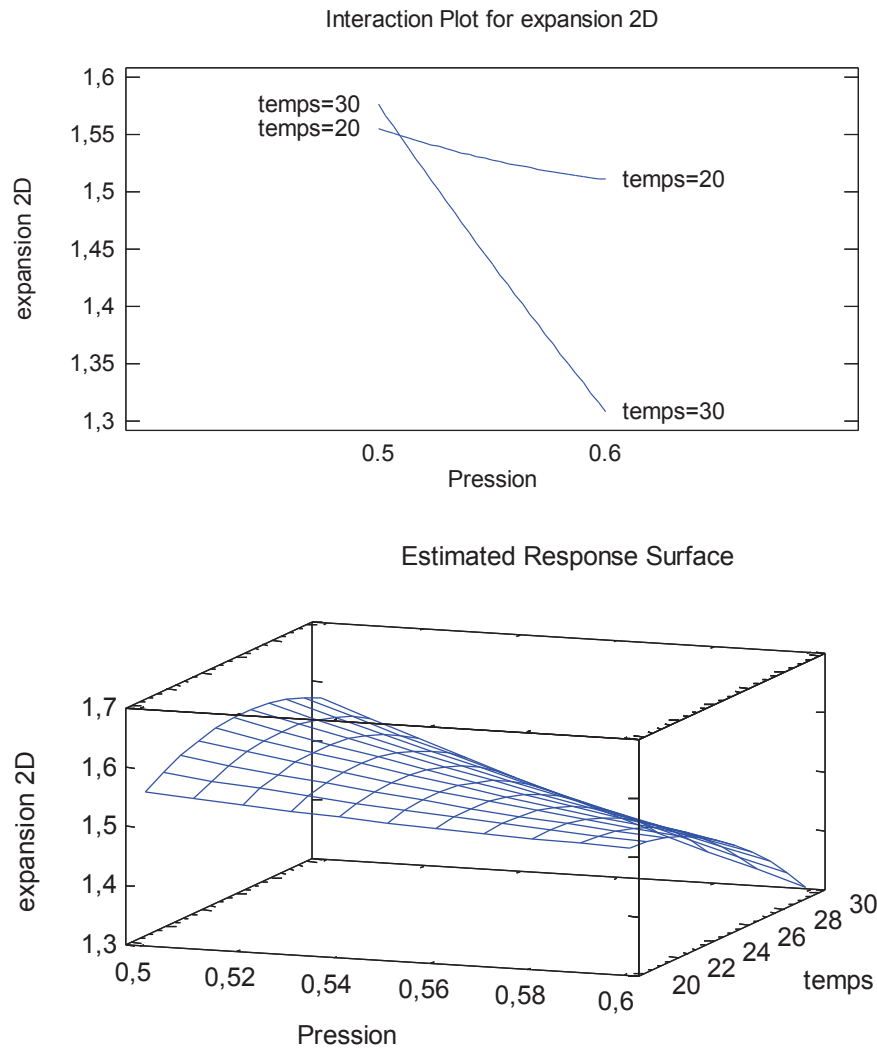


Figure III-50. Analyse de l'impact de paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion volumique en 2D ; caa de pomme de terre.

Le modèle empirique est obtenu :

$$\varepsilon_{2D} = 7,83284 - 0,400859P - 0,413762t - 0,121534P^2 + 0,07165Pt + 0,0005506t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être :

$$\varepsilon_{2D} = -1,62961 + 0,403398P + 0,207759t - 0,0224Pt - 0,00187321t^2$$

où P est en MPa et t est en s.

III.4.3.3. Durées d'expansion de pomme de terre

Les durées d'expansion correspondent à la chute de pression $\tau_{P,react}$, la chute de température du réacteur $\tau_{T,react}$ et la chute de température du produit pour atteindre le niveau d'équilibre de ces divers paramètres. La grande importance du processus dans le changement des caractéristiques du produit dépendent de toute évidence de ces durées d'expansion aux divers niveaux mécanique, thermique et rhéologique.

Tableau III-17. Valeur dea durées d'expansion de la pomme de terre

Essais	$\tau_{T, \text{pdt}}$: Durée de chute de température du produit (s)	$\tau_{T, \text{react}}$: Durée de chute de température du réacteur (s)	$\tau_{P, \text{react}}$: Durée de chute de pression (s)
DIC-1	2,26	0,96	0,96
DIC-2	2,48	0,84	0,92
DIC-3	2,36	0,96	0,84
DIC-4	2,36	0,96	0,86
DIC-5	2,38	0,84	0,94
DIC-6	2,02	0,92	0,84
DIC-7	2,46	0,86	0,80
DIC-8	2,30	0,90	0,88
DIC-9	2,68	0,78	0,80
DIC-10	2,30	0,90	0,88
DIC-11	2,62	0,78	0,84
DIC-12	2,46	0,76	0,76
DIC-13	2,36	0,90	0,86

La valeur minimale de la durée de chute de température du produit $\tau_{T, \text{pdt}}$, obtenue pour DIC-6 (

Tableau III-17), assure une forte expansion.

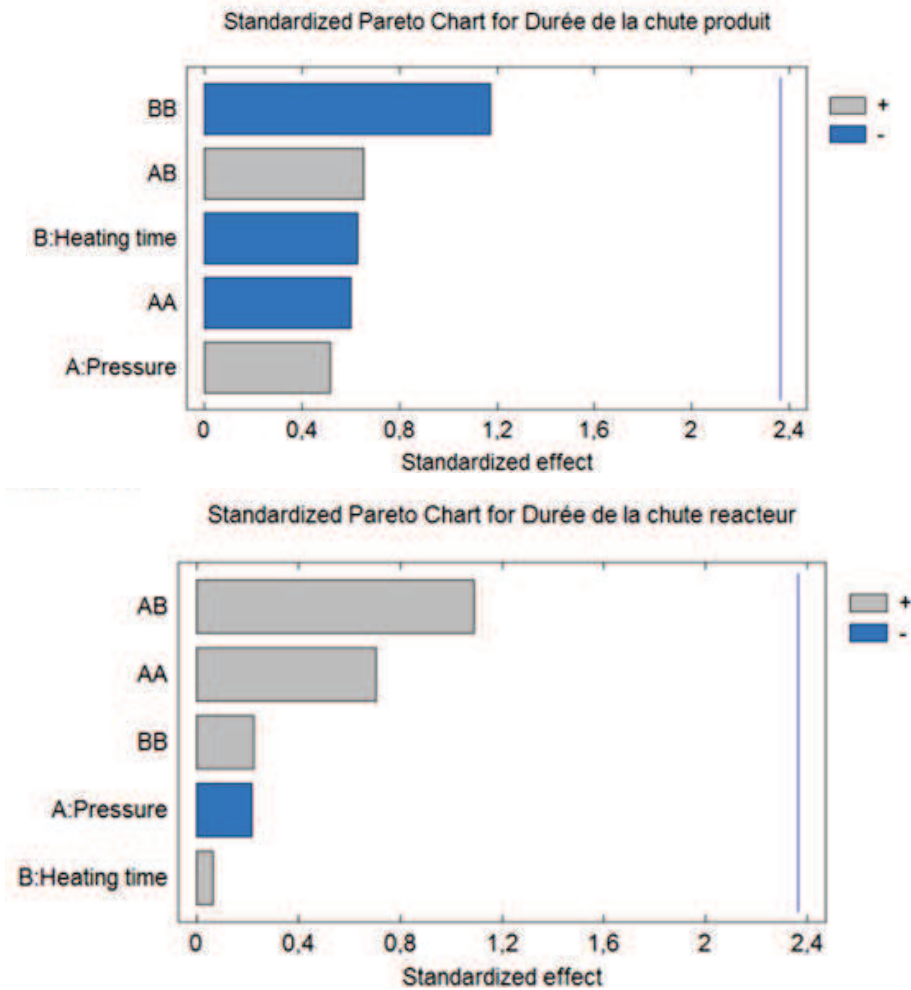


Figure III-51. Analyse de l'impact de paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau saturée et tempa de traitement thermique) sur le durée de chute de température de produit et du réacteur; caa de pomme de terre.

Le minimum des durées de chute de température $\tau_{T,react}$ et de pression $\tau_{P,react}$ du réacteur est obtenu pour DIC-12 (0,6 MPa, 20 s). Ces deux paramètres présentent une certaine corrélation (voir **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) avec une répartition autour de la première bissectrice de $\tau_{T,react} = f(\tau_{P,react})$.

L'analyse des durées de chute de température du produit et du réacteur par Pareto Chart (Figure III-51) montre l'absence de tout effet des paramètres opératoires. La durée de chute de température du produit est plus longue que celle du réacteur.

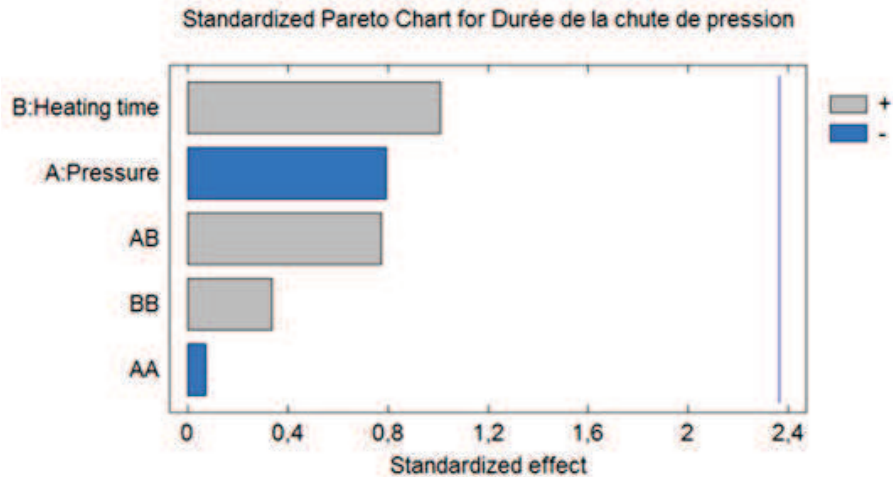


Figure III-52. Analyse de l'impact de paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le durée de chute de pression; caa de pomme de terre.

Selon le standard de Pareto (Figure III-52), les paramètres opératoires de DIC n'ont pas d'effet significatif sur la durée de chute de pression.

III.4.4. CALCULS ET CORRELATIONS

L'ensemble des résultats des mesures et des quantités calculées est réuni sur le Tableau III-19 ; il retient la surface d'échange et la masse (initiales et finales), la chaleur latente de vaporisation, la différence température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ et la durée de chute de pression et de la température du produit et du réacteur. Le Tableau III-20 réunit les corrélations possibles entre ces diverses quantités.

III.4.4.1. Evolution de l'expansion

Le suivi du changement de taille de la pomme de terre à raison de 1000 images/s montre une durée de l'opération plus lente (bien au-delà de 100 ms) et un taux d'expansion plus faible (Figure III-53). Le processus semble débiter à 34 ms de la détente. La viscosité particulièrement élevée du produit pourrait être à l'origine de cette spécificité. La Figure III-54 confirme ce type d'évolution.

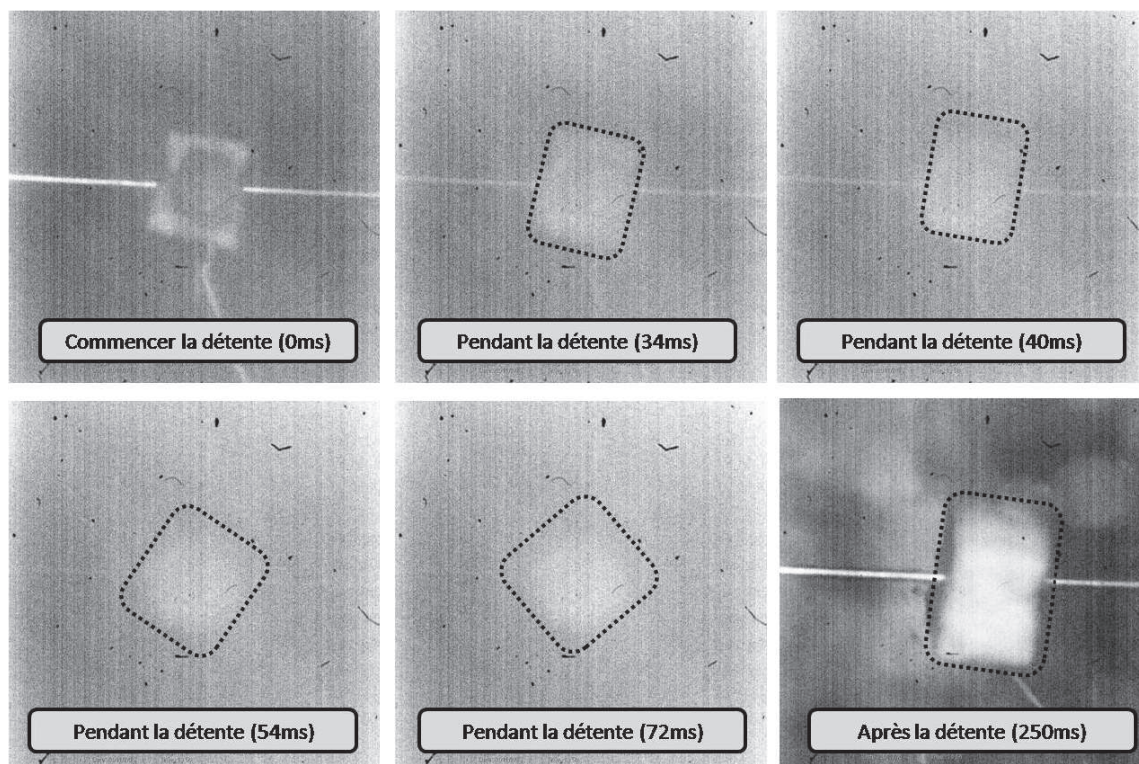


Figure III-53. Phénomène d'expansion de la Pomme de Terre DIC 13.

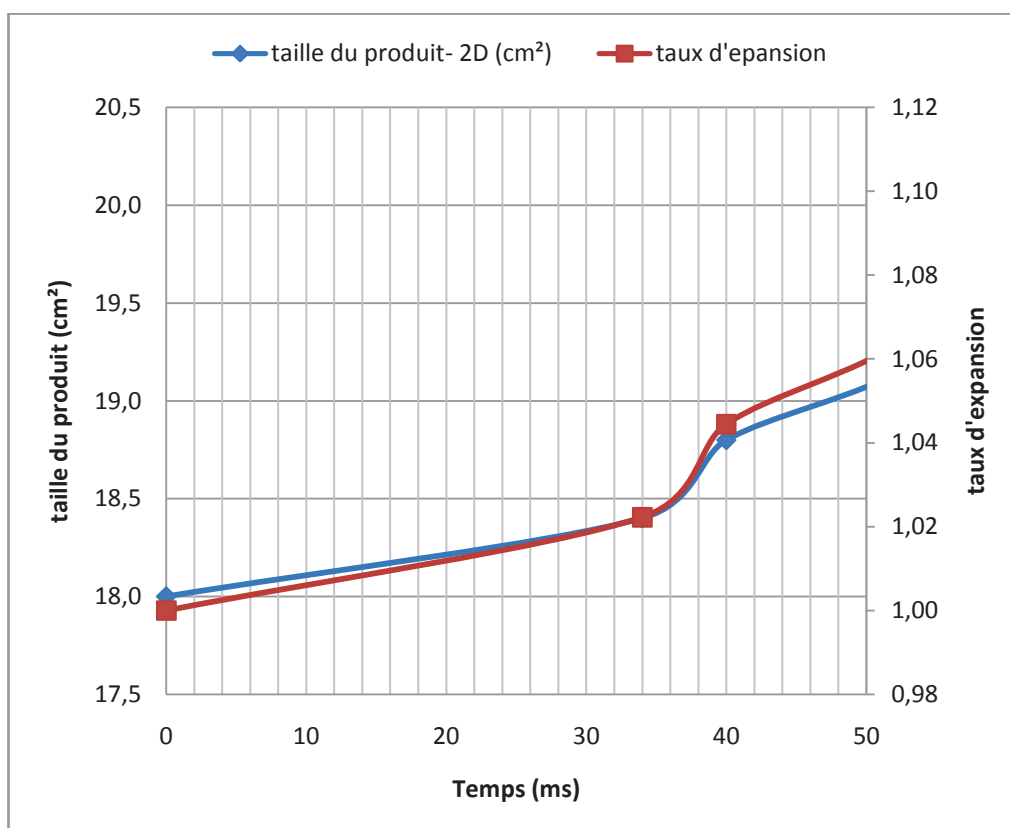


Figure III-54 . Traitement de la Pomme de Terre DIC 13

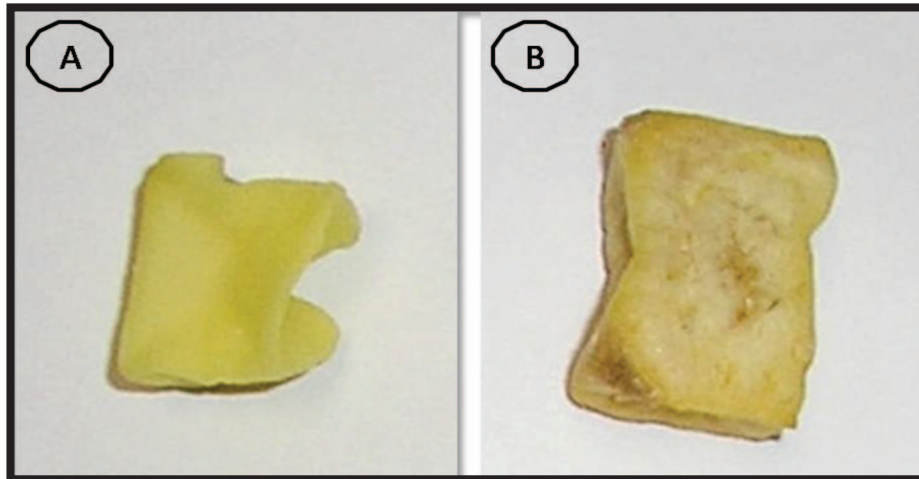


Figure III-55. Echantillons de pomme de terre (A) ayant subi un simple séchage et (B) ayant été soumise à un traitement de séchage suivi d'un traitement de Détente Instantanée Contrôlée DIC.

Pourtant, la comparaison entre la forme initiale du produit pré-séché avant le traitement par DIC et la forme finale du produit final après traitement par DIC montre une relative bonne expansion (Figure III-55).

III.4.4.2. Détermination par analyse DSC et évolution de la température de transition vitreuse T_g de la pomme de terre

L'analyse DSC sur la pomme de terre a permis de déterminer la température de transition vitreuse des divers échantillons de pomme de terre différemment traitée par simple séchage ($T_g = 33,26$ °C) et expansée par DIC (de $31,17$ à $32,57$ °C) - Tableau III-18.

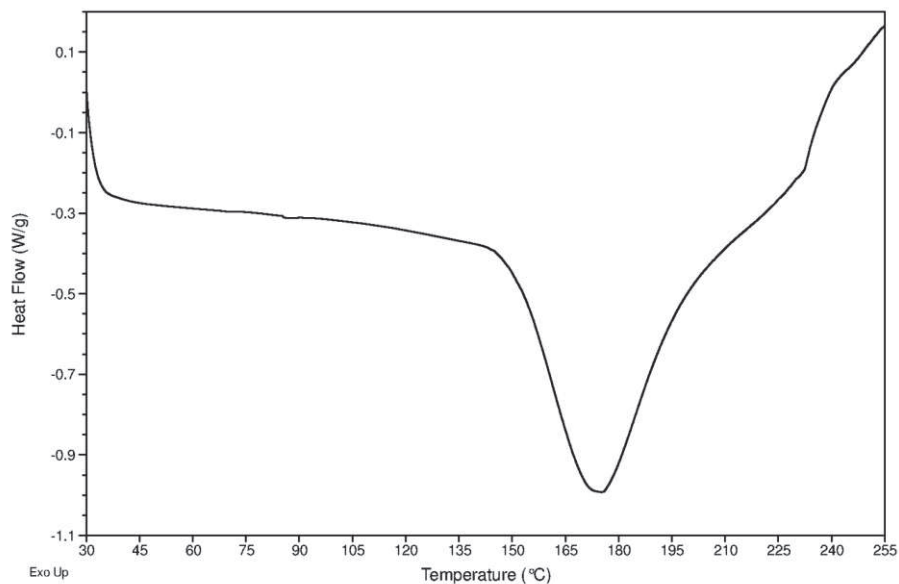


Figure III-56. Transition vitreuse Pomme de terre DIC 13

Tableau III-18. ΔT différence entre la température minimale et la température d'ébullition, T_g température de transition vitreuse et A_0 flux de transfert de chaleur de la pomme de terre lors de la détente vers le vide.

Essais	Différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	Tg : Température de transition vitreuse (°C)	A _Q : Taux d'échange de chaleur (kW/m ²)
DIC 1	-33,50	32,57	328,21
DIC 2	-36,96	31,54	283,56
DIC 3	-18,92	33,60	292,48
DIC 4	-22,39	31,54	259,18
DIC 5	-24,84	31,54	265,51
DIC 6	-26,80	32,57	315,19
DIC 7	-6,85	32,57	209,98
DIC 8	-16,40	32,57	314,39
DIC9	-13,28	32,23	226,92
DIC 10	-16,96	32,57	306,70
DIC 11	-12,44	32,57	232,34
DIC 12	-12,63	31,89	260,55
DIC 13	-13,64	31,17	208,34
Non traite		33,26	

L'analyse statistique de la température transition vitreuse des échantillons de pomme de terre traités par DIC selon le plan d'expériences défini par une pression de vapeur d'eau saturée de 0,48 à 0,62 MPa et un temps de traitement thermique de 18 à 32 s est réalisée à l'aide du logiciel Statgraphics. Le Chart de Pareto (Figure III-57) montre que les paramètres opératoires DIC n'ont pas d'effet significatif sur la valeur de Tg.

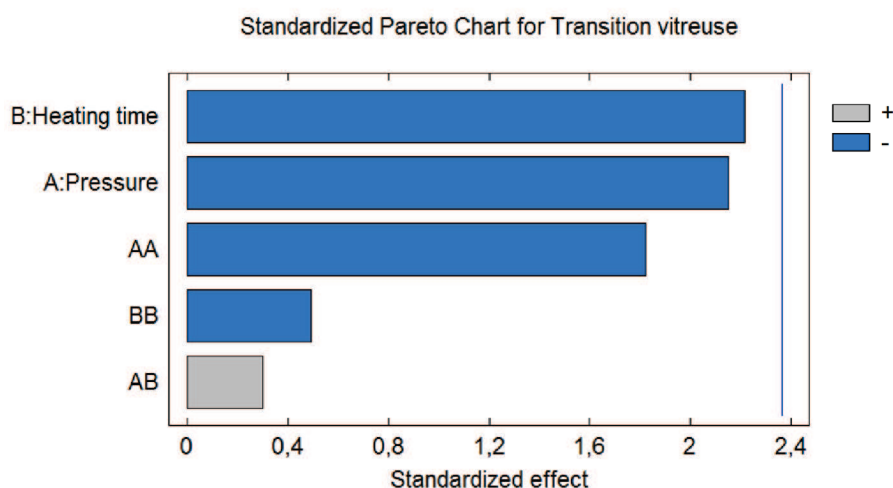


Figure III-57. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau saturée et temps de traitement thermique) sur la température de transition vitreuse ; cas de la pomme de terre.

La Figure III-58 montre clairement que les échantillons de pomme de terre ayant subi une expansion par DIC ont systématiquement une température Tg inférieure à celle du produit frais ayant subi le seul séchage. La recherche de la valeur moyenne de la température de transition vitreuse Tg des échantillons traités par DIC donne une valeur de 32,23°C avec un écart-type de 0,66°C. Il est donc statistiquement évident que la transition vitreuse de ces échantillons s'opère à un niveau inférieur à celui des échantillons de pomme de terre ayant subi un simple séchage, de surcroît à température relativement basse.

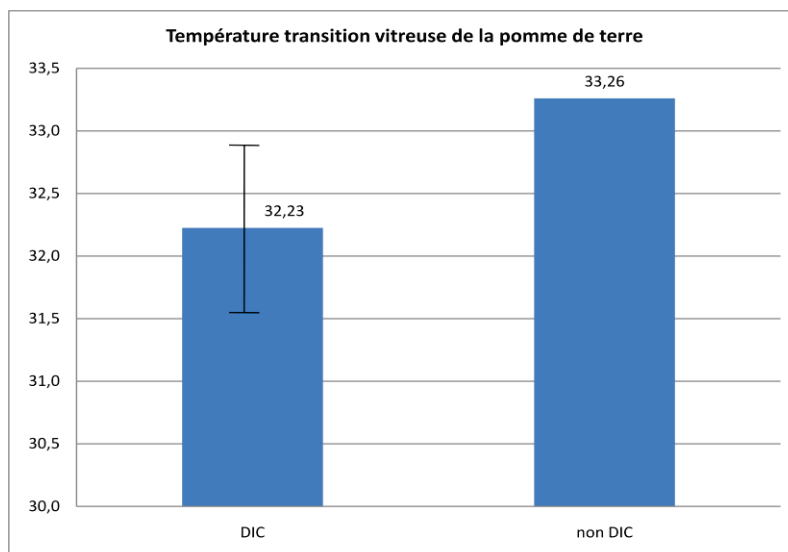


Figure III-58. Comparaison des valeurs de la température de transition vitreuse pour produit traité par DIC et produit frais (non traité par DIC)

Bien que l'effet de la pression soit faible, une certaine évolution négative de Tg avec la pression P est signalée (Figure III-59). La chute rapide de la température du produit du niveau élevé correspondant à l'équilibre avec la vapeur saturée au niveau minimal atteint à la fin de la détente « instantanée » devrait avoir un impact direct sur la transition vitreuse Tg.

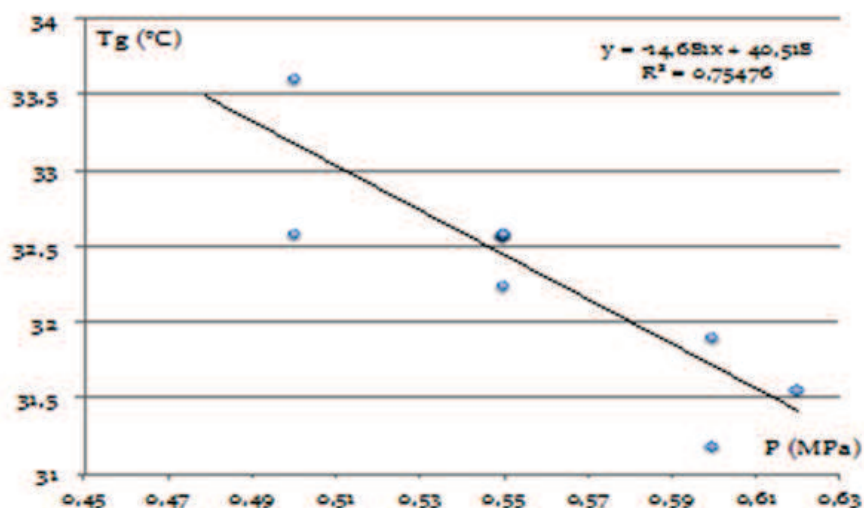


Figure III-59. Comparaison des valeurs de la température de transition vitreuse versus l'évolution de la pression de vapeur saturée traduisant la température de traitement du produit par DIC (2 points aberrants ont été « exclus »).

En effet, il serait possible de constater à partir de la Figure III-57 le fait que l'augmentation de la pression (et donc de la température de traitement) et du temps de traitement, semble nécessairement induire une certaine baisse de la température de transition vitreuse. Cette tendance d'une température de transition vitreuse d'autant plus faible qu'augmentent la pression (la température) et le temps de traitement DIC pourrait ainsi avoir une première approche sur la base d'explication suivante :

1. La haute vitesse de refroidissement du produit induite par la chute de pression devrait, à partir d'un possible phénomène de trempe, impliquer de plus grandes possibilités de génération de la forme amorphe,
2. Le traitement à haute température des produits amyliques mène à la gélification à un niveau qui augmente avec la durée du traitement.

III.4.4.3. Détermination par analyse DSC et évolution de la température de fusion de la pomme de terre

Le comportement des échantillons de pomme de terre vis-à-vis de la fusion dépend grandement des évolutions subies par la matière au cours des transformations structurales et moléculaires antérieures. Ainsi les échantillons ayant déjà été soumis à un traitement DIC et abouti à une certaine expansion peuvent avoir une courbe de fusion lors du diagramme DSC complètement distincte des échantillons n'ayant subi qu'un simple séchage.

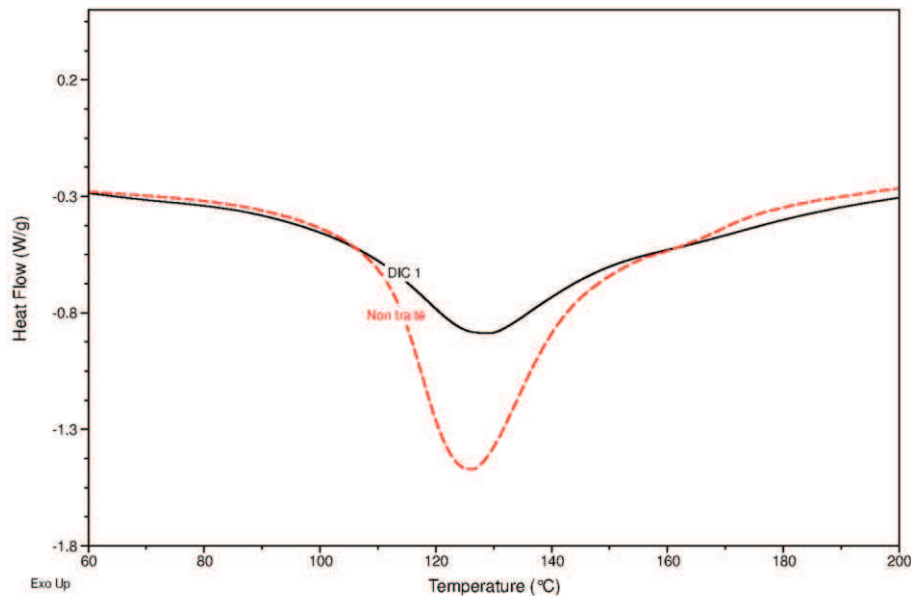


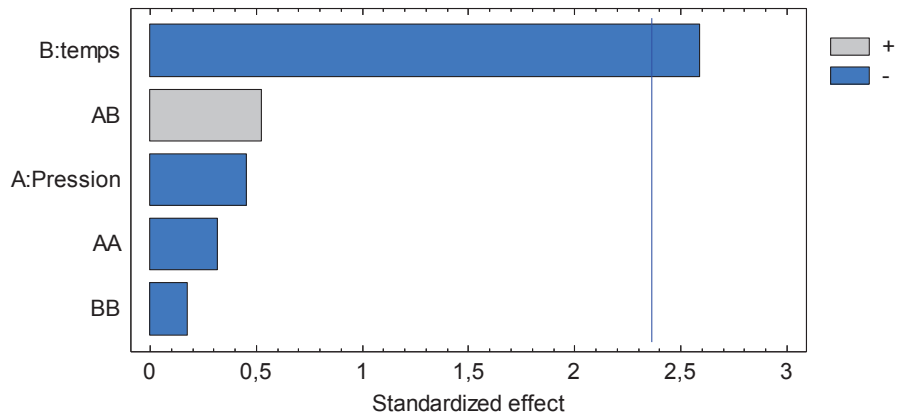
Figure III-60. Diagramme DSC d'échantillons de pomme de terre ayant préalablement subi un simple séchage ou ayant été soumis à un traitement DIC.

Figure III-60 montre une évolution de fusion du produit ayant préalablement subi un simple séchage nettement plus prononcée que celle des produits ayant été soumis à un traitement DIC. La fusion des deux types de produits peut avoir lieu à une température similaire voisine de 125 °C, mais la fusion du produit non traité est plus endothermique.

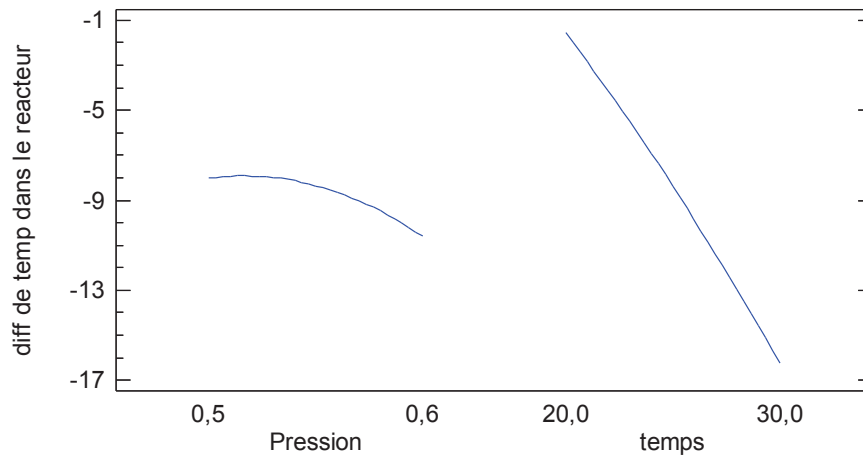
III.4.4.4. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$

La différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ dans le réacteur se manifeste dans le tableau à travers des valeurs négatives pouvant signaler un dépassement du niveau d'équilibre thermique final, dépend considérablement de la vitesse de l'opération de détente. L'étude statistique des résultats de ce paramètre considéré comme variable dépendante versus les paramètres opératoires DIC (Pression P et temps t) montre un effet significatif négatif du temps de traitement t ; plus t est important, plus la différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ dans le réacteur et la température d'ébullition est faible.

Standardized Pareto Chart for diff de temp dans le reacteur



Main Effects Plot for diff de temp dans le reacteur



Interaction Plot for diff de temp dans le reacteur

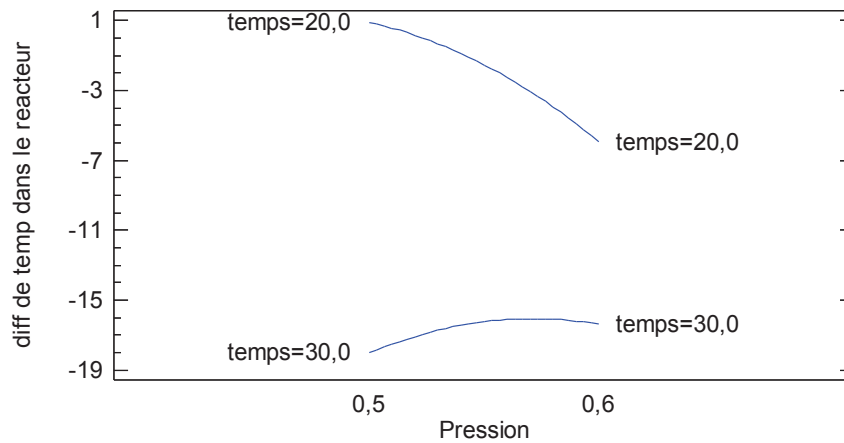




Figure III-61. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la différence de température dans le réacteur ; cas de la pomme de terre

Le modèle empirique qui a été établi est :

$$\begin{aligned} \Delta T_{\text{min-ébullition}} (\text{réacteur}) &= 29,0063 + 18,6917P - 5,06017t - 3,85881P^2 + 0,84653P t \\ &\quad - 0,0213273t^2 \end{aligned}$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant

$$\Delta T_{\text{min-ébullition}} (\text{réacteur}) = 27,4894 - 1,47061t$$

où P est en MPa et t est en s.

La valeur moyenne de l'écart entre la température minimale atteinte par le réacteur et la température d'ébullition de l'eau à la pression considérée est donnée par :

$$\Delta T_{\text{min-ébullition}} (\text{réacteur}) = -19,66230769 \pm 8,837212187^\circ\text{C}$$

Le réacteur dépasse donc la température d'équilibre final (température d'ébullition) avant de la rejoindre par la suite.

III.4.4.5. Détermination du taux d'échange de chaleur

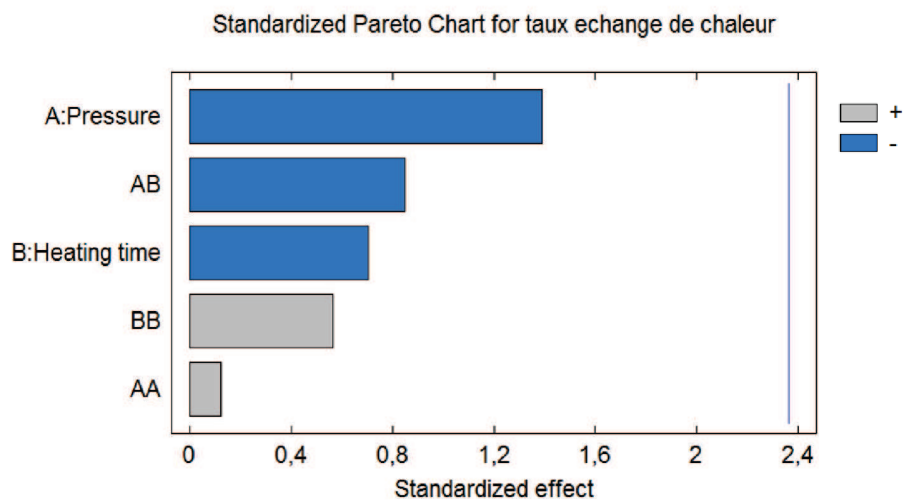


Figure III-62. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'échange de chaleur ; cas de la pomme de terre.

Le taux d'échange de chaleur de pomme de terre semble indépendant des paramètres opératoire alors qu'il varie de 210 à 328 kW/m². La valeur maximale, nous avons obtenu sur la condition de pression 0,55MPa et 25 s le temps de traitement thermique t. Cependant, la valeur moyenne obtenue sur l'ensemble des mesures réalisées est :

$$A_Q = 269,4884615 \pm 41,16914052 \text{ kW m}^{-2}$$

Tableau III-19. Calcul et présentation des données des paramètres de traitement

Paramètre Pomme de terre	DIC-1	DIC-2	DIC-3	DIC-4	DIC-5	DIC-6	DIC-7	DIC-8	DIC-9	DIC-10	DIC-11	DIC-12	DIC-13
Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	0,55	0,479	0,50	0,62	0,55	0,50	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	0,60	0,60
Temps de traitement thermique (s)	25,00	25,00	20,00	25,00	32,00	30,00	25,00	25,00	25,00	17,92	25,00	20,00	30,00
Surface d'échange initial (10^{-4}m^2)	4,62	6,37	4,86	5,23	5,69	5,65	6,32	5,38	6,31	5,28	4,20	5,85	3,85
Surface d'échange final (10^{-4}m^2)	6,95	7,87	8,05	6,37	7,30	6,33	7,07	7,61	8,65	7,48	6,59	9,04	6,36
Chaleur latente de vaporisation-L (10^3kJ/kg)	2,10	2,11	2,11	2,09	2,10	2,11	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,09	2,09
Masse initiale (g)	0,73	1,05	0,84	0,73	0,82	0,84	0,85	1,01	1,00	1,05	0,62	0,88	0,45
Masse finale (g)	0,47	0,58	0,48	0,42	0,47	0,45	0,52	0,61	0,58	0,61	0,37	0,52	0,32
Masse de l'eau auto vaporisée par détente Mv (10^{-1}g)	1,08	1,43	1,03	1,27	1,42	1,31	1,29	1,53	1,52	1,37	0,97	1,31	0,75
ΔP (10^5Pa)	6,35	8,03	5,90	8,24	8,64	7,96	6,93	9,65	9,36	8,13	5,56	7,32	4,77
Cp (kJ/kg K)	3,43												
Q (kJ)	0,34	0,44	0,33	0,31	0,35	0,35	0,32	0,38	0,38	0,37	0,25	0,37	0,18
Q' (kW)	0,15	0,18	0,14	0,13	0,15	0,17	0,13	0,16	0,14	0,16	0,097	0,15	0,08
Taux d'échange de chaleur (kW/m^2)	328,20	283,5	292,4	259,1	265,5	315,1	209,9	314,3	226,9	306,7	232,3	260,5	208,3
Taux d'expansion en 3D	1,705	1,732	1,880	1,733	1,870	1,609	1,846	1,757	1,846	1,772	1,865	1,628	2,073
Taux d'expansion en 2D	1,488	1,617	1,590	1,434	1,368	1,597	1,461	1,570	1,555	1,477	1,570	1,518	1,301
Transition vitreuse (Tg)	32,57	31,54	33,6	31,54	31,54	32,57	32,57	32,57	32,23	32,57	32,57	31,89	31,17
T _{max} produit (°C)	174	160	159	180	176	168	172	168	170	158	178	174	182
T _{min} produit (°C)	37	36	43	54	48	44	60	56	59	55	58	51	61
T _{final} produit (°C)	67	61	70	56	51	55	62	57	61	63	65	68	63

T _{max} réacteur (°C)	178	174	174	186	176	177	180	180	182	183	183	177	183
T _{min} réacteur (°C)	35	39	35	38	41	43	42	41	42	41	40	41	41
T _{Final} réacteur (°C)	51	53	50	45	44	45	63	44	48	55	59	56	45
P _{max} (kPa)	188,8	270,5	171,7	201,6	192,1	158,7	286,6	178,1	187,6	208,4	128,0	182,6	195,3
P _{min} (kPa)	6,60	1,73	4,89	10,54	10,66	4,83	3,43	5,74	5,50	5,43	5,13	7,14	2,52
P _{Final} (kPa)	16,10	16,68	15,89	11,82	13,22	14,92	26,77	19,78	16,93	18,08	13,82	20,51	13,03
Temperature d'ébullition	70,62	72,83	61,62	76,08	73,08	70,67	67,20	72,07	72,16	71,60	70,67	63,46	74,16
Différence de température (T _{min} - T _{ebullition}) produit	-33,50	-36,96	-18,92	-22,39	-24,84	-26,80	-6,85	-16,40	-13,28	-16,96	-12,44	-12,63	-13,64
Différence de température (T _{min} - T _{ebullition}) réacteur	-4,13	-12,40	7,81	-20,36	-22,64	-15,77	-4,99	-15,23	-11,51	-8,40	-5,91	4,02	-11,09
Durée de la chute de température du produit (s)	2,26	2,48	2,36	2,36	2,38	2,02	2,46	2,3	2,68	2,3	2,62	2,46	2,36
Durée de la chute de température du réacteur (s)	0,96	0,84	0,96	0,96	0,84	0,92	0,86	0,9	0,78	0,9	0,78	0,76	0,9
Durée de la chute de pression (s)	0,96	0,92	0,84	0,86	0,94	0,84	0,8	0,88	0,8	0,88	0,84	0,76	0,86

Enregistrement par :

Photron : 6400 x 3 répétitions x 13 points = 249 600 points et l'image

Labview : 10000 x 3 répétitions x 13 points = 390 000 points

Nom du fichier : lomega HDD/4.pomme_de_terre.

Tableau III-20. Corrélation de la pomme de terre

Coef corrélation de la Pomme de terre	Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	Temps de traitement thermique t (s)	Surface d'échange initial (m²)	Surface d'échange final (m²)	Chaleur latente de vaporisation-L (kJ/kg)	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Mv (g)	ΔP (Pa)	Q (Pa)	Q (kJ)	Q (kW)	Taux d'échange de chaleur (kW/m²)	Taux d'expansion en 3D	Taux d'expansion en 2D	Transition vitreuse (Tg)	Tmax produit (°C)	Tmin produit (°C)	Tmax réacteur (°C)	Tmin réacteur (°C)	Tfinal réacteur (°C)	Pmax (kPa)	Pmin (kPa)	Pfinal (kPa)	Température d'ébullition	Différence de température (Tmin -Tebullition) réacteur	Durée de la chute de température du produit (s)	Durée de la chute de température du réacteur (s)	Durée de la chute de pression (s)
1	0,00	-0,31	-0,13	-0,99	-0,46	-0,36	-0,23	-0,10	-0,50	-0,53	-0,43	0,18	-0,68	-0,48	0,75	0,60	-0,01	0,67	0,13	-0,10	-0,12	0,48	-0,10	0,24	0,46	-0,12	0,17	-0,07	-0,26
0,00	1	-0,08	-0,54	0,00	-0,44	-0,47	-0,09	0,01	-0,29	-0,18	-0,22	0,26	-0,39	-0,50	0,54	0,02	-0,69	-0,04	0,30	-0,51	-0,06	0,10	-0,39	0,54	-0,23	-0,68	-0,20	0,02	0,33
-0,31	-0,54	1	0,53	0,29	0,781	0,72	0,84	0,70	0,80	0,67	0,01	-0,46	0,35	-0,05	-0,39	-0,13	-0,33	-0,34	0,42	0,17	0,57	0,01	0,53	-0,10	-0,08	-0,16	0,16	-0,35	-0,22
-0,13	-0,54	0,53	1	0,06	0,63	0,67	0,47	0,35	0,59	0,37	0,03	-0,20	0,37	0,16	-0,43	-0,10	0,34	-0,40	0,04	0,19	0,11	-0,03	0,41	-0,53	0,15	0,46	0,45	-0,51	-0,36
-0,99	0,00	0,29	0,06	1	0,44	0,32	0,22	0,12	0,47	0,54	0,47	-0,21	0,69	0,55	-0,74	-0,59	-0,03	-0,63	-0,16	0,05	0,06	-0,39	0,06	-0,25	-0,46	0,10	-0,23	0,17	0,24
-0,46	-0,44	0,78	0,63	0,44	1	0,97	0,88	0,77	0,93	0,83	0,43	-0,51	0,57	0,26	-0,77	-0,24	-0,14	-0,30	0,19	0,10	0,34	-0,05	0,46	-0,14	-0,16	-0,02	0,04	-0,17	-0,02
-0,36	-0,47	0,72	0,67	0,32	0,97	1	0,84	0,74	0,87	0,75	0,38	-0,41	0,47	0,24	-0,71	-0,14	-0,06	-0,23	0,18	0,13	0,38	-0,08	0,56	-0,13	-0,08	0,02	0,10	-0,18	0,00
-0,23	-0,09	0,84	0,47	0,22	0,88	0,84	1	0,96	0,87	0,78	0,30	-0,53	0,37	0,01	-0,41	-0,08	-0,51	-0,15	0,40	-0,10	0,29	0,25	0,35	0,13	-0,14	-0,38	0,04	-0,25	0,00
-0,10	0,01	0,70	0,35	0,12	0,77	0,74	0,96	1	0,76	0,71	0,31	-0,46	0,27	-0,09	-0,01	-0,63	0,00	-0,63	0,38	-0,34	0,14	0,37	0,15	0,31	-0,15	-0,54	-0,03	-0,13	0,07
-0,50	-0,29	0,80	0,59	0,47	0,93	0,87	0,87	0,76	1	0,93	0,54	-0,67	0,59	0,14	-0,66	-0,51	-0,21	-0,49	0,05	0,00	0,32	0,07	0,32	-0,11	-0,44	-0,08	-0,04	-0,13	0,14
-0,53	-0,18	0,67	0,37	0,54	0,83	0,75	0,78	0,71	0,93	1	0,74	-0,77	0,55	0,20	-0,66	-0,60	-0,30	-0,52	0,04	-0,14	0,22	0,10	0,25	-0,09	-0,55	-0,14	-0,40	0,12	0,23
-0,43	-0,22	0,01	0,03	0,47	0,43	0,38	0,30	0,31	0,54	0,74	1	-0,63	0,43	0,40	-0,54	-0,70	-0,06	-0,38	-0,38	-0,30	-0,21	0,16	-0,10	-0,08	-0,64	0,00	-0,67	0,51	0,51
0,18	0,26	-0,46	-0,20	-0,21	-0,51	-0,41	-0,53	-0,46	-0,67	-0,77	-0,63	1	-0,55	-0,17	0,27	0,49	0,10	0,27	-0,02	-0,06	0,03	-0,24	-0,19	0,16	0,41	-0,01	0,38	-0,02	0,04
-0,68	-0,39	0,35	0,37	0,69	0,57	0,47	0,37	0,27	0,59	0,55	0,43	-0,55	1	0,59	-0,62	-0,40	0,21	-0,39	-0,12	0,22	-0,15	-0,30	0,21	-0,38	-0,22	0,31	0,05	-0,14	-0,18
-0,48	-0,50	-0,05	0,16	0,55	0,26	0,24	-0,01	-0,09	0,14	0,20	0,40	-0,17	0,59	1	-0,54	-0,14	0,44	-0,20	-0,30	0,32	-0,27	-0,16	0,33	-0,64	0,16	0,58	-0,15	0,26	-0,17
0,75	0,54	-0,39	-0,43	-0,74	-0,77	-0,71	-0,41	-0,29	-0,66	-0,66	-0,54	0,27	-0,62	-0,54	1	0,43	-0,20	0,46	0,14	-0,17	-0,24	0,38	-0,31	0,36	0,25	-0,29	0,16	-0,15	-0,09
0,60	0,02	-0,13	-0,10	-0,59	-0,24	-0,14	-0,08	-0,01	-0,51	-0,60	-0,70	0,49	-0,40	-0,14	0,43	1	-0,06	0,75	0,57	0,15	-0,07	0,01	0,20	0,18	0,89	-0,12	0,40	-0,34	-0,54
-0,01	-0,69	-0,33	0,34	-0,03	-0,14	-0,06	-0,51	-0,63	-0,21	-0,30	-0,06	0,10	0,21	0,44	-0,20	-0,06	1	-0,09	-0,47	0,56	-0,06	-0,43	0,27	-0,66	0,25	0,94	0,27	-0,05	-0,32
0,67	-0,04	-0,34	-0,40	-0,63	-0,30	-0,23	-0,15	0,00	-0,49	-0,52	-0,38	0,27	-0,39	-0,20	0,46	0,75	-0,09	1	0,20	-0,01	-0,15	0,18	-0,16	0,54	0,48	-0,31	0,20	0,03	-0,18
0,13	0,30	0,42	0,04	-0,16	0,19	0,18	0,40	0,38	0,05	0,04	-0,38	-0,02	-0,12	-0,30	0,14	0,57	-0,47	0,20	1	0,05	0,10	-0,09	0,32	0,19	0,46	-0,38	0,05	-0,55	-0,45
-0,10	-0,51	0,17	0,19	0,05	0,10	0,13	-0,10	-0,34	0,00	-0,14	-0,30	-0,06	0,22	0,32	-0,17	0,15	0,56	-0,01	0,05	1	0,34	-0,36	0,64	-0,48	0,37	0,58	0,42	-0,40	-0,37
-0,12	-0,06	0,57	0,11	0,06	0,34	0,38	0,29	0,14	0,32	0,22	-0,21	0,03	-0,15	-0,27	-0,24	-0,07	-0,06	-0,15	0,10	0,34	1	-0,32	0,55	0,08	-0,10	-0,08	0,12	0,03	0,08
0,48	0,10	0,01	-0,03	-0,39	-0,05	-0,08	0,25	0,37	0,07	0,10	0,16	-0,24	-0,30	0,16	-0,38	0,01	-0,43	0,18	-0,09	-0,36	-0,32	1	-0,35	0,17	-0,08	-0,35	-0,09	0,09	0,16
-0,10	-0,39	0,53	0,41	0,06	0,46	0,56	0,35	0,15	0,32	0,25	-0,10	-0,19	0,21	0,33	-0,31	0,20	0,27	-0,16	0,32	0,64	0,55	-0,35	1	-0,49	0,43	0,40	0,13	-0,24	-0,42
0,24	0,54	-0,10	-0,53	-0,25	-0,14	-0,13	0,13	0,31	-0,11	-0,09	-0,08	0,16	-0,38	-0,64	0,41	0,22	0,16	0,25	0,48	0,08	0,17	-0,49	1	-0,29	-0,88	-0,04	0,12	0,49	
0,46	-0,23	-0,08	0,15	-0,46	-0,16	-0,08	-0,14	-0,15	-0,44	-0,55	-0,64	0,41	-0,22	0,16	0,25	0,89	0,25	0,48	0,46	0,37	-0,10	-0,08	0,43	-0,29	1	0,29	0,41	-0,38	-0,76
-0,12	-0,68	-0,16	0,46	0,10	-0,02	0,02	-0,38	-0,54	-0,08	-0,14	0,00	-0,01	0,31	0,58	-0,29	-0,12	0,94	-0,31	-0,38	0,58	-0,08	-0,35	0,40	-0,88	0,29	1	0,19	-0,09	-0,43
0,17	-0,20	0,16	0,45	-0,23	0,04	0,10	0,04	-0,03	-0,04	-0,40	-0,67	0,38	0,05	-0,15	0,16	0,40	0,27	0,20	0,05	0,42	0,12	-0,09	0,13	-0,04	0,41	0,19	1	-0,71	-0,33
-0,07	0,02	-0,35	-0,51	0,17	-0,17	-0,18	-0,25	-0,13	-0,13	0,12	0,51	-0,02	-0,14	0,26	-0,15	-0,34	-0,05	0,03	-0,55	-0,40	0,03	0,09	-0,24	0,12	-0,38	-0,09	-0,71	1	0,46
-0,26	0,33	-0,22	-0,36	0,24	-0,02	0,00	0,00	0,07	0,14	0,23	0,51	0,04	-0,18	-0,17	-0,09	-0,54	-0,32	-0,18	-0,45	-0,37	0,08	0,16	-0,42	0,49	-0,76	-0,43	-0,33	0,46	1

III.4.5. CONCLUSION

La différence de texture et de composition du produit de traitement peut avoir différent résultat de traitement. Le niveau et la durée du traitement thermique peuvent provoquer la dégradation de la matière. L'analyse de du phénomène d'expansion a un intérêt aux deux plans fondamental et d'application.

Le taux d'expansion dépend du temps et de la pression de traitement. Il peut atteindre un maximum $\varepsilon_{3D} = 2,07$ (DIC 13) pour une pression de 0,55 MPa et 30 s.

Le taux d'expansion surfacique ε_{2D} dépend nettement plus de la pression (linéaire et quadratique). Le temps de traitement agit d'une manière plus réduite, et pourtant significative. La valeur moyenne des points centraux du plan d'expériences est $\varepsilon_{3D} = 1,85 \pm 0,25$ alors que $\varepsilon_{2D} = 1,57 \pm 0,18$.

La durée de la chute de température et de pression du réacteur varie de 760 à 2620 ms pendant le traitement de la pomme de terre. La durée de la chute de température du produit ne semble nullement dépendre du temps et de la pression de traitement. Pourtant, le changement de taille de la pomme a été réalisé à partir de 34 ms de la détente ; la pomme de terre se distingue par une expansion plus longue par rapport aux autres produits.

Le changement de température sur l'analyse DSC a indiqué la température de transition vitreuse T_g (passage de la matière entre l'état caoutchouteux et l'état vitreux). Les températures de transition vitreuse de la pomme de terre fraîche et traitée par DIC sont voisines, mais le produit non traité par DIC se caractérise par une valeur de T_g systématiquement supérieure à celle des produits traités. La fusion de la pomme de terre dépend également du traitement subi par la matière ; la fusion de la pomme de terre non traitée est plus « prononcée » que celle des produits traités.

CHAPITRE III.5.

EXPANSION DE LA CAROTTE PAR DIC

III.5.1. INTRODUCTION

La carotte est un légume largement disponible, capable de croître dans la plupart des zones agricoles à travers le monde. En raison de sa haute teneur en vitamines et en fibres, la carotte est une source commune pour la nutrition humaine, à culture et exploitation intenses. En 2004, la production mondiale nette de carottes comestibles, en tant que produit final, était de 27 millions de tonnes environ (Brunke, 2006). Une production d'une telle ampleur implique, par conséquent, une immense quantité de déchets : des carottes qui ne répondent pas « parfaitement » aux spécifications d'épicerie ou de traitement sont, par conséquent rejetées. Ces carottes sont reprises, peuvent être séchées pour produire une quantité importante de snacking, d'ingrédients pour soupes et plats déshydratés... Là aussi, l'intensification du processus de séchage et l'amélioration de la qualité organoleptique et/ou fonctionnelle du produit fini nécessitent inévitablement le passage par une opération d'expansion.

L'objectif de ce chapitre est d'abord de présenter des données expérimentales extraites au cours de l'expansion de la carotte par DIC. Le suivi de l'expansion par caméra rapide (1000 images par s) est effectué. Des mesures effectuées au même rythme sont ensuite enregistrées par les logiciels Photron et labVIEW. Ensuite, des calculs de divers paramètres de réponse (variables dépendantes) ont été réalisés ; il s'agit d'établir les taux d'expansion par 3D, de déterminer par analyse DSC la transition vitreuse et de réaliser les traitements des résultats des calculs et des données.

III.5.2. PARAMETRES OPERATOIRES

Les paramètres opératoires utilisés pour le traitement par DIC de la carotte sont été la pression de vapeur d'eau saturée (dans le domaine de 0,3 à 0,4 MPa) avec un temps de traitement thermique (dans le domaine de 20 à 40 MPa).

Dès la pression de 0,3 MPa, les produits commencent à modifier de forme sous l'action de la détente vers le vide. Au-delà de 0,4 MPa, le traitement par DIC de la carotte peut impliquer une dégradation thermique et un changement de couleur. A la suite d'un traitement DIC adapté, les changements des caractéristiques structurelles de la carotte sont rapides, et à une pression de vapeur d'eau de 0,37 MPa à un temps de traitement thermique de 44 s, la carotte a pu être bien expansée pour un taux optimum de 4,46.

Deux étapes précèdent le traitement des morceaux de carotte par DIC : un blanchiment et un séchage partiel. Le premier vise la prévention contre le « brunissement » dû à l'oxydation. Nous avons, dans notre cas, opté pour un blanchiment acide à base d'une solution citrique à 25 % de citron Pulco par litre d'eau. L'opération de séchage partiel a été réalisé sous un courant d'air à 40 °C, à 1,2 m/s et de 260 Pa d'humidité initiale. Le produit, initialement à 25 % db est récupéré au bout de 12 heures à 9 % db de teneur en eau, avec un rétrécissement du fait du phénomène du retrait particulièrement important. Il est ensuite été utilisé dans l'opération d'expansion par DIC.

III.5.3. RESULTATS ET DISCUSSION

Pour le traitement d'expansion par DIC de la carotte, nous avons utilisé 13 essais incluant 5 répétitions au point central. Le meilleur résultat, correspondant au traitement DIC-5, a conduit à une grande expansion ($\epsilon_{3D}=4,29$).

Tableau III-21. Taux d'expansion de la Carotte

Paramètre carotte	Taux l'expansion en 3D
DIC-1	2,29
DIC-2	2,17
DIC-3	2,82
DIC-4	2,44
DIC-5	4,29
DIC-6	3,17
DIC-7	1,86
DIC-8	2,82
DIC-9	2,08
DIC-10	1,82
DIC-11	2,49
DIC-12	3,78
DIC-13	2,74

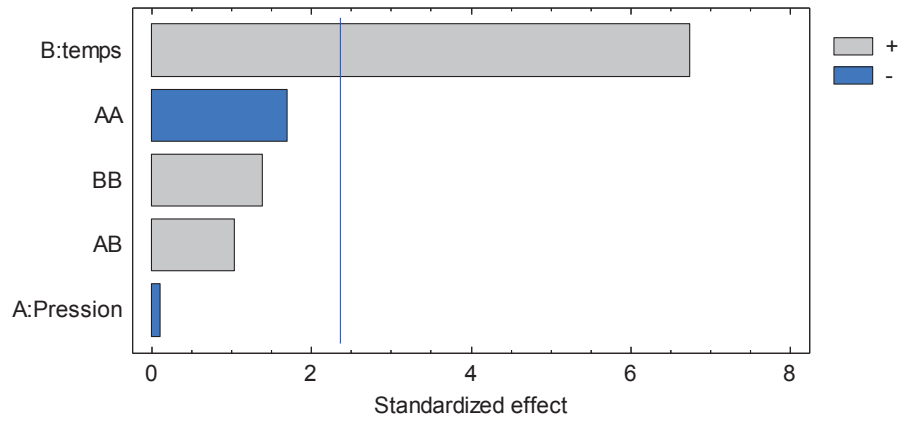
III.5.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})

Selon le Tableau III-21, le taux d'expansion ϵ_{3D} de la carotte a, du fait du traitement par DIC, des valeurs allant de 1,82 à 4,29, avec une valeur moyenne de 2,67 et un écart-type de 0,73. Ce dernier est relativement faible (27%) traduisant une expansion relativement stable.

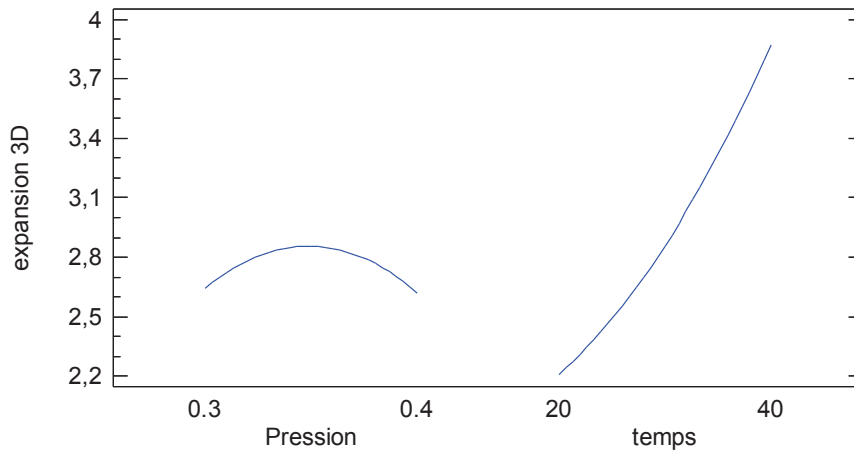
Réalisée en dehors de la présente étude, l'étude de la cinétique de séchage post expansion par DIC montre que la carotte peut alors facilement sécher sans que ce soit nécessairement corrélé avec le niveau d'expansion proprement dite. Dans des études préliminaires également réalisées en dehors de la présente thèse et permis à définir le niveau de variation des paramètres opératoires DIC au cours de nos travaux de recherche, l'augmentation de la pression au delà de 04 MPa ne semble pouvoir modifier, que très légèrement, la structure de la carotte en générant, cependant, une énorme dégradation thermique.

L'étude statistique des résultats présentés au Tableau III-21 du taux d'expansion ϵ_{3D} , comme d'habitude, été réalisée à l'aide du logiciel Statgraphics (3D).

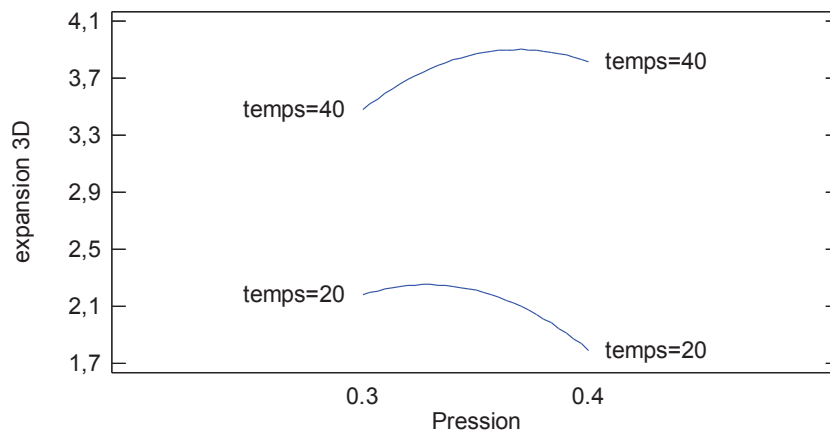
Standardized Pareto Chart for expansion 3D



Main Effects Plot for expansion 3D



Interaction Plot for expansion 3D



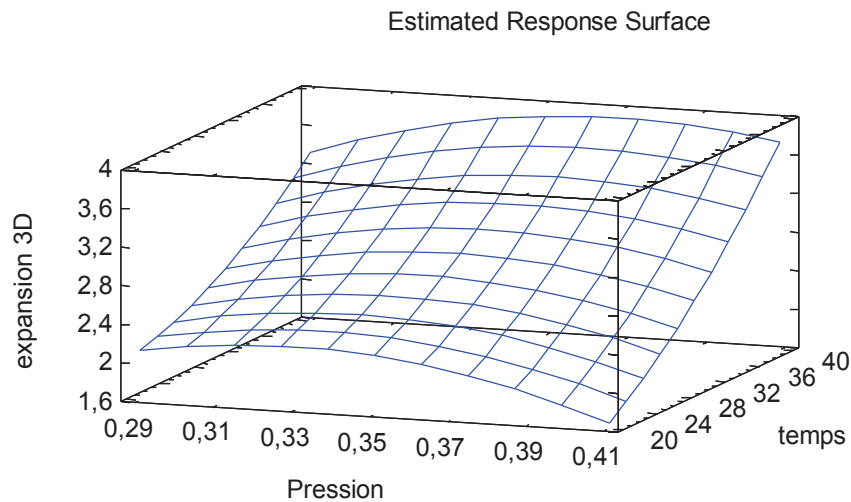


Figure III-63. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion en 3D; cas de la carotte.

Le standard de Pareto, (Figure III-63) confirme les résultats préliminaires et montre un taux d'expansion ε_{3D} pratiquement indépendant de la pression. Le temps de traitement thermique t apparaît ainsi comme seul paramètre opératoire significatif à effet positif ; l'augmentation du temps t dans le domaine de variation considéré (de 20 à 40 s), induit une augmentation du taux d'expansion ε_{3D} .

Le modèle empirique de l'évolution du taux d'expansion ε_{3D} de la carotte en fonction des paramètres opératoires DIC, à savoir la pression de vapeur d'eau saturée P et le temps de traitement thermique t , est le suivant :

$$\varepsilon_{3D} = -5,065 + 5,157P - 0,153732t - 0,895437P^2 + 0,0361317Pt + 0,00183991t^2$$

Le modèle empirique simplifié, se limitant aux seuls termes significatifs, peut ainsi être :

$$\varepsilon_{3D} = 0,337724 + 0,0831237t$$

où T est en MPa et t est en s

Le maximum du taux d'expansion ε_{3D} est obtenu pour une valeur de 4,25 à une pression de vapeur d'eau saturée à 0,35 MPa et un temps de traitement thermique t de 44,20s.

III.5.3.2. Durées d'expansion de la carotte

Les temps d'expansion de la carotte concernent $\tau_{T, \text{pdt}}$ (Durée de chute de température du produit exprimée en s), $\tau_{T, \text{react}}$ (Durée de chute de température du réacteur exprimée en s) et $\tau_{P, \text{react}}$ (Durée de chute de pression exprimée en s). Ils sont calculés (mesurés) à partir de l'instant de la réalisation de la détente proprement dite.

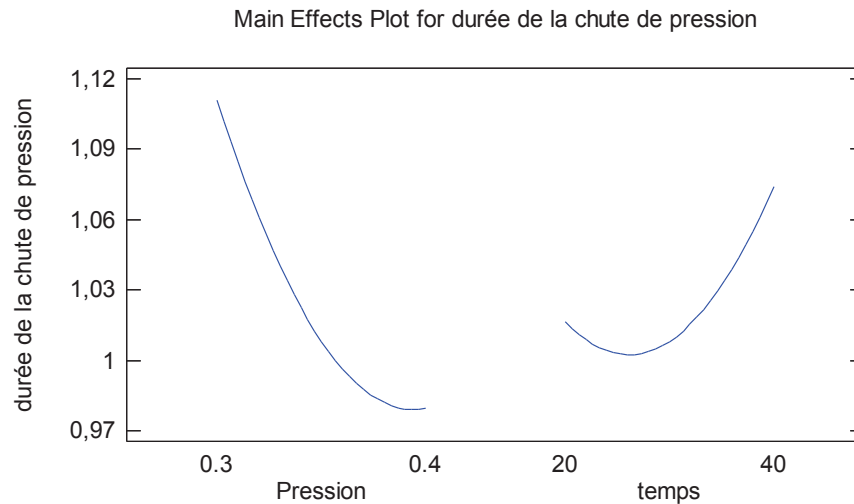
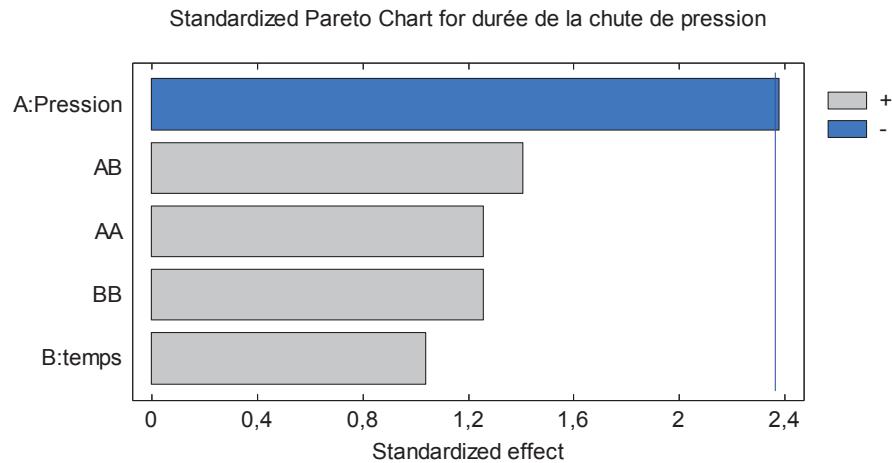
La durée de chute de pression $\tau_{P, \text{react}}$ varie peu, de 0,96 s à 1,20 s, avec une valeur moyenne 1,0538 s et un écart-type de 0,097 s, soit donc 9%. Ces valeurs indiquent que, dans le réacteur le temps nécessaire à la chute de pression est supérieur au temps de chute de température. Ce dernier a, en effet, une valeur moyenne de 0,7908 s et un écart-type de 0,105 s, soit 13%.

Cette chute au sein du réacteur a nécessité des temps nettement inférieurs à celles du produit dont la valeur moyenne est 2,1846 s et l'écart-type est de 0,614 s, soit donc 28%.

Tableau III-22. Temps d'expansion de la Carotte

Essais	$\tau_{T, \text{pdt}}$: Durée de chute de température du produit (s)	$\tau_{T, \text{react}}$: Durée de chute de température du réacteur (s)	$\tau_{P, \text{react}}$: Durée de chute de pression (s)
DIC-1	2,40	0,86	0,96
DIC-2	0,88	0,78	1,16
DIC-3	1,68	0,88	0,98
DIC-4	2,10	0,86	1,04
DIC-5	2,36	0,76	1,18
DIC-6	1,04	0,64	0,98
DIC-7	2,24	0,64	1,06
DIC-8	2,62	0,64	0,96
DIC-9	2,46	0,92	1,20
DIC-10	2,56	0,72	0,90
DIC-11	2,72	0,78	1,16
DIC-12	2,62	0,92	1,04
DIC-13	2,72	0,88	1,08

L'analyse statistique par Statgraphics de la durée de chute de pression montre que, de tous les termes impliquant les paramètres opératoires de l'opération de Détente Instantanée Contrôlée DIC, à savoir la pression de vapeur d'eau saturée P et le temps de traitement thermique t, seule la pression P intervient (Figure III-64).



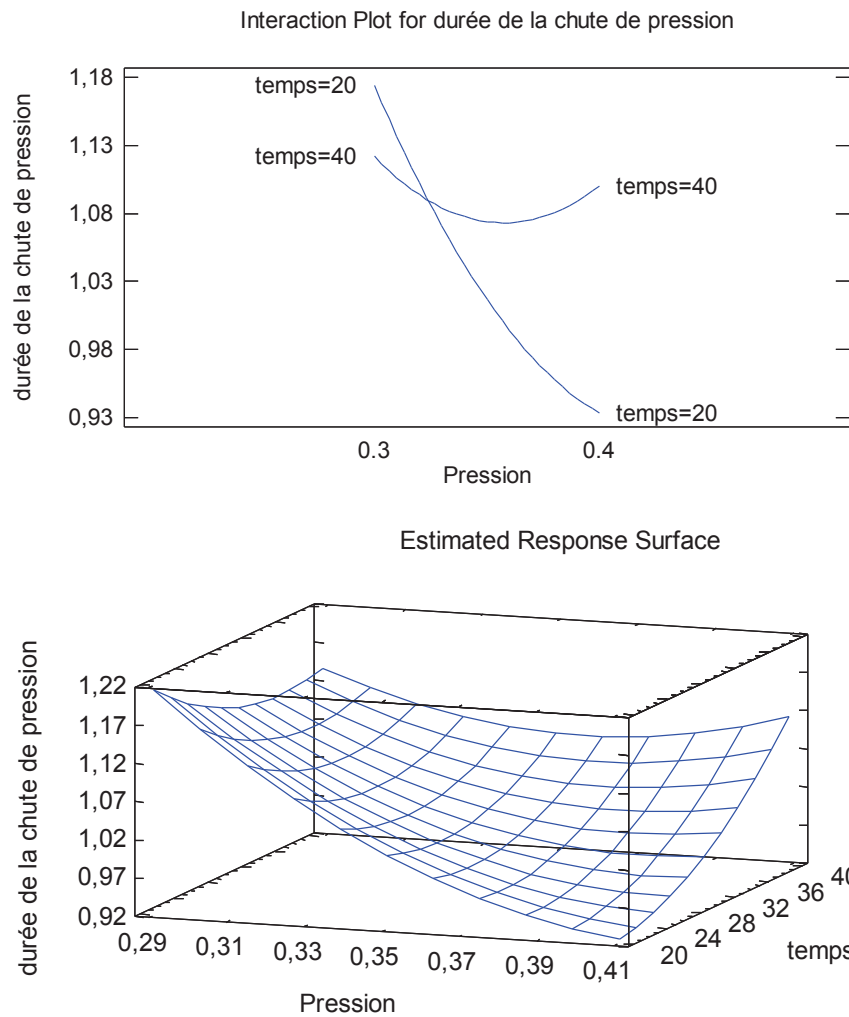


Figure III-64. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau saturée P et temps de traitement thermique t) sur la durée de chute de pression; caa de la carotte.

L'intervention négative très significative de la pression initiale sur la durée de chute de pression montre que plus la pression initiale est élevée, plus la chute de pression dans le réacteur est rapide. Le modèle empirique que nous avons obtenu est :

$$\tau_{P,\text{react}} = 4,69784 - 1,50456P - 0,0579788t + 0,149P^2 + 0,011P t + 0,000372501t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\tau_{P,\text{react}} = 1,51433 - 0,131568P$$

où P est en MPa et t est en s.

L'analyse statistique par Statgraphics de la durée de chute de température du produit et celle du réacteur montre que, dans les domaines de variation considérés, aucune implication significative des termes impliquant les paramètres opératoires de l'opération de Détente Instantanée Contrôlée DIC, à savoir la pression de vapeur d'eau saturée P et le temps de traitement thermique t , n'est signalée (Figure III-65).

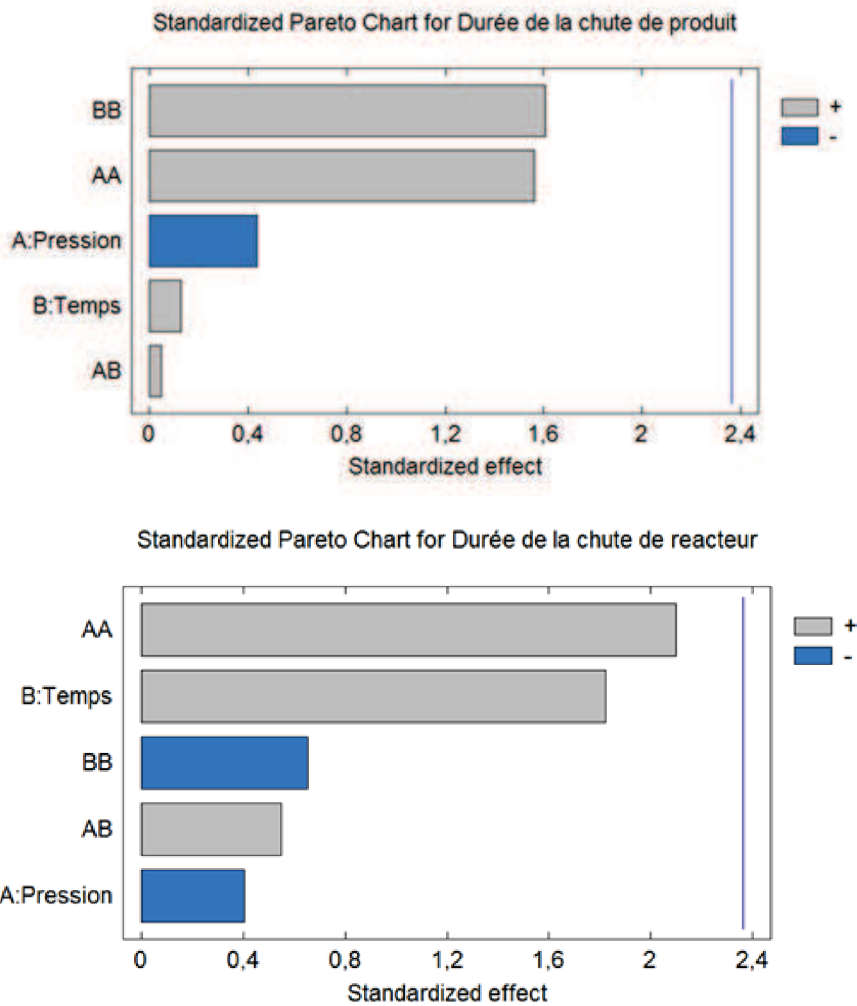


Figure III-65. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau P et temps de traitement thermique t) sur la durée de chute de température du produit et réacteur; caa de la carotte

D'autre part, l'acquisition et l'analyse d'images de la caméra ultra-rapide n'ont permis qu'une approche approximative de l'évolution du volume de l'échantillon à la suite de la détente. En effet, des problèmes techniques issus principalement de la condensation sur le hublot et de la présence d'une densité importante de brouillard, du fait de la détente « instantanée » de la vapeur d'eau, empêchent toute prise d'image. Ce n'est qu'au-delà de 0,15 s que l'ambiance et le hublot redeviennent « limpides ».

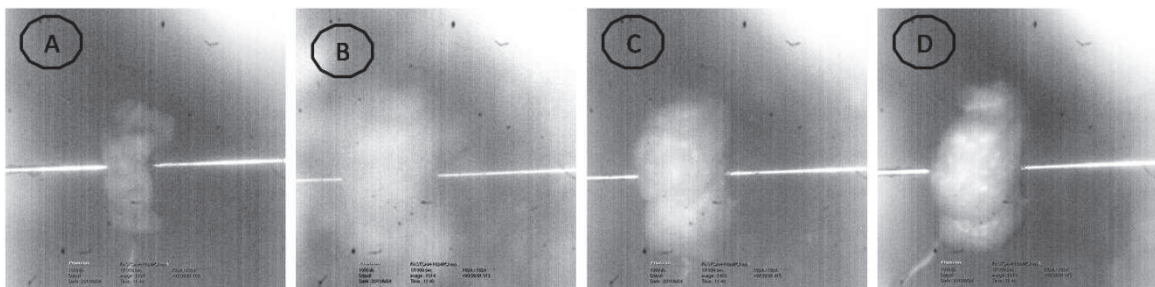


Figure III-66. (A).Carotte traite dans l'autoclave. (B).Pendant la détente, après 0,191 s. (C). Pendant la détente, après 0,293 a. (D).Produit final après 0,493 a

Cependant, la Figure III-66 montre que le processus d'expansion a lieu en de très courte durée. L'image prise à 191 ms de la détente montre un produit complètement expansé à un niveau apparemment parfaitement identique au produit fini.

L'image de la Figure III-67 montre l'importance de l'expansion dans le cas de la carotte traitée par DIC sous une pression de 0,35 MPa de vapeur d'eau saturée et un temps de traitement thermique de 44 s.

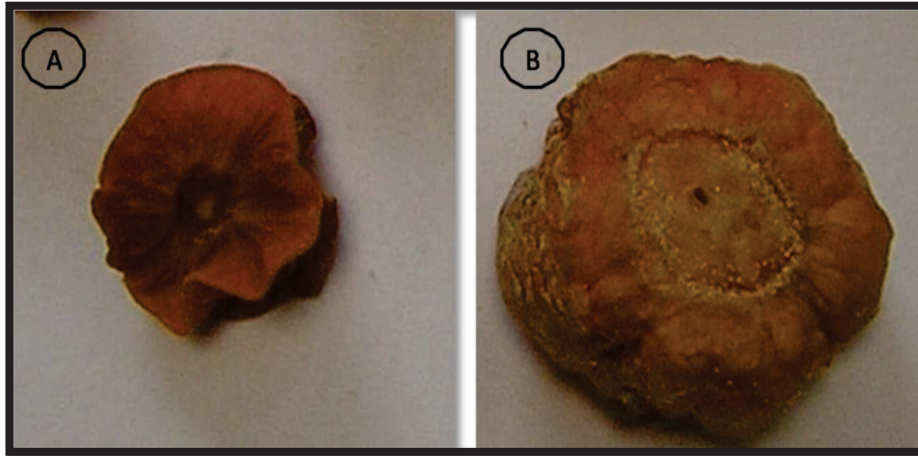


Figure III-67. Carotte (A) avant et (B) Après de Traitement

III.5.3.3. Détermination de la température de transition vitreuse T_g de la carotte par analyse DSC

La mesure de la température de transition vitreuse T_g obtenue sur les diagrammes DSC réalisés sur la carotte, peut être réalisée selon la méthode présentée précédemment (Figure III-68). T_g a été ainsi déterminée d'une façon similaire aux divers produits DIC et à les échantillons n'ayant subi que le séchage simple.

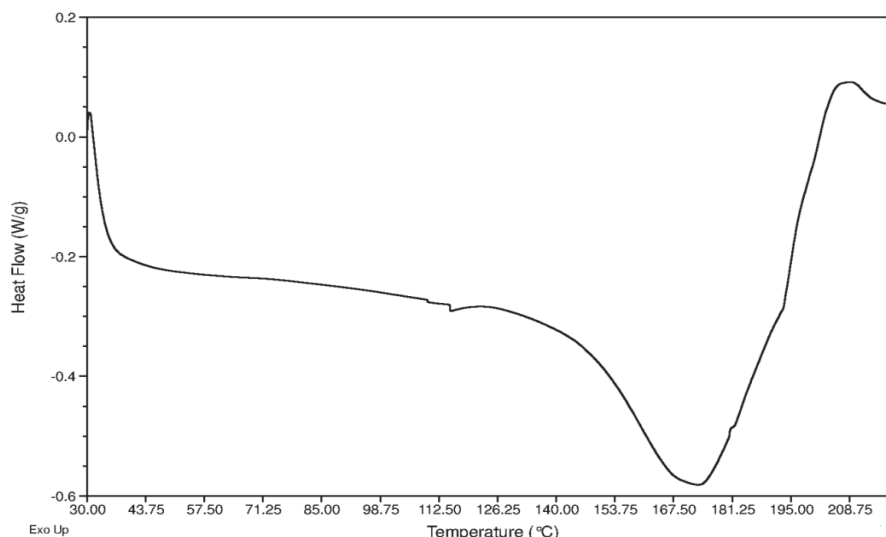


Figure III-68. Transition vitreuse de la carotte DIC-5

Les valeurs obtenues (Tableau III-23) montrent un niveau similaire pour les produits non traités ayant subi un simple séchage réalisé dans des conditions relativement douces ($T_g=34,63$ °C) et pour les divers produits ayant été soumis au traitement DIC.

Tableau III-23. Température de transition vitreuse, différence entre la température minimale et la température d'ébullition et flux de transfert de chaleur de la carotte lors de la détente vers le vide.

Essais	Différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	Tg : température transition vitreuse (°C)	A _Q : taux d'échange de chaleur (kW/m ²)
DIC 1	7,89	33,63	109,36
DIC 2	-17,74	34,47	333,60
DIC 3	10,89	34,47	127,63
DIC 4	0,86	35,66	99,63
DIC 5	-1,58	33,95	77,00
DIC 6	-18,13	34,47	144,37
DIC 7	-0,67	35,17	86,11
DIC 8	7,80	34,82	54,92
DIC9	-10,75	34,12	101,81
DIC 10	5,05	34,82	44,50
DIC 11	-8,42	35,52	82,07
DIC 12	-5,51	35,52	61,62
DIC 13	3,28	33,03	67,16
Non traite		34,63	

L'analyse statistique des résultats de la transition vitreuse Tg par Statgraphics dans le domaine de variation considéré, montre l'absence de toute implication significative des termes des paramètres opératoires DIC (Figure III-69).

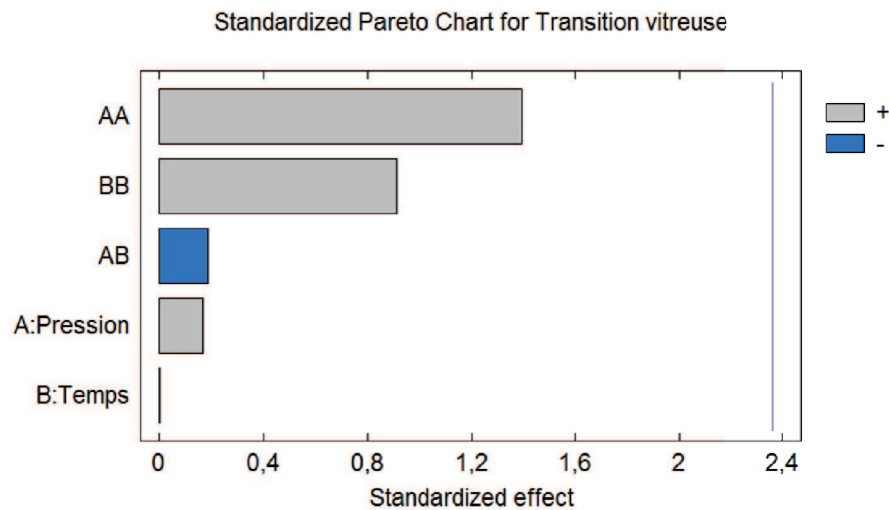


Figure III-69. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la transition vitreuse; caa de la carotte.

La température de transition vitreuse Tg des produits DIC va de 33,63 °C à 36,56 °C, avec une valeur moyenne de 34,588 °C et un écart-type de 0,78 °C soit 2%.

La constatation antérieure d'une température de transition vitreuse Tg de la matière première systématiquement supérieure à celle des matériaux DIC, ne se trouve pas ici confirmée. Notons cependant que la différence entre les deux quantités est ici complètement négligeable (Figure III-70).

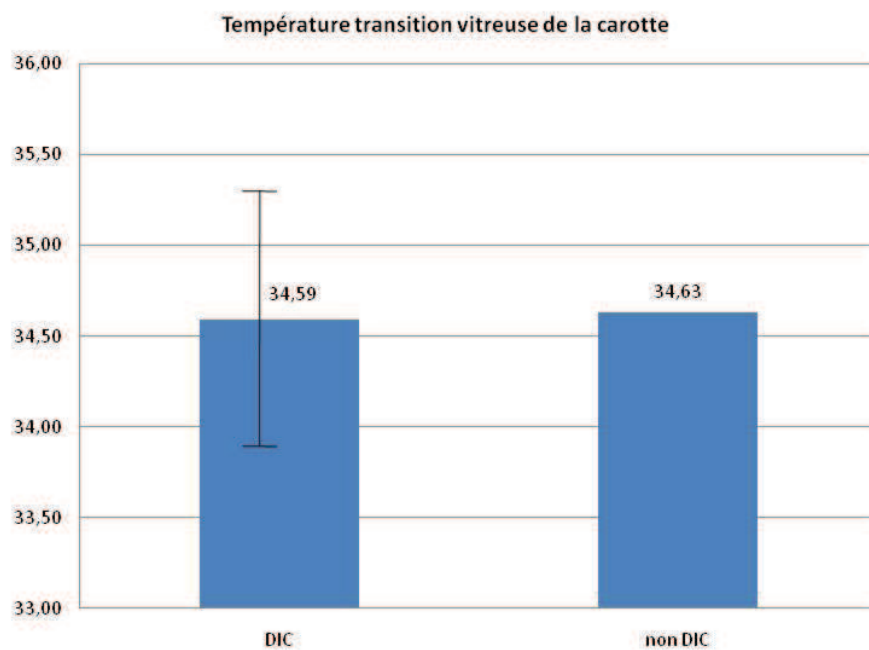


Figure III-70. Comparaison des valeurs de la température de transition vitreuse pour produit traité par DIC et produit frais (non traité par DIC)

III.5.3.4. Détermination de la température de fusion de la carotte par analyse DSC

La fusion de la carotte ne semble pas suivre un comportement similaire à la Tg. La différence précédemment constatée entre les échantillons simplement séchés et ceux ayant subi la DIC est maintenue. Le niveau de température de fusion et surtout le flux de chaleur se distinguent complètement entre les deux catégories de produits considérés.

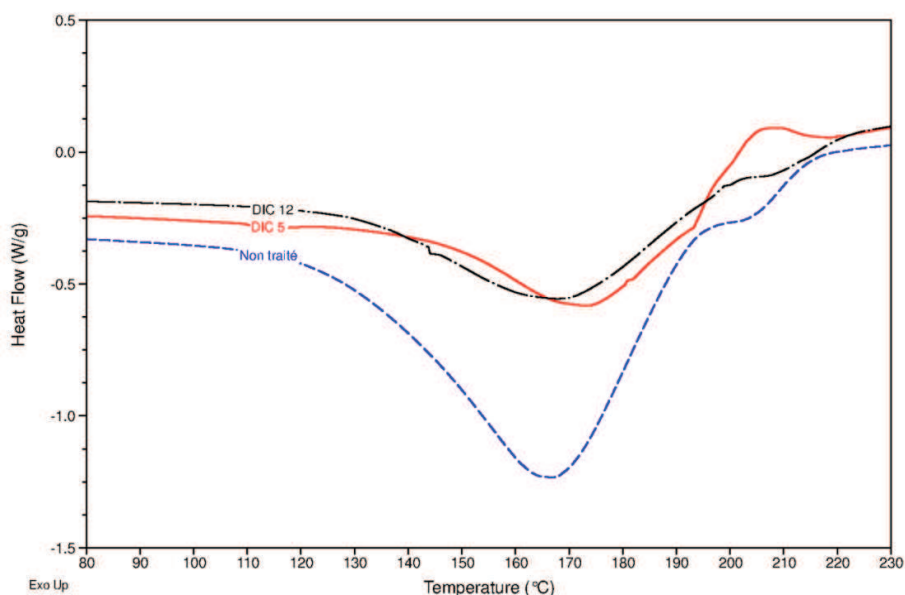


Figure III-71. Phénomène de la fusion de la Carotte

La Figure III-71 montre les diagrammes DSC de deux produits DIC-12 et DIC-5 comparés à la matière première séchée. Le phénomène de fusion de carotte DIC diffère complètement avec un point de fusion de valeur relativement stable, proche de 190 °C,

contre moins de 170 °C, respectivement. Tous les produits traités par DIC ont un flux de chaleur au voisinage de la fusion considérablement inférieur.

III.5.3.5. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$

La détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ est d'un intérêt particulier afin de pouvoir identifier l'éventualité de dépassement des conditions d'équilibre thermique du système lors de la détente d'un niveau initial de très haute température. De nombreuses valeurs négatives sont ainsi obtenues avec une évolution dépendant globalement du temps de chute de température du produit.

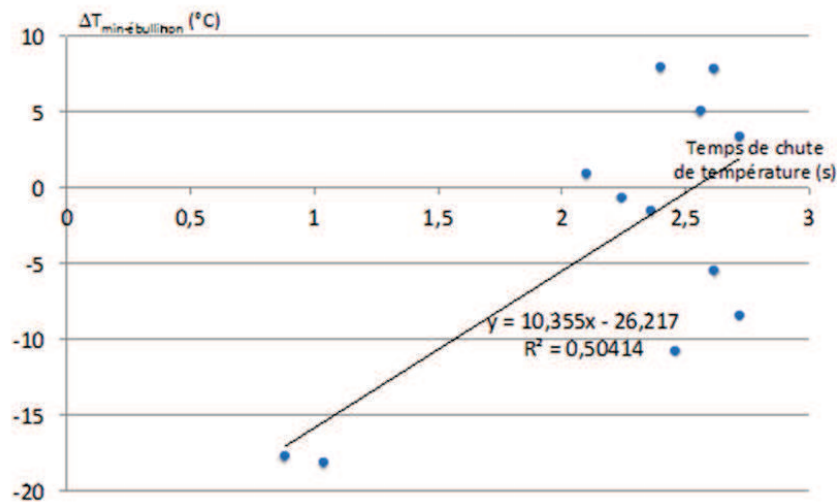
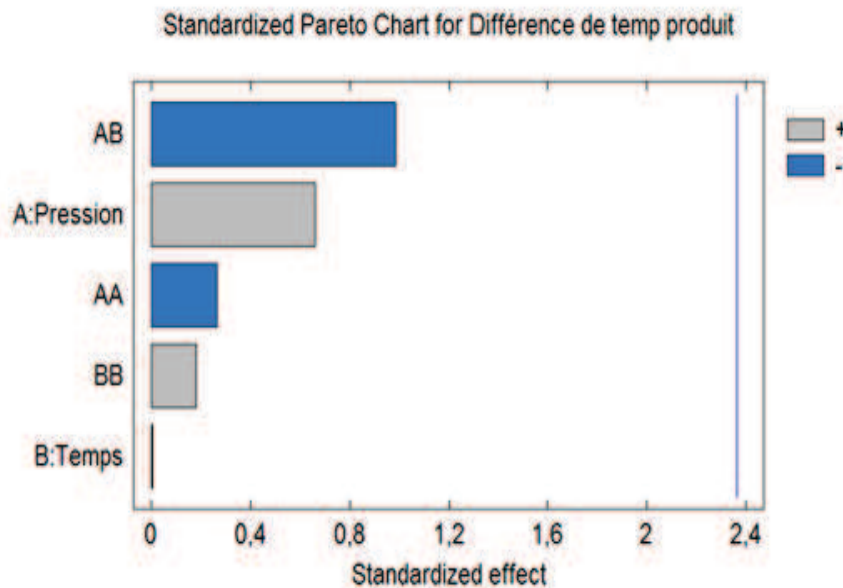


Figure III-72. Evolution globale de la différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ en fonction du temps de la chute de température.



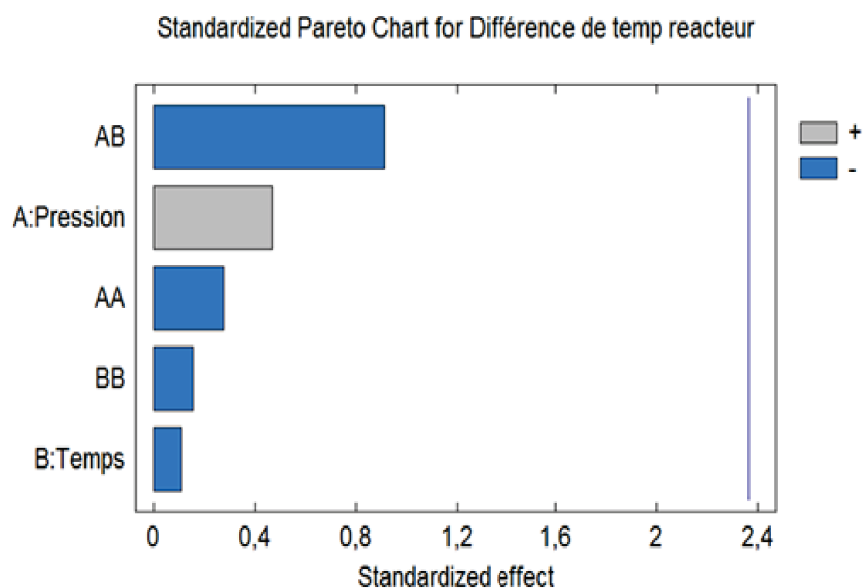


Figure III-73. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau P et temps de traitement thermique t) sur la différence entre la température du produit et du réacteur, d'une part et le niveau d'ébullition, d'autre part; caa de la carotte.

Le paramètre de réponse $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ du produit semble accuser une évolution globale positive vis-à-vis du temps de chute de température (Figure III-72) ; plus la chute de température est rapide, plus l'éventualité d'un dépassement du niveau d'équilibre thermique semble pouvoir avoir lieu au cours du refroidissement instantané. L'analyse statistique par Statgraphics montre, à travers Chart de Pareto, l'absence d'effet significatif des paramètres opératoires DIC avec une légère tendance à l'augmentation de $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ quand la pression augmente.

III.5.3.6. Détermination du taux d'échange de chaleur A_Q

Le taux d'échange de chaleur A_Q entre la carotte et l'eau lors de son autovaporisation n'est, en tant que variable dépendante, que très peu influencé par les paramètres opératoires DIC. Les valeurs de A_Q (taux d'échange de chaleur) varie de 45 à 333 kW/m², avec une valeur moyenne de 106,9kW/m² et un écart-type de 73,87 kW/m². La valeur taux d'échange de chaleur A_Q dépend de la surface initiale ; plus la surface initiale est élevée, plus la valeur du taux d'échange de chaleur est élevée.

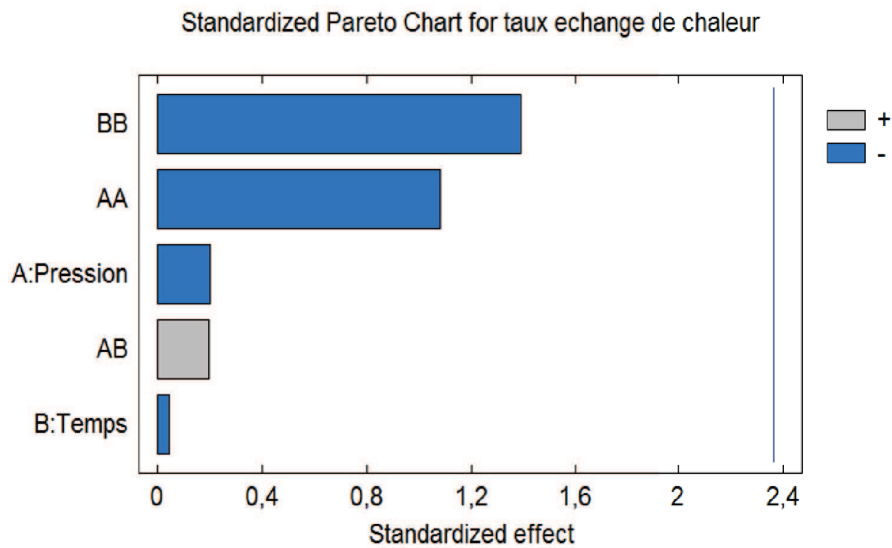


Figure III-74. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau P et temps de traitement thermique t) sur le taux d'échange de chaleur A_Q ; caa de la carotte.

L'analyse statistique par Statgraphics montre, à travers Chart de Pareto, l'absence d'effet significatif des paramètres opératoires DIC (Figure III-74).

III.5.4. CALCUL ET CORRELATION

L'ensemble des mesures, calculs et observations concernant les processus intervenant dans le cas de la carotte est réuni sur le Tableau III-24. Il s'agit du calcul de la surface d'échange (initiale et finale), de la chaleur latente de vaporisation, de la masse (initiale, finale et masse évaporée), de la pression, du débit et de la quantité d'énergie, du taux d'échange de chaleur A_Q , des taux d'expansion, de la transition vitreuse T_g , des durées de chute de température, et des différences entre la température (produit et réacteur) et du niveau d'ébullition (d'équilibre) à la pression considérée. Cet ensemble est utilisé en vue d'établir les corrélations entre les paramètres considérés (Tableau III-25).

Les corrélations entre les divers paramètres de réponse et les paramètres opératoires de la pression de vapeur saturée P et du temps de traitement thermique reprennent globalement les résultats obtenus par analyse statistique.

La surface d'échange et la masse évaporée sont, tout naturellement, corrélées avec la masse initiale et la masse finale. Le débit de chaleur pendant la détente proprement dite, est également corrélé avec ces divers paramètres ; plus la surface d'échange est importante, plus le débit de chaleur est grand.

La température du produit est corrélée avec la différence de température du réacteur. Plus la température dans l'autoclave est élevée, plus a lieu la possibilité (la probabilité) qu'à la température du produit de dépasser le niveau d'équilibre (point d'ébullition).

Tableau III-24. Calcul et présentation des données des paramètres de traitement

Paramètre Carotte	DIC-1	DIC-2	DIC-3	DIC-4	DIC-5	DIC-6	DIC-7	DIC-8	DIC-9	DIC-10	DIC-11	DIC-12	DIC-13
Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	0,35	0,35	0,35	0,42	0,35	0,35	0,35	0,35	0,28	0,40	0,30	0,40	0,30
Temps de traitement thermique t (s)	30,00	30,00	30,00	30,00	44,20	30,00	15,80	30,00	30,00	20,00	20,00	40,00	40,00
Surface d'échange initial (10^{-3} m^2)	1,97	2,36	2,33	2,31	2,90	2,23	1,49	2,01	2,23	2,81	1,44	2,61	1,84
Surface d'échange final (10^{-3} m^2)	3,06	3,51	3,30	4,00	4,17	2,92	1,83	2,59	3,20	2,23	2,58	2,99	2,56
Chaleur latente de vaporisation-L (10^3 kJ/kg)	2,15	2,15	2,15	2,13	2,15	2,15	2,15	2,15	2,17	2,13	2,16	2,13	2,16
Masse initiale (g)	1,35	1,60	1,39	1,21	1,39	0,73	0,80	0,82	1,52	0,83	0,86	1,04	0,94
Masse finale (g)	1,00	1,15	1,09	1,00	1,10	0,66	0,68	0,76	1,17	0,73	0,74	0,90	0,73
Mv (10^{-1} g)	1,60	2,27	1,64	1,66	1,81	1,12	1,00	1,02	1,83	1,06	1,02	1,43	1,11
ΔP (10^6 Pa)	7,50	11,4	7,51	8,30	8,34	5,17	4,38	4,50	7,86	5,17	4,31	7,35	5,06
Cp (KJ/kg K)	3,81												
Q (kJ)	0,51	0,69	0,49	0,48	0,52	0,33	0,28	0,28	0,55	0,31	0,32	0,42	0,33
Q' (kW)	0,21	0,78	0,29	0,23	0,22	0,32	0,12	0,11	0,22	0,12	0,11	0,16	0,12
Taux d'échange de chaleur (kW/m^2)	109,35	333,59	127,63	99,62	76,99	144,37	86,10	54,92	101,80	44,49	82,06	61,61	67,16
Taux d'expansion en 3D	2,29	3,16	2,82	2,44	4,29	3,16	1,86	2,82	2,08	1,82	2,49	3,78	3,73
Transition vitreuse (Tg)	33,63	34,47	34,47	35,66	33,95	34,47	35,17	34,82	34,12	34,82	35,52	35,52	36,56
T _{max} produit (°C)	165	160	163	170	163	168	163	167	151	169	157	169	166
T _{min} produit (°C)	65	47	69	66	63	49	69	74	55	69	60	63	73
T _{final} produit (°C)	77	55	75	69	66	55	70	74	61	76	69	68	78
T _{max} réacteur (°C)	158	160	157	165	152	155	153	163	148	165	154	165	159

T _{Min} réacteur (°C)	39	36	39	38	37	43	45	43	37	43	38	46	44	47
T _{Final} réacteur (°C)	57	52	59	57	53	56	56	58	67	56	59	63	54	60
P _{Max} (kPa)	294,40	283,58	286,92	350,15	284,0	278,7	272,9	272,9	299,1	216,21	320,97	228,50	328,08	273,97
P _{Min} (kPa)	4,64	4,58	2,94	5,86	4,95	5,68	10,30	10,30	6,77	4,46	1,79	9,51	10,12	8,96
P _{Final} (kPa)	9,81	16,13	10,54	16,93	16,50	19,11	22,52	22,52	18,51	17,59	15,41	21,00	20,88	21,67
Température d'ébullition	56,91	64,38	57,93	65,15	64,74	67,14	69,93	69,93	66,61	65,78	63,65	68,73	68,63	69,26
Différence de température (T _{min} - T _{ebullition}) produit	7,89	-17,74	10,89	0,86	-1,58	-18,13	-0,67	-0,67	7,80	-10,75	5,05	-8,42	-5,51	3,28
Différence de température (T _{min} - T _{ebullition}) réacteur	20,00	-9,79	17,08	4,19	0,84	-12,55	0,41	0,41	7,80	-5,13	12,14	0,14	-0,76	8,73
Durée de la chute de température du produit (s)	2,4	0,88	1,68	2,1	2,36	1,04	2,24	2,24	2,62	2,46	2,56	2,72	2,62	2,72
Durée de la chute de température du réacteur (s)	0,86	0,78	0,88	0,86	0,76	0,64	0,64	0,64	0,64	0,92	0,72	0,78	0,92	0,88
Durée de la chute de pression (s)	0,96	1,16	0,98	1,04	1,18	0,98	1,06	1,06	0,96	1,2	0,9	1,16	1,04	1,08

Enregistrement par

Photron

Labview

Nom de fichier

: 6400 x 3 répétitions x 13 points = 249 600 points et l'image

: 10000 x 3 répétitions x 13 points = 390 000 points

: Iomega HDD/5.Carotte

Tableau III-25. Corrélation du carotte

Coef corrélation de la Carotte	Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	Temps de traitement thermique t (s)	Surface d'échange initial (m²)	Surface d'échange final (m²)	Chaleur latente de vaporisation-L (kJ/kg)	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Mv (g)	ΔP (Pa)	Q (kJ)	Q' (kW)	Taux d'échange de chaleur (kW/m²)	Taux d'expansion en 3D	Transition vitreuse (Tg)	Tmax produit (°C)	Tmin produit (°C)	Tfinal produit (°C)	Tmax réacteur (°C)	Tmin réacteur (°C)	Tfinal réacteur (°C)	PMax (kPa)	PMin (kPa)	Pfinal (kPa)	Température d'ébullition	Différence de température (Tmin -Tebullition) produit	Différence de température (Tmin -Tebullition) réacteur	Durée de la chute de température du produit (s)	Durée de la chute de température du réacteur (s)	Durée de la chute de pression (s)	
	1	0,00	0,52	0,19	-0,99	-0,12	-0,05	0,03	0,18	-0,02	0,03	-0,06	-0,01	0,05	0,79	0,17	0,12	0,76	-0,46	-0,22	0,94	-0,17	-0,19	-0,17	0,23	0,16	-0,13	-0,10	-0,55	
	0,00	1	0,50	0,62	0,00	0,37	0,40	0,40	0,41	0,37	0,10	-0,01	0,88	0,00	0,13	-0,02	-0,07	0,10	-0,07	-0,37	0,19	0,01	-0,06	-0,05	0,00	-0,04	0,04	0,45	0,24	
	0,52	0,62	1	0,55	-0,54	0,359	0,44	0,46	0,51	0,41	0,23	0,05	0,37	-0,34	0,27	-0,15	-0,18	0,32	-0,53	-0,56	0,49	-0,60	-0,37	-0,31	0,00	-0,02	-0,17	0,18	-0,11	
	0,19	0,62	0,55	1	-0,13	0,72	0,77	0,79	0,78	0,75	0,44	0,34	0,48	-0,33	-0,08	-0,34	-0,35	0,00	-0,49	-0,56	0,21	-0,38	-0,42	-0,37	-0,15	-0,13	-0,31	0,42	0,37	
	-0,99	0,00	-0,54	-0,13	1	0,14	0,08	-0,01	-0,16	0,03	-0,04	0,05	-0,02	0,00	-0,80	-0,17	-0,12	-0,75	0,47	0,22	-0,93	0,18	0,21	0,19	-0,23	-0,17	0,15	0,16	0,59	
	-0,12	0,37	0,36	0,72	0,14	1	0,98	0,96	0,90	0,97	0,60	0,54	0,14	-0,50	-0,50	-0,36	-0,26	-0,20	-0,50	-0,60	-0,11	-0,47	-0,59	-0,56	-0,09	0,02	-0,28	0,61	0,47	
	-0,05	0,40	0,44	0,77	0,08	0,98	1	0,94	0,89	0,94	0,53	0,45	0,16	-0,52	-0,47	-0,33	-0,27	-0,17	-0,54	-0,57	-0,06	-0,48	-0,58	-0,55	-0,06	0,01	-0,24	0,60	0,45	
	0,03	0,40	0,46	0,79	-0,01	0,96	0,94	0,98	0,99	0,75	0,68	0,24	-0,48	-0,38	-0,52	-0,46	-0,10	-0,54	-0,73	0,01	-0,44	-0,49	-0,46	-0,43	-0,28	-0,19	-0,46	0,49	0,48	
	0,18	0,41	0,51	0,78	-0,16	0,90	0,89	0,98	1	0,97	0,78	0,70	0,27	-0,40	0,22	-0,51	-0,45	0,07	-0,57	-0,76	0,17	-0,42	-0,47	-0,46	-0,28	-0,18	-0,49	0,48	0,39	
	-0,02	0,37	0,41	0,75	0,03	0,97	0,94	0,99	0,97	1	0,75	0,69	0,19	-0,50	-0,41	-0,54	-0,43	-0,11	-0,51	-0,72	-0,03	-0,46	-0,54	-0,51	-0,27	-0,14	-0,45	0,52	0,46	
	0,03	0,10	0,23	0,44	-0,04	0,60	0,53	0,75	0,78	0,75	1	0,98	0,18	-0,33	-0,22	-0,73	-0,66	0,02	-0,39	-0,60	-0,01	-0,35	-0,29	-0,25	-0,54	-0,44	-0,84	0,04	0,29	
	-0,06	-0,01	0,05	0,34	0,05	0,54	0,45	0,68	0,70	0,69	0,98	1	0,09	-0,29	-0,27	-0,73	-0,65	-0,05	-0,30	-0,52	-0,11	-0,25	-0,23	-0,21	-0,56	-0,44	-0,84	0,00	0,31	
	-0,01	0,88	0,37	0,48	-0,02	0,14	0,16	0,24	0,27	0,19	0,18	0,09	1	0,13	0,18	-0,11	-0,19	0,07	0,05	-0,32	0,13	0,21	0,17	0,18	-0,17	-0,23	-0,10	0,17	0,30	
	0,05	0,00	-0,34	-0,33	0,00	-0,50	-0,52	-0,48	-0,40	-0,50	-0,33	-0,29	0,13	1	0,33	0,38	0,30	0,38	0,55	0,35	0,17	0,64	0,67	0,65	0,06	-0,03	0,33	0,12	0,02	
	0,79	0,13	0,27	-0,08	-0,80	-0,50	-0,47	-0,38	-0,22	-0,41	-0,22	-0,27	0,18	0,33	1	0,40	0,34	0,77	-0,12	0,10	0,88	0,05	0,01	0,01	0,35	0,27	0,00	-0,25	-0,74	
	0,17	-0,02	-0,15	-0,34	-0,17	-0,36	-0,33	-0,52	-0,51	-0,54	-0,73	-0,73	-0,11	0,38	0,40	1	0,92	0,31	-0,04	0,63	0,33	0,18	0,01	-0,02	0,91	0,76	0,69	-0,01	-0,45	
	0,12	-0,07	-0,18	-0,35	-0,12	-0,26	-0,27	-0,46	-0,45	-0,43	-0,66	-0,65	-0,19	0,30	0,34	0,92	1	0,33	-0,02	0,58	0,28	0,06	-0,20	-0,24	0,93	0,92	0,69	0,16	-0,50	
	0,76	0,10	0,32	0,00	-0,75	-0,20	-0,17	-0,10	0,07	-0,11	0,02	-0,05	0,07	0,38	0,77	0,31	0,33	1	-0,29	0,12	0,86	-0,05	-0,10	-0,08	0,31	0,31	0,05	0,07	-0,60	
	-0,46	-0,07	-0,53	-0,49	0,47	-0,50	-0,54	-0,54	-0,57	-0,51	-0,39	-0,30	0,05	0,55	-0,12	-0,04	-0,02	-0,29	1	0,19	-0,45	0,64	0,63	0,58	-0,29	-0,25	0,22	0,11	0,15	
	-0,22	-0,37	-0,56	-0,56	0,22	-0,60	-0,57	-0,73	-0,76	-0,72	-0,60	-0,52	-0,32	0,35	0,10	0,63	0,58	0,12	0,19	1	0,19	-0,12	0,25	0,20	0,17	0,49	0,40	0,50	-0,32	-0,36
	0,94	0,19	0,49	0,21	-0,93	-0,11	-0,06	0,01	0,17	-0,03	-0,01	-0,11	0,13	0,17	0,88	0,33	0,28	0,86	-0,45	-0,12	1	-0,14	-0,21	-0,19	0,38	0,31	-0,05	0,00	-0,60	
	-0,17	0,01	-0,60	-0,38	0,18	-0,47	-0,48	-0,44	-0,42	-0,46	-0,35	-0,25	0,21	0,64	0,05	0,18	0,06	-0,05	0,64	0,25	-0,14	1	0,80	0,75	-0,16	-0,26	0,35	-0,05	0,27	
	-0,19	-0,06	-0,37	-0,42	0,21	-0,59	-0,58	-0,49	-0,47	-0,54	-0,29	-0,23	0,17	0,67	0,01	0,01	-0,20	-0,10	0,63	0,20	-0,21	0,80	1	1,00	-0,41	-0,57	0,25	-0,28	0,34	
	-0,17	-0,05	-0,31	-0,37	0,19	-0,56	-0,55	-0,46	-0,43	-0,51	-0,25	-0,21	0,18	0,65	0,01	-0,02	-0,24	-0,08	0,58	0,17	-0,19	0,75	1,00	1	-0,44	-0,61	0,22	-0,29	0,36	
	0,23	0,00	0,00	-0,15	-0,23	-0,09	-0,06	-0,28	-0,28	-0,27	-0,54	-0,56	-0,17	0,06	0,35	0,91	0,93	0,31	-0,29	0,49	0,38	-0,16	-0,41	-0,44	1	0,94	0,53	0,12	-0,55	
	0,16	-0,04	-0,02	-0,13	-0,17	0,02	0,01	-0,19	-0,18	-0,14	-0,44	-0,44	-0,23	-0,03	0,27	0,76	0,92	0,31	-0,25	0,40	0,31	-0,26	-0,57	-0,61	0,94	1	0,47	0,25	-0,56	
	-0,13	0,04	-0,17	-0,31	0,15	-0,28	-0,24	-0,46	-0,49	-0,45	-0,84	-0,84	-0,10	0,33	0,00	0,69	0,69	0,05	0,22	0,50	-0,05	0,35	0,25	0,22	0,53	0,47	1	0,23	-0,01	
	-0,10	0,45	0,18	0,42	0,16	0,61	0,60	0,49	0,48	0,52	0,04	0,00	0,17	0,12	-0,25	-0,01	0,16	0,07	0,11	-0,32	0,00	-0,05	-0,28	-0,29	0,12	0,25	0,23	1	0,28	
	-0,55	0,24	-0,11	0,37	0,59	0,47	0,45	0,48	0,39	0,46	0,29	0,31	0,30	0,02	-0,74	-0,45	-0,50	-0,60	0,15	-0,36	-0,60	0,27	0,34	0,36	-0,55	-0,56	-0,01	0,28	1	

III.5.5. CONCLUSION

L'expansion de la carotte est une opération de bonne importance fondamentale et d'application industrielle, du fait des larges possibilités qu'a la carotte en tant que légume très largement disponible, riche en vitamines et en fibres. La modification de la structure de la carotte est d'autant plus importante qu'augmente la durée de traitement. Le calcul du taux d'expansion de la carotte est réalisé par l'expansion ε_{3D} . En raison du fait que le produit en rondelle ne permet pas le calcul du taux d'expansion surfacique puisque la position du produit ne s'adapte pas avec les calculs des paramètres issus des images.

Le traitement de la carotte a été réalisé sous une pression de vapeur d'eau saturée allant de 0,3 à 0,4 MPa et un temps de traitement thermique de 20 à 40 s. ε_{3D} atteint sa valeur maximale 4,46 pour une pression de 0,37 MPa et un temps de 44 s. L'analyse statistique par Statgraphics montre, à travers le standard Pareto, un taux d'expansion dépendant principalement (exclusivement) du temps de traitement. Plus le temps est long, plus le taux d'expansion ε_{3D} est important. La durée de chute de température est minimale de 0,64s pour un taux d'expansion $\varepsilon_{3D}=2,72$. La durée de chute de pression dépend principalement de la valeur de la pression initiale. Plus la pression initiale est importante, plus la chute de pression, pour atteindre son niveau minimal, est rapide.

L'activité de l'eau combinée avec la température de transition vitreuse peut être utilisée pour prédire la durée de conservation des aliments. La carotte étudiée dans le cadre de notre thèse se distingue par une transition vitreuse des produits non traité par DIC de 34,63 et de produits DIC de 34,63, similaire. La différence entre les carottes traitées par DIC et celles non traitées est inexistante ; s'agirait-il alors d'un même état cristallisé et/ou amorphe ?

La possibilité d'un refroidissement dépassant le niveau d'équilibre final avant de le rejoindre lors d'une détente instantanée ne semble pas écarté ; elle serait d'autant plus probable que la durée de chute de température du produit est faible. Le taux d'échange de chaleur de la carotte semble indépendant des paramètres opératoires, allant de 45 à 333 kW/m².

CHAPITRE III.6.

EXPANSION DE LA BANANE PAR DIC

III.6.1. INTRODUCTION

Malgré une très grande consommation à l'état frais, les difficultés de préservation de la banane ont conduit à de larges études de son séchage et/ou cuisson et/ou friture sous pression atmosphérique et/ou sous vide. La cuisson, la friture et le séchage sous vide offrent de nombreux avantages par rapport aux procédés classiques en raison d'un niveau de température inférieure, d'une meilleure préservation de la couleur naturelle et de la saveur des fruits frais, ainsi qu'une grande réduction de perte de vitamine et de minéraux. Les chercheurs qui ont étudié les conditions optimales des échanges sous vide ont principalement visé le secteur de snacking et grignotage. D'autres fruits et légumes ont alors été également étudiés.

Cependant, réalisé sous pression atmosphérique ou sous vide, le séchage a pour objectif une parfaite préservation des contenus organoleptique, sensoriel, nutritionnel et vitaminique du produit naturel. La préservation de la couleur nécessite une attention particulière. Dans le cas de l'opération de friture, la présence de l'huile et la réalisation de l'opération sous vide assurent une température de traitement relativement basse ce qui permet de réduire la dégradation et l'oxydation du produit, empêche la perte de couleur et assure une teneur réduite de l'huile pénétrant dans la matière, ainsi qu'une bonne conservation et une certaine stabilité du produit au cours de son stockage (Liu-ping, Zhang, & Mujumdar, 2007). Cependant, le séchage classique a l'avantage d'absence d'huile, de simplicité et de faible coût de l'opération. Cependant, la durée de l'opération et le niveau de température généralement utilisée au cours de la dernière étape du séchage induit une grande baisse de qualité. L'expansion du produit pourra souvent être une solution capable d'intensifier les processus de transfert, d'améliorer l'ensemble du traitement, de réduire le temps de séchage et, souvent, de préserver la qualité du produit fini.

L'objectif de ce chapitre est en tout premier lieu de présenter les résultats expérimentaux de l'expansion de la banane traitée par DIC. Le processus d'expansion a été suivi par caméra ultra-rapide (1000 images/s) à l'aide d'une acquisition des images à l'aide des logiciels Photron et labVIEW. Ensuite, sont élaborées des méthodes de calcul du taux d'expansion ϵ_{3D} et du taux d'expansion volumique. Le traitement des résultats de la durée de l'expansion (calcul extrait de la caméra rapide), l'analyse de la température de transition vitreuse T_g par DSC et l'ensemble de ces données et résultats sont étudiés en termes de paramètres de réponses (variables dépendantes) et corrélations éventuelles.

III.6.2. PARAMETRES OPERATOIRES

Les essais préliminaires ont permis de définir les principales étapes de l'opération. Il s'agit d'une étape de blanchiment (en vue de préserver les produits de tout effet d'oxydation et de brunissement), un séchage par air chaud, une opération de Détente Instantanée Contrôlée DIC et, finalement, une dernière étape de séchage.

Le blanchiment a consisté à mettre les tranches et les rondelles de banane dans l'eau bouillante pour une durée totale de 45 secondes ; le processus de brunissement a pu ainsi être complètement évité.

Le séchage pour atteindre un niveau de 7,11 % db a été nécessaire avant de soumettre le produit au traitement DIC.

Les essais préliminaires de traitement DIC de la banane a permis de définir le domaine de variation des paramètres opératoires. Le point optimum est de 2,15 avec une pression de vapeur d'eau saturée de 0,25 MPa et un temps de traitement thermique de 27 s.

Le traitement final des échantillons ainsi expansés consiste donc à réaliser le séchage jusqu'un niveau permettant la préservation de la forme et le stockage et assurant une texture de produits de grignotage et de snacking, ainsi que de la poudre qui pourrait se distinguer en étant de granules expansés.

III.6.3. RESULTATS ET DISCUSSION

Les essais sont réalisés sur de la banane selon les 13 points prévus dans le cadre du plan d'expériences défini en 3 fois. Il comporte une répétition de 5 fois du point central. A la suite de l'ensemble de l'opération, le taux d'expansion ϵ_{3D} est mesuré ainsi que le taux d'expansion volumique ϵ_v .

Tableau III-26. Taux d'expansion des bananes traitées par DIC.

Essais	Taux d'expansion en 3D	Taux d'expansion par volumique
DIC-1	1,57	1,02
DIC-2	1,49	1,35
DIC-3	1,55	1,51
DIC-4	1,28	1,39
DIC-5	1,19	0,84
DIC-6	1,57	1,35
DIC-7	1,51	1,35
DIC-8	1,43	1,35
DIC-9	1,34	1,21
DIC-10	1,52	1,35
DIC-11	1,93	1,74
DIC-12	1,44	1,36
DIC-13	1,77	1,69

Il est à noter, à partir des résultats du Tableau III-26, que, débarrassés de points aberrants, une certaine corrélation peut être établie entre ϵ_{3D} et de ϵ_v (Figure III-75).

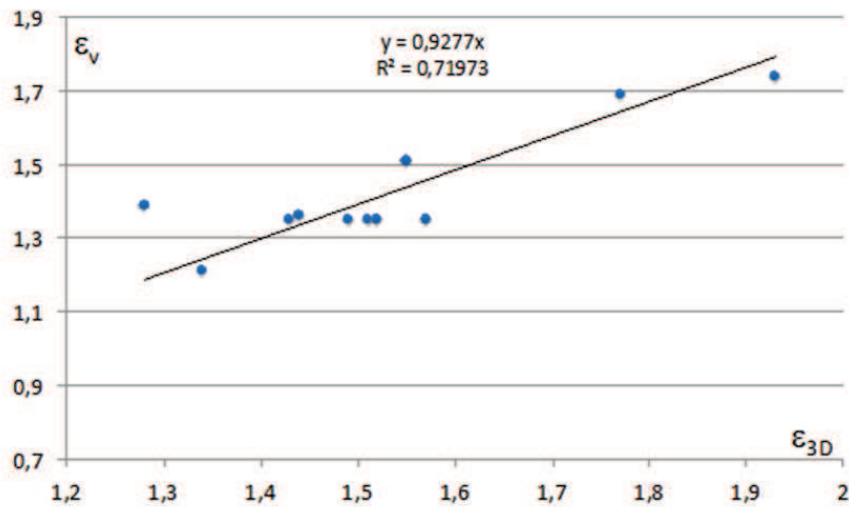
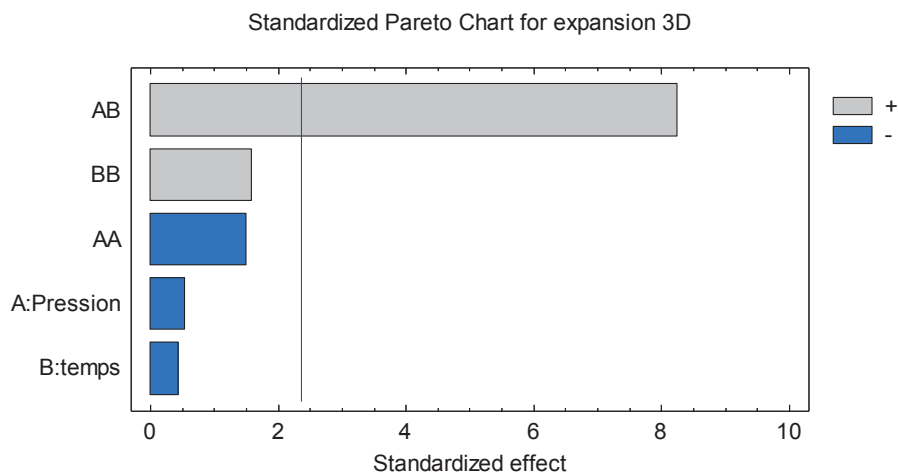


Figure III-75. Analyse de la corrélation entre les taux d'expansion ϵ_v et ϵ_{3D}

Les valeurs des taux d'expansion ϵ_{3D} et ϵ_v montrent l'importance de l'opération de texturation par DIC avec des valeurs pouvant atteindre 1,93 comme maximum de ϵ_{3D} obtenu pour une pression de 0,3 MPa et un temps de traitement thermique de 30 s. Le maximum du taux d'expansion ϵ_v est de 1,74 obtenu pour une pression et un temps de 0,25 MPa et 28 s, respectivement.

III.6.3.1. Taux d'expansion (ϵ_{3D})

L'analyse statistique du plan d'expériences établi avec le taux d'expansion ϵ_{3D} comme paramètre de réponse (variable dépendante) versus la pression de vapeur d'eau saturée P et le temps de traitement thermique t comme paramètres opératoires (variables indépendantes) montre que seul le terme P*t est significatif (voir Pareto Chart de la Figure III-76).



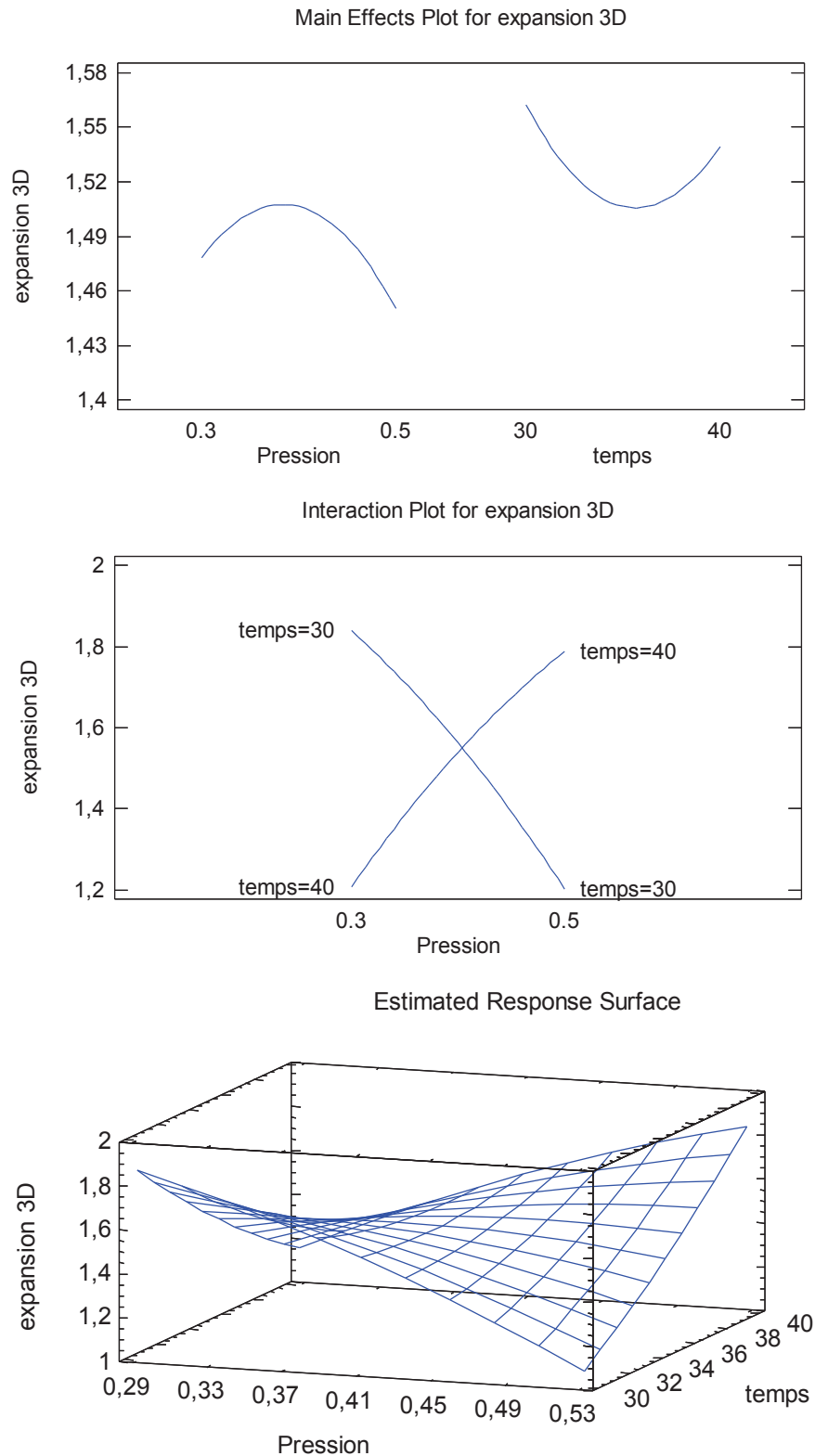


Figure III-76. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau saturée P et temps de traitement thermique t) sur le taux d'expansion ε_{3D} ; cas de la banane.

La surface de réponse indique qu'un minimum de temps de traitement thermique t et un maximum de pression de vapeur d'eau saturée P sont nécessaires pour obtenir un bon

taux d'expansion ϵ_{3D} . Les effets séparés de la pression et du temps sont particulièrement négligeables. Le modèle empirique obtenu dans l'analyse de la banane est le suivant :

$$\epsilon_{3D} = 11,6995 - 1,81348P - 0,371288t - 0,0420729P^2 + 0,0610268Pt + 0,00178389t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

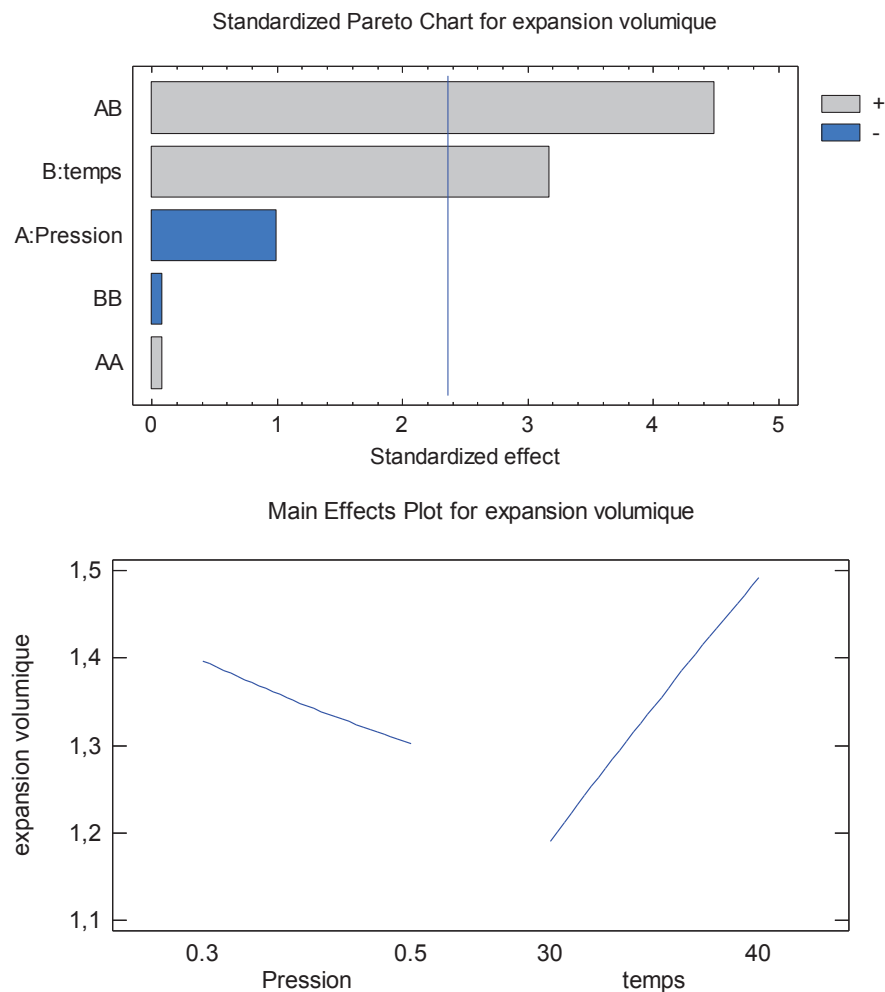
$$\epsilon_{3D} = 10,0517 - 2,13594P - 0,244107t + 0,0610268Pt$$

où P est en MPa et t est en s.

La valeur optimisée du taux d'expansion ϵ_{3D} est obtenue comme étant 2,1 avec une pression de 0,25 MPa et un temps de traitement thermique de 28 s.

III.6.3.2. Taux d'expansion volumique (ϵ_v)

L'étude statistique à l'aide du logiciel Statgraphics (Figure III-77), montre que seuls les termes de pression-temps et du seul temps ont des effets significatifs sur le taux d'expansion volumique ϵ_v . Plus le temps de traitement thermique est important, plus le taux d'expansion volumique est grand. L'optimum du taux d'expansion volumique ϵ_v est obtenu pour une pression de 0,54 MPa et un temps de traitement thermique de 42 s.



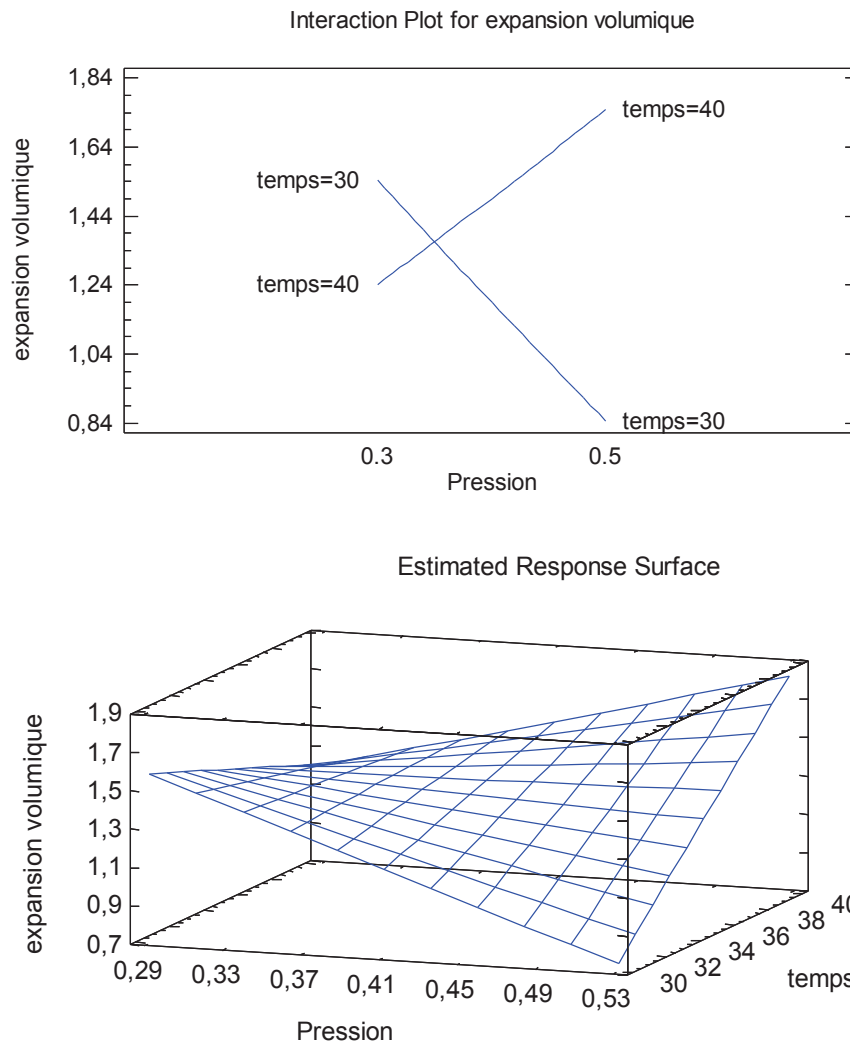


Figure III-77. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'expansion par volumique; cas de la Banane.

Le modèle empirique obtenu est le suivant :

$$\varepsilon_v = 8,7742 - 2,1914P - 0,198766t + 0,00431476P^2 + 0,0602754Pt - 0,0001749t^2$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\varepsilon_v = 8,73041 - 2,10964P - 0,211009t + 0,0602754Pt$$

où P est en MPa et t est en s.

III.6.3.3. Durées d'expansion de la banane

Les temps d'expansion concernent les diverses durées capables d'intervenir à la suite de la détente « instantanée » en termes de chutes de température du produit et de l'ambiance et de chute de pression. Changement de l'état.

Tableau III-27. Temps d'expansion par traitement DIC de la banane, avec détente vers le vide.

Essais	$\tau_{T, \text{pdt}}$: Durée de chute de température du produit (s)	$\tau_{T, \text{react}}$: Durée de chute de température du réacteur (s)	$\tau_{P, \text{react}}$: Durée de chute de pression (s)
DIC-1	1,70	0,84	0,94
DIC-2	1,18	0,78	0,94
DIC-3	2,20	0,70	0,90
DIC-4	2,68	0,74	0,94
DIC-5	0,68	0,84	0,72
DIC-6	1,50	0,60	0,80
DIC-7	1,80	0,70	0,88
DIC-8	0,86	0,72	0,98
DIC-9	2,76	0,72	1,04
DIC-10	2,20	0,54	0,50
DIC-11	1,54	0,54	0,96
DIC-12	2,24	0,80	0,84
DIC-13	2,12	0,72	0,78

Selon

le

Tableau III-27, la valeur minimale (0,68 s) de la durée de chute de température du produit, correspond au traitement DIC-5, ce qui correspond au minimum d'expansion du produit (taux d'expansion $\varepsilon_{3D}=1,19$ et $\varepsilon_v=0,84$).

L'analyse statistique de l'ensemble de ces résultats permet d'obtenir Pareto Chart (Figure III-78) qui montre que les paramètres opératoires pression de vapeur d'eau saturée P et temps de traitement thermique t ont des effets non significatifs sur la durée de chute de température du produit et celle de l'ambiance.

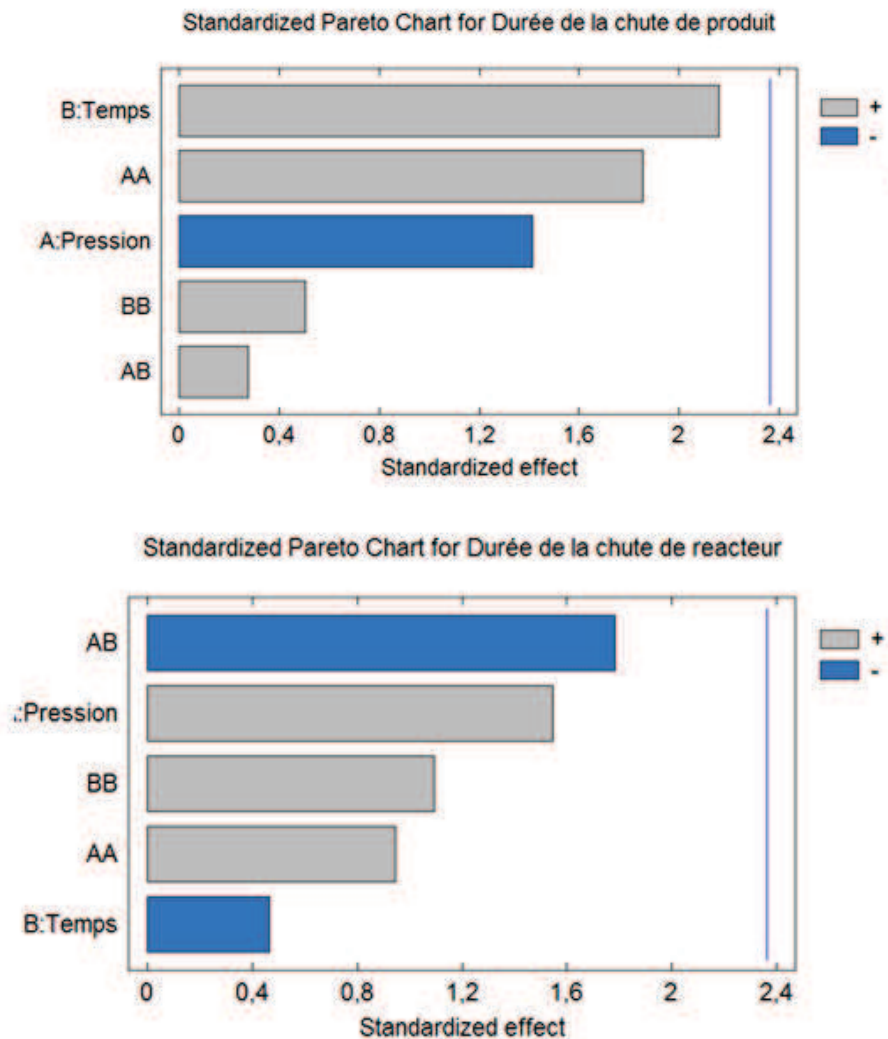


Figure III-78. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau P et temps de traitement thermique t) sur la durée de la chute de température du produit et du réacteur; cas de la banane.

La durée de chute de pression à la suite de la détente dans le traitement de la banane varie de 720 à 1040 ms selon les conditions opératoires. Cependant, l'analyse statistique montre, là également, l'absence d'effet des paramètres opératoires DIC, à savoir la pression de vapeur d'eau saturée et la durée de traitement thermique. Cette chute de pression doit, de toute évidence, dépendre de la vitesse d'ouverture de la vanne principale séparant la chambre de traitement du réservoir à vide. Avec cette vitesse réglée à sa valeur maximale, la chute semble cependant d'autant plus rapide que la pression initiale (pression de traitement) de vapeur d'eau saturée est plus élevée (Figure

III-79). La chute de pression se trouve, comme évidemment prévu, presque parfaitement indépendante du temps de traitement thermique.

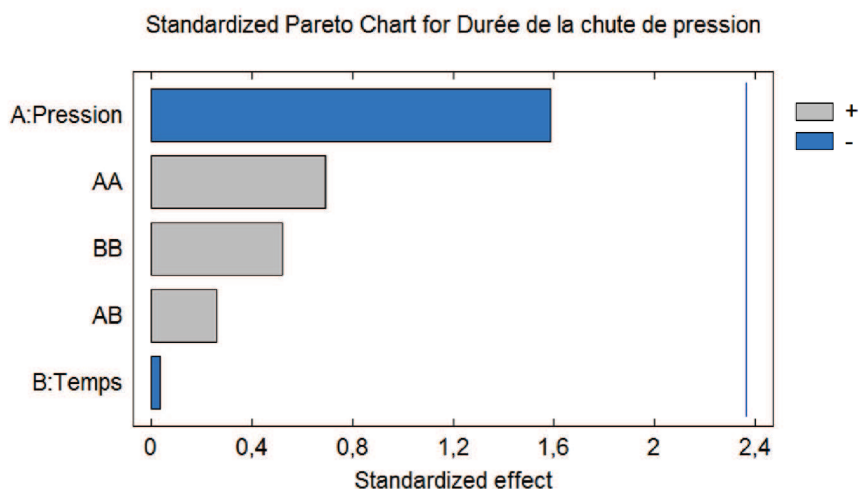


Figure III-79. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur la durée de la chute de pression; cas de la Banane.

Le suivi de la taille de l'échantillon à travers la caméra ultra rapide permet généralement d'identifier l'évolution du processus d'expansion. La Figure III-80 montre quelques images extraites du traitement DIC-10 réalisé avec 0,4 MPa de pression de vapeur P et 35 s de temps de traitement thermique t. La valeur du temps d'expansion semble nettement inférieure à 171 ms.

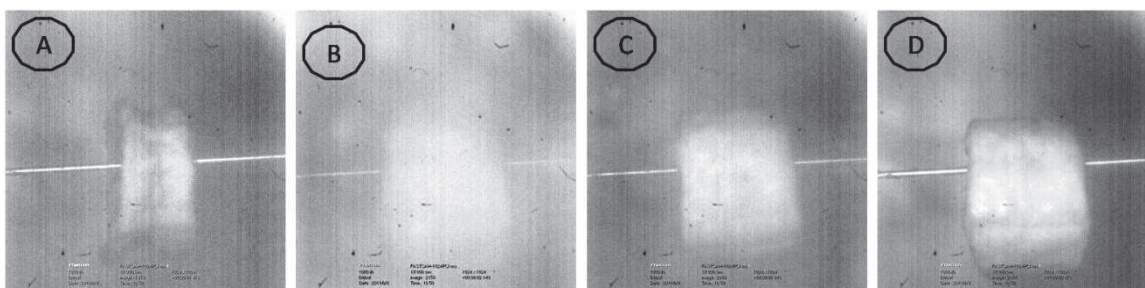


Figure III-80. (A). BANANE traitée dans l'autoclave. (B). Pendant la détente, après 0,171 s. (C). Pendant la détente, après 0,263 s. (D). Produit final, après 0,395 s.

Le manque de clarté des images de la Figure III-80, est dû au phénomène de transformation instantanée de la vapeur en brouillard (condensation instantanée) dont le dépôt sur le hublot réduit encore plus la visibilité dans l'autoclave.

Le produit fini expansé de la Figure III-81a une expansion identique ; le processus d'expansion est donc réalisé en moins de 171 ms. D'autre part, le produit fini se caractérise également par un léger changement de couleur dû de toute évidence à une certaine « dégradation » thermique. On note en plus que le niveau de brunissement final à la suite de l'expansion par DIC est nettement plus faible qu'à la suite du simple séchage.

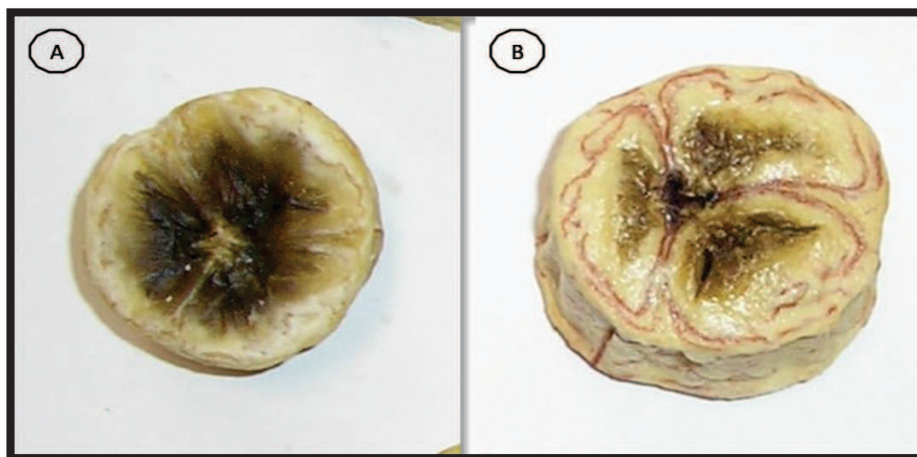


Figure III-81. Banane (A) avant et (B) Aprea de traitement

III.6.3.4. Détermination de la température de transition vitreuse Tg de la banane par analyse DSC

L'analyse de la transition vitreuse réalisée sur la banane ayant subi un simple séchage et les échantillons après leur traitement par DIC.

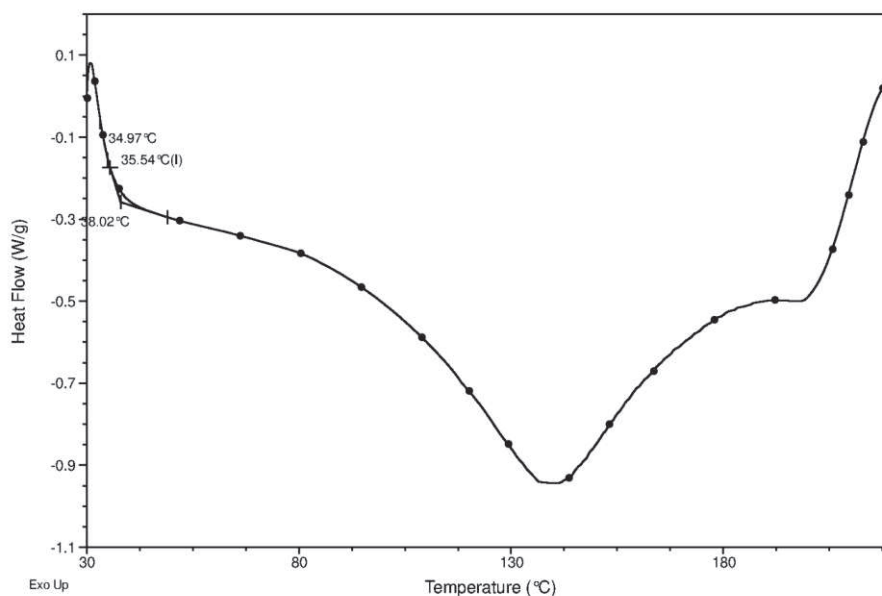


Figure III-82. Transition vitreuse de la Banane non traite

La Figure III-82 montre un diagramme DSC avec une température de transition vitreuse Tg réalisé ici pour le produit non traité par DIC.

Dans le cas des produits traités par DIC, sous les diverses conditions opératoires définies par le plan d'expériences, les 13 échantillons signalés par DIC-1 à DIC-13 voient leur transition vitreuse Tg placée entre 32,57 et 37,38°C. Notons alors que le corps non traité a une transition vitreuse Tg égale à 35,54°C.

Tableau III-28 Température de transition vitreuse Tg, différence entre la température minimale et la température d'ébullition $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ et flux de transfert de chaleur A_Q lors de la détente vera le vide. Caa de la banane

Essais	Différence de température	Température transition	A_Q Taux d'échange de
--------	---------------------------	------------------------	-------------------------

	$\Delta T_{\text{min-ébullition}}$	vitreuse (°C)	chaleur (kW/m ²)
DIC 1	-25,53	35,66	107,77
DIC 2	-32,79	32,57	304,19
DIC 3	9,06	34,29	168,75
DIC 4	-2,93	33,60	102,58
DIC 5	-23,31	35,32	536,55
DIC 6	-24,88	34,29	179,82
DIC 7	-18,13	33,60	224,36
DIC 8	-39,62	33,60	715,31
DIC 9	-14,89	34,98	127,78
DIC 10	-2,00	37,38	109,33
DIC 11	-23,88	35,32	311,31
DIC 12	-14,79	35,66	191,87
DIC 13	-11,89	34,29	216,06
Non traite		35,54	

L'analyse statistique des résultats Tg des échantillons préalablement traités par DIC du Tableau III-28 permet d'établir les effets éventuels des paramètres opératoires. Aucun effet significatif ne semble indiqué (Figure III-83).

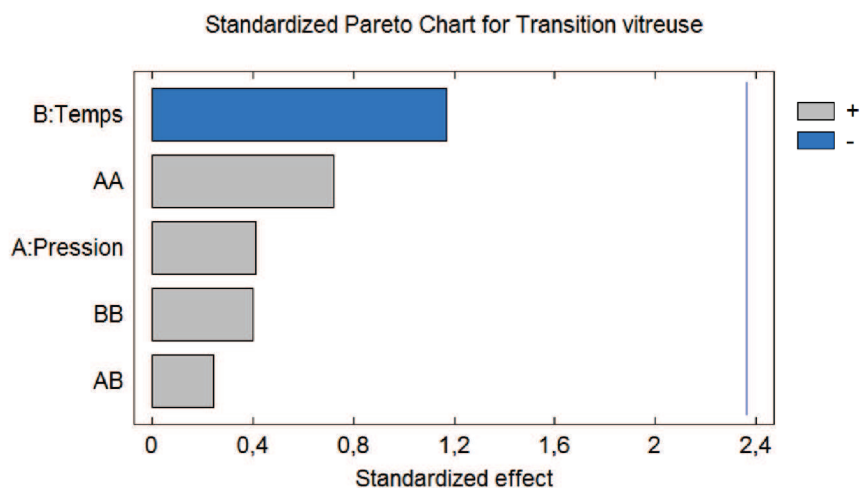


Figure III-83. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et tempa de traitement thermique) sur la température transition vitreuae; caa de la Banane.

La simple tendance du temps de traitement sur la transition vitreuse devrait en principe présenter l'effet de la dégradation thermique éventuelle de l'amidon de la banane ; son impact serait, de toute évidence, une baisse de la transition vitreuse Tg.

La température de transition vitreuse de la banane traitée par DIC, peut être répartie autour d'une valeur moyenne de 34,66°C avec un écart-type de 1,24°C. La différence entre la banane non traitée et les échantillons traités par DIC semble très faible, sans pour autant pouvoir renverser la tendance constatée avec les autres produits (fromage, tofu, pomme et pomme de terre) pour lesquels le traitement par DIC implique systématiquement une baisse de la température de transition vitreuse Tg.

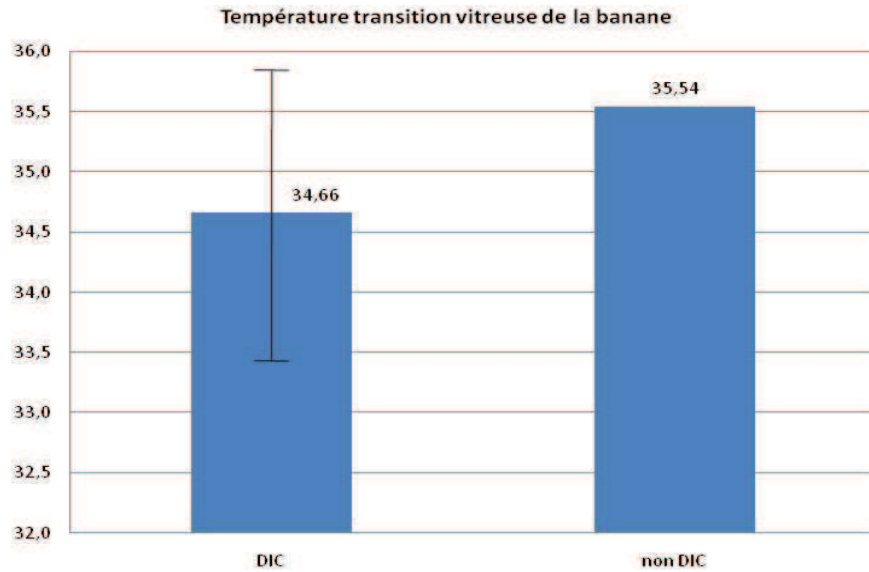


Figure III-84. Comparaison de la valeur de la température de transition vitreuse pour produits traités par DIC et produit simplement séché (non traité par DIC).

III.6.3.5. Détermination de la fusion de la banane par analyse DSC

L'analyse de l'opération de fusion dans le diagramme DSC montre que la banane suit un comportement parfaitement similaire à celui des autres produits déjà étudiés.

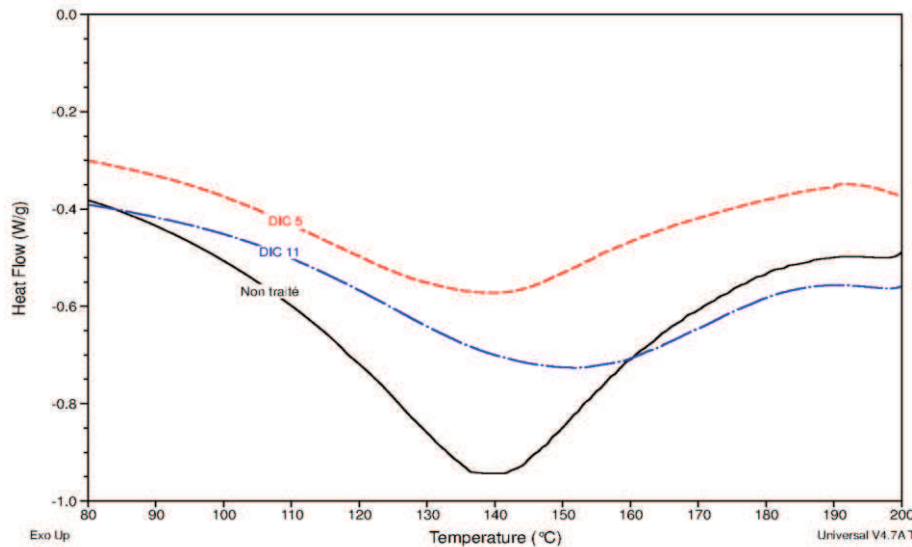


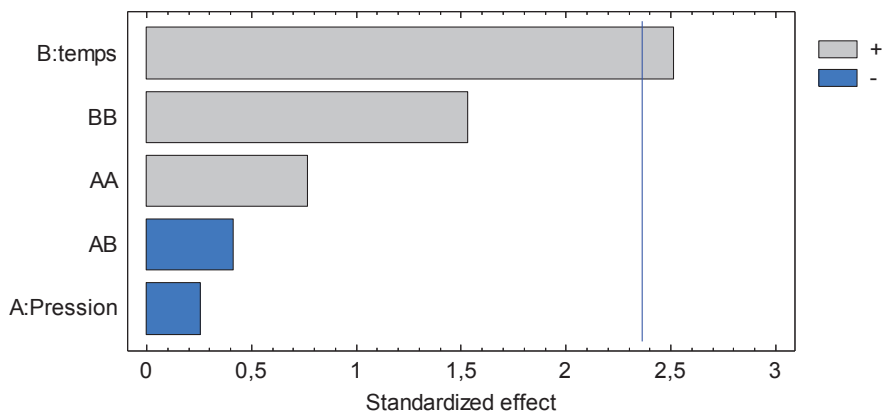
Figure III-85. Phénomène de fusion de la banane

La différence entre les échantillons simplement séchés et ceux ayant subi la DIC est constatée. Ces derniers accusent une certaine augmentation de la température de fusion (de 140 à 150°C contre 138°C) et surtout, une nette diminution du flux de chaleur des produits DIC par comparaison avec les produits ayant subi un simple séchage.

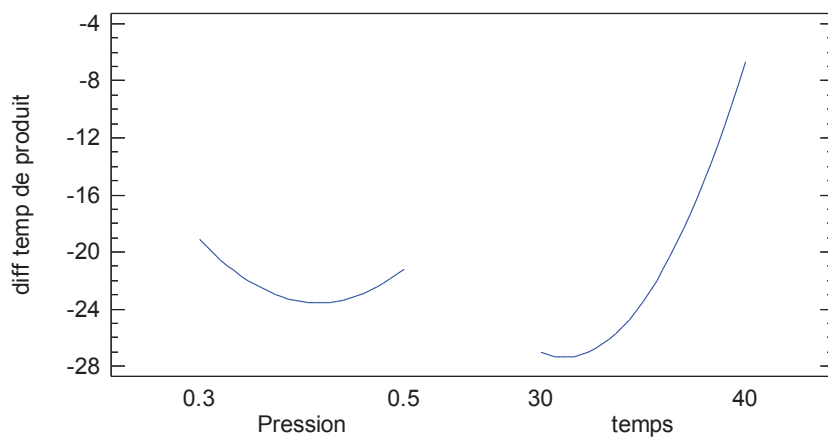
III.6.3.6. Détermination de la différence entre la température minimale et la température d'ébullition à la pression considérée $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$

La détermination de la différence de température entre le produit et la température d'ébullition à la pression considérée (en supposant le produit à activité d'eau $a_w=1$) est de très grande importance dans l'analyse des phénomènes de détente instantanée. La détente douce, à travers des processus quasi-statiques, vers un niveau inférieur d'équilibre thermique, se traduit par un refroidissement du produit avec sa température évoluant du niveau initial élevé vers le niveau d'équilibre en question (point d'ébullition à la pression finale considérée) ; le produit ne peut nullement dépasser ce niveau de température. Dans le cas de la détente « instantanée » les états intermédiaires ne sont pas quasi-statiques et la température semble pouvoir dépasser le niveau d'équilibre en question. Dans le cas de la banane, les divers points de traitement DIC semblent pouvoir franchir ce niveau et la différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ pourrait être négative. L'analyse statistique (Figure III-86) montre que parmi les paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau P et temps de traitement thermique t) seul t a un effet positif sur cette réponse ; $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ augmente avec l'augmentation de t.

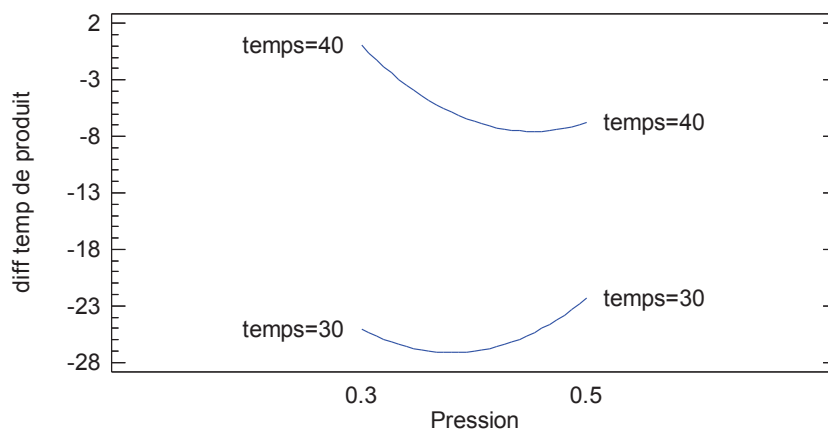
Standardized Pareto Chart for diff temp de produit



Main Effects Plot for diff temp de produit



Interaction Plot for diff temp de produit



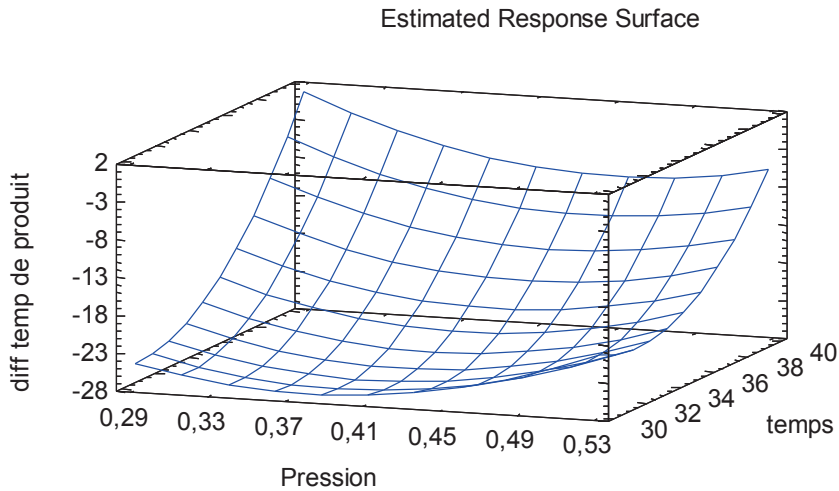


Figure III-86. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau P et temps de traitement thermique t) sur la différence de température entre le produit et le niveau d'équilibre d'ébullition à la pression considérée ; cas de la banane.

Le modèle empirique obtenu est le suivant :

$$\begin{aligned} \Delta T_{\text{min-ébullition}} (\text{produit}) &= 221,201 - 11,0081P - 14,638t + 3,33103P^2 - 0,47638P t \\ &\quad + 0,265368t^2 \end{aligned}$$

Le modèle empirique simplifié peut être obtenu comme étant :

$$\Delta T_{\text{min-ébullition}} (\text{produit}) = -88,4779 + 2,03217t$$

où P est en MPa et t est en s.

La valeur minimale obtenue est de $-39,6^\circ\text{C}$; il correspond à une pression de vapeur d'eau saturée de 0,4 MPa et 30 s de temps de traitement thermique.

III.6.3.7. Détermination du taux d'échange de chaleur

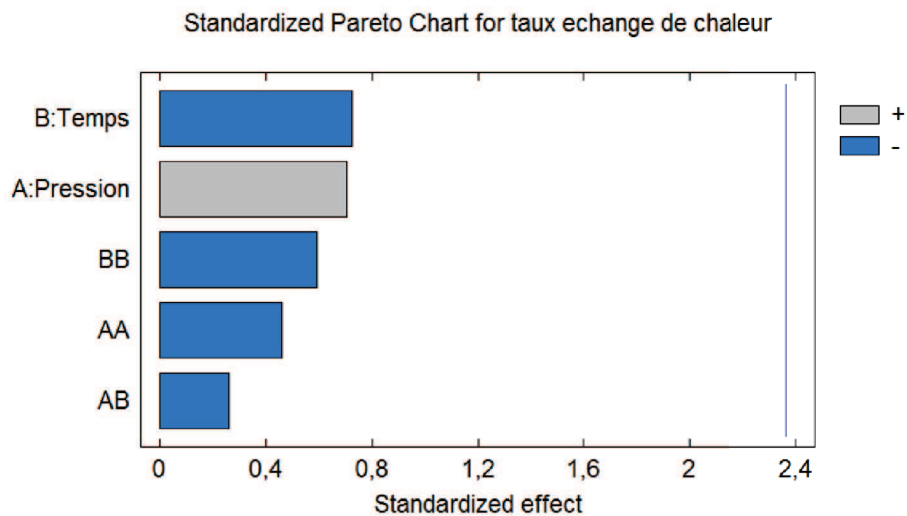


Figure III-87. Analyse de l'impact des paramètres opératoires DIC (pression de vapeur d'eau et temps de traitement thermique) sur le taux d'échange de chaleur ; cas de la banane.

Le taux d'échange de chaleur de la banane semble indépendant des paramètres opératoires DIC alors qu'il varie de 100 à 700 kW/m². L'analyse statistique par Statgraphics confirme, à travers le standard Pareto, cette constatation et la valeur moyenne obtenue est de 253,5 kW/m² et l'écart-type est de 182,2 kW/m².

III.6.4. CALCULS ET CORRELATIONS

Aux divers paramètres de caractérisation du procédé et du produit préalablement cités, il a été intéressant d'ajouter le calcul d'autres paramètres de réponses. On a pu ainsi disposer de la pression et du temps de traitement, et également de la surface d'échange (initiale, finale), de la chaleur latente, de la masse (initiale, finale et de vapeur générée), du taux d'échange de chaleur, de la différence de température (produit, réacteur) et des durée de la chute de température du produit et du réacteur et de la chute de pression), l'ensemble est disposé sur le Tableau III-29.

L'analyse des coefficients de corrélation du traitement (Tableau III-30) montre des corrélations entre la masse initiale du produit avec la masse de vapeur générée, ainsi qu'avec le débit de chaleur.

La température juste avant la détente (température du traitement) a un effet direct sur le débit de chaleur. La durée de la chute de température du produit est corrélée avec la température minimale du produit. La durée de la chute de température du produit est plus lente que celle de la chute de température du réacteur et de la pression.

Tableau III-29. Calcul et préaentation dea donnéea dea paramètrea de traitement

Paramètre Banane	DIC-1	DIC-2	DIC-3	DIC-4	DIC-5	DIC-6	DIC-7	DIC-8	DIC-9	DIC-10	DIC-11	DIC-12	DIC-13
Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	0,40	0,40	0,40	0,30	0,50	0,40	0,40	0,40	0,26	0,40	0,30	0,541	0,50
Temps de traitement thermique t (s)	27,93	35,00	42,00	40,00	30,00	35,00	35,00	35,00	35,00	35,00	30,00	35,00	40,00
Surface d'échange initial (10^{-3} m^2)	4,79	3,36	2,97	3,58	3,99	4,36	3,43	2,85	3,42	3,34	2,96	3,43	3,03
Surface d'échange final (10^{-3} m^2)	4,51	3,45	3,73	4,00	4,12	4,69	3,87	3,35	4,32	3,87	3,24	4,07	3,15
Chaleur latente de vaporisation-L (10^3 kJ/kg)	2,13	2,13	2,13	2,16	2,11	2,13	2,13	2,13	2,18	2,13	2,16	2,10	2,11
Masse initiale (g)	2,09	2,86	3,12	3,09	3,25	2,94	3,66	4,08	3,81	2,61	4,19	3,81	3,60
Masse finale (g)	1,91	2,57	2,76	2,72	2,81	2,57	3,17	2,64	2,54	3,67	3,64	3,28	3,13
Mv (10^{-1} g)	3,31	4,22	4,02	3,79	4,67	4,07	5,33	5,06	4,78	2,98	5,28	5,38	5,61
ρ spec (initial) (10^{-2} g/cm^3)	3,28	2,62	3,28	3,11	3,44	3,19	3,39	3,76	4,02	3,05	4,29	3,20	3,49
ρ spec (final) (10^{-2} g/cm^3)	2,73	2,36	2,76	2,80	2,91	2,92	3,21	2,84	2,81	3,40	3,68	2,90	3,08
ΔP (10^7 Pa)	1,60	2,03	2,37	1,76	2,34	1,90	2,82	2,33	2,00	1,25	2,68	3,11	3,33
Cp (KJ/kg K)	3,35												
Q (kJ)	0,8780	1,2048	1,1037	0,9841	1,4543	1,1767	1,3862	1,7502	1,2072	0,8038	1,4174	1,4722	1,3865
Q' (kW)	0,5165	1,0210	0,5017	0,3672	2,1386	0,7845	0,7701	2,0351	0,4374	0,3654	0,9204	0,6572	0,6540
Taux d'échange de chaleur (kW/m^2)	107,76	304,19	168,75	102,58	536,54	179,82	224,36	715,307	127,77	109,32	311,31	191,87	216,06
Taux d'expansion en 3D	1,5724	1,4971	1,5509	1,2847	1,1908	1,5701	1,5098	1,4300	1,3400	1,5250	1,9259	1,4366	1,7701
Taux d'expansion par 2D	1,0206	1,3451	1,5124	1,3897	0,8376	1,3451	1,3451	1,3451	1,2068	1,3451	1,7383	1,3609	1,6944
Transition vitreuse (Tg)	35,66	32,57	34,29	33,6	35,32	34,29	33,6	33,6	34,98	37,38	35,32	35,66	34,29
T _{max} produit (°C)	170	159	168	158	174	164	164	160	148	160	147	172	173

T _{min} produit (°C)	45	34	63	63	41	45	51	33	53	68	46	56	58
T _{final} produit (°C)	53	51	73	66	69	62	57	69	53	75	53	69	60
T _{max} réacteur (°C)	159	162	169	158	175	162	167	161	150	150	150	178	178
T _{Min} réacteur (°C)	33	35	32	31	43	39	35	41	37	38	37	35	37
T _{Final} réacteur (°C)	54	57	41	57	66	61	53	61	59	60	40	53	49
P _{Max} (kPa)	307,16	319,14	331,30	251,54	410,52	328,08	332,70	330,94	219,38	236,34	243,75	452,47	406,69
P _{Min} (kPa)	4,89	2,09	0,75	4,89	1,00	2,46	9,93	7,81	5,31	5,98	9,69	7,02	12,37
P _{Final} (kPa)	23,13	18,63	7,75	17,41	15,65	22,34	21,67	25,56	20,39	22,28	22,94	24,34	22,76
Température d'ébullition	70,39	66,71	53,67	65,61	63,89	69,79	69,26	72,16	68,23	69,74	70,25	71,29	70,11
Différence de température (T _{min} -T _{ebullition}) produit	-25,53	-32,79	9,06	-2,93	-23,31	-24,88	-18,13	-39,62	-14,89	-2,00	-23,88	-14,79	-11,89
Différence de température (T _{min} -T _{ebullition}) réacteur	-17,31	-16,01	19,48	0,32	5,41	-7,71	-12,59	-3,21	-14,89	5,61	-17,26	-1,99	-10,55
Durée de chute de température du produit (s)	1,7	1,18	2,2	2,68	0,68	1,5	1,8	0,86	2,76	2,2	1,54	2,24	2,12
Durée de chute de température du réacteur (s)	0,84	0,78	0,7	0,74	0,84	0,6	0,7	0,72	0,72	0,54	0,54	0,8	0,72
Durée de chute de pression (s)	0,94	0,94	0,9	0,94	0,72	0,8	0,88	0,98	1,04	0,5	0,96	0,84	0,78

Enregistrement par

Photron : 6400 x 3 répétitions x 13 points = 249 600 points et l'image

Labview : 10000 x 3 répétitions x 13 points = 390 000 points

Nom de fichier : lomega HDD/6.banane

Tableau III-30. Corrélation du Banane

Coef corrélation du Banane	Pression de vapeur d'eau saturée (MPa)	Temps de traitement thermique t (s)	Surface d'échange initial (m²)	Surface d'échange final (m²)	Chaleur latente de vaporisation-L (kJ/kg)	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Mv (g)	p spec (initial) (g/cm3)	p spec (final) (g/cm3)	ΔP (Pa)	Q (kJ)	Q (kW)	Taux d'échange de chaleur (kW/m²)	Taux d'expansion en 3D	Taux d'expansion par 2D	Transition vitreuse (Tg)	Tmax produit (°C)	Tmin produit (°C)	Tmax réacteur (°C)	Tmin réacteur (°C)	Tfinal réacteur (°C)	PMax (kPa)	PMin (kPa)	Pfinal (kPa)	Température d'ébullition	Différence de température (Tmin -Tebullition)produit	Différence de température (Tmin -Tebullition)réacteur	Durée de la chute de température du produit (s)	Durée de la chute de température du réacteur (s)	Durée de la chute de pression (s)	
1	0,00	0,00	0,09	-0,06	-1,00	-0,07	0,13	0,25	-0,39	-0,11	0,47	0,31	0,32	0,24	-0,06	-0,16	0,14	0,89	-0,05	0,39	0,87	0,31	0,12	0,93	0,03	0,08	0,05	-0,06	0,28	-0,34	0,41	-0,50
0,00	1	0,00	-0,52	-0,28	0,00	0,12	0,13	0,06	-0,27	-0,21	0,20	-0,07	-0,36	-0,25	-0,05	0,51	-0,39	0,08	0,54	0,38	0,26	-0,40	-0,24	0,05	0,02	-0,44	-0,46	0,62	0,49	0,52	-0,12	-0,01
0,09	-0,28	1	0,84	-0,09	-0,69	-0,59	-0,49	-0,30	-0,27	-0,46	-0,45	-0,45	-0,08	-0,29	-0,26	-0,68	0,21	0,32	-0,17	-0,20	-0,01	-0,06	0,43	0,05	-0,41	0,09	0,14	-0,19	-0,22	-0,12	0,34	-0,10
-0,06	-0,28	0,84	1	0,07	-0,50	-0,49	-0,46	-0,20	-0,26	-0,49	-0,44	-0,23	-0,41	-0,47	-0,66	0,28	0,14	0,08	0,02	-0,09	-0,11	0,47	-0,06	-0,51	-0,03	0,00	0,06	0,02	0,18	0,21	-0,06	0,06
-1,00	0,00	-0,09	0,07	1	0,10	-0,12	-0,22	0,42	0,12	-0,45	-0,29	-0,32	-0,24	0,05	0,16	-0,12	-0,89	0,07	-0,40	-0,85	-0,30	-0,12	-0,92	-0,02	-0,08	-0,05	0,07	-0,28	0,36	-0,39	0,50	0,50
-0,07	0,12	-0,69	-0,50	0,10	1	0,45	0,87	0,69	0,37	0,69	0,82	0,33	0,46	0,15	0,44	-0,20	-0,33	-0,13	-0,04	0,11	0,31	-0,25	0,13	0,53	0,23	0,21	-0,19	-0,12	-0,03	-0,18	0,36	0,36
0,13	0,13	-0,59	-0,49	-0,12	0,45	1	0,32	0,20	0,79	0,35	0,18	-0,09	-0,02	0,37	0,54	0,38	-0,17	0,43	0,31	0,01	0,21	-0,32	0,00	0,48	0,16	0,15	0,30	0,17	0,14	-0,62	-0,50	0,50
0,25	0,06	-0,49	-0,46	-0,22	0,87	0,32	1	0,51	0,22	0,92	0,87	0,34	0,41	0,22	0,35	-0,31	0,03	-0,24	0,23	0,46	0,28	-0,26	0,47	0,59	0,27	0,26	-0,29	-0,29	-0,14	0,10	0,33	0,33
-0,39	-0,27	-0,30	-0,20	0,42	0,69	0,20	0,51	1	0,55	0,31	0,45	0,19	0,27	0,31	0,22	0,19	-0,46	-0,10	-0,21	-0,29	0,31	-0,29	0,25	0,45	0,24	0,21	-0,15	-0,25	0,01	-0,29	0,37	0,37
-0,11	-0,21	-0,27	-0,26	0,12	0,37	0,79	0,22	0,55	1	0,19	0,08	-0,09	-0,05	0,54	0,43	0,54	-0,27	0,33	0,10	-0,25	0,26	-0,35	-0,23	0,59	0,32	0,30	0,17	-0,05	0,08	-0,72	-0,37	0,37
0,47	0,20	-0,46	-0,49	-0,45	0,69	0,35	0,92	0,31	0,19	1	0,73	0,19	0,25	0,32	0,44	-0,26	0,31	-0,04	-0,09	0,69	0,10	-0,45	0,66	0,55	0,11	0,08	-0,06	-0,10	-0,06	0,16	0,18	0,18
0,31	-0,07	-0,45	-0,44	-0,29	0,82	0,18	0,87	0,45	0,08	0,73	1	0,71	0,78	0,02	0,14	-0,35	0,08	-0,53	-0,01	0,43	0,54	0,01	0,51	0,35	0,28	0,25	-0,53	-0,12	-0,50	0,15	0,30	0,30
0,32	-0,36	-0,08	-0,23	-0,32	0,33	-0,09	0,34	0,19	-0,09	0,19	0,71	1	0,96	-0,29	-0,37	-0,22	0,19	-0,74	0,15	0,27	0,76	0,41	0,39	-0,13	0,07	0,08	-0,65	0,08	-0,87	0,28	0,03	0,03
0,24	-0,25	-0,29	-0,41	-0,24	0,46	-0,02	0,41	0,27	-0,05	0,25	0,78	0,96	1	-0,17	-0,17	-0,27	0,08	-0,72	0,16	0,20	0,71	0,29	0,32	0,02	0,14	0,12	-0,64	0,07	-0,81	0,18	0,12	0,12
-0,06	-0,05	-0,26	-0,47	0,05	0,15	0,37	0,22	0,31	0,54	0,32	0,02	-0,29	-0,17	1	0,75	0,09	-0,17	0,06	-0,35	-0,13	-0,10	-0,74	-0,10	0,54	0,27	0,22	-0,03	-0,37	0,01	-0,56	0,02	0,02
-0,16	0,51	-0,68	-0,66	0,16	0,44	0,54	0,35	0,22	0,43	0,44	0,14	-0,37	-0,17	0,75	1	-0,19	-0,30	0,32	-0,08	-0,06	-0,26	-0,73	-0,13	0,56	0,09	0,03	0,26	-0,07	0,32	-0,60	0,10	0,10
0,14	-0,39	0,21	0,28	-0,12	-0,20	0,38	-0,31	0,19	0,54	0,54	-0,26	-0,35	-0,22	-0,27	0,09	-0,19	1	0,05	0,45	0,36	-0,20	0,03	-0,11	0,05	0,19	0,17	0,31	0,20	0,21	-0,27	-0,60	0,60
0,89	0,08	0,32	0,14	-0,89	-0,33	-0,17	0,03	-0,46	-0,27	0,31	0,08	0,19	0,08	-0,17	-0,30	0,05	1	0,04	0,38	0,86	0,07	0,11	0,85	-0,13	-0,15	-0,17	0,10	0,37	-0,23	0,55	-0,40	0,40
-0,05	0,54	-0,17	0,08	0,07	-0,13	0,43	-0,24	-0,10	0,33	-0,04	-0,53	-0,74	-0,72	0,06	0,32	0,45	0,04	1	0,43	-0,01	-0,47	-0,32	-0,18	0,15	-0,27	-0,28	0,94	0,46	0,84	-0,31	-0,40	0,40
0,39	0,38	-0,20	0,02	-0,40	-0,04	0,31	-0,23	-0,21	0,10	-0,09	-0,01	0,15	0,16	-0,35	-0,08	0,36	0,38	0,43	1	0,28	0,19	0,17	0,25	-0,24	-0,29	-0,33	0,48	0,91	0,04	-0,11	-0,58	0,58
0,87	0,26	-0,01	-0,09	-0,85	0,11	0,01	0,46	-0,29	-0,25	0,69	0,43	0,27	0,20	-0,13	-0,06	0,20	0,86	-0,01	0,28	1	0,09	-0,03	0,96	0,03	-0,16	-0,18	0,06	0,29	-0,19	0,54	-0,18	0,18
0,31	-0,40	-0,06	-0,11	-0,30	0,31	0,21	0,28	0,31	0,26	0,10	0,54	0,76	0,71	-0,10	-0,26	0,22	0,07	-0,47	0,19	0,09	1	0,50	0,24	0,05	0,32	-0,52	0,00	-0,66	-0,13	-0,37	0,37	0,37
0,12	-0,24	0,43	0,47	-0,12	-0,25	-0,32	-0,26	-0,29	-0,35	-0,45	0,01	0,41	0,29	-0,74	-0,73	0,03	0,11	-0,32	0,17	-0,03	0,50	1	0,05	-0,33	0,23	0,30	-0,38	0,00	-0,30	0,29	-0,27	0,27
0,93	0,05	0,05	-0,06	-0,92	0,13	0,00	0,47	-0,25	-0,23	0,66	0,51	0,39	0,32	-0,10	-0,13	-0,11	0,85	-0,18	0,25	0,96	0,24	0,05	1	0,03	0,02	-0,01	-0,14	0,20	-0,35	0,54	-0,19	0,19
0,03	0,02	-0,41	-0,51	-0,02	0,53	0,48	0,59	0,45	0,59	0,55	0,35	-0,13	0,02	0,54	0,56	0,05	-0,13	0,15	-0,24	0,03	0,05	-0,33	0,03	1	0,65	0,63	-0,11	-0,46	0,19	-0,27	0,04	0,04
0,08	-0,44	0,09	-0,03	-0,08	0,23	0,16	0,27	0,24	0,32	0,11	0,28	0,07	0,14	0,27	0,09	0,19	-0,15	-0,27	-0,29	-0,16	0,32	0,23	0,02	0,65	1	0,99	-0,59	-0,65	-0,12	-0,16	-0,02	0,02
0,05	-0,46	0,14	0,00	-0,05	0,21	0,15	0,26	0,21	0,30	0,08	0,25	0,08	0,12	0,22	0,03	0,17	-0,17	-0,28	-0,33	-0,18	0,33	0,30	-0,01	0,63	0,99	1	-0,60	-0,69	-0,12	-0,13	-0,03	0,03
-0,06	0,62	-0,19	0,06	0,07	-0,19	0,30	-0,29	-0,15	0,17	-0,06	-0,53	-0,65	-0,64	-0,03	0,26	0,31	0,10	0,94	0,48	0,06	-0,52	-0,38	-0,14	-0,11	-0,59	-0,60	1	0,63	0,74	-0,21	-0,33	0,33
0,28	0,49	-0,22	0,02	-0,28	-0,12	0,17	-0,29	-0,25	-0,05	-0,10	-0,12	0,08	0,07	-0,37	-0,07	0,20	0,37	0,46	0,91	0,29	0,00	0,00	0,20	-0,46	-0,65	-0,69	0,63	1	0,09	-0,02	-0,43	0,43
-0,34	0,52	-0,12	0,18	0,36	-0,03	0,14	-0,14	0,01	0,08	-0,06	-0,50	-0,87	-0,81	0,01	0,32	0,21	-0,23	0,84	0,04	-0,19	-0,66	-0,30	-0,35	0,19	-0,12	-0,12	0,74	0,09	1	-0,17	0,05	0,05
0,41	-0,12	0,34	0,21	-0,39	-0,18	-0,62	0,10	-0,29	-0,72	0,16	0,15	0,28	0,18	-0,56	-0,60	-0,27	0,55	-0,31	-0,11	0,54	-0,13	0,29	0,54	-0,27	-0,16	-0,13	-0,21	-0,02	-0,17	1	0,30	0,30
-0,50	-0,01	-0,10	-0,06	0,50	0,36	-0,50	0,33	0,37	0,37	-0,37	0,18	0,30	0,03	0,12	0,02	0,10	-0,60	-0,40	-0,58	-0,18	-0,37	-0,27	-0,19	0,04	-0,02	-0,03	-0,33	-0,43	0,05	0,30	1	1

III.6.5. CONCLUSION

L'expansion par DIC est une opération rapide, nécessitant uniquement quelques secondes. Cette opération à très larges possibilités d'applications agro-industrielles, consiste en une détente abrupte vers le vide à partir d'un niveau de très haute température. Elle permet au produit de subir une autovaporisation, un refroidissement et une contrainte mécanique interne. L'expansion ainsi générée en un temps très court implique la préservation de la taille grâce, de toute évidence, à une transition vitreuse à une température voisine de la température finale d'équilibre du système.

Le taux d'expansion ε_{3D} de la banane a, comme principal terme significatif l'interaction pression*temps. Plus le produit $P*t$ est important, plus le taux d'expansion est important. Le taux d'expansion volumique ε_v a pour paramètres opératoires significatif ce même terme Pt et le temps t . Le maximum du taux d'expansion ε_v , est de 0,54 MPa de pression P et 42 s de temps de traitement thermique t .

La durée de chute de pression est corrélée avec la différence de température dans le produit. Plus rapide est la chute de pression et plus la différence de température $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ dans le produit est faible. La durée de chute de température du réacteur n'a pas d'effet pendant le traitement de la banane. La température de transition vitreuse de la banane, varie de 32,57 à 37,38°C pour le produit traité par DIC et est à 34,54 °C pour le produit non traité.

La différence de température du produit $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ a des valeurs toutes négatives. Elles auraient été encore plus négatives si l'on avait pris en considération que l'activité de l'eau est inférieure à 1 ($a_w < 1$), ce qui implique une température d'ébullition supérieure et des valeurs de $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ encore plus faibles. La valeur négative traduit la possibilité qu'aurait la température du produit, au cours de sa chute à partir d'une température initiale élevée, de franchir le niveau d'équilibre pour atteindre un niveau inférieur et retrouver ensuite la température d'ébullition comme niveau d'équilibre du système. $\Delta T_{\text{min-ébullition}}$ dépend principalement du temps de traitement.

Le taux d'échange de chaleur de la banane au cours de la détente abrupte varie de 100 à 700 kW/m², sans déceler d'effets significatifs des paramètres opératoires.

PARTIE IV.
SYNTHESE, CONCLUSION ET PERSPECTIVES

CHAPITRE IV.1. ELEMENTS DE SYNTHESE DE L'ETUDE DE LA DETENTE INSTANTANEE CONTROLEE DIC

IV.1.1. INTRODUCTION

Ce chapitre est consacré à la synthèse de nombreuses données expérimentales, mesures et calculs concernant la technologie de Détente Instantanée Contrôlée DIC avec l'objectif d'établir la base conduisant à une meilleure compréhension voire une parfaite maîtrise des principaux phénomènes et processus spécifiques ayant ainsi lieu.

IV.1.2. ETAPE DE LA DIC

La présentation de (K. A. T. Allaf, 2013) de l'opération DIC comporte deux étapes fondamentales : 1/ la mise du produit sous un niveau de haute température homogène sous haute pression et 2/ la détente instantanée vers le vide.

IV.1.2.1. Etape de chauffage

La 1^{ère} étape peut être obtenue par **chauffage par vapeur d'eau sous pression**. Souvent la vapeur utilisée est de type **saturée** en vue d'intensifier le transfert de chaleur vers la surface du produit grâce à la **condensation** et de faciliter, par la suite, l'obtention en les divers points du produit d'une **parfaite homogénéité** en termes de température et d'humidité. L'utilisation d'une vapeur sèche (surchauffée) permet de réaliser la même opération de chauffage sous pression mais engendre deux points négatifs : le chauffage est réalisé par convection donc à taux de transfert plus lent, et des processus de séchage sont induits ce qui réduit les possibilités d'homogénéisation en humidité du produit. L'injection de vapeur, souvent saturée mais éventuellement surchauffée, est souvent envisagée après une mise sous vide du système ; le contact entre la vapeur et la surface du produit est alors plus intime et le taux de transfert de chaleur par condensation ou par convection est ainsi supérieur. La diffusion thermique au sein du produit est souvent nettement plus accélérée que la diffusion de l'humidité au sein de la matière ; la durée de la première étape de DIC, signalée comme « temps de traitement thermique », doit souvent être comprise entre une valeur capable d'assurer l'homogénéité en humidité du produit, et une valeur permettant de préserver la qualité et la composition du matériau :

Temps d'homogénéisation pré-détente	$\Delta t \propto \frac{R^2}{D_w}$	<i>Équation IV-1</i>
-------------------------------------	------------------------------------	----------------------

D'autres méthodes de chauffage/mise en pression ont été utilisées. On peut en citer le chauffage par microondes couplé à une compression de l'air ou d'un gaz plus adéquat aux comportements du produit considéré (N₂, CO₂...). Le principal avantage des MO est alors les possibilités de traiter par DIC des produits trop sensibles à la vapeur. Un autre avantage réside en la rapidité de la mise à la température souhaitée ; le temps de traitement thermique par DIC est alors systématiquement bien inférieur que celui que nécessite l'utilisation de la vapeur d'eau saturée puisqu'il n'y a pas à attendre la diffusion de l'eau au sein de la matière. Bien au contraire, la détente doit être opérée aussitôt que

possible pour empêcher voire uniquement réduire l'impact du séchage généré par la présence d'un matériau chaud dans une atmosphère de très faible humidité. Le désavantage de l'utilisation des MO comme élément de chauffage au cours de la première étape de la DIC, est le manque d'homogénéité de température au sein de la matière, ainsi que le coût d'équipement élevé. L'absence d'une mise initiale sous vide peut être considérée comme un avantage supplémentaire de ce type de chauffage.

L'utilisation de l'air (ou d'un gaz neutre) comprimé chaud comme méthode de chauffage peut également être d'un grand intérêt dans le traitement DIC des produits sensibles à la vapeur d'eau, sèche ou saturée. Ce type de chauffage par convection souffre cependant d'une cinétique particulièrement faible (et instaurant un certain séchage à partir de la matière). La mise d'une étape de vide initial est alors complètement déconseillée puisque l'injection ultérieure du flux d'air induit, par détente, une grande baisse de température. La réalisation d'une compression quasi-statique adiabatique à l'intérêt d'une augmentation de la température propre de l'air, même celle de la quantité en contact intime avec la surface propre de la matière.

IV.1.2.2. Etape de détente instantanée

La très grande vitesse des opérations débutant juste à la détente instantanée et les profondes évolutions qui l'accompagne, rendent particulièrement illusoire la possibilité d'utiliser les méthodes classiques de mesure de la température du produit et la température et la pression du réacteur. Pourtant, la détermination de l'évolution du volume, de la pression et de la température est très importante pendant l'étape de détente du traitement DIC, parce que ces variables sont indispensables à l'identification des processus et la caractérisation des phénomènes ayant lieu au cours de cette étape. L'utilisation d'une caméra ultra rapide de 1000 images par seconde s'impose puisque des mesures antérieures réalisées avec une caméra « ordinaire » (20 images par seconde) à prouvé que l'expansion intervenait en moins de 50 s. Il a alors fallu procéder aux mesures des températures (du produit et de l'ambiance) et de la pression dans l'autoclave avec des capteurs ayant des temps de réponse de l'ordre de 1 ms.

La mesure de la pression de vapeur à l'équilibre et de la température donne accès à de nombreuses grandeurs telles que l'humidité relative d'équilibre, l'activité de l'eau et divers potentiels thermodynamiques. La représentation graphique de l'activité de l'eau en fonction de la teneur en eau du milieu, à température constante, constitue une isotherme de désorption ou de sorption suivant le sens de variation de la teneur en eau.

La méthode la plus utilisée pour établir un point de l'isotherme de sorption ou de désorption consiste à placer un échantillon du milieu complexe dans une condition contrôlée de température et d'humidité relative jusqu'à stabilisation de la teneur en eau. L'humidité relative est généralement réglée par une solution saturée. Cette méthode donne des résultats très précis. Cependant pour des humidités relatives élevées, les temps d'établissement de l'équilibre sont très longs.

La pression de vapeur de l'atmosphère de l'enceinte est contrôlée par le mélange d'un flux d'air sec et d'un flux d'air saturé en vapeur. Ces appareils donnent des résultats d'une bonne précision, de l'ordre de $\pm 0,005$ d'activité, mais utilisent des systèmes de régulation et de mesure relativement délicats. Une méthode pour la détermination de l'isotherme de désorption a récemment été proposée par Scarpa et Tagliafico (Scarpa & Tagliafico, 2008)

Le temps d'évolution de la taille du produit et les durées de chute de température du produit $\tau_{T,prod}$ et de l'ambiance dans le réacteur $\tau_{T,react}$ et de chute de pression $\tau_{P,react}$ sont d'une importance particulière. Le refroidissement par détente vers le vide du niveau de température initiale élevé prend fin en atteignant le niveau d'équilibre correspondant à la pression finale. Ce niveau devrait être supérieur à celui de l'eau pure en raison d'une activité d'eau nécessairement inférieure $a_w < 1$.

L'éventualité que pourrait avoir la température de franchir et dépasser ce niveau pourrait être un élément de distinction de l'instantanéité du processus. *Il serait intéressant de vérifier que plus les durées $\tau_{T,prod}$, $\tau_{T,react}$ et $\tau_{P,react}$ sont courtes, plus le passage en dessous du niveau d'équilibre serait probable.*

Le temps d'expansion peut être analysé comme dépendant des contraintes issues de la différence de pression ΔP et de la viscosité : $dt = 4\mu \frac{dR}{R\Delta P}$

Pour une différence de pression ΔP de $2,72 \times 10^6$ Pa et une viscosité de $10 \text{ m}^2/\text{s}$ environ, ce temps est de l'ordre de : $1,47 \times 10^{-4}$ s.

Notons en plus que la valeur de ΔP dépend strictement de la quantité de vapeur générée par autovaporisation qui dépend de l'activité de l'eau.

IV.1.3. TRANSITION VITREUSE

Notons que la transition vitreuse est un élément essentiel dans la préservation de la structure expansée générée par la vapeur. Son niveau T_g a une grande importance dans la définition du niveau de vide recherché par détente. La valeur de T_g des produits ayant subi un simple séchage est, presque systématiquement, légèrement supérieure à celle des produits après leur traitement par DIC ; *le fait que ces derniers doivent avoir un niveau plus important de structure amorphe pourrait être à l'origine de ce comportement.*

L'activité de l'eau combinée avec la température de transition vitreuse peut être utilisée pour prédire la durée de conservation des aliments. Les isothermes de sorption d'eau et l'évolution de la transition vitreuse en fonction de la teneur en humidité ont été déterminées pour la carotte après de traitement. (Liu-ping et al., 2007). *La généralisation de ces mesures sera d'une grande importance dans la poursuite du travail réalisé dans le cadre de la présente thèse.* L'élimination de l'eau pendant le séchage de nombreux produits souvent abouti à la formation d'un état amorphe qui est un état de non-équilibre avec le temps dépendant de propriétés. L'état physique des matériaux amorphes peut changer d'un état solide vitreux à une forme caoutchouteuse lorsque la température de transition vitreuse (T_g) est atteinte.

IV.1.4. PRINCIPE DE LA METHODE

Dans l'autoclave du réacteur DIC sont installés des capteurs de pression (BAUMERPBSN12B79RA1440321) et de température (thermocouples type K) pour un suivi aussi précis que possible des paramètres en question dans l'autoclave. Le signal est transmis sur la carte de PCI 1710HG pour traduire le voltage sur le logiciel LabView et procéder ainsi à l'acquisition des diverses données sous forme de tableaux Excel et de courbes.

Nous avons procédé à la comparaison des résultats des traitements par la vapeur et par l'air comprimé en ce qui concerne le phénomène d'expansion. L'air comprimé a l'avantage de diminuer l'effet de condensation pendant le traitement.

Après une première étape d'étalonnage et de synchronisation du fonctionnement de la machine DIC avec le logiciel LabVIEW dans l'enregistrement des données, nous avons réalisé le traitement du produit par la vapeur ou par l'air comprimé, avec un fort chauffage de l'autoclave pour réduire les effets de la condensation.

IV.1.5. RESULTATS DES ESSAIS

IV.1.5.1. Essais par la vapeur d'eau.

Les essais ont été réalisés avec une pression 0,4 MPa, et la détente a eu lieu au bout de 30 s. la température dans le réacteur est de 150 °C environ. Les études antérieures ont été réalisées avec la pression de vapeur saturée et le temps de traitement thermique comme variables de plans d'expériences adéquats.

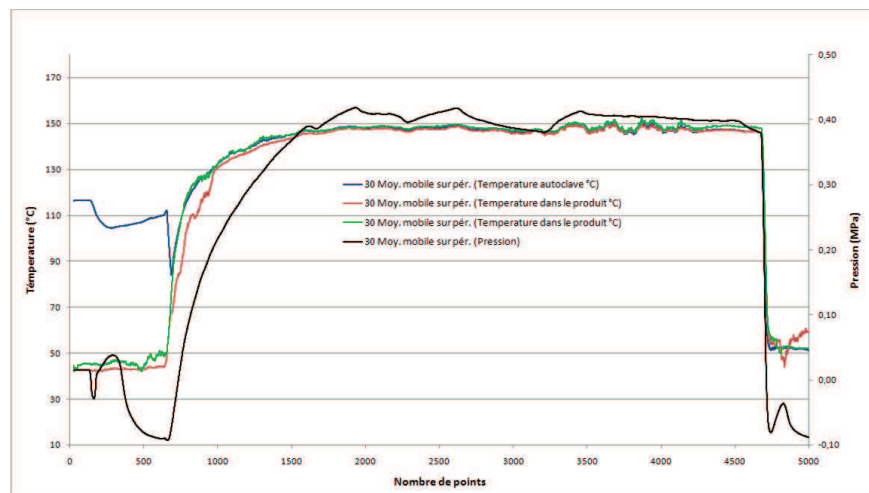


Figure IV-1. Traitement du produit par la vapeur

Le traitement par DIC à la vapeur peut permettre une bonne expansion du produit. Cependant, le phénomène de condensation dans le réacteur est tellement intense qu'il peut provoquer quelques problèmes de détection et un mauvais suivi des images.

IV.1.5.2. Essais par l'air comprimé

L'expérimentation par l'air comprimé a été réalisée avec un chauffage indépendant de la machine DIC pour avoir la même température que celle du traitement par la vapeur d'eau. Il s'agit de procéder au chauffage par double enveloppe et par un chauffage électrique de 1400kW sans injection de vapeur d'eau dans l'autoclave. Dès que le produit atteint la température voulue, nous réalisons la chute de pression et la détente dans l'autoclave s'opère sans présence de vapeur. Aucune expansion n'a pu être décelée du fait du fort séchage du produit, récupéré brûlé.

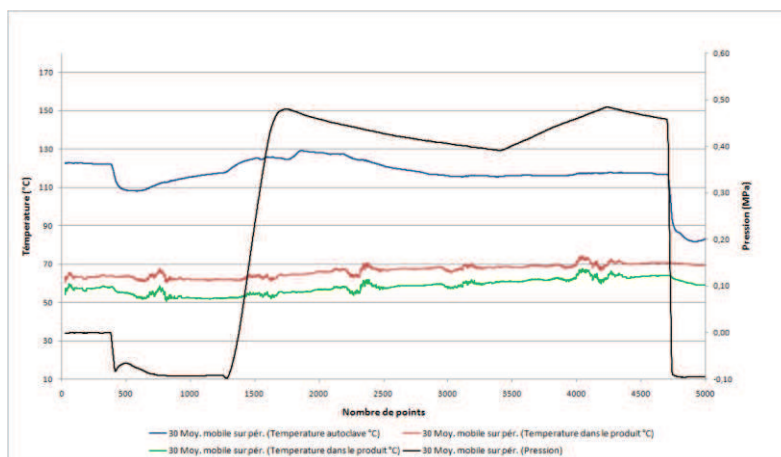


Figure IV-2. Traitement du produit par l'air comprimé.



Figure IV-3. Produit traité par l'air comprime

La Figure IV-2 rassemble les données du phénomène d'expansion par l'air comprimé : deux températures du produit (en vert et rouge) et la température dans l'autoclave en bleu. La température dans l'autoclave atteint un niveau de 152 °C, soit la même température qu'avec injection de la vapeur d'eau à 0,5 MPa. La température dans le produit n'a pas dépassé un niveau de 70 °C avant la chute de pression. Le produit ainsi traité par l'air chaud et comprimé n'a pu avoir aucune expansion (Figure IV-3)

Des mélanges vapeur et air comprimé n'ont pas permis un bon changement de taille du produit, alors que la condensation lors de la détente persiste dans l'autoclave.

IV.1.5.3. Les étapes de taux d'expansion par fonction d'exponentielle

Nous avons traité le produit (fromage) pendant 45 s, avec une pression initiale $P_i = 0,35$ MPa, et une pression finale $P_R = 10$ kPa. La constante de temps obtenue de la relation $\exp(-t/k)+P_R$ est $k=0,3$ s. La valeur correspond à un taux de détente de $1,17 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$.

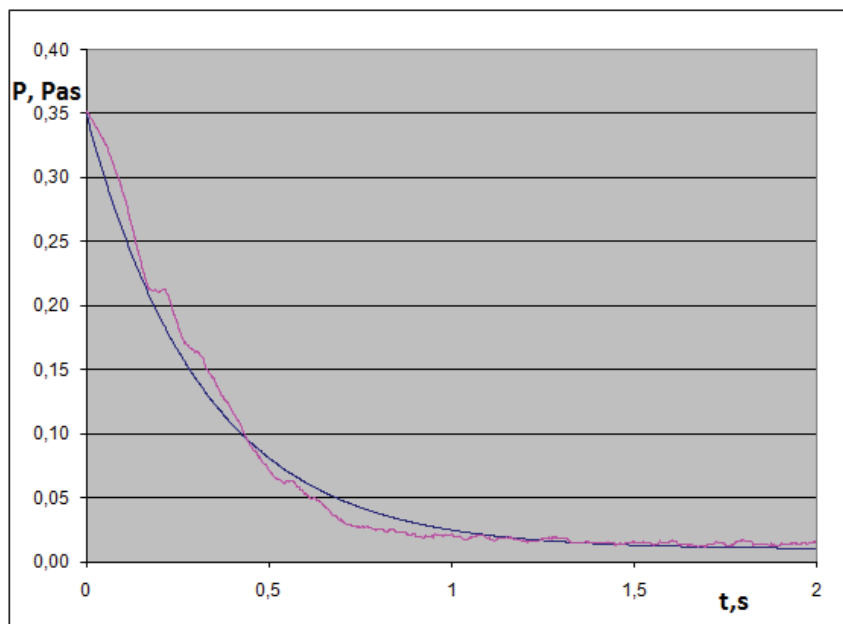


Figure IV-4. La chute de pression lors de la détente

IV.1.6. CONCLUSION

L'évolution de la température et de la pression est très importante pour mieux identifier les phénomènes de changement des caractéristiques du produit et des paramètres de l'opération de traitement. La variable « température dans l'autoclave » est un point très important, parce que la température dans l'autoclave peut provoquer la modification du produit pendant l'injection de la vapeur d'eau. La détente à partir d'une pression élevée de vapeur provoque un changement de taille du produit alors qu'un traitement similaire par l'air comprimé ne semble pas efficace.

IV.1.7. RESUMES DES RESULTATS OBTENUS

Les travaux présentés dans ce mémoire forment une simple contribution à l'approche fondamentale des processus d'instantanéité dans l'autovaporisation, l'expansion etc. Les expérimentations spécifiques ont inclus l'utilisation d'une caméra ultra-rapide et de divers capteurs de pression et de température à très faible temps de réponse.

L'analyse des processus d'instantanéité est fondée sur la constatation de l'inadéquation des lois classiques de transfert quand les processus sont loin de permettre l'hypothèse de transformations quasi-statiques. Ce principe a déjà été développé depuis quelque temps (Allaf, 1988) pour expliquer et proposer des opérations d'intensification d'opérations unitaires, non nécessairement limitées à l'industrie agroalimentaire.

L'opération de DIC a prouvé une très grande efficacité capable d'aboutir, grâce à l'instantanéité, un résultat optimal nettement supérieur, tout en gardant la même quantité d'énergie consommée. Les problèmes d'instantanéité et d'autovaporisation pendant le traitement sont toujours liés pour exprimer la nouvelle méthode dans les diverses opérations unitaires industrielles. Les nombreuses applications ont concerné le séchage, la décontamination et l'extraction, avec un très large domaine d'application du phénomène d'expansion.

Au cours des présents travaux et expérimentations, nous avons pu apporter quelques précisions complémentaires sur la thermodynamique et les transferts ayant lieu dans le cadre de la problématique de l'expansion. La caractérisation du produit par DSC permet l'identification de la température de transition vitreuse T_g ; une analyse ultérieure de l'activité de l'eau à haute température, du degré de cristallisation et de forme amorphe dans la structure avant et après la DIC devront améliorer l'étude du phénomène. L'analyse par microscopie électronique à balayage semble d'un certain intérêt dans l'explication des propriétés fonctionnelles et de leur évolution par suite de l'expansion.

La détermination de la viscosité et de son évolution en fonction du taux d'humidité et du niveau de température semble d'un intérêt particulier dans l'estimation du temps d'expansion.

L'extension de cette étude à la plus large gamme de produits devrait permettre de mieux généraliser certains concepts. Au-delà du tofu et du fromage, de la pomme et de la pomme de terre, de la carotte et de la banane, nous envisagerons de procéder à l'étude de quelques types de produits à différentes compositions (courges, citrouilles...). Une meilleure analyse des taux d'expansion ε_{3D} , surfacique ε_{2D} et volumique ε_v , sera alors indispensable pour une meilleure corrélation et d'identification du processus.

La durée de la chute de température du produit et du réacteur et la durée de la chute de pression sont des paramètres de réponse dont l'intérêt est essentiel dans l'estimation du temps du processus d'expansion par DIC. Au cours de la détente proprement dite, nous constatons que la température dans le produit est systématiquement inférieure à celle du réacteur ; le refroidissement du produit n'est nullement dû à une loi de transfert mais est (exclusivement) obtenu par autovaporisation.

L'analyse micro-structurale sera également essentielle peut déterminer la répartition des diamètres de pores ainsi générés. Il serait alors possible d'identifier des phénomènes éventuels de nucléation spécifique en vue d'en maîtriser leur génération et leur impact au cours du traitement DIC menant au gonflement du produit.

La valeur optimale des taux d'expansion ε_{3D} , ε_{2D} et ε_v du fromage d'Emmental a été établie à une valeur de 3,17 obtenue sous 0,54 MPa de pression et 38 s de temps de traitement. Le meilleur taux d'expansion du tofu a été obtenu avec 0,62 MPa de pression et 45 s de temps de traitement.

Le taux d'expansion ε_{3D} , ε_{2D} et ε_v de la pomme traitée par DIC atteint sa valeur maximale pour une pression de 0,25 MPa et un temps de traitement de 16,55 s. La pomme de terre peut être bien expansée pour une pression de 0,6 MPa et un temps de traitement thermique de 13 s. Le taux maximal d'expansion de la carotte est obtenu pour une pression de 0,35 MPa et un temps de traitement de 30 s et celui de la banane est de 0,3 MPa et 30 s, respectivement.

Le temps d'expansion est obtenu en termes d'évolution de la forme à l'aide d'une caméra de 1/1000 de seconde par image ; une amélioration des conditions d'acquisition devrait nettement améliorer les précisions nécessaires à l'étude. Les durées des chutes de températures et de la pression sont également capables d'être mesurées avec une plus grande précision. Les valeurs de ces temps d'expansion ont été établies pour le fromage

(700 – 2840 ms), le tofu (600 –1540 ms), la pomme (400 – 2720 ms), la pomme de terre (760 – 2260 ms), la carotte (600-2720 ms) et la banane (680-2760 ms).

La détermination de la température de transition vitreuse par analyse différentielle DSC se distingue par sa pertinence et sa simplicité. Le point d'inflexion dans le diagramme correspond à la température de transition vitreuse ; celle-ci pourrait être confirmée par analyse thermo-mécanique dynamique ATMD. La valeur de la température de transition vitreuse des produits traités par DIC est inférieure à celle des produits non traités. Ainsi, les Tg du fromage sont de 32 à 36°C pour les produits traités par DIC, 37,04 °C pour les produits non traités. Les Tg du tofu sont de 32 à 38°C pour les produits traités par DIC, 38 °C pour les produits non traités. La pomme a des tg allant de 30,88 à 32,87 °C pour les produits traités par DIC et 36,58 °C pour les non-traités. Les Tg de la pomme de terre vont de 31,17 à 32,57 °C pour les produits traités ; elles sont de 33,26 °C pour les produits non traités. La carotte a des Tg de 33,63 à 36,56 °C pour les produits traités, et de 34,63 °C pour les produits non traités. La banane a des Tg allant de 32,57 à 37,38 °C pour les produits traités et de 35,32 °C pour les produits non traités.

La valeur de la différence de température au cours de la détente a un intérêt particulier pour le processus d'expansion proprement dit. La température minimale du produit devrait, au cours d'une détente lente (transformation quasi statique) être limitée à la température d'ébullition à la pression finale considérée. Une grande partie des valeurs constatées de cette différence de température est négative ce qui devrait permettre d'envisager le dépassement de l'équilibre thermique au cours du refroidissement par détente par DIC.

IV.1.8. PERSPECTIVES

Le travail sur le phénomène d'expansion n'est jamais fini, ce travail nous a permis de poser ce qui est fondamental en termes d'expansion pendant la détente et l'analyse de traitement pendant ces travaux. Il y a quelques points importants sur la qualité du traitement et la machine DIC pour améliorer le résultat de traitement d'expansion. À partir de cette étude, le premier complément à apporter serait des travaux concernant les équipements et l'installation de caméra rapide en couleur pour avoir de meilleures images d'expansion, ensuite l'adaptation de logiciel pour un enregistrement plus long qui permettrait d'obtenir le résultat d'expansion avec quelques détentes pendant de traitement.

Le problème de condensation dans la chambre de traitement n'est pas encore bien résolu. Il faudrait probablement envisager un hublot de plus haute température pour être capable d'obtenir des images nettement plus claires juste après la détente. D'autres réacteurs DIC devraient pouvoir accueillir la caméra ultra-rapide. La machine micro-DIC déjà automatisée devrait être des plus adaptées à de telles manipulations et mesures.

Nous proposons de réaliser et d'étudier les phénomènes d'expansion par DIC à l'aide de gaz (CO₂,...) pour mieux généraliser quelques concepts fondamentaux.

Enfin, malgré une appréhension plutôt fondamentale, il serait important d'exploiter les résultats obtenus au laboratoire pour passer à l'échelle industrielle. Il faudrait compléter l'étude par une étude économique du coût, de la consommation énergétique et de l'impact environnemental.

PARTIE V. REFERENCE

- Aggarwal, P. (2001). Phase transition of apple cuticles: a DSC study. *Thermochimica Acta*, 367–368(0), 9-13. doi: 10.1016/s0040-6031(00)00701-2
- Aguilera, J. M., Cuadros, T. R., & del Valle, J. M. (1998). Differential scanning calorimetry of low-moisture apple products. *Carbohydrate Polymers*, 37(1), 79-86. doi: 10.1016/s0144-8617(98)00030-7
- Allaf, K. (1982). Transfer phenomena and industrial applications: Lebanese University, Faculty of Science (Beirut, Lebanon).
- Allaf, K. (1988). Approche à l'analyse fondamentale de l'expansion par alvéolation selon différents procédés. (*puffing, cuisson-extrusion...*) Compiègne: Rapport interne, DTAI,. Université de Technologie de Compiègne.
- Allaf, K. A. T. (2013). *Instant controlled pressure drop D.I.C. applications*: Springer.
- Amor, B. B., Lamy, C., Andre, P., & Allaf, K. (2008). Effect of instant controlled pressure drop treatments on the oligosaccharides extractability and microstructure of *Tephrosia purpurea* seeds. *J Chromatogr A*, 1213(2), 118-124. doi: 10.1016/j.chroma.2008.10.065
- Arhaliass, A., Legrand, J., Vauchel, P., Fodil-Pacha, F., Lamer, T., & Bouvier, J.-M. (2009). The Effect of Wheat and Maize Flours Properties on the Expansion Mechanism During Extrusion Cooking. [10.1007/s11947-007-0038-6]. *Food and Bioprocess Technology*, 2(2), 186-193.
- Arimi, J. M., Duggan, E., O’Riordan, E. D., O’Sullivan, M., & Lyng, J. G. (2008). Microwave expansion of imitation cheese containing resistant starch. *Journal of Food Engineering*, 88(2), 254-262. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2008.02.021
- Arimi, J. M., Duggan, E., O’Sullivan, M., Lyng, J. G., & O’Riordan, E. D. (2008). Effect of refrigerated storage on water mobility and microwave expansion of imitation cheese containing resistant starch. *Journal of Food Engineering*, 89(3), 258-266. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2008.04.028
- Baş, D., & Boyacı, İ. H. (2007). Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology. *Journal of Food Engineering*, 78(3), 836-845. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2005.11.024
- Bourne, M. C. (1975). *Texture measurements in vegetables*. Dordrecht, Netherlands: Reidel Publ.
- Bouzaza, D., Arhaliass, A., & Bouvier, J. M. (1996). Die design and dough expansion in low moisture extrusion-cooking process. *Journal of Food Engineering*, 29(2), 139-152. doi: 10.1016/0260-8774(95)00076-3
- Brunke, H. (2006). Commodity Profile: Carrots. In U. o. C. Agricultural Issues Centre (Ed.), (Agricultural Marketing Resource Centre ed.). USA.

- C.VOEGEL-TURENNE, S. B., K.ALLAF (2001). Evolution of the mechanical, textural and rheological characteristics of the Granny Smith apple during drying. *Sciences des Aliments*, v. 21(1)(0240-8813), 27-34. doi: 10.3166/sda.21.37-34
- Charm, S. E. (1971). *Fundamentals of Food Engineering*, . CT: AVI, Westport.
- Chinnaswamy, R. (1993). Basis of cereal starch expansion. *Carbohydrate Polymers*, 21(2–3), 157-167. doi: 10.1016/0144-8617(93)90012-s
- Chinnaswamy, R., & Bhattacharya, K. R. (1984). Relationship between amylose content and expansion characteristics of parboiled rice. *Journal of Cereal Science*, 2(4), 273-279. doi: 10.1016/s0733-5210(84)80015-6
- Choi, Y. M. R. O. (1986). Effects of Temperature and Composition on the Thermal Properties of Foods *Food Engineering and Process Applications* (pp. 93-101). London: Elsevier Applied Science Publishers.
- . Composition des aliments " Plateform web d'analyses nutritionnelles". (2012). *Composition des Aliments*, from <http://www.composition-des-aliments.fr>
- . Composition nutritionnelle des aliments TABLE Ciqual 2012. (2012), from <http://www.afssa.fr/TableCIQUAL/>
- Cooper, A., & Johnson, C. M. (1994). Differential Scanning Calorimetry Microscopy, Optical Spectroscopy, and Macroscopic Techniques. In C. Jones, B. Mulloy & A. H. Thomas (Eds.), (Vol. 22, pp. 125-136): Humana Press.
- Debs-Louka, E. (2000). *Destruction des microorganismes par Voie thermomécaniques contrôlée dans des produits solides en morceaux ou en poudre. Application aux épices et aromates*. Ph.D, Université de La Rochelle, La Rochelle
- Delgado-Rosas, M. (2002). *et conception d'un réacteur à pulvérisation contrôlée sous vide (VCS)*. Ph.D, Université de La Rochelle, La Rochelle
- Desrumaux, A., Bouvier, J. M., & Burri, J. (1998). Corn Grits Particle Size and Distribution Effects on the Characteristics of Expanded Extrudates. *Journal of Food Science*, 63(5), 857-863. doi: 10.1111/j.1365-2621.1998.tb17914.x
- Dickerson, R. W. (1969). Thermal properties of foods. In W. B. Van Arsdel, and Copley, M.J. (Ed.), *The Freezing Preservation of Foods* (Vol. 2, 4th ed). Westport, CT: Tressler, D.K.,.
- Dominguez, M., De Elvira, C., Fuster, C. (1974). *Influence of air velocity and temperature on the two-stage cooling of perishable large-sized products*: Annexe Bressanone.
- Ernault, V., Moraru, C. I., & Kokini, J. L. (2002). Influence of fat on expansion of glassy amylopectin extrudates by microwave heating. *Cereal Chemistry*, 79(2), 265-273.
- Ferdinand, J. M., Clark, S. A., & Smith, A. C. (1992). Structure formation in extrusion-cooked starch-sucrose mixtures by carbon dioxide injection. *Journal of food engineering.*, 16(4), 283-291.
- Ganjyal, G. M., & Hanna, M. A. (2006). Role of Blowing Agents in Expansion of High-Amylose Starch Acetate During Extrusion. *Cereal chemistry.*, 83(6), 577-583.

- Gimeno, E., Moraru, C. I., & Kokini, J. L. (2004). Effect of Xanthan Gum and CMC on the Structure and Texture of Corn Flour Pellets Expanded by Microwave Heating. *Cereal Chemistry*, 81(1), 100-107.
- Gordon, M., & Taylor, J. S. (1952). Ideal copolymers and the second-order transitions of synthetic rubbers. i. non-crystalline copolymers. *Journal of Applied Chemistry*, 2(9), 493-500. doi: 10.1002/jctb.5010020901
- Gray, D. R., & Chinnaswamy, R. (1995). Chapter 13 - Role of Extrusion in Food Processing. In G. G. Anilkumar (Ed.), *Food Processing* (pp. 241-268). Amsterdam: Elsevier Science B.V.
- Haddad, M. A. (2007). *Contribution théorique et modélisation des phénomènes instantanés dans les opérations d'autovaporisation et de déshydratation*. Ph.D Génie des Procédés Industriels, Université de La Rochelle, La Rochelle.
- Hallstrom, B., Skjoldebrand, C., and Tragardh, C. (1988). *Heat Transfer and Food Products*. New York: Elsevier.
- Harper, J. M. (1981). *Extrusion of starch and starchy materials* (Vol. Vol 2). Boca Raton, FL.: CRC Press.
- Heldman, D. R. a. S., R.P. (1981). *Food Process Engineering* (2nd ed ed.). CT: AVI, Westport.
- Hoke, K., Houška, M., Průchová, J., Gabrovská, D., Vaculová, K., & Paulíčková, I. (2007). Optimisation of puffing naked barley. *Journal of Food Engineering*, 80(4), 1016-1022. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2006.08.012
- Hoke, K., Housova, J., Houska, M. (2005). Optimum conditions of rice puffing. A review. [Summary; Lit. Review]. *Czech Journal of Food Sciences - UZPI*, v. 23(1) p. 1-11.
- Iguedjtal, T., Louka, N., & Allaf, K. (2008). Sorption isotherms of potato slices dried and texturized by controlled sudden decompression. *Journal of Food Engineering*, 85(2), 180-190. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2007.06.028
- Juhel, F. (2000). *Etude de l'application de deux nouvelles opération de séchage/texturation du poisson, analyse comparative du procédé et du produit*. Ph.D, Université de La Rochelle, La Rochelle.
- Karim Allaf., S. M., Tamara Allaf. (2012). Swell dryng : séchage intensifié par DIC; Cas des Végétaux. *Technique Ingenieur*.
- Kokini, J. L., Chang, C. N., & Lai, L. S. (1992). The role of rheological properties on extrudate expansion. *Food Science and technology*, 631-652.
- Kozempel, M. F., Sullivan, J. F., Craig, J. C., & Konstance, R. P. (1989). Explosion Puffing of Fruits and Vegetables. *Journal of Food Science*, 54(3), 772-773. doi: 10.1111/j.1365-2621.1989.tb04708.x
- Lai, H.-M., & Cheng, H.-H. (2004). Properties of pregelatinized rice flour made by hot air or gum puffing. *International Journal of Food Science & Technology*, 39(2), 201-212. doi: 10.1046/j.0950-5423.2003.00761.x

- Lamb, J. (1976). Influence of water on the thermal properties of foods. *Chem. Ind.*, 1046-1048.
- . Le Fromage : plaisir et santé à votre portée. (2010). *Table de composition*, from <http://www.institut-fromages-et-sante.com/fr/fromages-et-nutrition/table-de-composition/>
- Liu-ping, F., Zhang, M., & Mujumdar, A. S. (2007). Storage Stability of Carrot Chips. *Drying Technology*, 25(9), 1537-1543. doi: 10.1080/07373930701539654
- Louka, N., & Allaf, K. (2004). Expansion ratio and color improvement of dried vegetables texturized by a new process "Controlled Sudden Decompression to the vacuum": Application to potatoes, carrots and onions. [doi: DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2004.01.020]. *Journal of Food Engineering*, 65(2), 233-243.
- Louka, N., Juhel, F., & Allaf, K. (2004). Quality studies on various types of partially dried vegetables texturized by Controlled Sudden Decompression: General patterns for the variation of the expansion ratio. [doi: DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2004.01.021]. *Journal of Food Engineering*, 65(2), 245-253.
- Martens, T. (1980). Mathematical model of heat processing in flat containers. In A. a. B.-C. Ibarz, G. (Ed.), *Operaciones Unitarias en la Ingenieria de Alimentos* (pp. 317). Lancaster: Technomic Publishing Company.
- Meste, M. L., Champion, D., Roudaut, G., Blond, G., & Simatos, D. (2002). Glass Transition and Food Technology: A Critical Appraisal. *Journal of Food Science*, 67(7), 2444-2458. doi: 10.1111/j.1365-2621.2002.tb08758.x
- Mohsenin, N. N. (1980). *Thermal Properties of Foods and Agricultural Materials*: Gordon and Breach Science Publishers.
- Mounir, S., Halle, D., & Allaf, K. (2011). Characterization of pure cheese snacks and expanded granule powders textured by the instant controlled pressure drop (DIC) process. *Dairy Science & Technology*, 91(4), 441-455. doi: 10.1007/s13594-011-0023-8
- Orford, P. D., Parker, R., & Ring, S. G. (1990). Aspects of the glass transition behaviour of mixtures of carbohydrates of low molecular weight. *Carbohydrate Research*, 196(0), 11-18. doi: 10.1016/0008-6215(90)84102-z
- Rakotazafy, H. D. (2001). *Application du nouveau procédé de déshydratation par détentes successives (DDS), dans le séchage de produits biologique à haut valeur ajoutée*. Ph.D, Université de La Rochelle, La Rochelle.
- Sá, M. M., Figueiredo, A. M., & Sereno, A. M. (1999). Glass transitions and state diagrams for fresh and processed apple. *Thermochimica Acta*, 329(1), 31-38. doi: 10.1016/s0040-6031(98)00661-3
- Sahyoun, W. (1996). *Maîtrise de l'aptitude de matériaux agro alimentaire aux procédés de séchage. Etude de l'adéquation entre les états structuraux, biochimiques, physiques et comportementaux sur les processus de déshydratations*. Ph.D, Université de technologie de Compiègne, Compiègne.

- Sanya, E. (2000). *Analyse du traitement hydro-amido-thermique de bois gorgé d'eau : application à la restauration-préservation du bois archéologique*. Ph.D, Université de La Rochelle, La Rochelle
- Scarpa, F., & Tagliafico, L. A. (2008). A new procedure to measure water adsorption isotherms of porous fibrous materials. *Journal of Porous Materials*, 15(4), 451-456. doi: 10.1007/s10934-007-9097-3
- Schwartzberg, H. G., Wu, J. P. C., Nussinovitch, A., & Mugerwa, J. (1995). Modelling deformation and flow during vapor-induced puffing. *Journal of Food Engineering*, 25(3), 329-372. doi: 10.1016/0260-8774(94)00015-2
- Siebel, J. E. (1982). *Specific heat of various products* (Vol. 2).
- Singh, J., & Singh, N. (1999). Effects of different ingredients and microwave power on popping characteristics of popcorn. *Journal of Food Engineering*, 42(3), 161-165. doi: 10.1016/s0260-8774(99)00114-4
- Singh, R. P. (2006). Heating and Cooling Processes for Foods *Handbook of Food Engineering, Second Edition* (Vol. null, pp. 397-426): CRC Press.
- Sullivan, J. F., & Craig, J. D. Jr.,. (1984). The development of explosion puffing. *Food Technology*, 38(2), pp. 52–55 131.
- Sweat, V. E. (1974). Experimental values of thermal conductivity of selected fruits and vegetables. *J. Food Science*, 39, 1080.
- USDA. (2013). National Agricultural Library, from <http://ndb.nal.usda.gov/ndb/search/list>
- Walti-Chanes, J., Guerrero, J. A., Barcenas, M. E., Aguilera, J. M., Vergara, F., & Barbosa-Canovas, G. V. (1999). GLASS TRANSITION TEMPERATURE (T_g) AND WATER ACTIVITY (a_w) OF DEHYDRATED APPLE PRODUCTS. *Journal of Food Process Engineering*, 22(2), 91-101. doi: 10.1111/j.1745-4530.1999.tb00473.x
- Willett, J. L., & Shogren, R. L. (2002). Processing and properties of extruded starch/polymer foams. [doi: DOI: 10.1016/S0032-3861(02)00497-4]. *Polymer*, 43(22), 5935-5947.

PARTIE VI. ANNEXE

La pression P_v de la vapeur d'eau à l'intérieur de la matrice d'amidon peut être donnée calculée selon le tableau ou suivant avec l'équation d'Antoine :

Equation d'Antoine	$\log P_v = A - \frac{B}{C + T}$	Équation VI-1
--------------------	----------------------------------	---------------

Où P_v est la pression de vapeur d'eau en bar, T est la température de l'eau (en K) et $A = 5,09938$, $B = 1681$, et $C = -43,037$ sont les paramètres d'Antoine de l'eau généralement valables pour des températures au-dessus de 100°C.

Tableau VI-1. Pression partielle et température de vapeur d'eau

Température (°C)	Température (K)	Pression de vapeur d'eau pure (Pa)		Ecart % (calculée-mesurée)/calculée
		Valeur mesurée	Valeur calculée (Relation d'Antoine)	
-60,000	213,150	0,1	2	1550,87%
-40,000	233,150	13,0	18	39,10%
-20,000	253,150	103,0	126	21,92%
-10,000	263,150	260,0	290	11,54%
0,000	273,150	610,0	623	2,08%
0,010	273,160	611,7	623	1,88%
1,010	274,160	657,6	670	1,92%
2,010	275,160	706,5	720	1,96%
3,010	276,160	758,6	774	1,99%
4,010	277,160	814,1	831	2,02%
5,000	278,150	872,0	890	2,12%
5,010	278,160	873,2	891	2,05%
6,010	279,160	936,0	955	2,08%
7,010	280,160	1002,8	1024	2,10%
8,010	281,160	1073,7	1096	2,12%
9,010	282,160	1149,0	1174	2,14%
10,000	283,150	1230,0	1255	2,00%
10,010	283,160	1229,0	1255	2,15%
11,010	284,160	1313,8	1342	2,17%
12,009	285,159	1403,7	1434	2,17%
13,009	286,159	1499,0	1532	2,18%
14,009	287,159	1599,9	1635	2,18%
15,000	288,150	1700,0	1743	2,53%
15,009	288,159	1706,8	1744	2,19%
16,009	289,159	1819,9	1860	2,18%
17,009	290,159	1939,5	1982	2,18%
18,009	291,159	2065,9	2111	2,18%
19,009	292,159	2199,5	2247	2,18%
20,000	293,150	2340,0	2390	2,14%
20,009	293,159	2340,6	2391	2,17%
21,009	294,159	2489,6	2543	2,16%
22,009	295,159	2646,8	2704	2,15%
23,009	296,159	2812,6	2873	2,14%
24,009	297,159	2987,4	3051	2,13%
25,000	298,150	3170,0	3237	2,11%

25,009	298,159	3171,6	3239	2,12%
26,009	299,159	3365,6	3436	2,10%
27,009	300,159	3569,9	3644	2,09%
28,009	301,159	3784,9	3863	2,07%
29,009	302,159	4011,2	4093	2,05%
30,000	303,150	4240,0	4333	2,20%
30,009	303,159	4249,0	4335	2,03%
31,009	304,159	4499,1	4590	2,01%
32,008	305,158	4761,8	4856	1,99%
33,008	306,158	5037,8	5137	1,96%
34,008	307,158	5327,5	5431	1,94%
35,008	308,158	5631,6	5740	1,92%
36,008	309,158	5950,6	6063	1,89%
37,008	310,158	6285,1	6403	1,87%
38,008	311,158	6635,7	6758	1,84%
39,008	312,158	7003,2	7130	1,82%
40,000	313,150	7380,0	7517	1,86%
40,008	313,158	7388,1	7520	1,79%
41,008	314,158	7791,1	7929	1,76%
42,008	315,158	8213,0	8356	1,74%
43,008	316,158	8654,4	8802	1,71%
44,008	317,158	9116,1	9269	1,68%
45,008	318,158	9598,8	9758	1,65%
46,008	319,158	10103,0	10268	1,63%
47,008	320,158	10631,0	10800	1,59%
48,008	321,158	11181,0	11357	1,57%
49,008	322,158	11756,0	11937	1,54%
50,000	323,150	12300,0	12538	1,94%
50,008	323,158	12357,0	12543	1,51%
51,008	324,158	12983,0	13175	1,48%
52,007	325,157	13636,0	13833	1,45%
53,007	326,157	14317,0	14520	1,42%
54,007	327,157	15028,0	15236	1,38%
55,007	328,157	15768,0	15981	1,35%
56,007	329,157	16539,0	16758	1,32%
57,007	330,157	17341,0	17566	1,30%
58,007	331,157	18177,0	18408	1,27%
59,007	332,157	19048,0	19283	1,24%
60,000	333,150	19900,0	20188	1,45%
60,007	333,157	19953,0	20194	1,21%
61,007	334,157	20895,0	21141	1,18%
62,007	335,157	21874,0	22126	1,15%
63,007	336,157	22892,0	23149	1,12%
64,007	337,157	23950,0	24212	1,09%
65,007	338,157	25049,0	25316	1,07%
66,007	339,157	26191,0	26462	1,04%
67,007	340,157	27376,0	27652	1,01%
68,007	341,157	28607,0	28888	0,98%
69,007	342,157	29885,0	30169	0,95%
70,007	343,157	31210,0	31498	0,92%
71,007	344,157	32584,0	32877	0,90%
72,006	345,156	34010,0	34304	0,87%
73,006	346,156	35487,0	35785	0,84%

74,006	347,156	37019,0	37320	0,81%
75,006	348,156	38605,0	38909	0,79%
76,006	349,156	40249,0	40556	0,76%
77,006	350,156	41951,0	42260	0,74%
78,006	351,156	43714,0	44025	0,71%
79,006	352,156	45538,0	45851	0,69%
80,006	353,156	47426,0	47740	0,66%
81,006	354,156	49379,0	49694	0,64%
82,006	355,156	51399,0	51715	0,61%
83,006	356,156	53488,0	53804	0,59%
84,006	357,156	55648,0	55964	0,57%
85,006	358,156	57880,0	58195	0,54%
86,006	359,156	60187,0	60501	0,52%
87,006	360,156	62570,0	62883	0,50%
88,006	361,156	65031,0	65342	0,48%
89,006	362,156	67572,0	67882	0,46%
90,006	363,156	70196,0	70503	0,44%
91,006	364,156	72905,0	73208	0,42%
92,005	365,155	75700,0	75997	0,39%
93,005	366,155	78583,0	78876	0,37%
94,005	367,155	81557,0	81846	0,35%
95,005	368,155	84625,0	84908	0,33%
96,005	369,155	87787,0	88065	0,32%
97,005	370,155	91047,0	91319	0,30%
98,005	371,155	94407,0	94672	0,28%
99,005	372,155	97869,0	98127	0,26%
100,000	373,150	101300,0	101668	0,36%
100,010	373,160	101440,0	101704	0,26%
101,010	374,160	105110,0	105370	0,25%
102,000	375,150	108890,0	109106	0,20%
103,000	376,150	112790,0	112991	0,18%
104,000	377,150	116800,0	116990	0,16%
105,000	378,150	120920,0	121105	0,15%
106,000	379,150	125170,0	125339	0,13%
107,000	380,150	129540,0	129694	0,12%
108,000	381,150	134030,0	134174	0,11%
109,000	382,150	138650,0	138781	0,09%
110,000	383,150	143400,0	143518	0,08%
111,000	384,150	148280,0	148386	0,07%
112,000	385,150	153300,0	153391	0,06%
113,000	386,150	158460,0	158533	0,05%
114,000	387,150	163760,0	163816	0,03%
115,000	388,150	169210,0	169243	0,02%
116,000	389,150	174800,0	174817	0,01%
117,000	390,150	180540,0	180541	0,00%
118,000	391,150	186440,0	186418	-0,01%
119,000	392,150	192490,0	192451	-0,02%
120,000	393,150	198700,0	198643	-0,03%
121,000	394,150	205070,0	204997	-0,04%
122,000	395,150	211610,0	211517	-0,04%
123,000	396,150	218320,0	218205	-0,05%
124,000	397,150	225210,0	225065	-0,06%
125,000	398,150	232270,0	232100	-0,07%

126,000	399,150	239500,0	239314	-0,08%
127,000	400,150	246920,0	246710	-0,09%
128,000	401,150	254530,0	254291	-0,09%
129,000	402,150	262320,0	262061	-0,10%
130,000	403,150	270310,0	270023	-0,11%
131,000	404,150	278490,0	278181	-0,11%
132,000	405,150	286870,0	286538	-0,12%
133,000	406,150	295460,0	295099	-0,12%
134,000	407,150	304250,0	303865	-0,13%
135,000	408,150	313260,0	312843	-0,13%
136,000	409,150	322480,0	322034	-0,14%
137,000	410,150	331910,0	331443	-0,14%
138,000	411,150	341570,0	341073	-0,15%
139,000	412,150	351460,0	350929	-0,15%
140,000	413,150	361570,0	361014	-0,15%
141,000	414,150	371920,0	371332	-0,16%
142,000	415,150	382500,0	381887	-0,16%
143,000	416,150	393330,0	392683	-0,16%
144,000	417,150	404400,0	403725	-0,17%
145,000	418,150	415720,0	415015	-0,17%
146,000	419,150	427290,0	426558	-0,17%
147,000	420,150	439120,0	438359	-0,17%
148,000	421,150	451210,0	450421	-0,17%
149,000	422,150	463570,0	462749	-0,18%
150,000	423,150	476200,0	475347	-0,18%
151,000	424,150	489100,0	488219	-0,18%
152,000	425,150	502280,0	501369	-0,18%
153,000	426,150	515740,0	514802	-0,18%
154,000	427,150	529490,0	528523	-0,18%
155,000	428,150	543530,0	542535	-0,18%
156,000	429,150	557870,0	556842	-0,18%
157,000	430,150	572510,0	571451	-0,19%
158,000	431,150	587450,0	586364	-0,18%
159,000	432,150	602700,0	601587	-0,18%
160,000	433,150	618270,0	617124	-0,19%
161,000	434,150	634150,0	632979	-0,18%
162,000	435,150	650360,0	649158	-0,18%
163,000	436,150	666890,0	665665	-0,18%
164,000	437,150	683760,0	682505	-0,18%
165,000	438,150	700960,0	699682	-0,18%
166,000	439,150	718510,0	717202	-0,18%
167,000	440,150	736410,0	735069	-0,18%
168,000	441,150	754650,0	753287	-0,18%
169,000	442,150	773250,0	771863	-0,18%
170,000	443,150	792220,0	790800	-0,18%
171,000	444,150	811550,0	810104	-0,18%
172,000	445,150	831250,0	829780	-0,18%
173,000	446,150	851320,0	849833	-0,17%
174,000	447,150	871780,0	870267	-0,17%
175,000	448,150	892630,0	891088	-0,17%
176,000	449,150	913870,0	912301	-0,17%
177,000	450,150	935500,0	933911	-0,17%
178,000	451,150	957540,0	955923	-0,17%

179,000	452,150	979980,0	978342	-0,17%
180,000	453,150	1002800,0	1001174	-0,16%
181,000	454,150	1026100,0	1024424	-0,16%
182,000	455,150	1049800,0	1048097	-0,16%
183,000	456,150	1073900,0	1072199	-0,16%
184,000	457,150	1098500,0	1096734	-0,16%
185,000	458,150	1123500,0	1121709	-0,16%
186,000	459,150	1148900,0	1147128	-0,15%
187,000	460,150	1174800,0	1172997	-0,15%
188,000	461,150	1201200,0	1199322	-0,16%
189,000	462,150	1228000,0	1226107	-0,15%
190,000	463,150	1255300,0	1253359	-0,15%
191,000	464,150	1283000,0	1281083	-0,15%
192,000	465,150	1311200,0	1309285	-0,15%
193,000	466,150	1339900,0	1337969	-0,14%
194,000	467,150	1369100,0	1367142	-0,14%
195,000	468,150	1398800,0	1396810	-0,14%
196,000	469,150	1429000,0	1426977	-0,14%
197,000	470,150	1459700,0	1457650	-0,14%
198,000	471,150	1490900,0	1488835	-0,14%
199,000	472,150	1522700,0	1520537	-0,14%
200,000	473,150	1554900,0	1552761	-0,14%
201,370	474,520	1600000,0	1597769	-0,14%
204,300	477,450	1700000,0	1697424	-0,15%
207,110	480,260	1800000,0	1797463	-0,14%
209,790	482,940	1900000,0	1897069	-0,15%
212,370	485,520	2000000,0	1996935	-0,15%
214,850	488,000	2100000,0	2096707	-0,16%
217,240	490,390	2200000,0	2196449	-0,16%
219,550	492,700	2300000,0	2296280	-0,16%
221,780	494,930	2400000,0	2395923	-0,17%
223,940	497,090	2500000,0	2495566	-0,18%
226,030	499,180	2600000,0	2594969	-0,19%
228,060	501,210	2700000,0	2694388	-0,21%
230,040	503,190	2800000,0	2794134	-0,21%
231,960	505,110	2900000,0	2893521	-0,22%
233,840	506,990	3000000,0	2993424	-0,22%
260,000	533,150	4688434,8	4672601	-0,34%

Résumé :

La modification de la structure des matériaux par Détente Instantanée Contrôlée (DIC), implique nécessairement un processus d'autovaporisation instantanée en conditions thermodynamiques extrêmes de surchauffe du liquide. Les divers processus DIC de modification de la structure par expansion contrôlée, d'extraction et de refroidissement instantané sont d'un intérêt particulier. Les conditions opératoires et les caractéristiques spécifiques du produit interagissent mutuellement pour aboutir au meilleur résultat, principalement en termes de texture.

Les modifications des caractéristiques structurelles généralement traduites par des taux d'expansion du produit, dépendent donc des conditions opératoires et des propriétés thermiques et rhéologiques de la matière. De nombreuses études initiales ont montré l'intérêt de déterminer l'évolution des divers processus à travers un suivi et un enregistrement instantané des images, des températures et de la pression à l'échelle de 1000 unités par seconde ; il a ainsi été indispensable de mettre en opération une caméra ultra rapide à 1000images/s, des capteurs de température et de pression à temps de réponse de l'ordre du ms, placés dans le réacteur et au sein du produit.

Une analyse fondamentale a prouvée l'importance de la thermodynamique, du transfert et la de problématique d'expansion pendant le traitement. L'analyse des expériences est réalisée par la détermination des taux d'expansion ε_{3D} , surfacique ε_{2D} et volumique ε_v , de la durée du processus d'expansion proprement dite, de l'analyse des caractéristiques micro-structurelles par MEB, mais principalement par la détermination de la température de transition vitreuse, de la différence de température minimale et d'ébullition, et du taux d'échange de chaleur. Plusieurs produits ont été étudiés (fromage, tofu, pomme, pomme de terre, carotte et banane). Des essais préliminaires adéquats, ont permis d'identifier les domaines de variation des paramètres opératoires et d'adopter la méthode des plans d'expériences rotatables à cinq niveaux pour quantifier les diverses réponses nécessaires.

Mot clés : expansion, DIC, camera rapide, transition vitreuse, séchage

Summary:

The structural modification of materials by the process of instant controlled pressure drop (DIC), is mainly based on the instant autovaporization process in very far from thermodynamic equilibrium conditions. The structure modification process and the volume evolution strictly depend on DIC operational parameters and the product characteristics mutually interacting to achieve the objective in terms of texture.

The change in the structural characteristics of the product is generally revealed through the expansion rates of the product; it depends on the operating conditions. This study will use a snapshot taken by a high speed video camera 1000 fps, coupled with 1 ms response temperature and pressure sensors, placed in the treatment vessel and inside the product.

A fundamental analysis has proved the importance of thermodynamics, the transfer and the specific problematic of expansion during treatment. Study was carried out by determining the 3D expansion ratio ε_{3D} , the 2D surface expansion ratio ε_{2D} , and the volumetric expansion ratio ε_v , as well as the durations of expansion just after pressure drops, the analysis of SEM micro-structural characteristics, the different glass transition temperatures T_g , the differences between lowest product and reactor temperatures and boiling temperature, and the heat exchange rate. Various products were considered (cheese, tofu, apple, potato, carrot and banana). The preliminary tests with each have led us to identify the relevant operating parameter ranges. Different fundamental conclusions and industrial application could be thus defined.

Key words: expansion, DIC, high-speed camera, glass transition, drying