



Mesures effectuées dans le cadre de la recherche et développement

Du point de vue rhéologique, les produits alimentaires et aromatisants couvrent un large assortiment de produits. Cet assortiment va des fluides newtoniens à très faible viscosité aux substances quasi solides, en passant par les produits à écoulement visqueux ou en forme de pâte. Comme cela est bien connu, les principales activités de la R & D dont le développement de nouveaux produits et l'amélioration des propriétés des produits d'un assortiment précis. Les propriétés rhéologiques des produits jouent un rôle décisif dans ce domaine. Ces propriétés sont assez nombreuses en fonction de la variété de produits disponibles. Certains des critères rhéologiques les plus caractéristiques sont énoncés ci-dessous, et leur acquisition ainsi que leur traitement à l'aide de techniques de mesure sont présentés plus en détail dans les paragraphes suivants:

⇒ **Régulation et évaluation de la qualité des matières premières et de leurs propriétés au cours du traitement**

Tout d'abord, ces propriétés comprennent la viscosité, la limite élastique et la capacité de gélatinisation.

⇒ **Recherches sur la structure des produits et sur ses changements au cours du processus technologique**

Pour cela, les éléments caractéristiques sont, entre autres, la limite élastique, la résistance à la destruction et les propriétés thixotropiques

⇒ **Développement de produits alimentaires possédant une texture qui favorise la consommation**

(perceptions organoleptiques positives au cours du grignotage, du mâchage et de la déglutition)

Tout d'abord, la qualité de la texture possède un lien avec les valeurs rhéologiques précises telles que la viscosité, le seuil d'écoulement et le module d'élasticité.

Cependant, elle est également évaluée à l'aide de valeurs empiriques déterminées en utilisant des méthodes de mesure qualitatives ou des méthodes de modélisation.

Mesure effectuée dans le cadre du contrôle qualité

Les procédures de mesure et d'évaluation définies dans les normes de qualité associées à une entreprise sont destinées au contrôle qualité de produits semi-finis et de produits finaux. Parmi ces procédures figurent en premier lieu les mesures rhéologiques précises. Déterminés à l'aide d'un rhéomètre, les paramètres rhéologiques doivent refléter les propriétés essentielles d'un produit contrôlé. Ils doivent également offrir une bonne comparabilité au sein de la gamme de production d'un fabricant individuel et être fiables sur le plan métrologique pour les fournisseurs et les consommateurs. Il n'est possible d'obtenir une reproductibilité élevée et une bonne comparabilité des résultats des mesures qu'en utilisant des procédures de mesure standard et physiquement exactes. Il est indispensable d'appliquer un algorithme adéquat aux produits spécifiques ou aux propriétés rhéologiques spécifiques en vue du traitement des résultats.

Les paramètres rhéologiques les plus importants sont les suivants: *limite élastique, viscosité-zéro ou viscosité de repos, viscosité dépendant du taux de cisaillement et viscosité finale.*

Les paramètres qualitatifs sont par exemple: *la capacité de gélatinisation des amidons et la résistance des yaourts.* Les méthodes de mesure en vue de leur détermination sont décrites ci-dessous et les résultats des mesures sont présentés sous forme de graphique. On constate encore, principalement dans les petites

entreprises, l'utilisation de méthodes empiriques et de méthodes de simulation qui ne sont pas basées sur des conditions physiques et qui entraînent une comparabilité très limitée des résultats des mesures.

Procédures de mesure possibles:

Procédure de mesure permettant d'interpréter la capacité de gélatinisation des produits amidonnés

Tests à taux imposé - CR-tests

⇒ Taux de cisaillement constant à une température définie

Exemple: voir figure 1

Procédure de mesure permettant d'interpréter les produits à base de fruits et de légumes (*chair de pomme, ketchup*)

Tests à taux imposé - CR-tests

⇒ Rampes linéaires à taux de cisaillement imposé vers l'avant et vers l'arrière permettant d'étudier les propriétés rhéologiques dépendant du taux de cisaillement et les propriétés rhéologiques à dépendance chronologique (thixotropie).

Exemple: voir figure 2

Tests à cisaillement contrôlé – CS-tests

⇒ Rampes linéaires à cisaillement contrôlé permettant de mesurer la limite élastique.

Exemple: voir figure 3

Procédure de mesure permettant de déterminer les propriétés rhéologiques du chocolat

Tests à taux imposé - CR-tests

⇒ Courbes d'écoulement d'équilibre à taux de cisaillement imposé dans les plages suivantes:

5 ... 60 s⁻¹ selon la norme OICCC

0.1 ... 200 s⁻¹ selon la norme Tscheuschner

Exemple: voir figure 4

Procédure de mesure permettant de déterminer les propriétés rhéologiques des yaourts et des crèmes

Tests à cisaillement contrôlé – CS-tests

⇒ Rampes linéaires à contrainte de cisaillement imposée permettant de déterminer la résistance à la destruction

Exemple: voir figure 6

Tests à taux imposé - CR-tests

⇒ Rampes linéaires à taux de cisaillement imposé vers l'avant et vers l'arrière permettant d'étudier les propriétés rhéologiques dépendant du taux de cisaillement et les propriétés rhéologiques à dépendance chronologique (thixotropie).

Exemple: voir figure 5

Mesures exactes de la viscosité de fluides à faible viscosité (*ex.: moût, bière, lait*)

Mesures en un point à l'aide du viscosimètre à capillaire breveté RHEOTEST® LK. 25 ml du matériau étudié sont automatiquement aspirés dans le capillaire en acier de grande qualité, et sont renvoyés dans la coupelle graduée après que la viscosité ait été déterminée. (Résultat des mesures au bout de 25 secondes).

Exemple: viscosimètre à capillaire RHEOTEST® LK

Détermination des propriétés de gélatinisation de l'amidon

La détermination des propriétés de gélatinisation de l'amidon de la farine présente des exigences particulières quant à la rhéométrie, étant donné que la valeur de la viscosité peut être multipliée par 3. De plus, le processus de gélatinisation dépend fortement de la température et de la durée. Pour mesurer les courbes de gélatinisation, une suspension d'eau dans de la farine munie d'une sonde spéciale est "mélangée" à un nombre constant de tours, chauffée, puis refroidie d'une certaine manière en même temps. Le couple est mesuré. La viscosité est calculée par le microprocesseur du rhéomètre, et est affichée sur l'écran du PC. Cette procédure de mesure est utilisée, par exemple, pour les amidons purs, natifs ou modifiés.

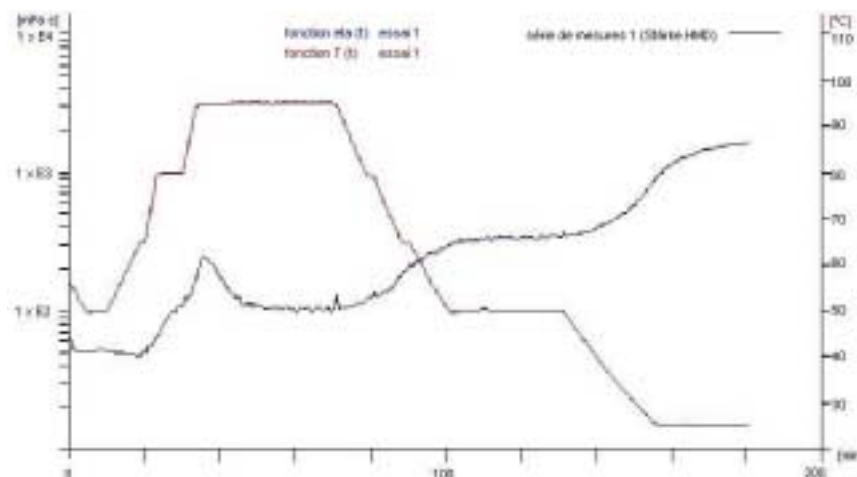


Figure 1: Changement de viscosité à un profil de température/temps défini

Remarque:

La viscosité et la température lors de la gélatinisation maximale dépendent étroitement de la qualité du seigle et des propriétés de la levure. Ainsi, par exemple, des valeurs de viscosité élevées à des températures élevées sont caractéristiques d'un manque de ferments.

Configuration de l'instrument

- Rhéomètre RHEOTEST® RN à support, logiciel pour CR-tests et commande de thermostat
- Système de mesure spécial composé d'une coupelle graduée à régulation de température, d'un mélangeur d'amidons et d'une sonde thermique
- Cryostat K8-0 E10
- PC avec accessoires et imprimante

Détermination des propriétés rhéologiques des produits à base de fruits et de légumes

Les produits à base de fruits et de légumes sont des suspensions à concentration élevée composées de liquide, d'une phase solide écrasée et d'impuretés. Une partie du fluide est augmentée par ajout l'eau ou diminuée par concentration en fonction de l'objectif du traitement. Les suspensions à concentration élevée sont des fluides non-newtoniens. Les effets des changements de structure et d'orientation deviennent apparents au sein du matériau étudié avec des taux de cisaillement très élevés. De plus, il est possible d'observer assez fréquemment une destruction des particules solides au sein du matériau étudié. La chair de pomme et le ketchup possèdent des propriétés rhéologiques plastiques, une limite élastique claire et des résultats de mesure fortement dépendant de la durée. La bonne reproductibilité des résultats des mesures nécessite une correction des valeurs mesurées à l'aide d'un logiciel, au cours de laquelle des marges sont intégrées pour les effets de paroi des changements de taux de cisaillement dans les limites stipulées par le produit.

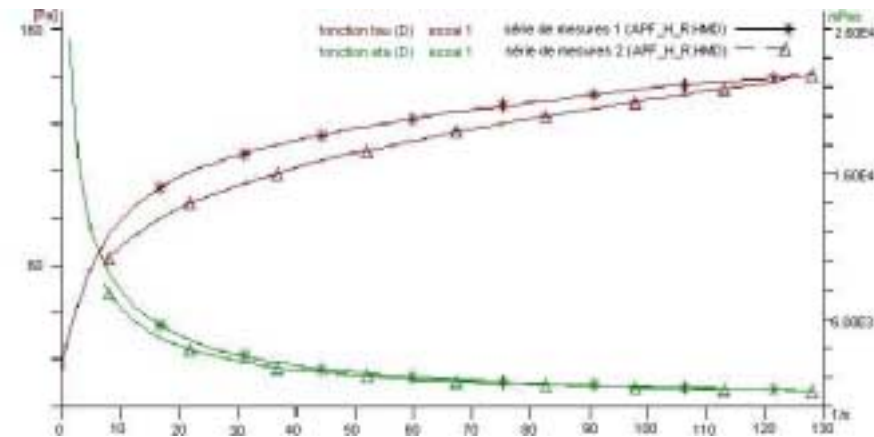


Figure 2: Plans inclinés à taux de cisaillement, vers l'avant et vers l'arrière

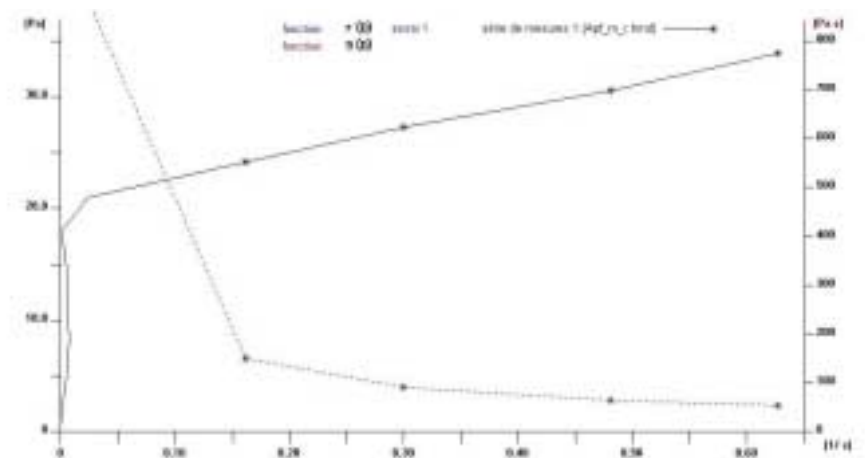


Figure 3: Plans inclinés à faible contrainte de cisaillement permettant de mesurer la limite élastique

Remarque:

Les propriétés rhéologiques, plus particulièrement la limite élastique et la viscosité, dépendent de la température, de la concentration de substances solides, de la teneur en solides dissous dans la phase liquide (sucre, pectine), de la forme des particules et de la répartition de taille des particules solides, de la dureté et de la capacité de déformation des particules solides, de l'interaction et des propriétés de la surface extérieure.

Configuration de l'instrument:

- Rhéomètre RHEOTEST® RN à support, logiciel pour CR-/CS-tests et commande de thermostat
- Système de mesure à éprouvette DIN S1, H1, H2 à coupelle graduée et à récipient de régulation de la température
- Cryostat K8-0 E10
- PC avec accessoires et imprimante

Evaluation de la qualité du poids du chocolat à l'aide de courbes d'écoulement selon la norme OICCC et/ou dans la plage étendue de gradients de cisaillement (selon Tscheuschner)

Le chocolat est une suspension à phases multiples de beurre de cacao avec des substances solides dispersées de cacao, de sucre, de lait en poudre. En plus de la concentration et de la granulation des substances solides, l'humidité et la teneur en lécithine possèdent également une influence importante sur les propriétés rhéologiques. Les propriétés rhéologiques sont caractérisées par la limite élastique et par la diminution de viscosité jusqu'à la valeur d'équilibre de viscosité à des taux de cisaillement élevés. Dans la pratique réelle, une mesure des courbes d'écoulement d'équilibre à un taux de cisaillement imposé est effectuée conformément à la norme OICCC ou Tscheuschner en fonction du paramètre souhaité.

En ce qui concerne la norme OICCC, la restriction du taux de cisaillement (5 à 60 s⁻¹) suppose que, lors du calcul des paramètres du modèle η_{CA} et τ_{CA} par équation de CASSON, la limite d'erreur de 3% ne doit pas être dépassée. L'inconvénient est le fait qu'il ne soit pas possible d'obtenir une concordance entre η_{CA} et la viscosité à l'équilibre η_{∞} , ainsi qu'entre τ_{CA} et la limite élastique. Cela signifie que la limite élastique réelle τ_0 ne représente souvent que 25% du paramètre du modèle τ_{CA} .

Les recherches de Tscheuschner ont démontré que la limite élastique lors du cisaillement du chocolat se trouvait dans la plage de taux de cisaillement de 0,08 à 0,12 s⁻¹.

Il s'ensuit que la contrainte de cisaillement mesurée à un taux de cisaillement de 0,1 s⁻¹ est définie comme la limite élastique τ_0 .

Une viscosité à l'équilibre η_{∞} (viscosité à un taux de cisaillement $\rightarrow \infty$) est presque obtenue à un taux de cisaillement de 200 s⁻¹. La globalité de la fonction d'écoulement est décrite par la composante de la viscosité à un taux de cisaillement de 1 s⁻¹ et par l'exposant de la cinétique de la destruction de la structure.

Commentaire:

La mesure à l'aide d'un cisaillement contrôlé (CS-Test) est nécessaire pour mesurer la limite élastique τ_0 . Dans ce cas, la contrainte de cisaillement augmente doucement.

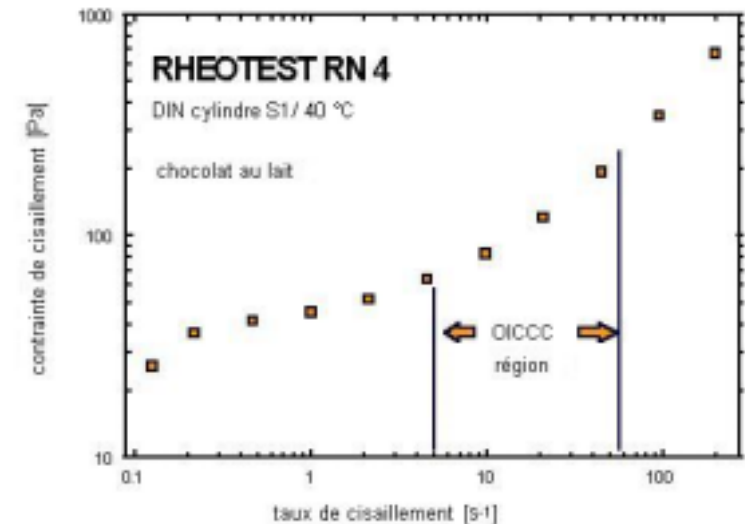
La valeur de la contrainte de cisaillement à laquelle l'écoulement de l'échantillon se produit (taux de cisaillement > 0 s⁻¹) correspond à la limite élastique.

Remarque:

Les conditions de la structure des composants solides exercent une influence significative sur les propriétés rhéologiques du chocolat. Ces conditions de structure changent pendant le processus de conche (forces de cisaillement considérables à une température de 60 à 100°C) et se stabilisent ensuite par ajout d'un émulsifiant. Le maintien des conditions adéquates au cours du processus de conche est généralement contrôlé à l'aide de mesures de courbes d'écoulement. Celui-ci peut être effectué en laboratoire ou bien de manière quasi continue au cours du processus de conche, en cas d'utilisation de la cellule de travail développée spécialement par nos soins pour le contrôle quasi continu du poids du chocolat.

Configuration de l'instrument:

- Rhéomètre RHEOTEST® RN à support, logiciel pour CR-/CS-tests et commande de thermostat
- Système de mesure à éprouvette DIN S1 à sonde continue et à récipient de régulation de la température
- Cryostat K8-0 E10
- PC avec accessoires et imprimante



Test de vérification des propriétés rhéologiques des yaourts et des crèmes

En prenant en compte les écoulements rhéologiques, il est possible de classer les yaourts en **yaourts résistants** (leur fermentation se produit à l'intérieur de l'emballage et ils conservent leur structure gélatineuse jusqu'à leur consommation) et en **yaourts obtenus par mixage** (la fermentation se produit dans de grands récipients; un fluide pseudo-plastique se forme par mélange ultérieur du gel). Du point de vue rhéologique, il est possible de comparer la **crème** avec le yaourt résistant.

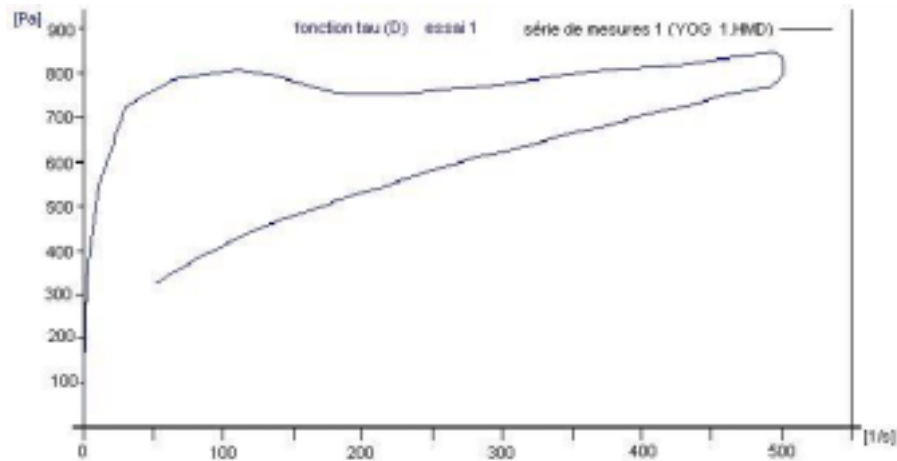


Figure 5: Plans incliné à taux de cisaillement, vers l'avant et vers l'arrière

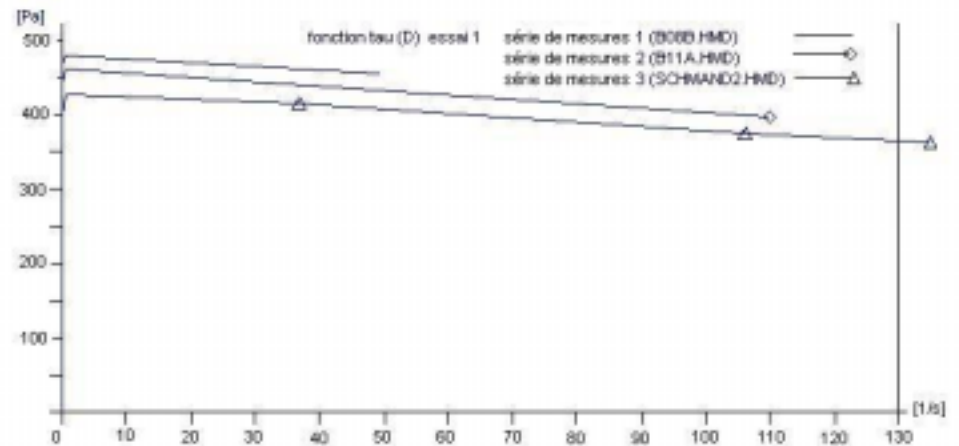


Figure 6: Plan incliné à faible contrainte de cisaillement permettant de déterminer la résistance des yaourts et des crèmes

Remarque:

Les paramètres technologiques du processus de fermentation possèdent une influence décisive sur la qualité des produits finaux. Cela se reflète dans la résistance. Pour les yaourts obtenus par mixage, les propriétés rhéologiques doivent être définies de telle sorte qu'elles soient acceptables pour le traitement ultérieur mais également pour le consommateur.

Configuration de l'instrument:

- Rhéomètre RHEOTEST® RN à support, logiciel pour CR-/CS-tests et commande de thermostat
- Système de mesure DIN à éprouvette S1 à coupelle graduée et à récipient de régulation de la température
- Rotor spécial à aubes cruciformes, et à coupelle graduée à régulation de température (en option)
- Cryostat K8-0 E10
- PC avec accessoires et imprimante

Mesures exactes de la viscosité de fluides à faible viscosité comme la bière et le moût

La viscosité est une valeur qualitative importante en ce qui concerne l'évaluation des solutions de malt. Elle dépend de la teneur et du type de substances dissoutes. Il est possible d'influencer la teneur et le type de substances dissoutes dans la méthode de préparation de l'empâtage en changeant la température et la durée du processus.

Avantages du RHEOTEST® LK pour les laboratoires de contrôle qualité:

- Les valeurs mesurées de la viscosité, de la température, et de la viscosité avec compensation de la température sont affichées sur l'écran, sur l'imprimante ou sur le PC au bout de 25 secondes seulement
- Un contrôle très simple à l'aide de 4 touches ou d'un PC
- Une compensation viscosité-température électronique. cela signifie que le résultat de la viscosité à une température mesurée est calculé et affiché automatiquement selon la température standard souhaitée (ex.: 20°C). Il suffit de saisir un coefficient de température calculé dans le menu du logiciel.
- Le système de mesure en acier de grande qualité ne peut être endommagé dans des conditions normales
- Une facilité de maintenance, d'étalonnage et de nettoyage
- Le RHEOTEST® LK peut être acheté sous forme de cellule de travail automatisée et commandée par PC permettant d'effectuer des mesures de viscosité à l'aide d'un échantillonneur (20 échantillons)
- L'offre commerciale comprend deux versions de viscosimètre:
 - Un instrument principal sans gaine de régulation de la température (pour des conditions de mesure à température ambiante)
 - Un instrument principal avec gaine de régulation de la température (pour des conditions de mesure au-delà de la température ambiante)



La faible viscosité du moût est décisive pour la rapidité de la clarification et de la filtration. Les substances qui font augmenter la viscosité, comme le β -glucane et le pentosane possèdent une influence significative sur la stabilité de la mousse et sur le goût de la bière.

Configuration de l'instrument:

Viscosimètre à capillaire RHEOTEST® LK sans gaine de régulation de la température (en option, avec un échantillonneur pour 20 échantillons) et à capillaire spécial 6 destiné à la bière et au moût
(plage de viscosité: de 1 à 3 mPas)

Mesures exactes de la viscosité de fluides à faible viscosité (ex.: lait)

La viscosité du lait est une propriété complexe qui est particulièrement affectée par les particules colloïdes émulsifiées et dissoutes.

La teneur en graisse et en caséine possède l'influence la plus importante sur la viscosité du lait. La viscosité dépend également de paramètres technologiques.

Quelques exemples de viscosité:

- | | | |
|--|---------|--------------------|
| - lait concentré sans sucre (producteurs allemands): | environ | 5 à 35 mPas à 20°C |
| - lait concentré sucré (producteurs allemands): | environ | 6000 mPas à 20°C |
| - yaourt (producteurs sud asiatiques): | environ | 150 mPas à 40°C |

La viscosité est une caractéristique importante de la qualité du lait, étant donné qu'une relation intime existe entre les propriétés rhéologiques et la perception de la qualité par le consommateur. Ainsi, un consommateur d'Europe centrale évalue de manière très positive le lait concentré à forte consistance (filandreux). Il associe la teneur élevée des composants du lait à la viscosité élevée.

Avantages du RHEOTEST® LK pour les laboratoires de contrôle qualité:

- Les valeurs mesurées de la viscosité, de la température, et de la viscosité avec compensation de la température sont affichées sur l'écran, sur l'imprimante ou sur le PC au bout de 25 secondes seulement
- Un contrôle très simple à l'aide de 4 touches ou d'un PC
- Une compensation viscosité-température électronique. Cela signifie que le résultat de la viscosité à une température mesurée est calculé et affiché automatiquement selon la température standard souhaitée (ex.: 20°C). Il suffit de saisir un coefficient de température calculé dans le menu du logiciel.
- Le système de mesure en acier de grande qualité ne peut être endommagé dans des conditions normales
- Une facilité de maintenance, d'étalonnage et de nettoyage
- Le RHEOTEST® LK peut être acheté sous forme de cellule de travail automatisée et commandée par PC permettant d'effectuer des mesures de viscosité à l'aide d'un échantillonneur (20 échantillons)
- L'offre commerciale comprend deux versions de viscosimètre:
 - Un instrument principal sans gaine de régulation de la température (pour des conditions de mesure à température ambiante)
 - Un instrument principal avec gaine de régulation de la température (pour des conditions de mesure au-delà de la température ambiante)



Configuration de l'instrument:

- Instrument principal RHEOTEST® LK sans gaine de régulation de la température (en option, avec un échantillonneur pour 20 échantillons) et à capillaire standard 1 destiné au lait concentré sans sucre (plage de viscosité: d'environ 1 à 20 mPas) ou à capillaire spécial 6 (plage de viscosité: environ 3 à 50 mPas)
- Instrument principal RHEOTEST® LK 2.2 sans gaine de régulation de la température et à capillaire standard 5 destiné au lait concentré sucré (plage de viscosité : d'environ 500 à 10 000 mPas)