



INFLUENCE DES PARAMETRES PROCEDE ET DE LA FORMULATION SUR LE FOISSONNEMENT EN CONTINU D'UN ALIMENT MODELE ♦

Issa Narchi*¹, Irina Nicorescu^{1,2},
Christophe Vial¹, Gholamreza Djelveh¹

¹*Laboratoire de Génie Chimique et Biochimique, Université Blaise Pascal,
24, avenue des Landais, BP 206, 63174 AUBIERE Cedex, France;*

²*Université de Bacău, Département de Génie Chimique et Alimentaire,
157 Calea Mărășești, RO-600115 BACAU, Roumanie*

*Correspondance: narchi_issa@yahoo.fr; Tel: +33 473 40 79 54; Fax: +33 473 40 78 29

Abstract: This study concerned the combined influence of process parameters and formulation on foaming of a model food. Experiments were carried out on an agitated column with a narrow gap equipped with a torque meter. The model food is glucose syrup with a newtonian behaviour, in which two surface-actives agents were added: tween 80 and gelatine, alone or combined. Viscosity (μ) and surface tension (σ) were measured by a stress constant rheometer (SR5) and by the tensiometer K12. Foaming was studied by varying gas to liquid flow ratio (G/L) and rotation speed (N). At the exit of the column, foamed materials were characterized by their overrun and by the distribution of bubbles sizes by images analyses. The average size was defined using Sauter mean diameter ($d_{3,2}$). Torque measurement permitted to estimate the mean velocity gradient during agitation (γ). Results showed that for a ratio of G/L equal to 1, only the formulation containing 0.25 % (w/w) gelatine permitted to obtain 100 % overrun. This value was limited to 40 % in the presence of tween 80 or a mixture of tween and gelatine. For these formulations, an increase in gas flow rate didn't

♦ Paper presented at **COFrRoCA 2006: Quatrième Colloque Franco-Roumain de Chimie Appliquée**, 28 June – 2 July, Clermont-Ferrand, France

improve overrun. Overrun decreased by increasing rotation speed, except for the formulation with gelatine. In this case, overrun increased and passed by a maximum when rotation speed increased from 400 to 1600 rpm. Sauter mean diameter was relatively independent of gas flow rate but it decreased when rotation speed increased. For the formulation with gelatine, $d_{3,2}$ decrease from 56 μm to 29 μm when rotation speed passed from 400 to 1600 rpm. For this formulation, $d_{3,2}$ was linked to rotation speed via the Weber number which remained constant ($We = 0.81 \pm 0.028$) over the range of rotation speeds studied.

Keywords: *steady state foaming, glucose syrup, newtonian fluids, Weber number.*

Résumé : Ce travail a porté sur l'étude de l'influence combinée des paramètres de procédé et de la formulation lors du foisonnement en continu d'un aliment modèle. Les expériences ont été réalisées sur une colonne agitée à faible entrefer équipée d'un couplemètre monté sur l'axe de l'agitateur. Le modèle étudié est un sirop de glucose de nature newtonienne, dans lequel deux tensioactifs ont été ajoutés : le tween 80 et la gélatine, seuls ou en mélange. La viscosité (μ) et la tension de surface (σ) des modèles ont été mesurées grâce à un rhéomètre à contrainte imposée (SR5) et au tensiomètre K12. Le foisonnement a été étudié en faisant varier le rapport des débits gaz/liquide (G/L) et la vitesse d'agitation (N). Les produits en sortie de colonne ont été caractérisés par leur taux de foisonnement (TF) et leur distribution des tailles des bulles par l'analyse d'images. La valeur moyenne a été définie par le diamètre de Sauter ($d_{3,2}$), La puissance transmise aux fluides a permis d'estimer le gradient de vitesse moyen pendant l'agitation (γ). Les résultats ont montré que pour un rapport G/L égal à 1, seul la formulation contenant 0,25 % (w/w) de gélatine permet d'atteindre un TF de 100 %. Ce TF est limité à 40 % en présence de tween 80 ou d'un mélange de tween 80 et de gélatine. Pour ces formulations, une augmentation du débit de gaz n'a pas permis d'améliorer le TF . Le TF reste une fonction décroissante de la vitesse d'agitation, sauf pour la formulation avec la gélatine pour laquelle le TF augmente et passe par un maximum à une vitesse de 800 tpm. Le diamètre de Sauter ne dépend que très peu du débit de gaz, mais il est au contraire sensible à la vitesse d'agitation. Pour la formulation avec la gélatine, le $d_{3,2}$ diminue de 56 μm à 29 μm lorsque la vitesse passe de 400 rpm à 1600 rpm. Pour cette formulation, le $d_{3,2}$ est relié à la vitesse par le nombre de Weber qui reste constant ($We = 0,81 \pm 0,03$) sur la plage de vitesses étudiées (400-1600 tpm).

Mots-clés : *foisonnement en continu; sirop de glucose; fluides newtoniens; nombre de Weber.*

INTRODUCTION

Les produits foisonnés, encore appelés mousses occupent une place de plus en plus importante dans notre alimentation. La présence d'un gaz modifie fondamentalement les propriétés rhéologiques et l'apparence du produit initial en lui apportant une cohésion et une souplesse et en lui donnant un aspect plus homogène et une distribution plus uniforme de la saveur. Ce qui permet de répondre aux attentes des consommateurs. Ils sont donc un débouché prometteur pour les industries agro-alimentaires. Cependant, les émulsions liquides utilisées pour le foisonnement sont généralement complexes et de nature non newtonienne. Elles contiennent différents ingrédients, tels que des protéines, des émulsifiants, des matières grasses et des hydrocolloïdes. Leurs comportements rhéologique et interfacial dépendent d'une part de leur composition et d'autre part des paramètres procédé [1 – 3]. Dans ces conditions, il faut s'attendre à ce que la structure du produit foisonné soit conditionnée par l'effet combiné de ces deux paramètres. Il faut noter que la réalisation de cette opération jusqu'à un passé encore récent était essentiellement basée sur l'acquis des expériences. Souvent en utilisant un batteur où le foisonnement était étudié en fonction du temps [4, 5]. Plus récemment, des travaux ont été réalisés en continu sur des émulsions de rhéologie complexe en utilisant soit un échangeur à surface raclé (ESR) soit un Rotor Stator (RS) [6, 7]. Les auteurs ont mis en évidence l'effet couplé des paramètres physico-chimiques et procédé sur le foisonnement. Si ces travaux ont permis de mettre en évidence cet effet, ils n'ont pas permis de chiffrer l'influence de chaque paramètre séparément (viscosité, temps de séjour, vitesse d'agitation,...) sur l'aptitude au foisonnement et la réduction des tailles des bulles. L'objectif de ce travail est donc de simplifier la formulation et de chercher à chiffrer l'influence des paramètres clés du foisonnement. Dans cette optique, nous avons utilisé une formulation de nature newtonienne à base de sirop de glucose et nous avons étudié la dispersion de gaz, notamment la réduction des tailles des bulles en fonction des conditions opératoires dans une colonne de foisonnement en continu.

THEORIE

La rupture d'une bulle dans une matrice sous l'effet d'une contrainte mécanique peut se faire selon deux mécanismes : l'élongation et le cisaillement simple [8]. Malheureusement, le premier mécanisme est encore très mal maîtrisé, tandis que la rupture d'une bulle sous l'effet d'une contrainte de cisaillement peut être présentée selon le mécanisme suivant. Quand une bulle est soumise à une contrainte de cisaillement, la force appliquée sur la bulle peut être décomposée en deux directions : une tangentielle qui provoque l'élongation de la bulle et la deuxième perpendiculaire. Cette dernière est orientée contre la force de surface. En régime laminaire, l'intensité de la pression due à la composante perpendiculaire de la force est proportionnelle au produit du gradient de vitesse et de la viscosité ($\gamma\mu$). Lorsque cette pression devient égale à la pression de Laplace ($\sigma/2r$), la bulle se divise et on peut ainsi définir un nombre de Weber critique ($We = \gamma\mu d_{3,2}/\sigma$). Ce nombre de Weber permet de montrer que la taille des bulles dépend alors de la vitesse de cisaillement, de la viscosité et de la tension de surface. Pour un fluide non newtonien, ce qui est souvent le cas en foisonnement, la viscosité dépend elle-même du gradient de vitesse. On comprend donc

aisément que la taille des bulles soit le résultat de l'effet combiné des paramètres procédé et des propriétés physico-chimiques de la formulation [9, 10]. En utilisant une formulation de nature newtonienne, il est alors possible d'éliminer la dépendance de la viscosité au gradient de vitesse ce qui constitue l'objectif de ce travail.

MATERIELS ET METHODES

Trois types de formulations ont été utilisés dans ce travail. La première (F1) est un sirop de glucose dont la préparation se fait dans un mélangeur classique du type Stephan, dans lequel du tween 80 à 2 % (w/w) a été ajouté. La deuxième (F2) est une formulation qui contient le même sirop de glucose auquel nous avons ajouté de la gélatine à 0.25 % (w/w). La troisième formulation (F3) est un mélange de sirop de glucose, du tween 80 à 2 % (w/w) et de la gélatine à 0.25 % (w/w).

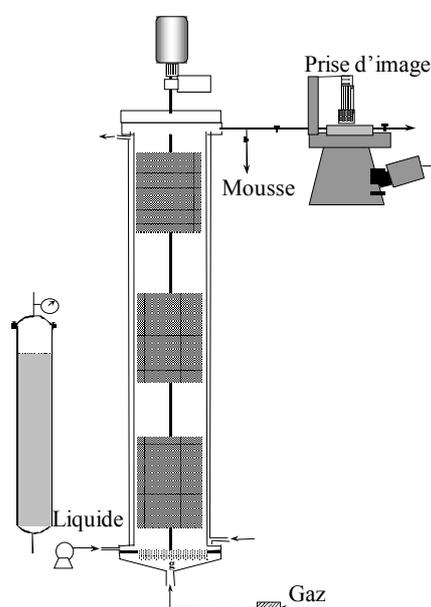


Figure 1. Schéma de la colonne de foisonnement

Le dispositif utilisé (figure 1) est constitué d'une colonne munie d'une double enveloppe à trois étages. L'alimentation en liquide est assurée par une pompe péristaltique et l'alimentation en gaz à travers un fritté par l'intermédiaire d'un débitmètre massique. Un agitateur de type quatre pales droites en forme de croix a été utilisé. L'agitation est assurée par un moteur dont la vitesse varie entre 0 et 1600 rotations par minute (rpm). De plus, le moteur est équipé d'un dispositif de mesure du couple (C). La température dans la colonne est maintenue constante à l'aide de la circulation d'un mélange « eau-glycol » dans la double enveloppe. A la sortie de la colonne, un échantillon du produit foisonné passe dans une cellule équipée d'un caméra pour la prise d'image afin d'analyser la distribution des tailles des bulles. Les formulations sont caractérisées par leur viscosité en utilisant un rhéomètre (SR5, à contrainte imposée) et par leur tension de surface. La tension surface est chiffrée à l'aide d'un tensiomètre K12 (Krüss) en utilisant la méthode de la lame de Wilhmely. Les mousses sont caractérisées par leur taux de foisonnement (*TF*) qui est défini par :

$$TF (\%) = \frac{\rho_L - \rho_F}{\rho_F} \times 100 \quad (1)$$

La distribution des tailles des bulles est déterminée par l'analyse d'images. Le diamètre de Sauter ($d_{3,2}$) est utilisé pour définir le diamètre moyen des bulles comme suivant :

$$d_{3,2} = \frac{\sum_{i=1}^n d^3}{\sum_{i=1}^n d^2} \quad (2)$$

RESULTATS

Effet du débit de gaz sur le *TF*

L'effet du débit de gaz sur le *TF* a été étudié sur la formulation F1. Pour ces expériences, un débit de liquide égal à 30 mL/min a été utilisé. Le débit de gaz a été varié de 15 à 30 mL/min et pour chaque débit nous avons fait varier la vitesse d'agitation entre 400 et 1600 rpm. En l'absence d'un phénomène de pistonage, ces débits correspondent à des *TF* théoriques de 50 à 100 % (tableau 1).

Tableau 1. TF théoriques obtenus pour un débit de gaz donné en l'absence d'un phénomène de pistonage

Débit de gaz (mL/min)	15	20	25	30
<i>TF</i> théorique (%)	50	66	83	100

Les résultats (figure 2) montrent qu'une incorporation totale de gaz n'est possible dans cette formulation quel que soit le débit de gaz. Ainsi, le meilleur *TF* obtenu est de l'ordre de 43 % alors qu'en théorie on devrait obtenir un *TF* minimum de 50 %. Cependant, on constate une augmentation du *TF* lorsque la vitesse d'agitation passe de 400 à 1200 rpm. Au delà on assiste à une diminution du *TF* quel que soit le débit de gaz.

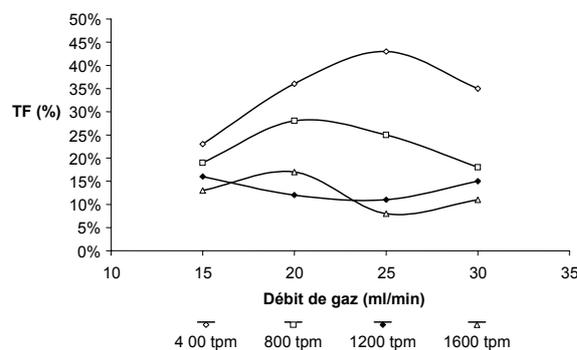


Figure 2. Evolution du TF en fonction du débit de gaz et de la vitesse d'agitation dans la formulation F1

Ces expériences ont été également réalisées sur la formulation F3, en présence de gélatine, pour deux débits de gaz : 20 et 30 mL/min. La figure 3 confirme que l'ajout de la gélatine ne modifie pas l'indépendance du *TF* par rapport au débit de gaz. De plus, cette figure montre que le *TF* reste très inférieur à la valeur théorique quel que soit le débit de gaz et l'augmentation de la vitesse d'agitation semble être défavorable au foisonnement.

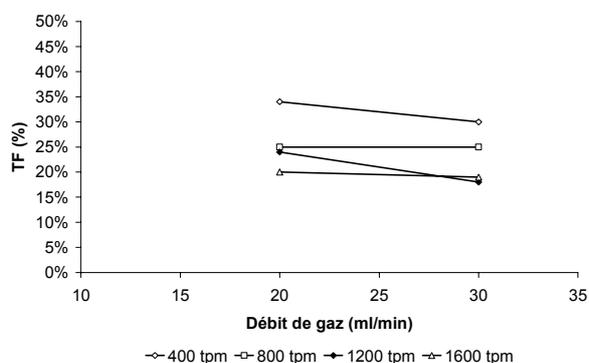


Figure 3. Evolution du *TF* en fonction du débit de gaz et de la vitesse d'agitation dans la formulation F3

Effet de la formulation sur le *TF*

Dans le but de mieux comprendre l'influence de la formulation sur le *TF*, les trois formulations (F1, F2 et F3) ont fait l'objet d'une série d'expériences. Il s'agit de chiffrer la capacité de ces formulations à incorporer le gaz sous l'effet de l'agitation. Cette fois les débits de liquide et de gaz ont été fixés à 30 mL/min afin d'obtenir un *TF* théorique de 100 %. La figure 4 montre qu'un *TF* proche de 100 % n'est possible que pour la formulation contenant 0,25 % (w/w) de gélatine (F2). Le *TF* est limité à 40 % en présence du tween 80 (F1) ou d'un mélange de tween 80 et de gélatine (F3). Toutefois, excepté pour la vitesse à 400 rpm, on obtient des *TF* légèrement plus importants avec la formulation F3 par rapport à la formulation F1 avec le tween seul. Il semble donc que la présence du tween dans les formulations ne soit pas favorable au foisonnement.

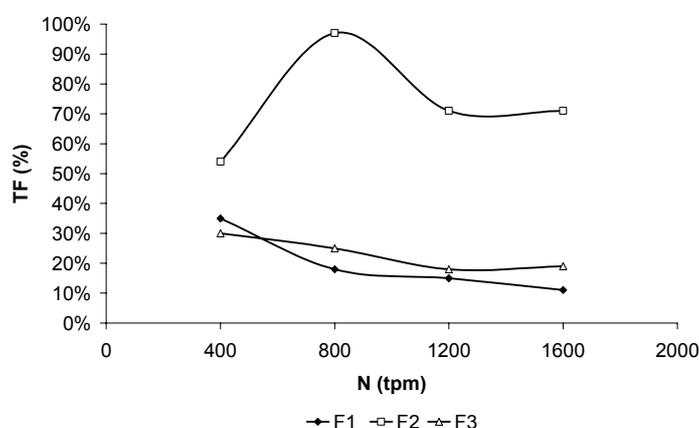


Figure 4. Evolution du *TF* en fonction de la vitesse d'agitation pour les trois bases modèles (F1, F2, F3) pour un débit d'air égal à 30 mL/min

Effet de la vitesse d'agitation sur le *TF*

Nous avons présenté l'effet de la vitesse d'agitation uniquement pour la formulation F2 car c'est la seule formulation qui a permis d'obtenir un *TF* proche de la valeur théorique de 100 %. Pour les deux autres formulations F1 et F3, il est difficile de chiffrer l'influence de la vitesse d'agitation sur le *TF* à cause du pistonnage. En ce qui concerne la formulation F2 comme le montre la figure 4, l'augmentation de la vitesse de 400 à 1600 rpm permet d'améliorer le *TF* de 50 à 97 %. Ensuite le *TF* diminue lorsque la vitesse passe de 800 à 1600 rpm, tout en restant relativement important : *TF* = 71 %. Enfin, notons que malgré le phénomène de pistonnage, la diminution du *TF* en fonction de la vitesse est plus forte pour la formulation F1 avec le tween seul que pour la formulation F3 avec le mélange tween et gélatine. L'ensemble de nos résultats confirme qu'il existe une vitesse d'agitation optimale pour le foisonnement au delà de laquelle on assiste à une diminution du *TF*.

Effet de la vitesse d'agitation sur la taille des bulles de gaz

Nous limiterons l'analyse de cet effet uniquement à la formulation F2 car c'est pour cette formulation que nous avons obtenu un *TF* proche de la valeur théorique. Les variations du $d_{3,2}$ et de l'écart type en fonction de la vitesse d'agitation ont été rapportées dans le tableau 2. L'examen des résultats montre que le $d_{3,2}$ est très sensible à la vitesse d'agitation lorsqu'elle passe de 400 à 800 rpm. Au delà de 800 rpm, l'effet de la vitesse est moins important et une vitesse minimale de 800 rpm semble nécessaire pour obtenir des diamètres inférieurs à 50 μm . D'après les résultats, on constate également que l'écart type sur le diamètre moyen diminue lorsque la vitesse passe de 400 à 1600 rpm. Ainsi, l'augmentation de la vitesse permet de réduire la largeur des distributions des tailles des bulles et par conséquent conduit à un produit plus homogène.

Tableau 2. Evolution du diamètre de Sauter et de l'écart type en fonction de la vitesse d'agitation dans la formulation F2

Vitesse d'agitation (rpm)	Diamètre de Sauter (mm)	Ecart type sur le diamètre moyen
400	0,056	0,017
800	0,041	0,012
1200	0,035	0,010
1600	0,029	0,008

Ces résultats sont confirmés par la figure 5 qui représente la distribution des tailles des bulles dans la formulation F2 en fonction de la vitesse d'agitation.

Nous avons tenté de relier la diminution du $d_{3,2}$ dans différentes conditions d'agitation au nombre de Weber. Afin de déterminer ce nombre, il est nécessaire de disposer de $d_{3,2}$, de la tension de surface et de la viscosité du mélange « gaz-liquide » dans la colonne pendant l'agitation, ainsi que du gradient de vitesse.

$$We = \frac{\mu \gamma d_{3,2}}{\sigma} \quad (3)$$

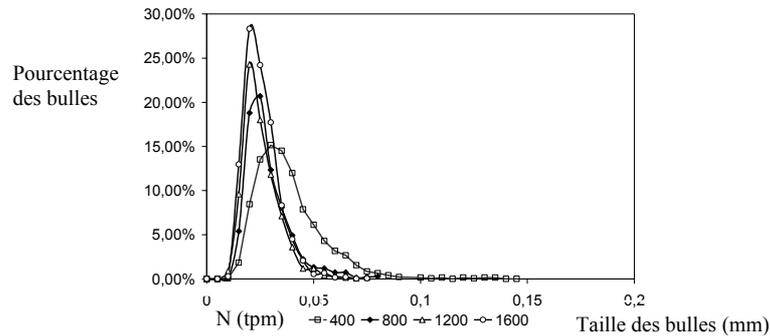


Figure 5. Répartition de la taille des bulles en fonction de la vitesse d'agitation pour la formulation F2

Le $d_{3,2}$ a été déterminé par l'analyse d'images, les résultats sont mentionnés dans le tableau 3. La valeur de la tension de surface (σ) de cette formulation est égale à 0,040 N.m. Le gradient de vitesse est obtenu par la relation suivante : $\gamma = k_s N$ avec $k_s = 51 \pm 1$ [11]. La viscosité du mélange a été déterminé à l'aide de mesure du couple (C) par la relation suivante :

$$\mu = \frac{c}{2\pi r_0^2 L K_s N} \quad (4)$$

avec r_0 (rayon caractéristique de l'analogie de Couette) = 0,0163 m [11]; et L (longueur de la zone agitée) = 0,195 m.

Tableau 3. Paramètres mesurés dans le calcul de nombre de Weber

N (rpm)	μ (Pa.s)	$d_{3,2} \cdot 10^3$ (m)	γ (s ⁻¹)	We
400	1,58	0,056	347	0.77
800	1,14	0,041	693	0.81
1200	0,886	0,035	1040	0.82
1600	0,819	0,029	1387	0.84

Comme le montre le tableau 3, bien que les paramètres tels que la viscosité et le diamètre moyen des bulles varient en fonction de la vitesse d'agitation, le nombre de Weber reste constant ($We = 0,81 \pm 0,028$) ce qui confirme la fiabilité de l'utilisation de ce paramètre dans l'évaluation de l'effet combiné des conditions opératoires et de la formulation lors du foisonnement.

DISCUSSION

Nos résultats confirment que le foisonnement dépend de l'effet combiné des paramètres procédé et de la formulation. Pour ce qui concerne l'effet des conditions opératoires, la taille des bulles et leur distribution diminuent lorsque la vitesse d'agitation augmente jusqu'à un optimum. En revanche, l'augmentation du débit de gaz ne semble pas améliorer le taux de foisonnement quelle que soit la vitesse d'agitation. La composition des formulations joue également un rôle important dans l'incorporation et la stabilisation des bulles d'air dans le produit foisonné. Les résultats montrent clairement

que le tween 80 qui joue le rôle d'un stabilisant, n'est pas adapté au foisonnement. Ceci est probablement dû à l'absence d'élasticité des couches adsorbées à la surface des bulles. En revanche, ces mêmes résultats expliquent que la gélatine joue aussi bien le rôle d'agent moussant que d'agent stabilisant en l'absence du tween. Par contre, en présence du tween et compte tenu de sa mobilité, il se produit un déplacement de la gélatine et sa substitution par le tween aux interfaces « gaz-liquide », ce qui est défavorable au foisonnement. Par ailleurs, l'effet texturant de la gélatine en présence du tween ne semble pas améliorer le foisonnement, quelles que soient les conditions opératoires. Toutefois, Cet effet apparaît lorsqu'on compare la diminution du taux de foisonnement en fonction de la vitesse d'agitation dans les deux formulations F1 et F3. Cette diminution est moins importante lorsque la formulation contient de la gélatine que lorsqu'elle contient le tween seul. Enfin, dans le cas de la formulation F2 bien que la viscosité du mélange « gaz-liquide » et le $d_{3,2}$ varient quand la vitesse passe de 400 à 1600 rpm, le nombre de Weber reste constant. Ceci peut être expliqué par le fait que lors de sa détermination nous avons considéré la viscosité du mélange pendant l'agitation. Ce qui permet de confirmer que lors du foisonnement, c'est la viscosité du mélange pendant l'agitation qui intervient dans le processus de division des bulles et non pas la viscosité de la phase continue. La détermination de ce paramètre ne peut se faire que par l'intermédiaire de la mesure de la puissance dissipée pendant le foisonnement.

CONCLUSIONS

Comme nous l'avons signalé dans la première partie de cette présentation. La faisabilité du foisonnement dépend des interactions entre d'une part la composition du produit initial et d'autre part les conditions opératoires. En ce qui concerne la formulation, il semble que la présence d'un surfactant de type tween ne favorise pas le foisonnement, au contraire ce composé peut être défavorable à cette opération. En effet, nos résultats ont montré que, seul ou en mélange avec la gélatine, ce surfactant défavorise l'aptitude au foisonnement de la formulation. Pour ce qui concerne les paramètres opératoires, il semble que l'augmentation de la vitesse d'agitation soit favorable à la dispersion et à l'obtention de petites bulles de gaz jusqu'à une certaine vitesse. Dans le cadre de nos expériences, elle est de l'ordre de 800 rpm. Au-delà, l'augmentation est défavorable au taux de foisonnement. Toutefois, l'augmentation de la vitesse conduit à une diminution de la taille et de la distribution des tailles des bulles. L'approche du nombre de Weber associée à l'utilisation des formulations de nature newtonienne, a permis de montrer que lors du foisonnement c'est la viscosité du mélange qui intervient dans le processus de dispersion du gaz et non pas celle de la phase continue.

REFERENCES

1. Stanley, D.W., Goff, H.D., Smith, A.K.: Texture-structure relationships in foamed dairy emulsions, *Food Research International*, **1996**, 29, 1-13.

2. Smith, A.K., Goff, H.D., Kakuda, Y.: Microstructure and rheological properties of whipped cream as affected by the heat treatment and addition of stabilizer to the cream, *International Dairy Journal*, **2000**, 10, 295-301.
3. van Aken, G.A.: Aeration of emulsions by whipping, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **2001**, 190, 333-354.
4. Raymundo, A., Empis, J., Isabel, S.: Method to evaluate foaming performance, *Journal of Food Engineering*, **1998**, 36, 445-452.
5. Karim, A.A., Wai, C.C.: Characteristics of foam prepared from starfruit (*Averrhoa carambola L.*) puree by using methyl cellulose, *Food Hydrocolloids*, **1999**, 13, 203-210.
6. Thakur, R.K., Vial, Ch., Djelveh, G.: Combined effects of process parameters and composition on foaming of dairy emulsions at low temperature in agitated column, *Journal of Food Engineering*, **2005**, 68, 335-347.
7. Labbafi, M., Bouaouina, H., Vial, Ch., Djelveh, G., Picgirard, L., Casalinho, J., Schorsch, C.: Impact des technologies et des conditions opératoires du foisonnement sur l'élaboration de mousses laitières de type « topping », *Sciences des Aliments*, **2005**, 25, 381-395.
8. Walstra, P.: *Physical Chemistry of Foods*, Marcel Dekker, Inc., New York, USA, **2005**.
9. Djelveh, G., Gros, J.B.: Estimation of physical properties of foamed foods using energy dissipation in scraped surface heat exchangers, *Journal of Food Engineering*, **1995**, 26, 45-55.
10. Djelveh, G., Cornet, J. F., Gros, J.B.: Combined effects of substrate and process parameters in food foaming processes, *Bubbles in Foods*, G.M. Campbell, C. Webb, S.S. Pandiella and K. Niranjana (Eds.), Eagan Press, St Paul, Minnesota, USA, **1999**.
11. Thakur, R.K., Vial, Ch., Djelveh, G., Labbafi, M.: Mixing of complex fluids with flat-bladed impellers: effect of impeller geometry and highly shear-thinning behaviour, *Chemical Engineering and Processing*, **2004**, 43, 1211-1222.