

LE PROBLEME DE LA RIGIDITE DES GELS

APPLICATION AUX CONFITURES, MARMELADES, GELEES

A. CHAMBIONNAT

SOMMAIRE

Les confitures, marmelades et gelées considérées comme des gels pectiques

— Importance de la notion de gel pour la standardisation

Propriétés générales des gels

— Relation entre ces propriétés et la résistance des gels aux déformations

Etude d'une technique de mesure de la résistance des gels aux déformations

— Enfoncement d'une sphère pesante posée à la surface d'un gel

— Expressions physico-mathématiques de la rigidité, déduites des mesures d'empreinte

— Définition de l'indice géométrique relatif

Variation de l'indice géométrique relatif (I.G.R.) dans les confitures

Etalonnage de la sphère de mesure

— Calcul de l'indice

— Détermination pratique de l'I.G.R.

Importance de la notion de gel pour la standardisation

H. CHEFTEL a défini les confitures, marmelades et gelées comme des « gels pectiques enrobant des tissus de fruit. Ces produits doivent posséder une consistance leur permettant de se laisser étendre en tartine et de supporter les transports sans que le gel soit brisé, et présenter également une teneur en sucre suffisant à assurer leur conservation. Dans les confitures, les fruits ou parties de fruits doivent en principe garder leur forme ; dans les marmelades, les fruits sont réduits en bouillie ou en purée ; les gelées, enfin, sont préparées avec le suc exprimé des fruits, après cuisson de ceux-ci avec de l'eau, et filtré » [2, p. 34].

Ces définitions ont sur les définitions légales l'avantage de fixer d'emblée l'importance de la notion de gel, et en particulier l'importance

de la résistance de ce gel, qu'il s'agisse de confitures, de marmelades ou de gelées. La double exigence imposée à la consistance du gel pectique renferme les éléments qualitatifs d'une standardisation des produits. Une confiture dure qui refuse de s'étaler, une confiture liquide qui coule, ne satisfont pas à la définition donnée par CHEFTEL.

On est donc amené à apprécier la fermeté, rigidité ou résistance du gel, et les confituriers devront de plus en plus s'astreindre à produire des confitures répondant à des caractéristiques de fermeté parfaitement déterminées s'ils veulent vendre avec succès. La tendance à la standardisation est inéluctable, mais alors le problème se pose de savoir comment on pourra apprécier quantitativement la fermeté d'un gel, d'une gelée, d'une marmelade, d'une confiture.

Les qualités d'une méthode industrielle de mesure de la rigidité des gels

De nombreux chercheurs et constructeurs se sont penchés sur le problème de la mesure de la résistance des gels.

On a chiffré tour à tour l'élasticité, la viscosité, la charge de rupture, la plasticité, etc. Malheureusement ces diverses grandeurs sont sans liens définis entre elles ; une courte révision des propriétés des gels nous permettra tout à l'heure de préciser ce point. D'autre part il faut noter que toutes ces mesures ont été établies pour l'étude des gels purs, sur des éprouvettes coulées liquides, sans inclusion de corps étrangers hétérogènes. Les confitures sont donc absolument exclues de ces déterminations, et la nécessité de réchauffer une gelée pour en couler une éprouvette peut entraîner des changements irréversibles notables de la fermeté du gel pectique.

Enfin le désir louable d'éliminer l'influence de l'opérateur a trop souvent conduit les inventeurs à réaliser des appareils délicats, compliqués et extrêmement chers.

Une bonne méthode de mesure industrielle doit

être économique : le prix d'achat de l'appareil doit être peu élevé. L'appareil lui même doit être robuste, simple, indéréglable et facile à utiliser, même par un opérateur non spécialisé.

être précise : les erreurs entre différentes expériences effectuées sur un même produit doivent être d'un ordre de grandeur acceptable.

donner des résultats constants et comparables : les chiffres trouvés doivent être indépendants de l'expérimentateur, du lieu de l'essai et de l'appareil. Les résultats devront être exprimés en unités C.G.S. ou par un

rapport de grandeurs, éliminant l'influence de l'appareil et si possible l'influence du système de mesure utilisé.

pouvoir s'appliquer directement et indistinctement aux confitures, marmelades, ou gelées : la méthode ne doit pas nécessiter la préparation d'éprouvettes, mais doit pouvoir s'appliquer directement sur des boîtes choisies comme représentatives du lot.

Propriétés générales des gels et leur résistance aux déformations

Nous allons procéder à une courte révision des propriétés caractéristiques des gels aux fins de rechercher quel serait le caractère, en liaison avec la fermeté du gel, dont la mesure pourrait s'effectuer dans des conditions se rapprochant le plus possible de l'idéal précédemment défini.

1. *Le gel est élastique.* Un gel soumis à une tension subit un allongement. On définit la tension comme étant le rapport de la force qui agit sur le gel à la section du gel, et l'allongement linéaire comme étant le rapport de l'allongement à la longueur initiale ; on appelle coefficient d'élasticité le rapport de la tension à l'allongement linéaire.

Les valeurs de ce coefficient n'ont en elles-mêmes, pour les gelées, que peu d'importance. Considérés isolément pour certaines valeurs de tension, les coefficients d'élasticité ne peuvent suffire à caractériser un gel. Par contre, pour une étude théorique sur l'hydratation des gels, les pentes variables des branches de courbes à point d'inflexion traduisant les charges correspondantes aux différents allongements sont très instructives, mais ce problème est très éloigné de nos préoccupations actuelles.

On peut définir encore une autre grandeur dérivée de l'élasticité. C'est le « rapport de POISSON », quotient de contraction transversale par l'allongement linéaire. Le rapport de POISSON tend pour les gelées vers la constante 0,5, exprimant ainsi implicitement que le volume du gel est indépendant de l'effort exercé et de la nature du gel. Il ne présente donc aucun intérêt pour l'étude de la résistance des gels.

2. *Un gel soumis à une force est anisotrope.* Ce phénomène qui a servi de base à la photo-élasticimétrie n'est pour nous d'aucune utilité. Bien au contraire il restreint le domaine d'expérimentation. On devra en effet prendre garde, chaque fois que l'on mesurera les effets d'une force sur un gel, aux transformations possibles provoquées par la force ; en particulier, on peut dire que les mesures relatives aux limites d'élasticité (les charges de rupture par exemple) ne sont plus des caractéristiques du gel originel, mais celles du gel anisotrope produit par les tensions appliquées.

Il faudra donc, au cours des mesures, utiliser des forces suffisamment faibles et en limiter la durée d'action pour éviter les changements de structure du gel ; le phénomène bien connu de la liquéfaction irréversible à la température de l'expérience des gels d'agar-agar très riches en eau (au voisinage du point de saturation) sous une pression même minime, montre à quel point la structure d'un gel peut être ainsi perturbée par une force.

3. *Les gels possèdent un point de fusion* dont le caractère n'est pas aussi simple que celui de la fusion du corps pur ; l'abaissement du point de fusion sous le fait d'une anisotropie de tension le montre suffisamment.

Néanmoins on pourrait concevoir une technique de mesure caractérisant ce changement d'état sous l'action de la température. Une étude systématique des gels de gélatine a été faite par détermination des points de fusion [3]. Avec les gels pectiques on constate une relation très nette entre point de fusion et rigidité mais, à rigidité égale, le point de fusion d'une confiture de prunes est beaucoup plus élevé que celui d'une confiture d'abricots ; la marmelade d'orange, pour cette même rigidité, a un point de fusion intermédiaire entre celui de la prune et de l'abricot.

On peut donc en conclure que le point de fusion ne peut servir pour apprécier la rigidité des confitures ; par contre, la détermination de ce point (où celle de son homologue, le point de solidification du gel liquéfié) pourrait être utilisée par les confituriers pour apprécier en cours de travail la rigidité future d'une confiture et assurer une production homogène au cours de la succession des cuites d'un même fruit pendant une saison.

Il est certain que le relevé systématique des températures de solidification des cuites, effectué à l'usine, comparativement avec les déterminations de rigidité des confitures fabriquées, fournirait au confiturier des éléments pratiques extrêmement utiles pour le contrôle de sa fabrication et la prévision des normes de ses produits. Pour l'instant nous ne retiendrons que l'impossibilité de baser sur le point de fusion la détermination de la rigidité des confitures.

4. *Les gels pâteux sont plastiques.* La plasticité est la propriété qu'ont certains corps de prendre et de garder la forme qu'on leur donne par pression. Cette propriété n'existe que pour l'état pâteux, état général des gelées au voisinage du point de fusion, mais dans le cas des gels pectiques en particulier, la matière reste pâteuse dans un domaine de température assez éloigné du point de fusion. Cette notion, opposée à celle d'élasticité, se rapproche de celle de « dureté » particulièrement étudiée pour les solides.

La plasticité a été définie par AUERBACH comme le quotient de la différence entre la pression de rupture et la pression limite de déformation

permanente par la pression de rupture [1, p. 61]. Le seul énoncé de cette définition montre que ces considérations visaient surtout des corps solides durs, pour lesquels la pression limite de production d'une déformation permanente et la pression de rupture sont faciles à déterminer. Il est impossible de chercher à utiliser la notion classique de plasticité pour caractériser un gel pectique qui ne possède pas de pression de rupture définie et pour lequel la pression limite de déformation est pratiquement infinitésimale.

5. *Le gel est visqueux.* A première vue cette notion de viscosité des gels semble étroitement liée à celle de rigidité, mais les expériences de MAXWELL, KUNDT et METZ ont infirmé cette hypothèse [1, pp. 54-55].

Il resterait cependant qu'une loi de la forme $V = e^{ax+b}$ relierait, d'après BAKER [2, pp. 46 ss.], la viscosité (V) d'un jus de fruit à la quantité de sucre (x) à ajouter pour obtenir une confiture de rigidité déterminée ; (a) et (b) étant des paramètres variables avec la nature du jus et les conditions de fabrication. Cette loi peut présenter une certaine importance pour la fabrication des gelées de fruits mais elle n'offre pour nous aucune utilité.

6. *Le gel est rigide.* On désigne en général par rigidité la tendance qu'ont les corps à résister aux déformations.

SCHWEDOFF [1, pp. 54-55] désigne sous le nom de rigidité le quotient de la force appliquée par le cisaillement résultant, le cisaillement étant la tangente de l'angle de déformation d'un cube dont la base est immobile et dont la face supérieure est soumise à l'action d'un effort tangentiel donné.

Les mesures s'effectuent à l'aide d'une balance de torsion ; cette technique très délicate est inutilisable pour les confitures à cause de leur hétérogénéité. Le pouvoir « collagène » des gels pectiques rend d'autre part l'interprétation des résultats difficile.

Les expériences de SCHWEDOFF ont cependant permis de montrer que la déformation effective d'un liquide colloïdal pouvait se décomposer en deux parties : une première dite « résiduelle » passive et n'intervenant pas comme facteur de réaction, et une seconde dite « active » agissant seule contre les forces extérieures.

Recherche d'une nouvelle technique de mesure de la résistance des gels aux déformations

La rapide révision des propriétés des gels que nous venons d'effectuer montre que la propriété de base, sur laquelle toute technique de mesure

de la résistance des confitures doit s'appuyer, est la *rigidité* considérée du point de vue général comme une *résistance aux déformations*. La mesure envisagée par SCHWEDOFF pour chiffrer cette propriété n'est qu'une interprétation physico-mathématique du phénomène parmi toutes les interprétations possibles et dont l'application aux gels pectiques n'est pas à l'abri des critiques, tant sur le plan théorique que sur le plan pratique.

Nous avons donc recherché une technique de mesure d'un caractère autre que le rapport de SCHWEDOFF, constituant une autre interprétation de la notion de résistance d'un gel aux déformations. Même si le caractère mesuré n'est pas « pur », si dans sa détermination rentrent d'autres caractères tels que viscosité, élasticité-plasticité, nous pouvons néanmoins l'admettre comme expression de la rigidité s'il exprime la résistance aux déformations. Si de plus la déformation obtenue peut être décomposée en ses deux constituantes, active et résiduelle et si, par un artifice, la fraction active, agissant seule comme facteur de réaction contre les forces déformantes extérieures, peut être explicitée, nous serons parfaitement fondés à l'admettre comme une bonne représentation de la rigidité.

Le moyen le plus simple d'infliger à un corps une déformation mesurable est d'exercer à la surface de ce corps une pression déterminée à l'aide d'une sphère rigide. La sphère pénètre plus ou moins profondément et la grandeur de l'empreinte tracée donne une mesure de la déformation. Cette technique bien connue des métallurgistes est couramment utilisée pour les aciers ; elle fournit une échelle de mesure désignée sous le nom d'échelle des « duretés BRINELL ».

A première vue cette méthode peut paraître sans intérêt pour la mesure de la rigidité des gels ; la dureté, théoriquement, se rapproche de la plasticité, elle s'applique aux solides isotropes. On doit noter cependant que la désignation « dureté » pour la méthode de BRINELL est incorrecte. L'effet mesuré caractérise beaucoup plus une résistance à la déformation qu'une dureté proprement dite d'après la définition de HERTZ, et les « duretés BRINELL » ne concordent que très imparfaitement avec les « duretés MOHS » des minéralogistes ; on passe d'ailleurs de la dureté BRINELL à la résistance à la traction par un simple coefficient, c'est donc bien une résistance à la déformation, donc une rigidité que l'on mesure par cette technique.

Examinons maintenant ce que donnerait la transposition de cette technique aux gels.

Posons une sphère creuse, de poids et de rayon déterminés sur un gel (poids et rayon étant dans des rapports tels que la sphère posée à la surface de l'eau ne soit pas immergée de plus de la moitié de son

volume), la sphère va s'enfoncer graduellement dans le gel avec une vitesse de plus en plus faible. Si l'on trace le graphique de la profondeur d'enfoncement en fonction du temps, on constate qu'au bout d'un certain temps « t » variable avec le gel, cette profondeur cesse pratiquement de croître, elle se stabilise, et sa valeur reste inférieure à la profondeur à laquelle s'enfoncerait la même capsule dans un liquide de même densité, mais non colloïdal (tel qu'une solution de sucre ou de chlorure de calcium). Au lieu d'attendre le temps nécessaire à l'établissement de l'équilibre d'enfoncement, on peut mesurer cette grandeur au bout d'un temps déterminé fixé arbitrairement. L'influence de la viscosité dans la mesure de la déformation est amplifiée par cette convention, mais la viscosité peut être considérée comme un des éléments de la rigidité puisqu'elle s'oppose aux déformations brusques qui sont justement celles que l'on redoute dans les transports.

L'enfoncement de la sphère est donc bien une fonction complexe de la résistance que présente le gel aux déformations et d'un certain nombre de variables explicites.

On peut dire que l'enfoncement est fonction de six variables qui sont :

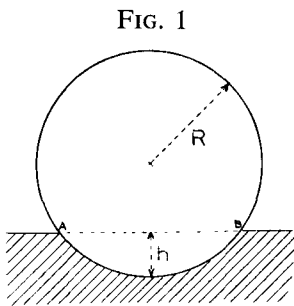
1. la durée de l'essai,
2. la température,
3. le poids de la sphère,
4. le diamètre de la sphère,
5. la densité du gel,
6. la résistance du gel aux déformations (fonction complexe de la rigidité et de la viscosité).

Les deux premières variables interviendront toujours dans les mesures; on les considèrera comme des paramètres fixés arbitrairement une fois pour toutes, leur valeur conventionnelle étant choisie de façon à ce que la méthode reste pratique. Les variables 3 et 4 pourraient être également fixées arbitrairement, nous donnerons d'ailleurs des normes limites imposées par les conditions pratiques d'expérience, mais il y aurait intérêt à rechercher une expression physico-mathématique des résultats qui soit indépendante des dimensions de l'appareil.

La densité du gel peut toujours être déterminée facilement ; enfin le complexe, viscosité-rigidité, considéré comme 6^e variable, comprend une fraction active et une fraction passive qu'il faut séparer si l'on veut expliciter la résistance vraie du gel.

Etude d'expressions physico-mathématiques de la rigidité déduites des mesures d'empreinte dans les gels

Si l'on désigne par



R : le rayon de la sphère (FIG. 1)

h : la hauteur de la calotte d'empreinte dans le gel

P : le poids de la sphère en g

AB : le diamètre de l'empreinte

V_h : le volume de la calotte d'empreinte

Sh : la surface du cercle de diamètre AB

D : la densité du gel,

on peut tout d'abord calculer par analogie avec les formules de dureté de HERTZ :

$$\frac{P}{AB^3} \quad (I)$$

et le produit $\frac{RP}{AB^3}$ (II)

qui devrait être constant quel que soit R.

Les relations théoriques :

$$\frac{P}{AB^2} \quad (III)$$

$$\frac{R}{AB} \quad (IV)$$

et empiriques :

$$\frac{P}{AB^{3/2}} \quad (V)$$

$$\frac{R}{AB^{3/2}} \quad (VI)$$

utilisées pour le calcul des duretés sont également à considérer.

L'équation d'équilibre de la sphère reposant sur le gel,

$$P = \left[\frac{1}{3} \pi h^2 (3R - h) \right] \times D + [\text{résistance propre des } Sh \text{ cm}^2 \text{ de gel}],$$

permet de séparer résistance active et résistance passive du gel.

Si l'on désigne par Z la résistance propre du gel calculée d'après l'équation ci-dessus, on peut encore former

$$\frac{Z}{Sh} \quad (\text{pression par cm}^2) \quad (VII)$$

et recalculer les expressions (I) (II) (III) (V) en substituant Z à P pour tenir compte de la résistance passive

$$\frac{\pi D h^2}{3} (3 R - h).$$

Enfin il est une expression particulièrement intéressante à calculer puisqu'elle permet d'éliminer automatiquement l'influence de P, D et R, et donne des résultats indépendants du système d'unités adopté pour exprimer les grandeurs mesurées, c'est le rapport

$$\frac{H}{h} \quad (\text{VIII})$$

de la profondeur H dont s'enfoncerait une sphère dans un milieu non gel ayant la densité du gel étudié, à la profondeur h dont la même sphère s'enfonce dans le gel considéré.

Ces diverses expressions ont été calculées à partir de déterminations expérimentales effectuées sur des gels de duretés et densités différentes avec des demi-sphères de dimensions et poids variés.

On a alors trouvé que :

- l'expression (I) $\frac{P}{AB^3}$ varie avec les sphères (résultat prévu),
- les expressions (III), (IV), (V) et (VI) varient pour un même gel dans des limites beaucoup trop importantes pour constituer une mesure de la rigidité du gel. Ces résultats étaient d'ailleurs aussi à prévoir, puisque les expressions se rapportent théoriquement à des pressions limites de déformation permanente ou de rupture, valables pour les solides.

Seules les expressions (II), (II) et (VII) transformées, ainsi que (VIII), c'est-à-dire

$$\frac{RP}{AB^3}, \quad \frac{RZ}{AB^3}, \quad \frac{Z}{Sh} \quad \text{et} \quad \frac{H}{h}$$

montrent une constance relative pour un même gel quelles que soient la sphère et la charge, et peuvent être considérées comme des indices satisfaisants de la rigidité du gel.

Pour ces quatre expressions nous avons étudié, sur des séries d'essais, les rapports de la moyenne absolue des écarts à l'écart quadratique moyen. Ces rapports montrent que les séries de résultats pour chaque gel constituent des séries de GAUSS normales ; théoriquement donc, une quelconque de ces quatre expressions est un indice mathématique correct de l'état du gel. Les difficultés de calcul sont à peu près identiques, les mesures de base sont les mêmes, nous avons donc choisi, pour représenter la rigidité, l'expression donnant le pourcentage d'erreur le plus faible.

Le TABLEAU ci-dessous, dans lequel M désigne la valeur moyenne de chaque expression pour une série d'essais effectués sur un même gel et e % l'écart moyen % de la série, rassemble les résultats :

Expression calculée	$\frac{H}{h}$	$\frac{Z}{Sh}$	$\frac{RP}{AB^3}$	$\frac{RZ}{AB^3}$	
M e %	1,222 3,5	0,508 18	0,734 7	0,210 16	Gel n° 1 très peu consistant
M e %	3,17 12,3	3,11 21,3	2,11 16	1,85 19	Gel n° 2 assez peu consistant
M e %	9,30 12,3	10,30 27,7	9,79 20,1	9,49 21,3	Gel n° 3 consistant
M e %	23,66 8,5	23,63 15,9	36,2 19,5	36,2 19,5	Gel n° 4 très consistant

Pour les quatre gels c'est le rapport $\frac{H}{h}$ qui est affecté du plus faible coefficient d'erreur relative. Nous choisirons donc cette expression pour représenter la rigidité du gel et nous définirons en conséquence :

« l'indice géométrique relatif d'un gel, indice I.G.R., comme étant le rapport $\frac{H}{h}$ de la profondeur H dont s'enfonce une sphère, dans un milieu non gel ayant la densité du gel considéré, à la profondeur h dont s'enfonce la même sphère dans le gel ».

Contrôle sur les confitures — Normalisation des paramètres

Les résultats précédents ayant été obtenus avec des gels purs d'agar-agar, nous avons répété les expériences avec des confitures afin de vérifier expérimentalement que ni l'hétérogénéité du milieu, ni sa viscosité, ni les propriétés collagènes des gels pectiques ne s'opposaient à l'adoption de cet indice géométrique relatif.

Les expressions précédentes ($\frac{H}{h}$), ($\frac{Z}{Sh}$), ($\frac{RP}{AB^3}$) et ($\frac{RZ}{AB^3}$) ont été déterminées sur les produits suivants :

confiture d'abricot	rigide
	demi-rigide
	liquide
confiture d'orange	très rigide
	demi-rigide
confiture de prune	rigide
	liquide

Chaque confiture a été essayée avec un jeu de capsules hémisphériques de tailles différentes. Les diamètres variaient entre 3,78 cm et 8,53 cm et les poids entre 6,43 g et 138,85 g.

Les résultats obtenus ont confirmé ceux déjà établis sur les gels purs, c'est-à-dire :

le rapport $\frac{H}{h}$ est celui qui possède le plus petit écart relatif moyen ; ce rapport est indépendant des dimensions et poids des sphères.

Théoriquement, le rayon et le poids de la sphère sont simplement définis par la condition que sa profondeur d'enfoncement dans l'eau distillée soit inférieure au rayon. Pratiquement on observe que l'écart moyen, sur une série d'essais, décroît lorsque le diamètre de la sphère croît ; il y aurait donc intérêt à choisir des sphères aussi grandes que possible, mais pour la facilité de réalisation pratique nous avons adopté une forme hémisphérique pour la capsule avec un diamètre de 6 cm environ pour un poids de 40 g environ.

Si l'on étudie l'indice géométrique ($\frac{H}{h}$), en fonction du temps laissé à la sphère pour s'enfoncer on remarque que l'indice commence par diminuer pour ne se stabiliser qu'au bout d'un temps plus ou moins long. Pour des confitures très rigides le temps nécessaire à l'établissement de l'équilibre peut atteindre 24 heures et la variation d'indice 40 % selon qu'il est calculé après 10 minutes d'enfoncement ou après 24 heures.

Il est donc nécessaire, si l'on veut normaliser la méthode, d'adopter un *temps standard* pour la durée d'enfoncement de la capsule. Nous avons adopté 30 minutes ; l'influence de la viscosité est amplifiée mais nous avons vu qu'elle est un des facteurs de résistance aux déformations brusques, et par conséquent l'indice géométrique à 30 minutes est au moins aussi valable que l'indice déterminé à l'équilibre.

L'indice géométrique varie avec la température : il diminue lorsque cette dernière s'élève. Il est donc nécessaire d'adopter une *température standard* pour l'exécution des essais. Nous avons choisi 30° C ; il s'ensuit une légère diminution de $\frac{H}{h}$ par rapport à la température habituelle

de 15 à 20° C, mais cette diminution ne peut qu'être profitable à la rigueur des déterminations, la précision des mesures croissant lorsque l'indice décroît.

Enfin la simplicité des déterminations à effectuer, qui se ramènent à la mesure d'une empreinte et à la prise d'une densité, nous libère de la servitude de la préparation d'une éprouvette d'essai puisque l'indice peut être déterminé directement sur une boîte de confiture, une fois le couvercle enlevé, sans qu'aucune manipulation du gel ne vienne en perturber la rigidité.

Détermination des grandeurs H et h

Etalonnage de la demi-sphère

La détermination de l'indice géométrique exige la mesure des profondeurs d'enfoncement H et h de la sphère de poids P et de rayon R respectivement dans un milieu non gel de densité D égale à la densité du gel et dans le gel étudié.

La grandeur H s'obtient uniquement par le calcul. L'équation d'équilibre de la capsule dans un liquide non gel de densité D est représentée par l'expression :

$$P = \frac{1}{3} \pi H^2 (3R - H) D \quad (\text{IX})$$

Cette équation peut s'écrire :

$$H^2 (3R - H) = 0,955 \frac{P}{D} \quad (\text{X})$$

d'où l'on tire :

$$D = \frac{0,955 P}{H^2 (3R - H)} \quad (\text{XI})$$

Pour expliciter les valeurs de H en fonction de la variable D et des paramètres R et P nous aurons recours au procédé suivant :

Nous commencerons par déterminer l'intervalle utile de variation du produit $H^2 (3R - H)$. D'après l'équation (X) cette expression est égale à $0,955 \frac{P}{D}$; or D ne varie qu'entre des limites assez étroites, 1 à 2 au maximum ; l'intervalle de variation de $H^2 (3R - H)$ est donc limité à $0,955 P - 0,4775 P$.

Avec une demi-sphère de poids $P = 40\,000$ mg et de rayon $R = 30$ mm, l'intervalle de variation de $H^2 (3R - H)$ peut être réduit à : $0,955 \times 40\,000$ et $0,955 \times 20\,000$, soit 38 200 à 19 100.

H d'autre part doit être compris entre 0 et R (ici 30 mm), on calculera donc $H^2 (3R - H)$ pour des valeurs régulières de H comprises entre 0 et 30 mm. On forme ainsi le TABLEAU ci-dessous.

H	H^2	$(3R - H)$	$H^2 (3R - H)$	
0	0	90	0	
5	25	85	2 125	
10	100	80	8 000	
15	225	75	16 875	19 100
20	400	70	28 000	38 200
25	625	65	40 625	
30	900	60	54 000	

De l'examen de ce TABLEAU il résulte que les valeurs de H conduisant à des valeurs de $H^2 (3R - H)$ comprises entre 19 100 et 38 200 sont à l'intérieur de l'intervalle $15 < H < 25$.

On calculera donc cette fois à l'intérieur de cet intervalle (15 — 25) les valeurs de $H^2 (3R - H)$ en faisant varier H mm par mm et on calculera les densités D correspondantes à l'aide de la formule (XI).

On aura en définitive le TABLEAU ci-dessous :

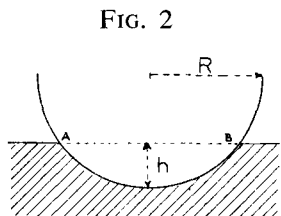
H	$H^2 (3R - H)$	D
15	16 875	2,26
16	18 944	2,01
17	21 097	1,81
18	23 328	1,64
19	25 631	1,49
20	28 000	1,36
21	30 429	1,255
22	32 912	1,161
23	35 443	1,077
24	38 016	1,005
25	40 625	0,940

On construira ensuite à l'aide de ces valeurs un graphique portant en abscisse les valeurs de D et en ordonnée les valeurs de H correspondantes (GRAPHIQUE I).

Il suffira ensuite de s'y reporter pour avoir immédiatement H en fonction de la densité du gel.

La détermination de h, profondeur d'enfoncement dans le gel étudié, repose sur la mesure du diamètre de la calotte d'empreinte « A B » que l'on peut relever avec un pied à coulisse.

« A B » et h (voir FIG. 2) sont liés par la relation :



$$h \times (2R - h) = \left(\frac{AB}{2} \right)^2 \quad (\text{XII}),$$

d'où l'on tire

$$h = R - \sqrt{R^2 - \left(\frac{AB}{2} \right)^2} \quad (\text{XIII})$$

Il est donc possible, connaissant R, de calculer h par la formule (XIII) avec la mesure de « AB ». Pratiquement il est plus simple de construire un graphique puisque le rayon de la sphère R est fixe ; on porte en abscisse les valeurs de AB depuis 0 jusqu'à 2R et en ordonnée les valeurs correspondantes de h calculées d'après la formule ci-dessus.

Avec R = 30 mm, et AB variant de 0 à 60 mm, on obtient la suite des valeurs ci-dessous qui nous a servi à construire le GRAPHIQUE II.

« AB »	h	« AB »	h	« AB »	h	« AB »	h
0	0						
1	0,01	16	1,09	31	4,31	46	10,74
2	0,02	17	1,23	32	4,62	47	11,35
3	0,04	18	1,38	33	4,95	48	12,00
4	0,07	19	1,54	34	5,28	49	12,98
5	0,11	20	1,72	35	5,63	50	13,42
6	0,15	21	1,90	36	6,00	51	14,20
7	0,21	22	2,09	37	6,38	52	15,04
8	0,27	23	2,29	38	6,79	53	15,91
9	0,34	24	2,51	39	7,20	54	16,93
10	0,42	25	2,73	40	7,64	55	18,01
11	0,51	26	2,97	41	8,10	56	19,23
12	0,61	27	3,21	42	8,58	57	20,64
13	0,70	28	3,47	43	9,08	58	22,32
14	0,83	29	3,74	44	9,61	59	24,55
15	0,95	30	4,02	45	10,16	60	30

L'erreur de mesure pouvant être effectuée sur la détermination du diamètre d'empreinte est infinitésimale par rapport aux écarts pouvant

résulter des différences de tenue d'un même gel. Nous avons vu que ces écarts pouvaient être estimés à 5 ou 6 % en moyenne, légèrement plus faibles pour les confitures à faible rigidité ($\frac{H}{h} < 3$) et un peu plus forts pour les confitures très rigides ($\frac{H}{h} > 6$). L'erreur sur l'indice pouvant résulter des écarts sur la détermination de la densité est également très faible.

Il est donc possible de se contenter, pour déterminer la densité, de procédés très approchés.

Une erreur de ± 30 g sur la densité ne peut entraîner sur l'indice qu'un écart de $\pm 1,9$ %. On peut donc utiliser une balance de Roberval pour la détermination de la densité si l'on a soin d'opérer sur au moins 500 cm³ de confiture.

Détermination pratique de l'indice géométrique relatif I.G.R.

Matériel nécessaire

1. Une demi-sphère creuse rigide parfaitement régulière pourvue d'un léger rebord le long du grand cercle (FIG. 3) ; ce rebord a simplement pour but de faciliter les manipulations lors des mesures.

Le diamètre de la demi-sphère doit être d'environ 60 mm et le poids voisin de 40 g. Elle peut être en matériau quelconque ; la feuille de cuivre convient parfaitement pour cet usage.

La demi-sphère doit être accompagnée de 2 graphiques d'étalonnage donnant l'un (GRAPHIQUE I) les hauteurs d'enfoncement H de la demi-sphère de poids P et de rayon R dans des milieux non colloïdaux de densité D variable ; l'autre (GRAPHIQUE II) les hauteurs d'enfoncement dans les gels de la demi-sphère en fonction du diamètre d'empreinte « AB » relevé (pour établir ces graphiques on se reportera au chapitre précédent).

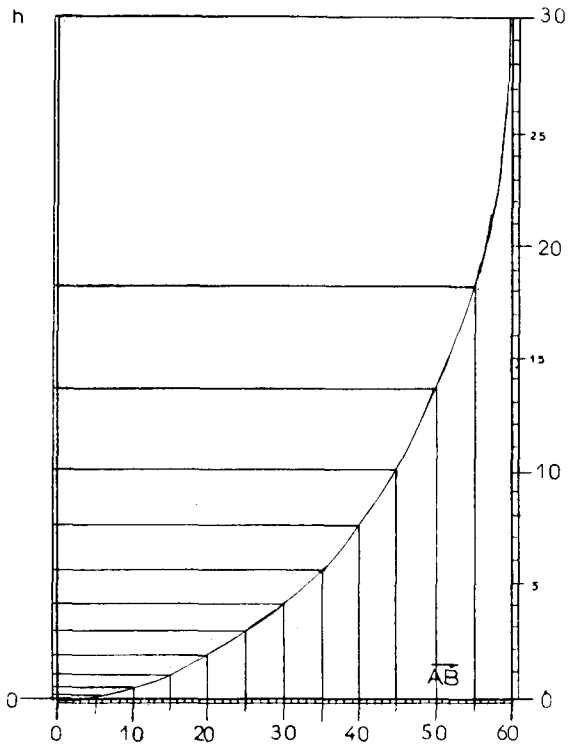
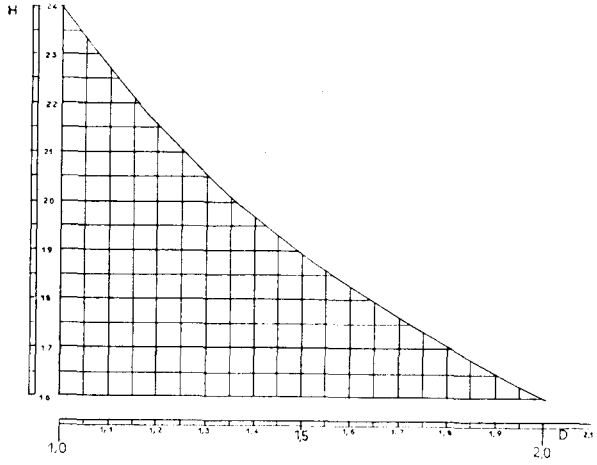
2. Une boîte à large ouverture, plus de 10 cm, contenant un mélange de talc (95 %) et de bleu de méthylène (5 %).

3. Un verre cylindrique à bords parfaitement plats d'une contenance de 500 cm³ exactement.

4. Une plaque de verre plane servant à araser le récipient ci-dessus lorsqu'il est plein de confiture.

FIG. 3





5. Une balance de Roberval et sa boîte de poids.
6. Une étuve à $30^{\circ} \text{ C} \pm 3^{\circ}$.
7. Un pied à coulisse au 1/10 de mm de modèle courant.

Mode opératoire

1. La boîte de confiture encore fermée est placée dans l'étuve à 30° C

3 heures	pour les boîtes de 1 kg,
6 heures	— 2 kg,
une nuit	— 5 kg.

Si la température extérieure est comprise entre 25 et 35° C cette opération peut être supprimée.

2. La boîte étant réchauffée à 30° C , le couvercle est enlevé entièrement avec un ouvre-boîte.

3. On passe sur le fond de la capsule hémisphérique un chiffon gras, puis tenant la capsule, par le rebord, entre 3 doigts, on la talque en l'enfonçant dans la boîte de talc bleui et en lui imprimant une légère rotation dans le plan horizontal.

4. La capsule talquée est alors déposée doucement sur la surface de la confiture contenue dans sa boîte et on laisse le tout en place pendant 30 minutes. Si la température de la pièce était inférieure à 20° C il faudrait opérer dans l'étuve pour éviter un refroidissement trop rapide.

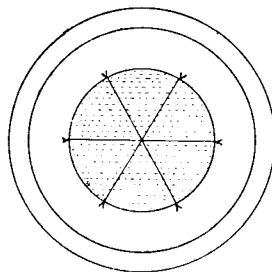
Au bout de 30 minutes, on retire délicatement la capsule en évitant tout mouvement de glissement ou d'enfoncement et on mesure avec le pied à coulisse le diamètre de la calotte d'empreinte qui apparaît très nettement sur le talc bleui.

On effectue 3 mesures à 60° les unes des autres (FIG. 4) et on prend la moyenne des résultats comme mesure du diamètre d'empreinte « AB ».

En se reportant au GRAPHIQUE II on déduit la hauteur d'enfoncement h dans le gel, en fonction de « AB » mesuré.

5. On remplit ensuite largement le verre cylindrique avec la confiture sortie de la boîte. On arase la surface supérieure avec la plaque de verre, on nettoie soigneusement les côtés du vase avec un linge humide puis on

FIG. 4



pèse le verre exactement rempli sur la balance. On soustrait de ce poids exprimé en kg le poids du vase vide et cette différence multipliée par 2 donne la densité de la confiture. En se reportant au GRAPHIQUE I on déduit de la densité D trouvée, la hauteur H d'enfoncement dans un liquide non gel de même densité.

6. On calcule l'indice géométrique relatif I.G.R. en divisant H par h .

L'utilisation des graphiques pour déterminer H en fonction de la densité et h en fonction du diamètre d'empreinte n'altère pratiquement pas la valeur de l'indice $\frac{H}{h}$, les valeurs calculées à partir des équations IX et XII sont extrêmement voisines, l'écart n'atteint généralement pas 1 % de l'indice.

CONCLUSION

En résumé on peut dire que l'indice géométrique relatif d'un gel, indice I.G.R., défini comme étant le rapport de la profondeur d'enfoncement H d'une demi-sphère dans un liquide, de densité égale à celle du gel, à la profondeur d'enfoncement h de la même demi-sphère dans le gel considéré constitue un excellent contrôle de la rigidité du gel et de sa résistance aux variations brusques. Cet indice est indépendant du système de mesure utilisé, et indépendant du rayon et du poids de l'hémisphère.

La détermination en est très simple, elle n'exige comme appareillage qu'une demi-sphère, un pied à coulisse et un matériel servant à prendre la densité. Les opérations sont réduites à une détermination de densité et à une mesure de longueur. Seul l'étalonnage de l'hémisphère, donnant H en fonction de la densité et h en fonction du diamètre de l'empreinte, est un peu laborieux mais il suffit de l'exécuter une fois pour toutes.

La détermination systématique de l'indice géométrique relatif I.G.R. permettrait de classer et de standardiser les confitures, marmelades et gelées. Il est hors de doute également qu'elle donnerait à l'industriel des indications utiles pour la bonne marche de sa fabrication en lui permettant de relier scientifiquement des causes entre elles, de contrôler, de prévoir.

Juin 1961

ملخص

قد عرفت المرببات والمسحوقات والمجمدات من قبل كجليد جوهرتي. وان الاتجاه الحديث لتوحيد المنتجات سيرغم المحافظين في القريب او البعيد على قياس صلابة هذه الصناعات.

يعتبر المؤلف في هذه الدراسة الانواع التي يجب ان تؤخذ لها طريقة آلية لقياس صلابة تجمدها. ومن مختلف المقررات نستطيع بين الحالات العامة للاجلدة ومقارنتها للتغير الشكلي. ايجاد بيانات عن هذه المقاومة بواسطة معامل : معامل التجمد الخاص هذا المعامل [م.ت.خ.] يعرف بأنه العلاقة $\frac{H}{h}$ اي معامل اعمق [ه] حيث فركز كرة في وسط غير متجمد «مهما كانت شدة التجميد المعتبرة» على العمق [ه] حيث فركز نبس الكرة في وسط متجمد. ويظهر ان المعامل مستقل عمليا عن الثقل وان شعاعا من الكرة وحرارة متولدة ليستا الا نتيجة مقاومة التجمد للتغيرات الشكلية.

وفي النهاية يدرس المؤلف تأثير هذه الطريقة القياسية في المرببات والمسحوقات والمجمدات

RÉSUMÉ

Les confitures, marmelades et gelées ont déjà été définies comme des gels pectiques. La tendance moderne à la standardisation des produits obligera tôt ou tard le conserveur à chiffrer la rigidité de ses fabrications.

Dans cette étude, l'auteur considère les qualités que doit avoir une méthode industrielle de mesure de la rigidité des gels. Les différents rapports pouvant exister entre les propriétés générales des gels et leur résistance aux déformations sont examinés et conduisent à exprimer cette résistance par un indice : l'indice géométrique relatif. Cet indice (I.G.R.) se définit comme étant le rapport $\frac{H}{h}$, c'est-à-dire de la profondeur H dont s'enfonce une sphère dans un milieu non gel (ayant la densité du gel considéré) à la profondeur h dont s'enfonce la même sphère dans le gel. On montre que l'indice est pratiquement indépendant du poids et du rayon de la sphère et ne dépend, à une température donnée, que de la résistance du gel aux déformations.

L'auteur étudie enfin l'application de cette méthode de mesure aux confitures, marmelades et gelées.

RESUMEN

Se definen como geles pécticos las confituras, mermeladas y jaleas. Dada la tendencia moderna a la estandarización, llegará un día más o menos próximo, en que los fabricantes se verán en la obligación de cifrar la rigidez de sus productos.

En este artículo, el autor estudia las cualidades que debe tener un método industrial, para la medida de la rigidez de los geles. Considera las distintas relaciones que pueden existir entre las propiedades generales de los geles y su resistencia a las deformaciones; y expresa esta resistencia por un índice: el índice gelométrico relativo. Este índice (I.G.R.) se define por la relación $\frac{H}{h}$ siendo H la profundidad a la cual se hunde una esfera en medio no gel (teniendo la misma densidad que el gel considerado), y h la profundidad a la cual se hunde la misma esfera en el gel.

Se demuestra que este índice es independiente del peso y radio de la esfera, y para una temperatura dada, depende únicamente de la resistencia del gel a las deformaciones.

Por último, el autor estudia la aplicación de este método a las confituras, mermeladas y jaleas.

J.G.

SUMMARY

Jams, marmelades and jellies have previously been defined as pectic gels. The modern trend towards standardized foods will sooner or later compel the canner to express in figures the rigidity of his products.

In this report the author considers the qualities required by an industrial method of measuring gel rigidity. From the study of the eventual relationships between the general properties of the gels and their resistance to deformation, he is led to figure this resistance by means of an index which is the relative gelometric index. This index (I.G.R.) is defined as the ratio $\frac{H}{h}$, that is, the depth H to which a sphere sinks into a non gel medium (of the same density as the gel in question) to the depth h to which the same sphere sinks into the gel. The index is shown to be practically independent of the weight and the radius of the sphere; at a given temperature it merely depends on the resistance of the gel to deformation.

Finally, the application of this method to jams, marmelades and jellies is studied.

BIBLIOGRAPHIE

1. BARY, P. — 1921. Les colloïdes, leurs gelées, leurs solutions. — Dunod, Paris.
2. CHEFTEL, H. — Utilisation industrielle des fruits, confitures, marmelades, gelées. — Bull. Sté J.J. Carnaud et Forges de Basse-Indre, 7.
3. MEUNIER, L., & R. GRIGNARD. — 1934. 14^e Congrès de chimie industrielle. — Chimie Industrie, Paris.