

TP VISCOSIMETRIE

LAKHDARI Omar

TAP Julien

Viscosimétrie

I. But de ce Tp

A. Etude cinétique de la fermentation lactique

L'évolution des paramètres suivants seront étudiés durant la fabrication de 3 yaourtsensemencés à partir d'un yaourt brassée (le le brassé »), d'un yaourt nature (le « nature ») et d'un yaourt nature supplémentée en poudre (le « poudre ») :

- La viscosité
- La production d'acide lactique
- Le pH

B. Etude bibliographique de la viscosité en Industrie Agro-alimentaire

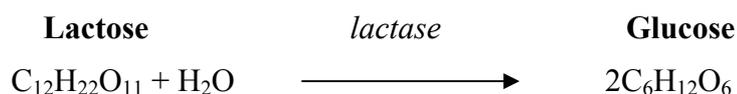
- Définition
- Principes théoriques
- Différents types d'appareil et applications

II. Etude cinétique de la fermentation lactique

A. Principe

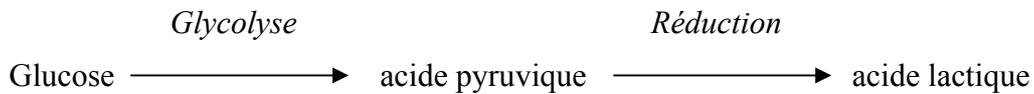
La fabrication du yaourt se fait en ensemencant le lait avec des bactéries, comme *Lactobacillus bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus*, qui fermentent, à partir du lactose (entre autres), et permettent d'acidifier le lait (production d'acide lactique par fermentation homolactique) et de développer les arômes. La conservation du lait est liée à ce phénomène, puisque le caillage correspond également à une fermentation par acidification, d'ailleurs utilisé pour certains yaourts.

Le principal sucre du lait est le lactose, or les bactéries lactiques présentes dans le yaourt possèdent une lactase qui hydrolyse le lactose selon la réaction suivante :



Puis le glucose est assimilé par les bactéries ce qui correspondra à la multiplication bactérienne.

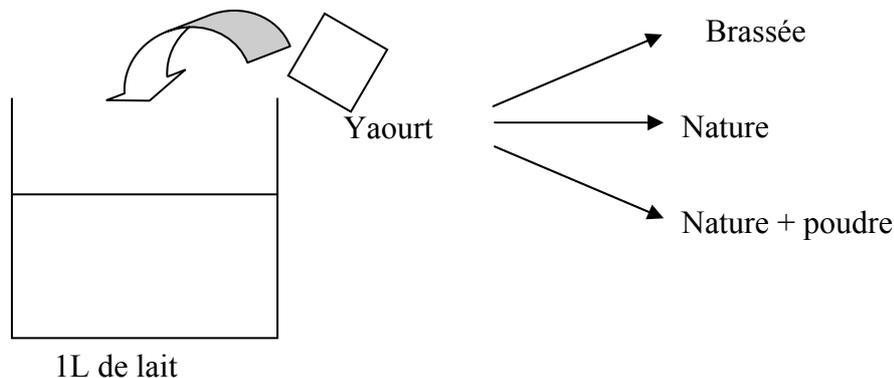
Le glucose est transformé en acide pyruvique par l'ensemble des réactions de la glycolyse. Enfin, l'acide pyruvique est transformé en acide lactique par réduction.



Au cours de la fermentation, en théorie, les bactéries se multiplient, produisent de l'acide lactique et ses composés aromatiques. Le lait s'acidifie par formation d'acide lactique ($pK_a = 3,8$) puis lorsque pH atteint 4,6 les caséines du lait précipitent ce qui entraîne la coagulation du lait entraînant une viscosité que nous allons étudier.

B. Mode opératoire

Préparation des trois échantillon différents : brassée, nature, nature + poudre



Puis on répartie chaque préparation dans 6 pots en verre que l'on recouvre de papier aluminium pour une mise à l'étuve à 42°C qui est la température optimale de croissance des bactéries lactiques.

Remarques : l'ensemencement avec la poudre permet d'apporter des substrats supplémentaires aux bactéries lactiques, nous allons pouvoir observer si l'apport de substrat à une influence sur la fabrication du yaourt (la prise en masse étant relative au trois paramètres étudiés).

C. Principe des mesures :

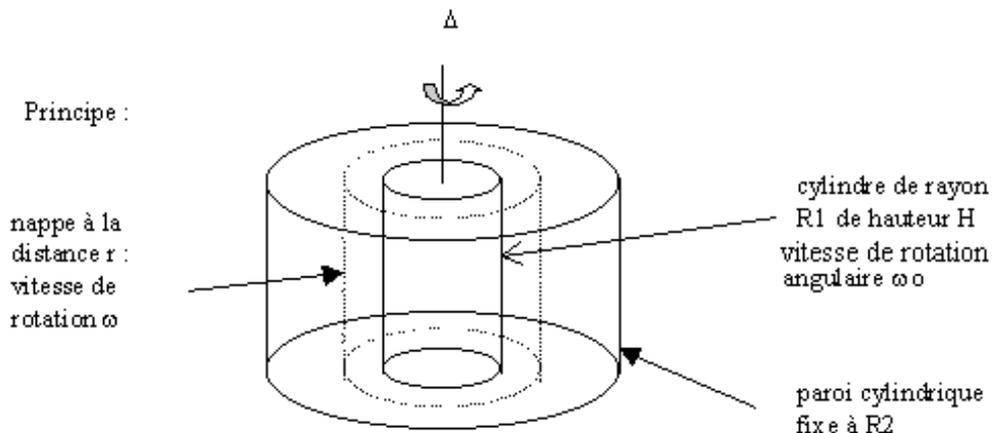
On prend une mesure au temps $t = 0$ puis quatre autres mesures espacées d'une heure ainsi on trace pour chaque préparation le pH, la production d'acide lactique, et la viscosimétrie en fonction du temps.

1. Mesures du pH :

C'est à l'aide d'un ph-mètre que les mesures seront effectuées préalablement étalonné avec des solutions tampons.

2. Mesures de la viscosité :

Les mesures de viscosité seront effectuées avec un rhéomètre à cylindre rotatif :



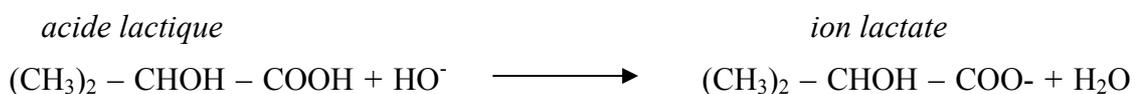
Un rhéomètre permet d'accéder à la connaissance de la contrainte de cisaillement et à la vitesse de déformation au sein d'un échantillon ceci grâce à d'autres grandeurs directement mesurables.

La lecture se fait en fonctions du godet utilisés et de la vitesse angulaire que l'on choisie, ceci nous donne un coefficient contenu dans l'abaque que l'on multiplie par la mesure que l'on lit sur le cadran. Si la mesure est hors norme on adapte la mesure avec un autre godet de dimensions différentes.

3. Mesures de l'acide lactique

Nous voulons étudier les conditions de la fermentation et son activité (plus ou moins efficace) : nous pourrons le constater en mesurant l'acidification du lait. La technique du dosage par une solution d'hydroxyde de sodium est très utilisée dans les laiteries.

L'expérience consiste en une réaction acido-basique entre d'une part, les produits de la fermentation, et d'autre part, l'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+ + \text{HO}^-$) (ou soude). Dans le cas d'une fermentation homolactique, avec production d'acide lactique, l'équation chimique du dosage sera :



Les ions sodium sont ici spectateurs, c'est-à-dire qu'ils ne prennent pas part à la réaction. Comme pour toute réaction acido-basique, nous sommes en présence d'un couple forme acide/forme basique : l'ion lactate est alors une base. Par conséquent, lorsque l'on verse de la soude (des ions HO^-), le pH du mélange augmente, tout en restant inférieur à 7 à cause de l'acide lactique encore présent. Pour neutraliser tout l'acide, il faut verser un volume de soude V , appelé volume à l'équivalence. Si l'on rajoute encore de la soude, le pH deviendra supérieur à 7. On pourra se rendre compte de ce dernier changement par l'indicateur coloré, la phénophtaléine (rose ou incolore), qui vire au rose pour un pH autour de 7.

Déterminons la concentration massique en acide lactique (tous les acides sont ramenés à leur quantité « équivalente » en acide lactique lors du dosage) :

V. Pour une solution d'hydroxyde de sodium : concentration C , volume à l'équivalence

Pour le lait testé : concentration c , concentration massique c_0 , volume v_0 .

Acide lactique de masse molaire M .

(Concentrations en mol.L^{-1} , concentrations massiques en g.L^{-1} , volume en mL, masse molaire en g.mol^{-1})

A l'équivalence : $n \text{ Ac. Lactique} = n \text{ HO}^-$ Relations entre concentrations $c = \frac{c_0}{M}$

D'où $\frac{c_0}{M} \cdot v_0 = C \cdot V$ On trouve alors $c_0 = \frac{C \cdot V \cdot M}{v_0}$

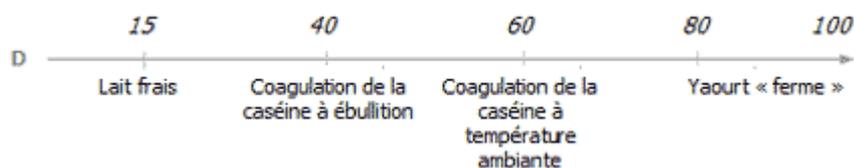
Maintenant, ajustons les paramètres pour que la valeur du volume à l'équivalence (en mL, par convenance, les volumes se simplifiant) nous donne celle de la concentration massique. Avec $M = 90 \text{ g.mol}^{-1}$, le rapport de C/v_0 doit donc être de $1/90$.

Nous choisissons alors une soude de concentration $C=1/9 \text{ mol.L}^{-1}$ (soit $M/9$) et un volume d'échantillon de $v_0 = 10 \text{ mL}$. Ainsi 1 mL de solution de soude correspond à 0,01 g d'acide lactique.

Remarque : Dans l'industrie laitière, l'acidité du lait s'exprime en équivalent d'acide lactique. Le degré DORNIC ($^{\circ}\text{D}$) correspond à 0,1 g d'acide lactique par litre de lait. Pour le dosage, on utilise alors la soude dit « Dornic » : NaOH N/9 et l'acidité du lait en $^{\circ}\text{D}$ correspond alors à la chute de burette en ml x 10.

L'acidité Dornic d'un lait frais doit être inférieure à 18°D . Celle d'un yaourt doit être supérieure à 80°D .

Le degré Dornic caractérise l'acidification du lait et permet de le placer sur une échelle. Il est donné par : $D = 10 c_0 = 10 V$ (dans ce cas très précis).

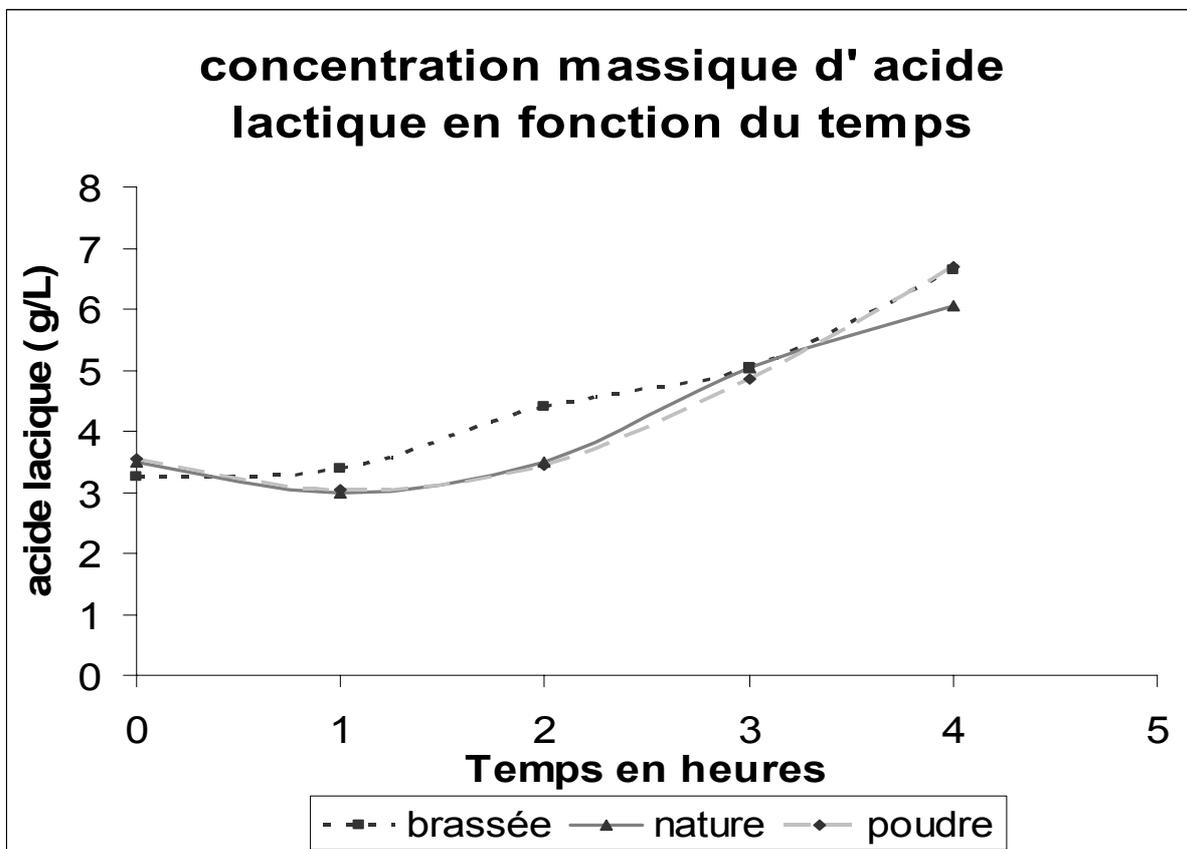
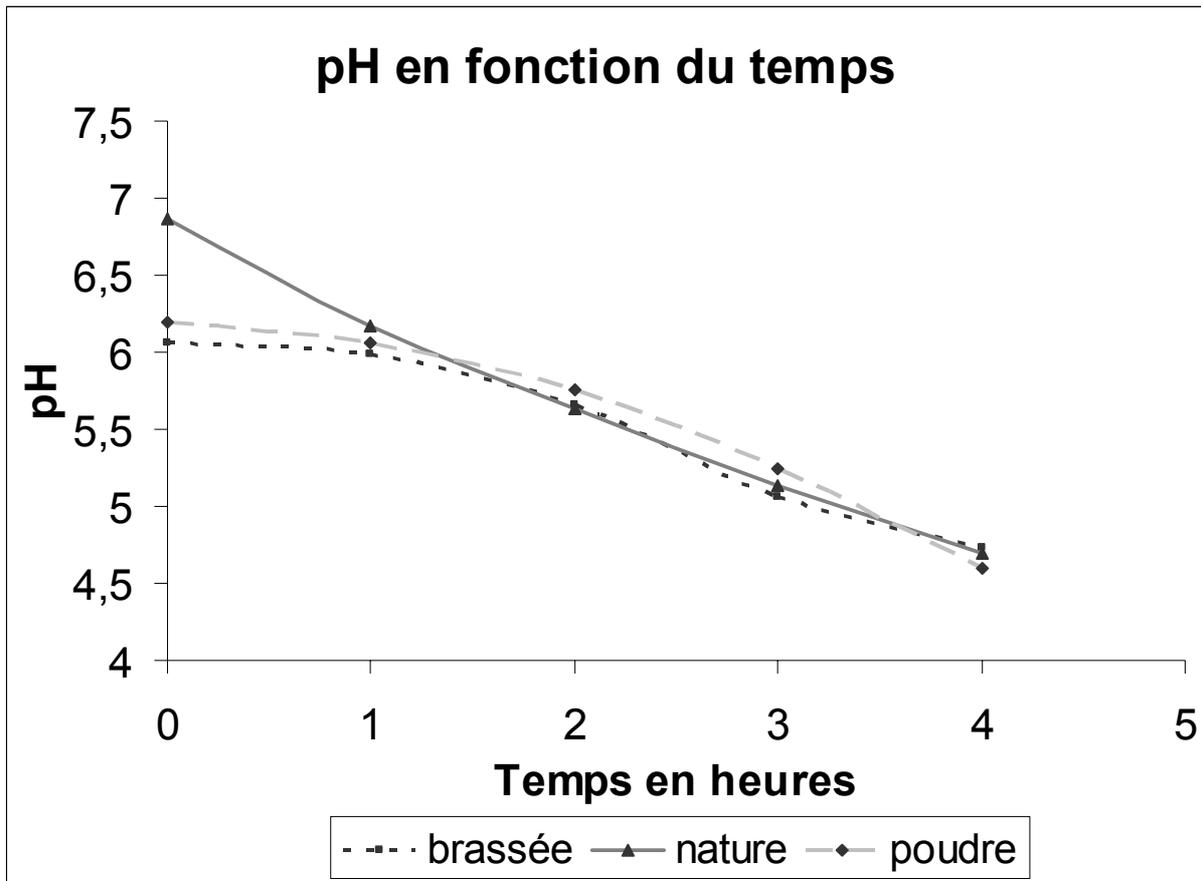


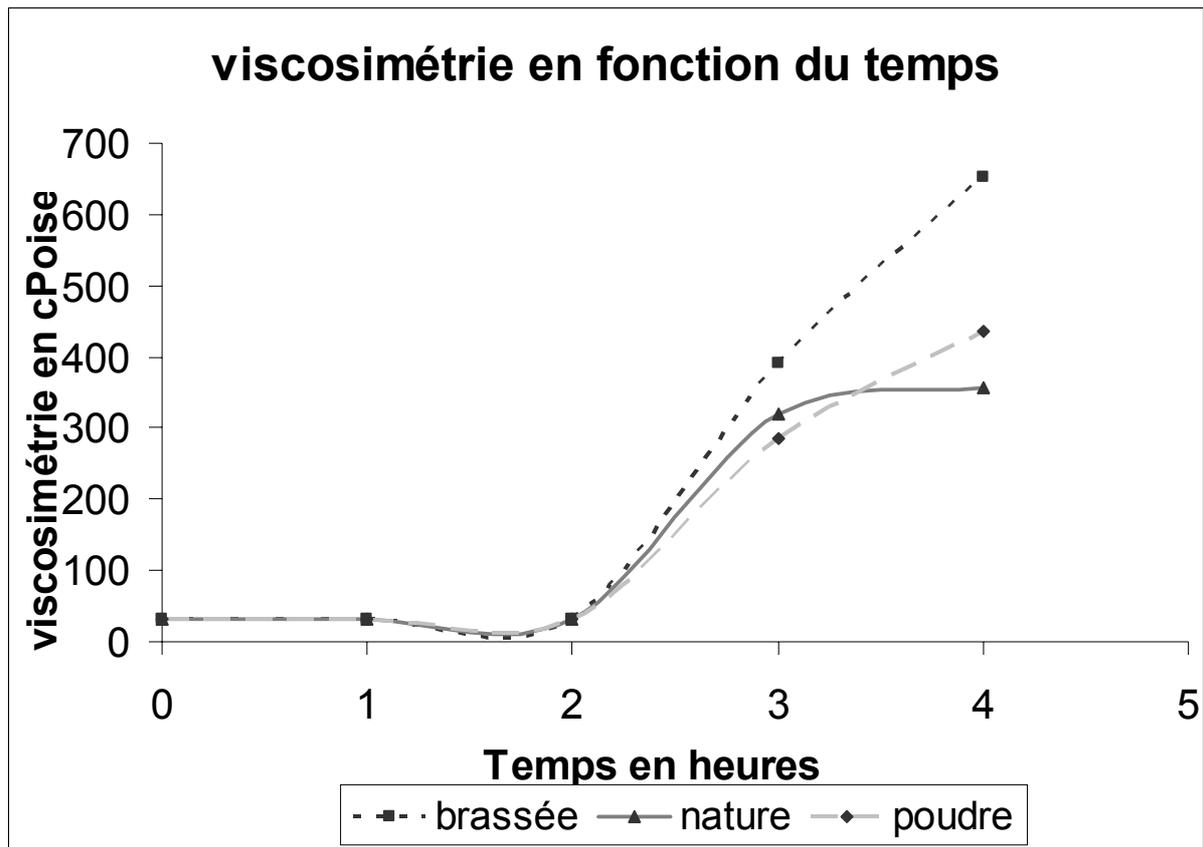
D. Résultats :

1. Tableau de mesures

temps en heures	ph			V NaOH en mL			viscosimétrie en cPoise		
	brassée	nature	poudre	brassée	nature	poudre	brassée	nature	poudre
0	6,06	6,87	6,2	3,25	3,5	3,55	30,74	30,74	30,74
1	5,99	6,17	6,06	3,4	3	3,05	30,74	30,74	30,74
2	5,66	5,64	5,76	4,4	3,5	3,45	30,74	30,74	30,74
3	5,06	5,13	5,24	5,05	5,05	4,85	392,04	320,76	285,12
4	4,73	4,69	4,6	6,65	6,05	6,7	653,4	356,4	436,6

2. Courbes résultantes :





E. Interprétation des résultats obtenus :

1. Observation et interprétation à l'instant $t = 0$:

On remarque que le pH de chaque préparation est inférieur à 7 ce qui est dû à l'acidité naturelle du lait.

On appelle l'acidité naturelle du lait, l'acidité que possède le lait à l'état frais. Lors d'un développement bactérien, on assiste à une transformation du lactose en acide lactique. On parle alors d'acidité développée.

L'acidité naturelle du lait est due aux acides organiques (dont l'acide lactique), à la caséine, aux phosphates et autres sels minéraux. L'acidité développée jusqu'à un pH 4,6 (70°D) permet la coagulation à froid de la caséine (caillage du lait), recherchée dans la fabrication des yaourts ou des fromages.

2. Observation et interprétation à l'instant $t = 2$

Le pH est d'environ 5,5 et on observe une accélération de la production d'acide lactique et une viscosité qui augmente dû au début de précipitation des caséines.

Nous avons donc une phase de latence de deux heures qui correspond bien à celle des bactéries lactiques avant la phase exponentielle de croissance

3. Observation et interprétation à l'instant $t = 3$

Le pH est inférieur à 5 pour les 3 préparations, et la concentration d'acide lactique dépasse les 5g/L, C'est la précipitation de toutes les caséines du lait qui entraîne une viscosité très importante, la prise en masse du yaourt commence. Cela correspond à la phase exponentielle de croissance des bactéries lactiques

4. Observation et interprétation à l'instant $t = 4$

La concentration d'acide lactique approche les 7g/L, la viscosité atteignant 400 centipoise au minimum pour le « nature » et plus de 700 pour le « brassée », on peut considérer que les yaourts sont fermes. Les bactéries sont alors dans leur phase de croissance linéaire.

5. Influence de substrats supplémentaires avec la poudre de lait

Alors que pour le « nature » la viscosité se stabilise et la production d'acide lactique est plus faible, la viscosité et la production d'acide lactique du « nature + poudre » continuent de croître donc l'ajout de substrat contribue à une croissance de bactérie plus importante et donc au final une viscosité plus importante.

III. Etude bibliographique de la viscosité :

A. Définition :

La viscosité définit la résistance d'un liquide à l'écoulement uniforme et sans turbulence.

B. Principe théorique :

Lorsque deux couches voisines de fluides ont des vitesses différentes, la plus rapide tend à entraîner la plus lente, et inversement la plus lente freine la plus rapide. Cet effet est d'autant plus grand que le fluide a une grande « viscosité ».

Comme la pression, la viscosité mesure la force exercée par une partie du fluide sur une autre à travers une surface S , mais cette fois il s'agit d'une composante de la force parallèle à la surface. La viscosité η est définie comme le rapport :

$$\eta = \text{force par unité de surface} / \text{variation de vitesse par unité de longueur}$$

La viscosité est exprimée en poises.

C. Différentes appareillages mesurant la viscosité :

- Le viscosimètre Brookfield :

Le viscosimètre Brookfield détermine la viscosité d'un fluide à partir de la déformation exercée sur un ressort créé par la rotation d'un disque dans ce fluide. La plage de mesure du viscosimètre est déterminée par la vitesse de rotation du disque, la dimension et la forme du disque, le contenant dans lequel le disque tourne et le couple du ressort.

- Le viscosimètre à chute de bille :

L'appareil se compose d'une cuve à eau où se trouvent plongés deux tubes remplis du liquide dont on veut connaître la viscosité. L'eau sert à régler la température des liquides. Afin de maintenir une température homogène, le mouvement de l'eau est constamment entretenu par une pompe. Pour augmenter la température le bain-marie dispose d'un chauffage interne. Pour baisser la température, l'appareil dispose d'un circuit de refroidissement à l'eau courante. La démarche à suivre pour déterminer η consiste à abandonner une bille de faible taille ($\varnothing = 2 \text{ mm} \pm 0.01 \text{ mm}$) dans le liquide et de mesurer v , où v désigne la vitesse quand l'accélération est nulle (vitesse constante)

Connaissant le volume de la bille et la densité du fluide on peut calculer la force de traînée. En effet si la vitesse de chute est constante on a que l'accélération est nulle. La connaissance de la force de traînée nous permet de déduire¹¹. Ici on étudie alors la viscosimétrie cinématique.

Tout calcul fait on trouve :

$$\eta = \frac{m_{\text{bille}} g - \rho_{\text{fluide}} \left(\frac{4}{3} \pi R^3 \right) g}{6 \pi R} \cdot \frac{\Delta t}{d}$$

- Le viscosimètre capillaire

Un écoulement de Poiseuille (écoulement laminaire permanent d'un fluide incompressible) dans une conduite de section circulaire et d'axe horizontal permet de déterminer la viscosité dynamique de liquides, c'est-à-dire leur résistance à l'écoulement. En effet pour un tel écoulement, le débit du fluide et la perte de charge dans la conduite sont proportionnels, le coefficient de proportionnalité ne dépendant que des dimensions de la conduite et de la viscosité dynamique du fluide.

D. Application en Industrie Agroalimentaire

Les principes de la viscosité sont utilisés pour les yaourts mais aussi pour les confiseries, par exemple.

Pour les yaourts, la texture et l'onctuosité constituent, pour le consommateur, d'importants éléments d'appréciation de la qualité du yaourt.

Certaines souches bactériennes produisent, à partir du glucose, des polysaccharides qui, en formant des filaments, limitent l'altération du gel par les traitements mécaniques et contribuent à la viscosité du yaourt.

En confiserie, il s'agit d'un domaine d'application privilégié de la gélatine.

Par exemples pour les gommages, la gélatine utilisée doit être acide, c'est à dire avec un degré de viscosité plus adapté.

Pour les gommages souples, on retiendra les mêmes caractéristiques et la texture sera modifiée par rapport aux gommages classiques (plus fermes) par des teneurs en eau et en acide plus élevées.

Pour les pâtes à mâcher, la gélatine permet, ici de définir la masticabilité de la pâte à mâcher selon la concentration et le type de gélatine qui varie selon la ténacité désirée pour la confiserie.

Les pectines gélifiant à des pH bas et à des teneurs en matière sèche élevées sont utilisées depuis longtemps en confiserie mais aussi pour les margarines où les pectines peuvent substituer les gélatines.

Le principe de viscosité est aussi utilisé pour les desserts gélifiés et pour les crèmes glacées.

IV. Conclusion :

Ce Tp nous a permis d'étudier la fermentation homolactique d'un laitensemencée à partir de trois yaourts différents. Nous avons pu constater dans un premier temps que chaque phase correspondait aux métabolismes des bactéries lactiques et dans un deuxième temps nous

avons pu constater que l'ajout de poudre contribue à apporter des substrat supplémentaire et donc à une croissance bactérienne plus longue. Nous aussi emmètre une remarque quant à la viscosité plus importante chez le « brassée » mais qui, n'oublions pas, subit une étape technologique de brassage après la fermentation qui lui procure sa viscosité plus faible qu'un yaourt normal dans le commerce. Ce Tp nous a permis aussi de se familiariser avec la notion viscosité à travers notamment l'étude bibliographique.