

Contribution à l'étude du comportement thermique de l'amidon



Par

Paul MALUMBA K.

Introduction

- ◆ Les granules d'amidons natifs sont insolubles dans l'eau à température ambiante.
- ◆ Chauffés en milieu aqueux, ces granules **gonflent**, induisent une augmentation de la **viscosité** et la formation d'un gel au refroidissement.
- ◆ Ces modifications sont à la base de l'utilisation des amidons comme **agents de texture**.

Introduction

- ◆ Les **propriétés** des Suspensions Aqueuses d'Amidon (SAA) dépendent de leur **granulométrie**.
- ◆ Dans la littérature scientifique disponible, rares sont les travaux qui ont traité de **l'évolution** de la granulométrie des SAA soumises aux **traitements thermiques** en milieu aqueux.
- ◆ Il apparaît important d'être en mesure de **prévoir** l'évolution de la granulométrie des SAA en fonction des **traitements thermiques** qu'elles subissent.

Objectifs

◆ Le présent travail vise à :

1. montrer dans quelle mesure les caractéristiques granulométriques des SAA natif dépendent des traitements thermiques auxquels elles sont soumises;
 - **étudier l'évolution** de la taille des granules au cours de chauffages;
 - **rechercher les paramètres** principaux influençant la taille des granules soumis aux traitements thermiques en milieu aqueux;
 - **déterminer l'effet** de ces paramètres sur la taille des SAA
2. proposer une approche de prévision du gonflement des amidons soumis aux traitements iso thermiques.
 - **développer une méthode** de prévision du gonflement basée sur les lois de diffusion de masse.
 - **Présenter les mécanismes** de mise en œuvre de cette méthode



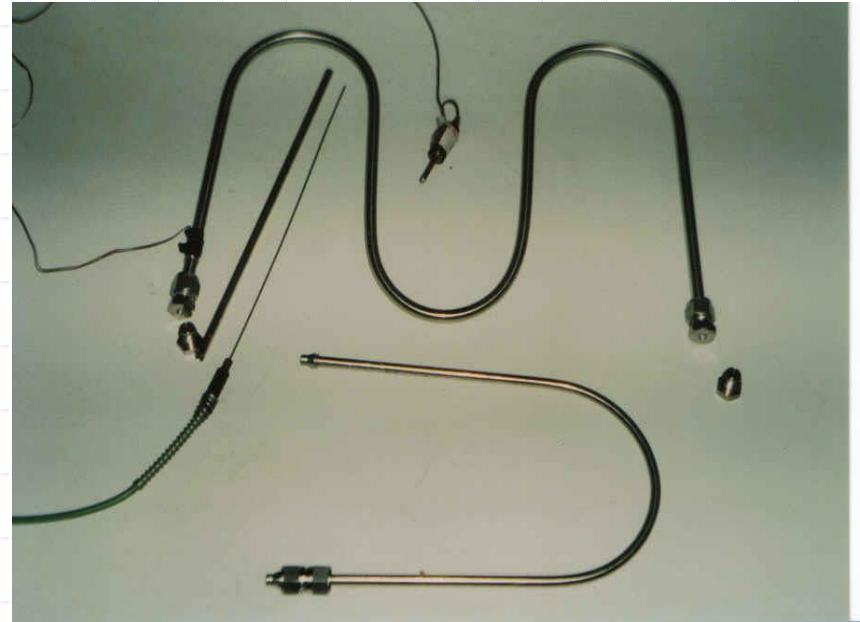
Matériel et méthodes

Matériel et méthodes

- ◆ Les données granulométriques de ce travail concernent les SAA de blé (Meritena 200), préparées à une concentration d'environ 2%.
- ◆ Deux grandes catégories de traitements des amidons en milieu aqueux ont été effectuées.
 - Les **traitements «iso thermiques»** réalisés à température constante.
 - Les **traitements «non iso thermiques»** pendant lesquels l'échantillon est soumis à un accroissement permanent de la température.

Traitements des SAA en capillaires

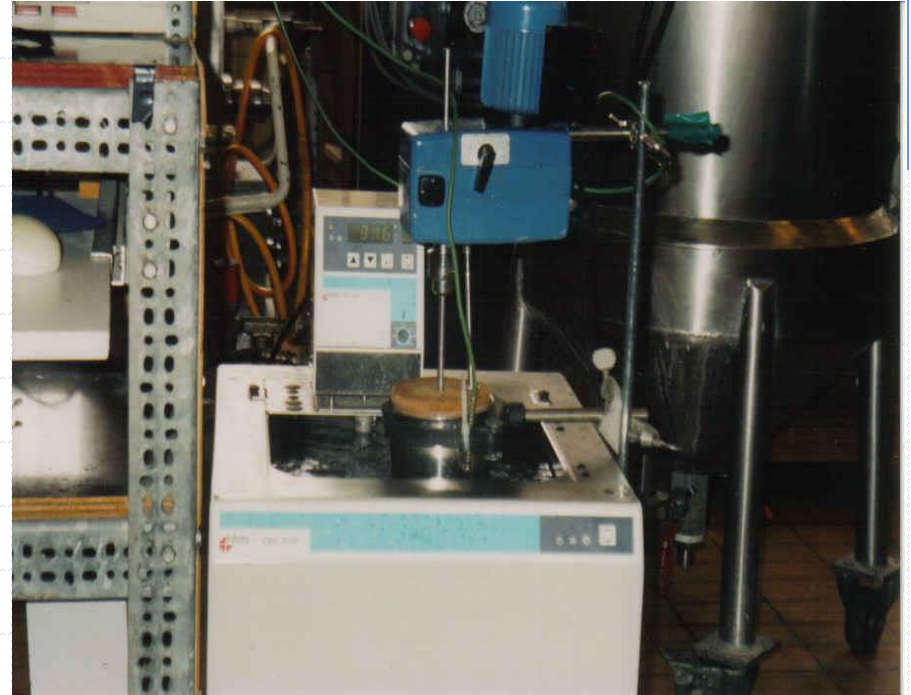
Les capillaires en acier inoxydable d'environ 30 ml de capacité ont été utilisés



- ◆ Turhan et *al.* (2002) ont étudié la gélatinisation en mode **iso thermique** dans les **capillaires** par ACD.
- ◆ Une évaluation du caractère iso thermique des traitements en capillaire a été effectuée.

Traitement des amidons par dispersion directe

Le système mis au point est constitué d'un **berlin** placé dans un bain, d'un **système d'agitation** et d'un **système de mesure des températures**



- ◆ Les données obtenues par cette voie de traitements thermique ont été utilisées pour la modélisation du gonflement des granules d'amidon

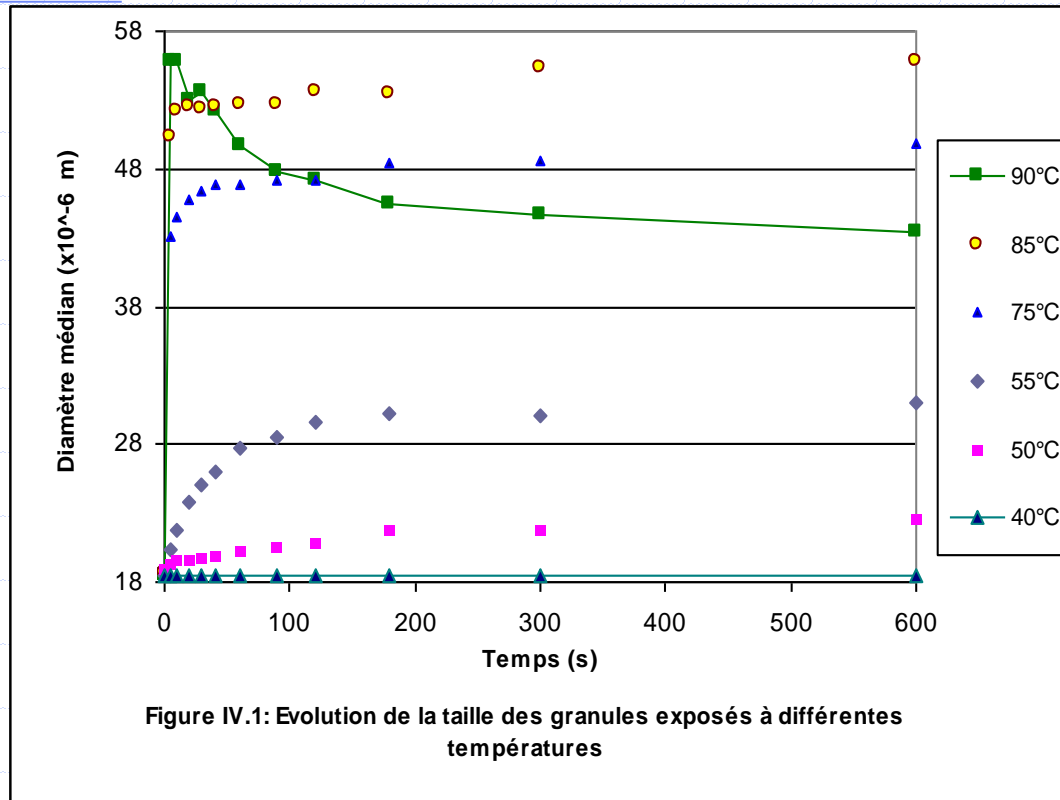
Méthode d'acquisition des données

- ◆ Le suivi de l'évolution thermique dans le deux cas est assuré par des **thermocouples** reliés à un interface digital de conversion des différences de potentiels en degré Celsius (°C) de marque **Ellab TM 96/6**
- ◆ La lecture de la distribution granulométrique des SAA est effectuée à l'aide d'un **granulomètre à Laser** Malvern Instrument, UK doté d'un logiciel **Matstersizer 2000**.
- ◆ Les granules d'amidon ont été analysés au microscope optique à haute résolution **Nikon Eclipse E 400**, à l'aide d'un objectif 20x.



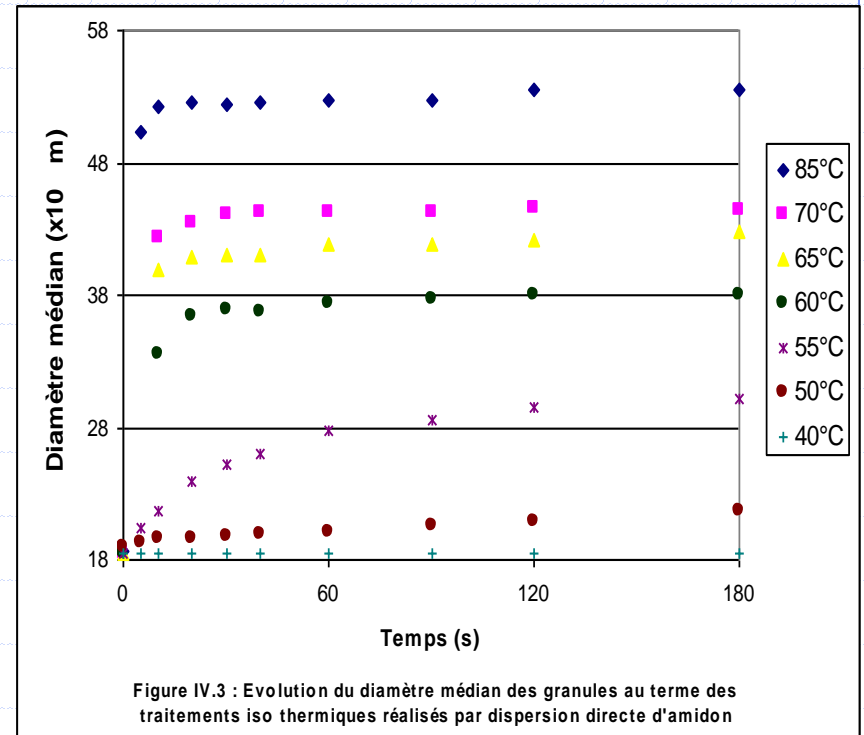
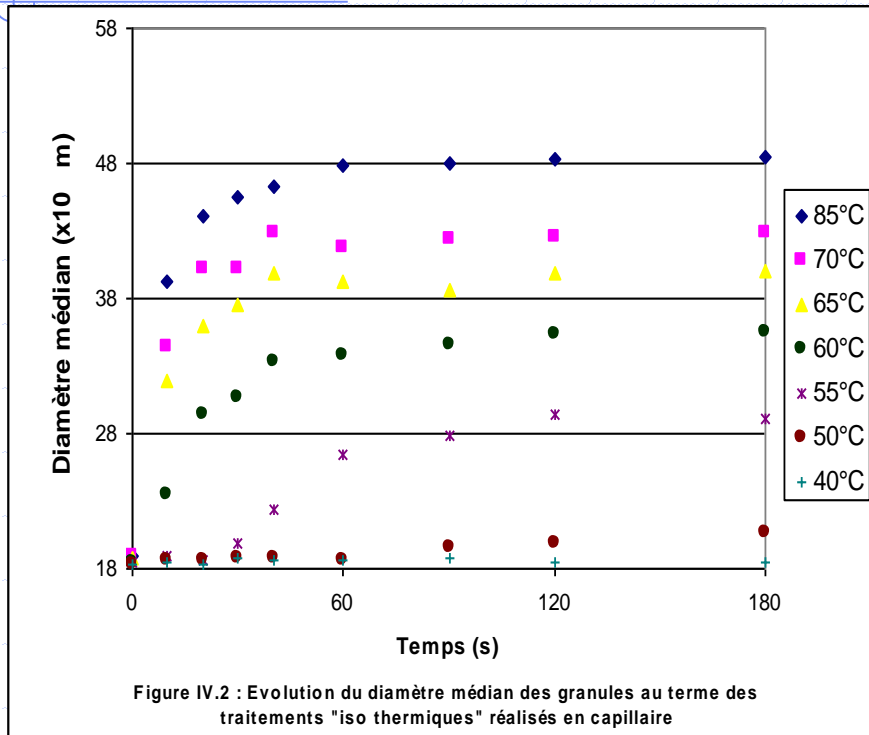
Résultats expérimentaux

Limites des températures du gonflement



- ◆ le gonflement ne semble apparaître qu'aux $T \geq 50^\circ\text{C}$.
- ◆ A 90°C , l'éclatement des granules apparaît rapidement.
- ◆ Les limites de gonflement sont fixées entre 50 et 85°C .

Résultat de deux protocoles de traitement «iso thermiques»



- ◆ L'évolution de la taille des granules très rapide au départ, ralentit pour tendre une «limite thermique de gonflement»
- ◆ La taille atteinte par les granules traités en capillaire est nettement inférieure à celle des granules traités par DD (3 hypothèses)

Caractère «iso thermique» des traitements des amidons en capillaires ?

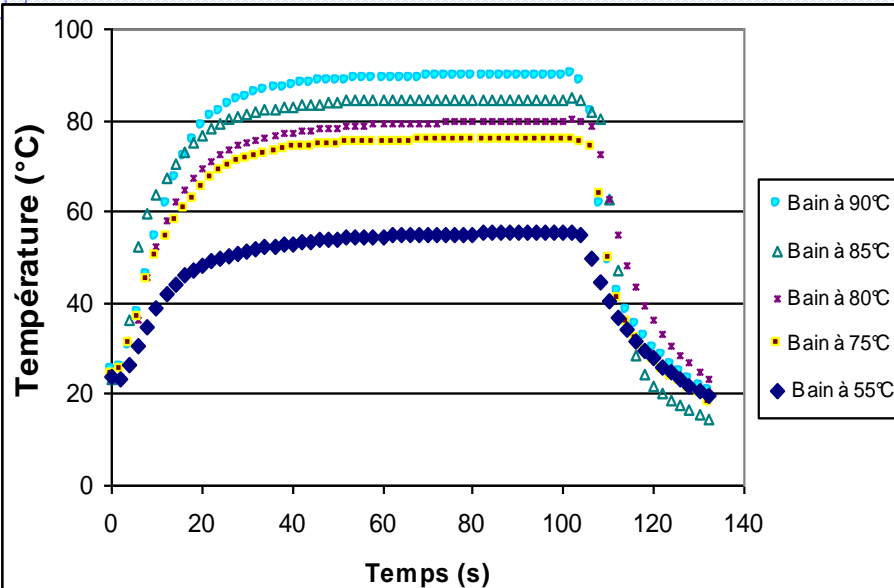


Figure IV.4 : Températures au centre des capillaires en fonction du temps

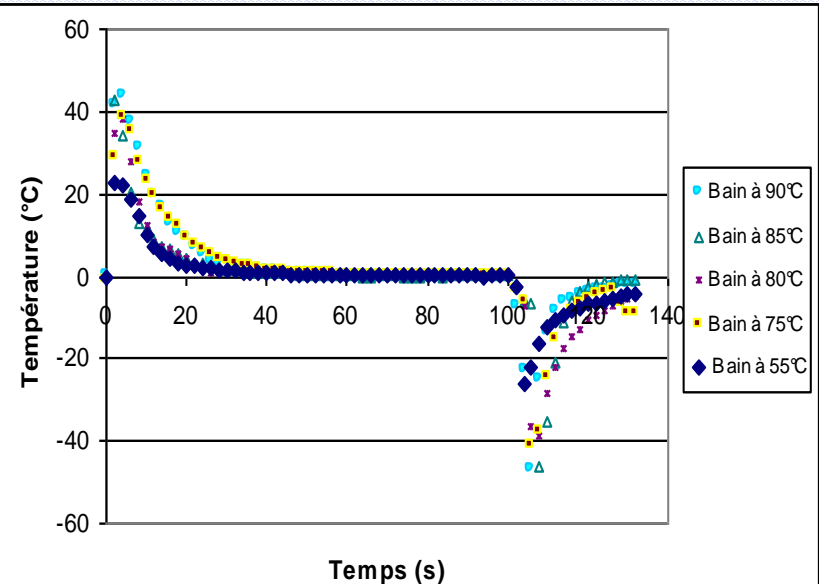
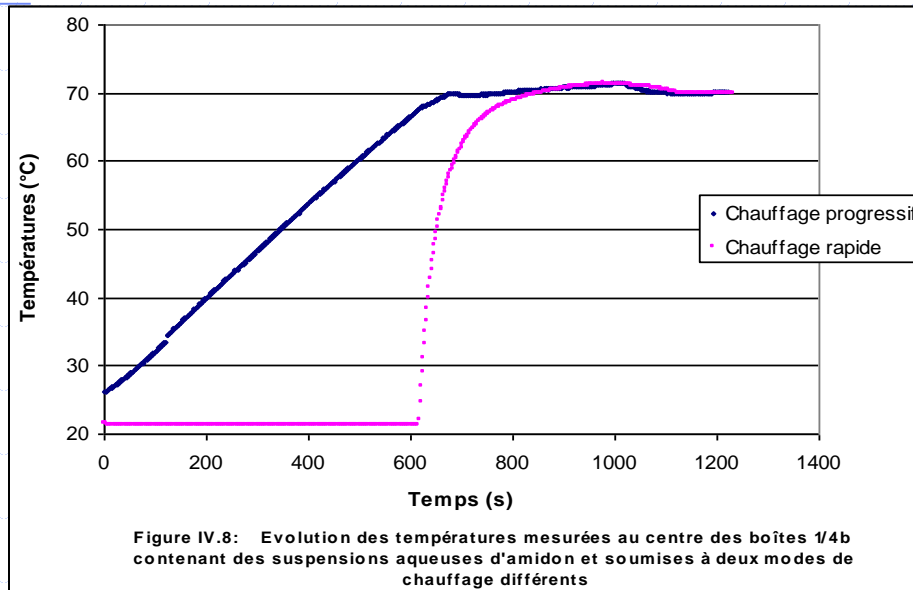


Figure IV.5: Retard des températures au centre comparativement aux températures mesurées à la surface des capillaires

◆ Une **inertie thermique** a lieu aussi bien en phase de chauffage qu'au refroidissement.

Effet de la vitesse de chauffage et de la pression ?



Temps (minutes)	Conditionnement	Températures	Diamètre médian (x10 ⁻⁶ m)	
			0	10
Chauffage rapide	Capillaires clos	70°C	19,06	44,88
Chauffage rapide	Capillaires ouverts	70°C	19,06	42,25
Chauffage progressif	Capillaires clos	70°C	30,54	32,36
Chauffage progressif	capillaires ouverts	70°C	31,67	32,37

Evolution granulométrique des SAA en fonction de la température

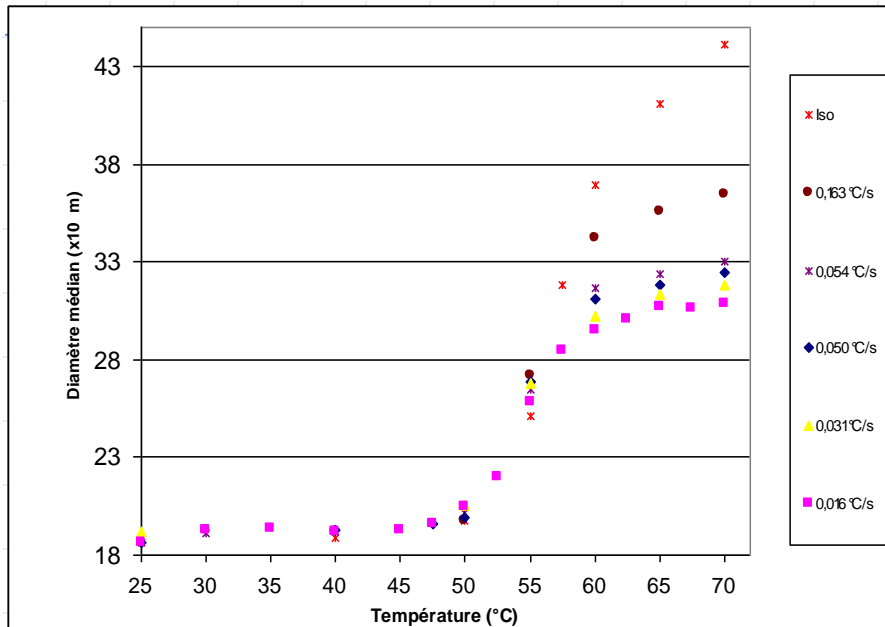
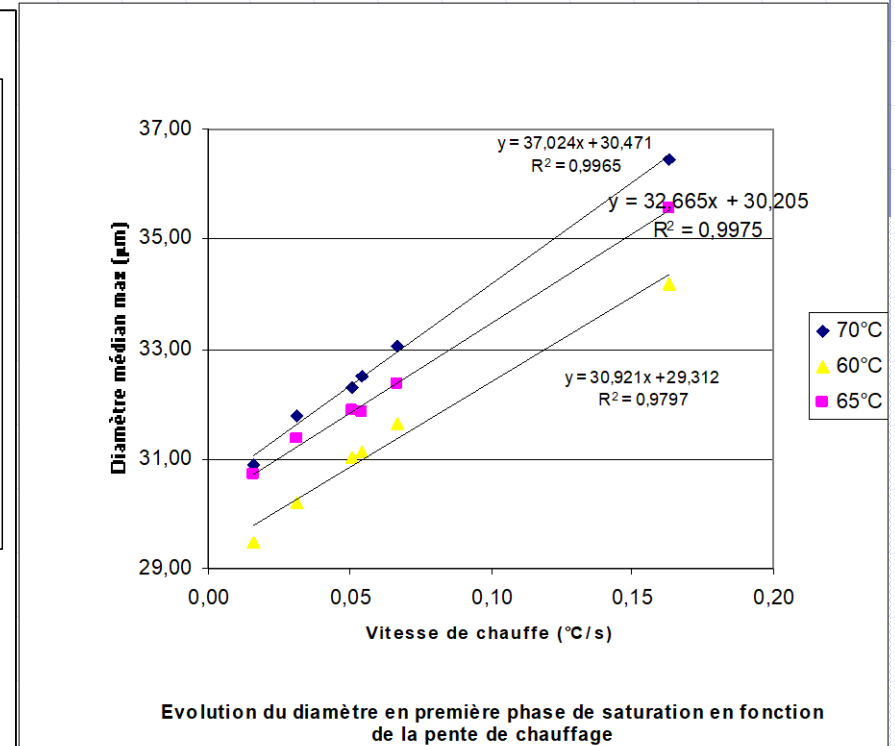


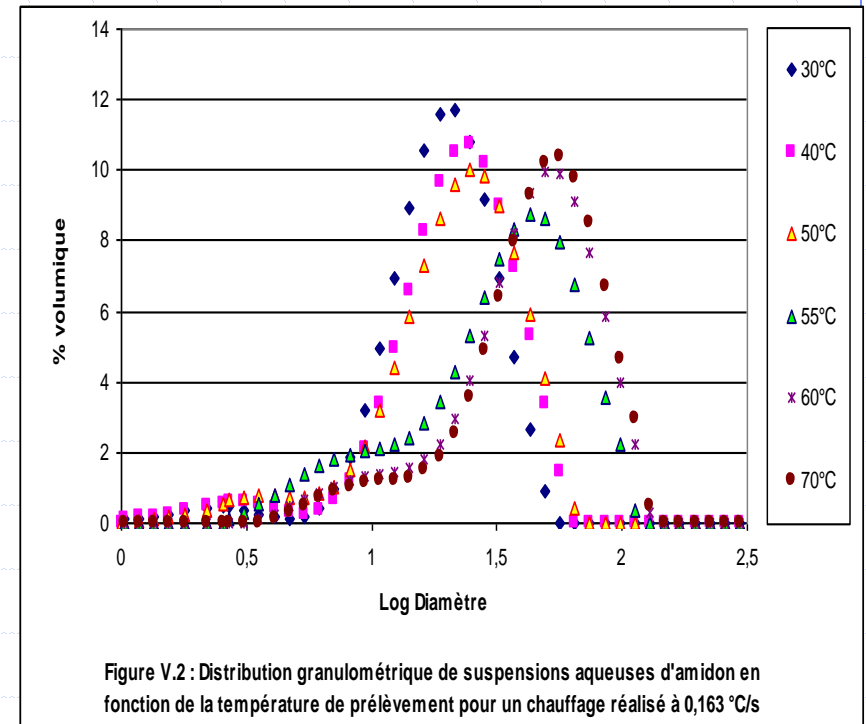
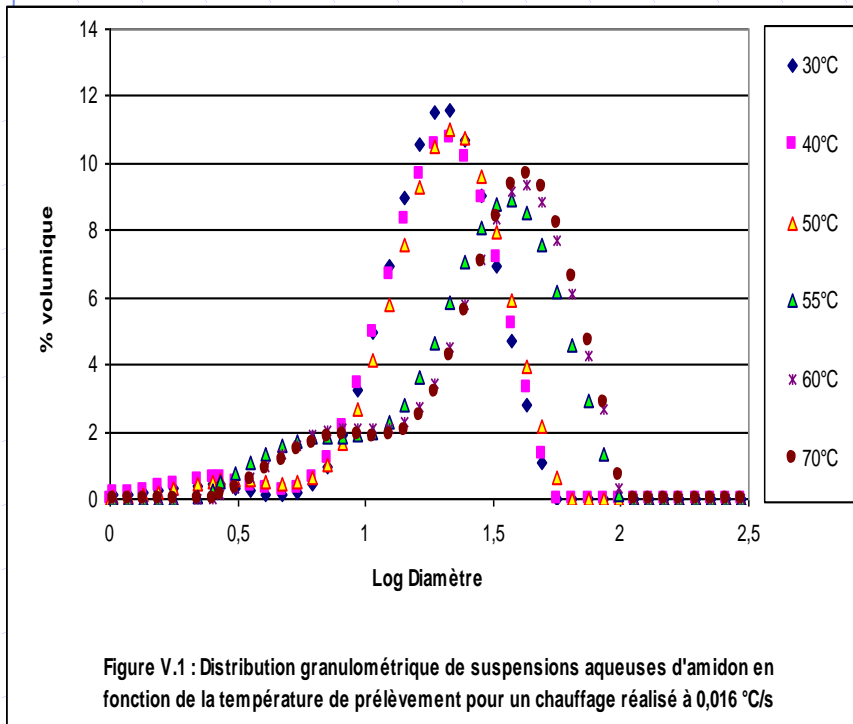
Figure IV.10 : Evolution des diamètres médians des suspensions aqueuses de granule d'amidon en fonction de la température au terme des traitements thermiques réalisés à différentes vitesses de chauffage



Evolution du diamètre en première phase de saturation en fonction de la pente de chauffage

- ◆ le gonflement suit une évolution sigmoïdale en fonction de la température
- ◆ Le diamètre médian maximal est linéairement dépendant de la vitesse de chauffe

Distribution granulométrique globale en fonction de la température





Modélisation du processus de gonflement en mode iso thermique

Modélisation Par l'approche diffusionnelle

◆ Le gonflement peut être approché en le considérant comme **effet de la diffusion d'eau** dans les granules.

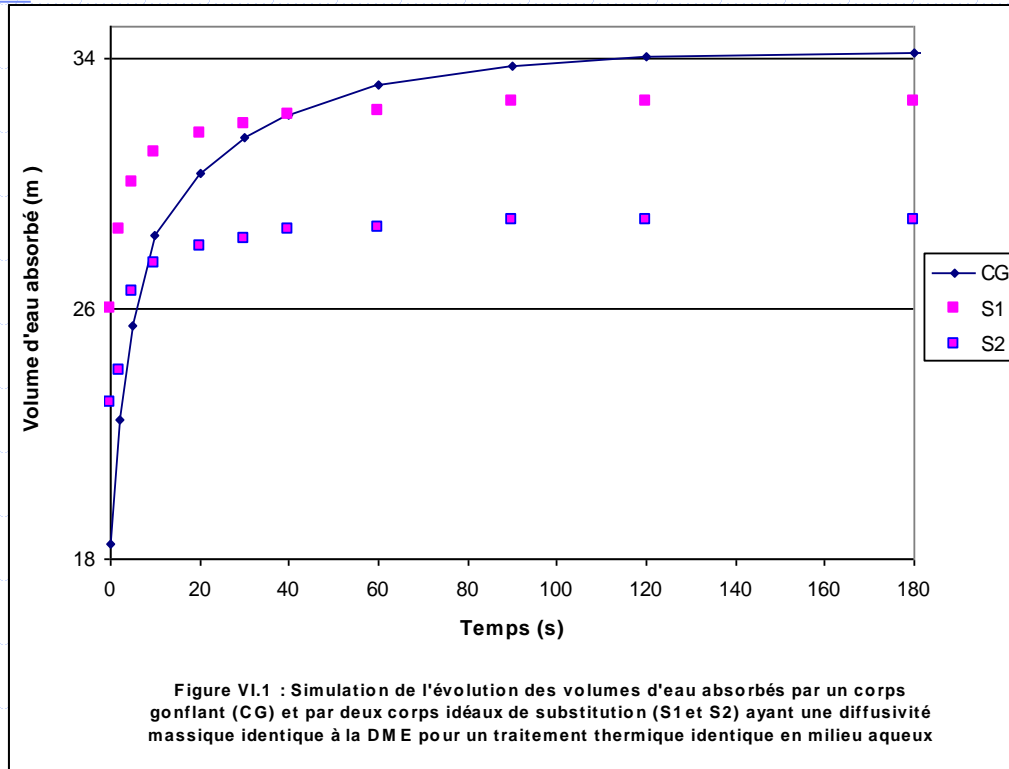
◆ La diffusion dans ce peut être régie par la **seconde loi de Fick** :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_s \left(\frac{\partial^2 C}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial C}{\partial r} \right)$$

◆ Dont la solution la plus commode est donnée par la **solution de Crank (1956)**:

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp\left(\frac{-D_s n^2 \pi^2 t}{R_s^2}\right)$$

Concept de diffusivité massique équivalente



◆ Mathématiquement la DME permet de satisfaire à l'équation

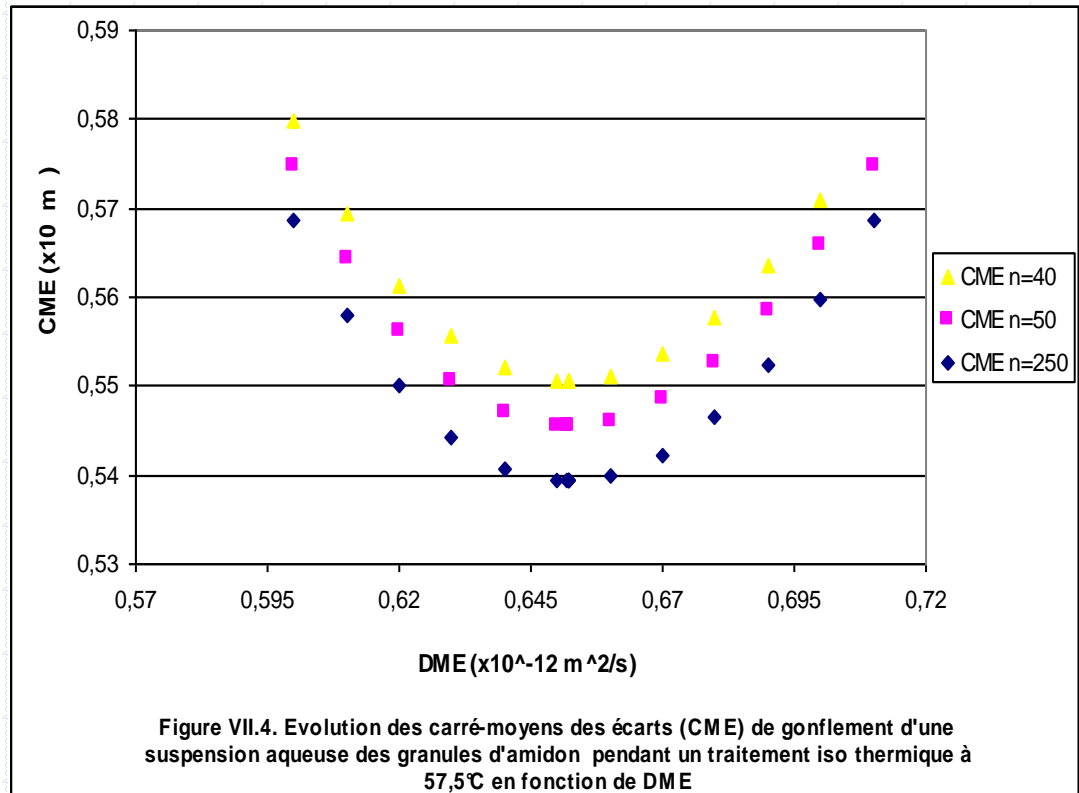
$$\frac{Di_t^3 - Di_0^3}{Di_\infty^3 - Di_0^3} = 1 - \frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp\left(\frac{-DMEn^2\pi^2t}{Ri_e^2}\right)$$

Recherche de la DME optimale

- ◆ L'identification de la DME optimale a été effectuée par minimisation des carrés moyens des écarts a été développée

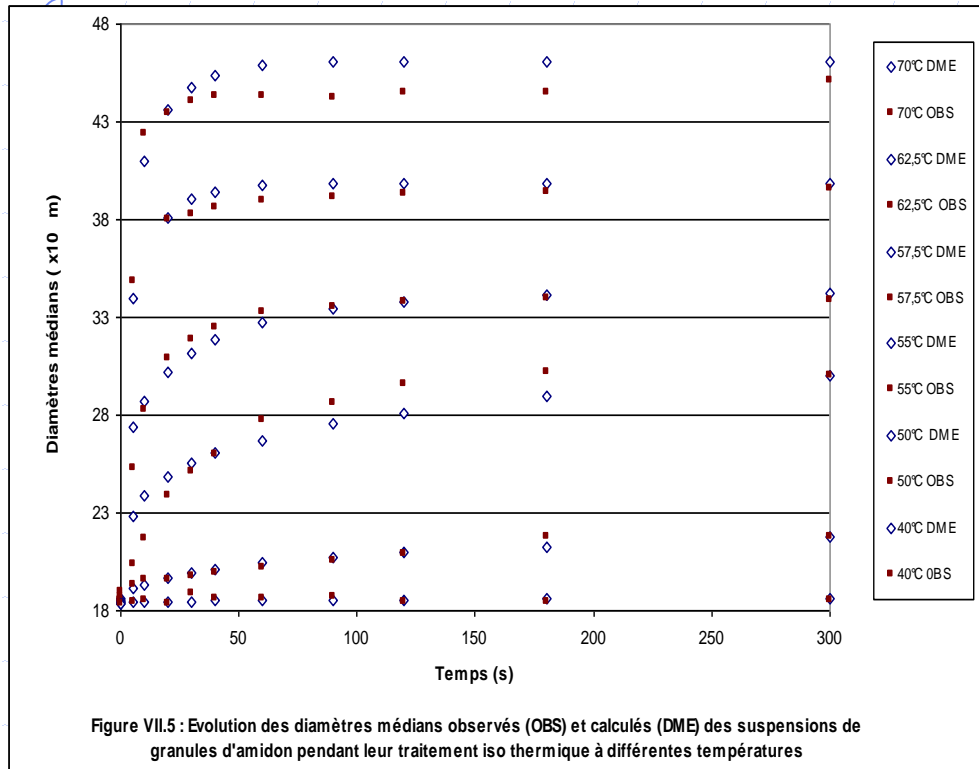
$$\frac{Di_t^3 - Di_0^3}{Di_\infty^3 - Di_0^3} = 1 - \frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp\left(\frac{-DME n^2 \pi^2 t}{Ri_e^2}\right)$$

$$S_{Di}^2 = \frac{1}{n} \sum [Di_t - Di_t(xi)]^2$$



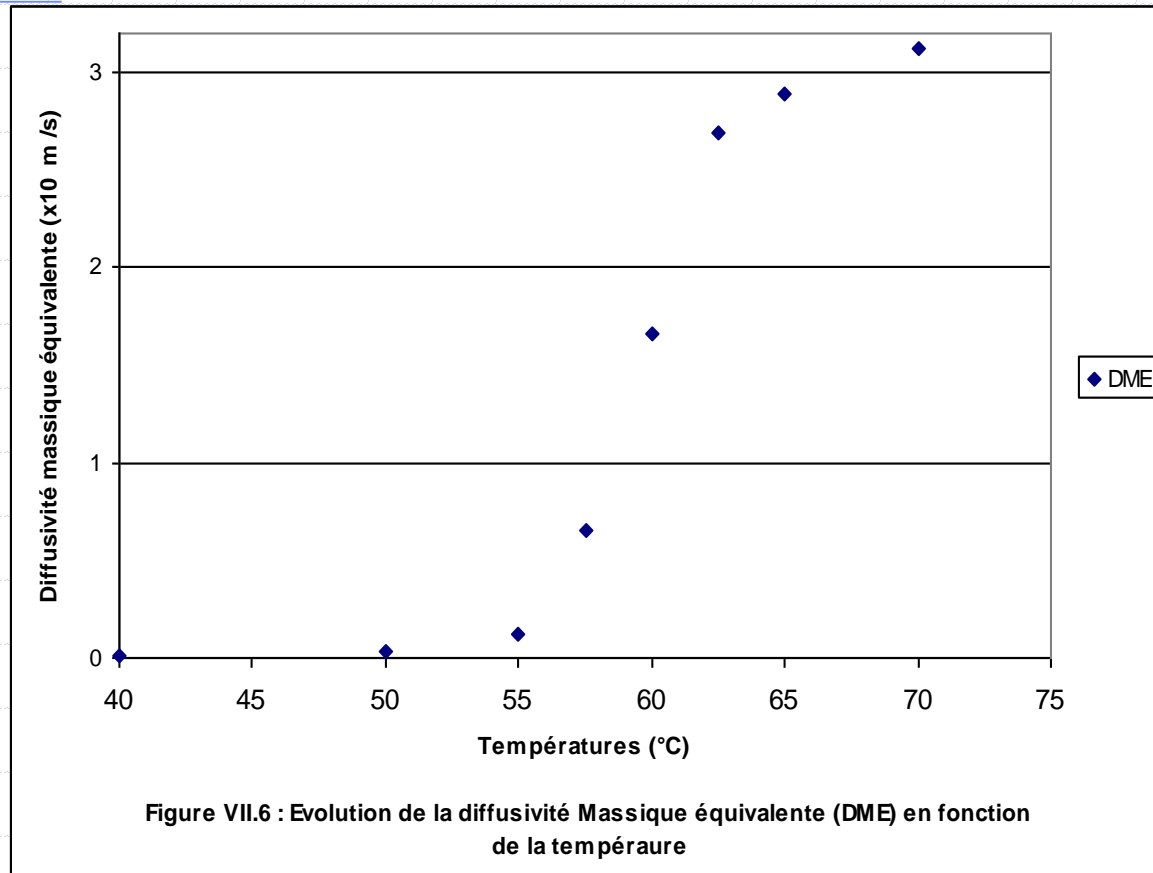
Résultats de la prévision :

diamètres médians observés et calculés



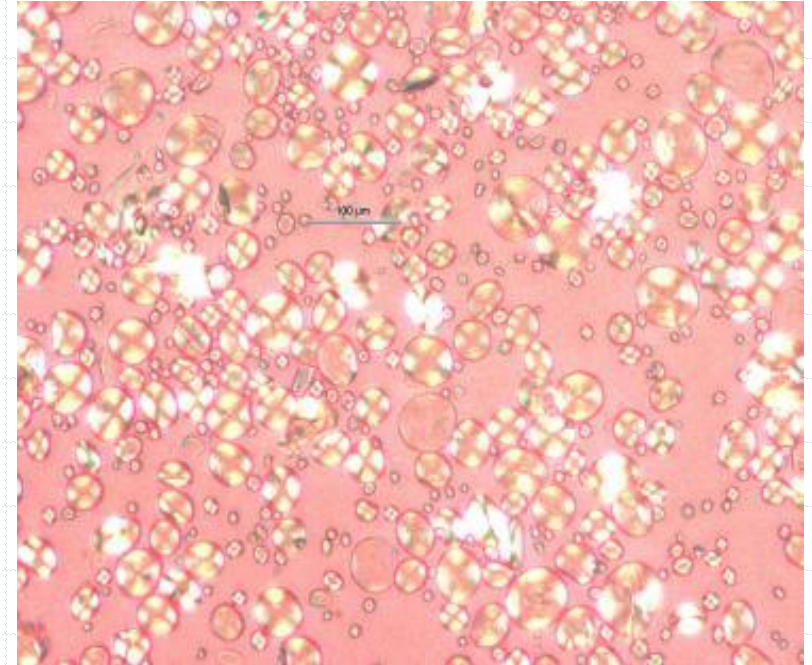
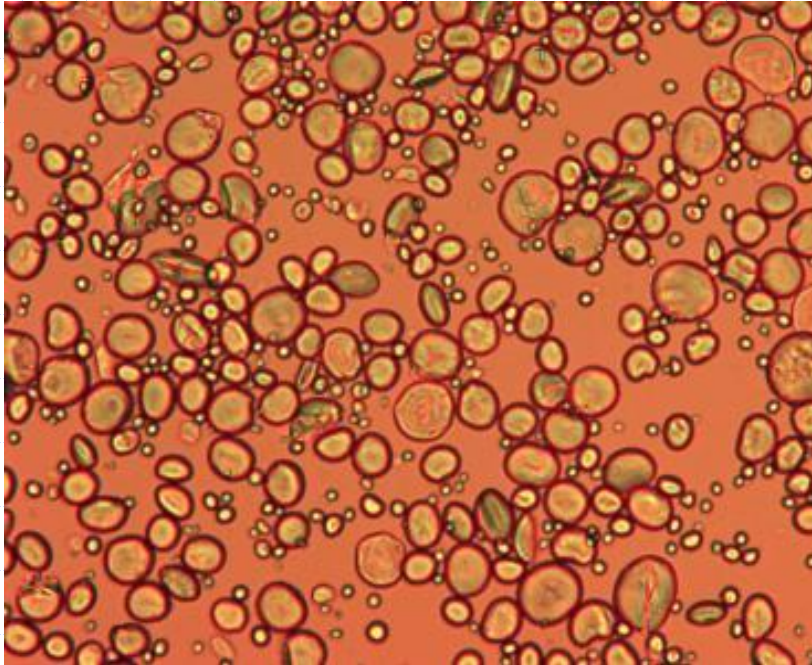
TEMPERATURE (°C)	DME ($\times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$)	CME ($\times 10^{-12} \text{ m}^2$)	R ²
70,0	3,1248577	1,4255938	0,986
65,0	2,8897877	0,7779581	0,988
62,5	2,6951837	0,3806885	0,995
60,0	1,6607151	0,1931553	0,995
57,5	0,6521863	0,1276738	0,974
55,0	0,1162862	1,4682775	0,930
50,0	0,0313750	0,0811152	0,943
40,0	0,0116207	0,0222314	0,090

Evolution de DME en fonction de la température



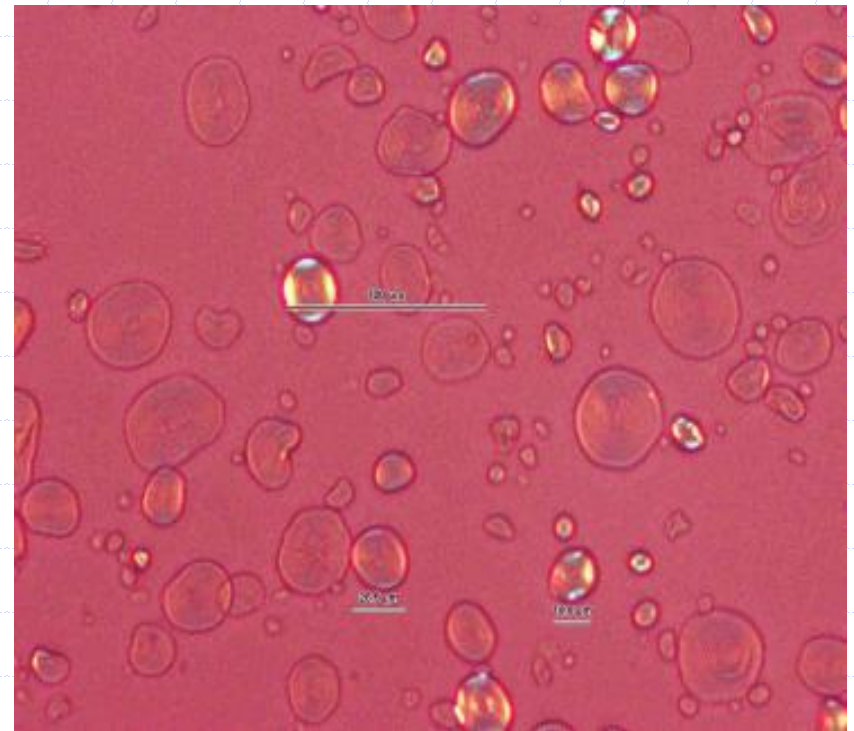
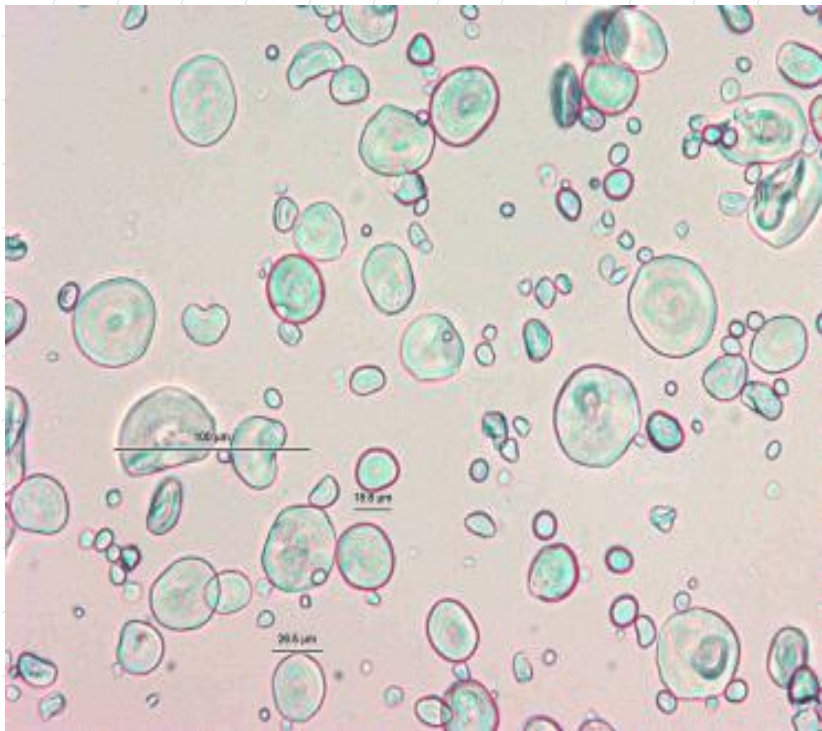
- ◆ Trois grandes phases sont observées dans l'évolution de la DME en fonction de la température

Morphologie et cristallinité des granules : 40°C 10 minutes

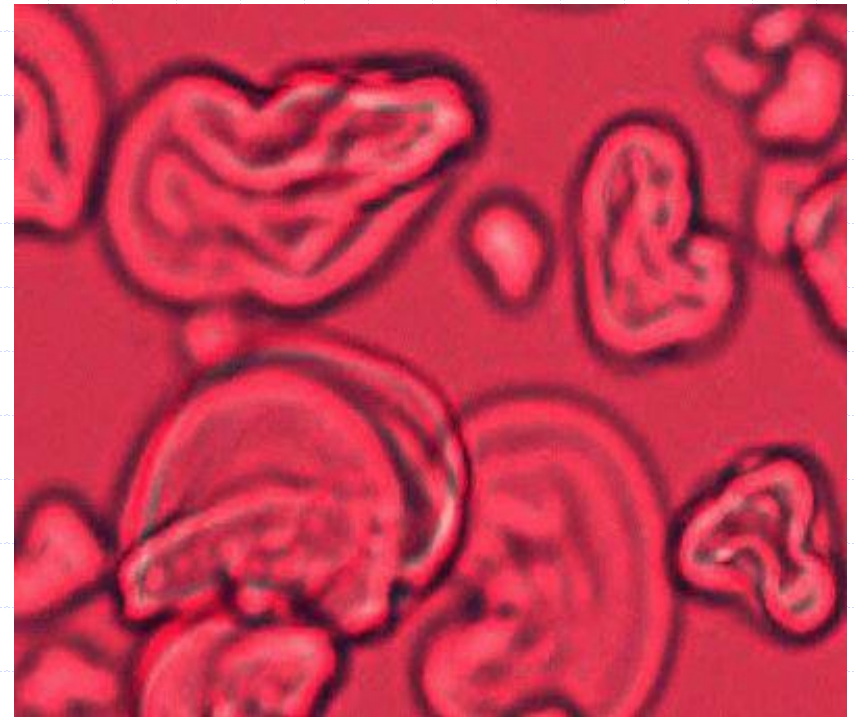
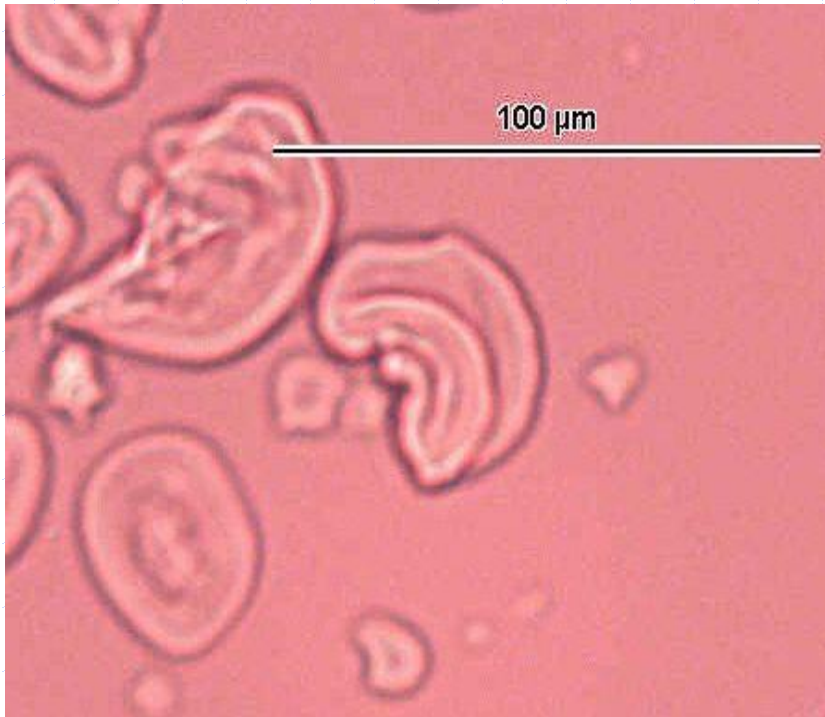


- ◆ Observé au microscope sous lumière polarisée, le granule d'amidon natif typique se comporte comme un sphéro-cristal qui s'illumine en étant traversé d'une croix noire (Knight, 1969).

Morphologie et cristallinité des granules : **55°C 10 minutes**



Morphologie et cristallinité des granules : 70°C 10 minutes (grande échelle)



Conclusion

- ◆ **d'étudier l'évolution** de la taille des granules soumis à différents modes de chauffage en milieu aqueux
- ◆ Le diamètre médian des SAA de blé traitées en régime «iso thermiques» entre 50 et 85°C évolue en fonction du temps vers une valeur maximale qui dépend de la température.
- ◆ La taille des granules en fonction de la température suit une évolution sigmoïdale semblable à celle décrite pour la gélatinisation
- ◆ **de rechercher les paramètres** influençant l'évolution de la taille des granules d'amidon chauffés en milieu aqueux et leurs effets
- ◆ Le diamètre médian maximal des SAA semble dépendre linéairement de la vitesse de chauffage.
- ◆ La vitesse de chauffage un paramètre important à considérer lors des préparations par voie thermique des amidons en milieu aqueux.

Conclusion

- ◆ **développer une méthode** originale de prévision du gonflement des granules
- ◆ une méthode numérique fondée sur une adaptation de la solution de Crank pour la diffusion massique dans des corps sphériques a été développée et appliquée à la prévision du gonflement
- ◆ Cette adaptation des lois classiques de diffusion massique a conduit à la définition du nouveau concept de la diffusivité massique équivalente
- ◆ **Présenter les mécanismes** de mise en œuvre de cette méthode
- ◆ Les mécanismes de recherche des valeurs des DME basés sur la minimisation des carrés moyens des écarts entre les valeurs prédites et les valeurs observées ont été présentés.