



ETUDE MORPHO-GRANULOMETRIQUE ET STRUCTURALE DES SEMOULES DE BLE DUR PROPRIETES D'HYDRATATION ET D'AGGLOMERATION

A Hebrard, D Oulahna, L Galet, Jacques Fages, Marie-Françoise Samson,
Marie Hélène Morel, J Abecassis

► To cite this version:

A Hebrard, D Oulahna, L Galet, Jacques Fages, Marie-Françoise Samson, et al.. ETUDE MORPHO-GRANULOMETRIQUE ET STRUCTURALE DES SEMOULES DE BLE DUR PROPRIETES D'HYDRATATION ET D'AGGLOMERATION. Société Française de Génie des Procédés, SFGP. 3e Colloque Science et Technologie des Poudres, Apr 2001, NANCY, France. LAVOISIER, Technique et Documentation, Paris, Récents Progrès en Génie des Procédés, 15 (77), pp.489-496, 2001, Science et technologie des poudres. <<http://www.sfgp.asso.fr/publications/collection-recents-progres-en-genie-des-procedes/liste-des-publications/?year=2001>>. <hal-01256114v2>

HAL Id: hal-01256114

<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01256114v2>

Submitted on 14 Sep 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est émanant des établissements d'enseignement et de destinée au dépôt et à la diffusion de documents recherche français ou étrangers, des laboratoires scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, publics ou privés.

ETUDE MORPHO-GRANULOMETRIQUE ET STRUCTURALE DES SEMOULES DE BLE DUR PROPRIETES D'HYDRATATION ET D'AGGLOMERATION

A. HEBRARD, D. OULAHNA, L. GALET, J. FAGES

◇ CENTRE POUDRES ET PROCEDES
Ecole des Mines d'Albi-Carmaux
81013 ALBI, France

M.F. SAMSON, M.H. MOREL, J. ABECASSIS

◇ INRA
Laboratoire de Technologie des Céréales et des Agropolymères
34060 MONTPELLIER, France.

RESUME

Les propriétés d'hydratation et d'agglomération de la semoule de blé dur dépendent des caractéristiques de la matière à granuler, du liquide de granulation et de l'outil de granulation.

Dans le procédé de fabrication des graines de couscous, la formation, la croissance et la densification des grains de semoule sont effectuées par addition d'eau, mélange et roulage.

Une étude de caractérisation de la semoule de blé dur a été entreprise à différentes échelles d'observation : macroscopique, mésoscopique et moléculaire afin de comprendre les mécanismes d'hydratation et d'agglomération.

La semoule de blé dur constitue une population de particules hétérogènes en granulométrie et en composition biochimique. Si cette hétérogénéité se traduit par des modifications des propriétés d'hydratation, d'autres études sont nécessaires pour mieux appréhender son influence sur les propriétés d'agglomération.

I. INTRODUCTION

La qualité des graines de couscous dépend de critères précis (1), comme sa granulométrie et ses propriétés techno-fonctionnelles (gonflement, collant, ténacité...). Le procédé industriel de fabrication du couscous à partir de semoule de blé dur comprend différentes étapes de mise en forme. C'est au cours des étapes de mouillage, de mélange et de roulage que l'agglomération des particules de semoule c'est à dire leur association puis la croissance et la densification des granules a lieu. La teneur en eau, le temps et le type de mouillage sont des paramètres clés de ce type de mise en forme. L'hétérogénéité structurale des semoules nécessite l'identification des processus et mécanismes mis en jeu dans l'hydratation.

De façon générale, l'agglomération de particules solides (poudres) est fonction de leurs propriétés intrinsèques (taille, forme, densité, porosité,...) et de surface (mouillabilité, rugosité). Dans cet article, nous avons cherché à caractériser la structure physico-chimique et la capacité d'hydratation de la semoule. L'opération de mouillage-mélange a été simulée à l'aide d'un rhéomètre de mélange.

Cette démarche a été engagée en vue d'identifier les caractéristiques des matières premières et de définir les paramètres responsables de l'agglomération des semoules.

II. MATERIEL ET METHODES

II.1 Matériel d'étude

Une semoule industrielle de qualité supérieure (teneur en eau : 14%) a été étudiée telle quelle et sub-divisée en trois fractions granulométriques ($A_1 < 200\mu\text{m}$, $200 < A_2 < 400$, $A_3 > 400\mu\text{m}$).

La semoule est obtenue par la mouture de grains de blés durs nettoyés et conditionnés. Le procédé de mouture met en oeuvre trois opérations unitaires principales : broyage des grains dans des appareils à cylindres, tamisage des produits dans des plansichters et séparation aérodynamique des semoules dans des sasseurs. ce procédé permet d'obtenir la séparation de l'amande des grains (semoule) des parties périphériques (remoulanges et sons).

II.2 Méthodes d'analyses

II-2.1 Caractéristiques physico-chimiques

Echelle macroscopique :

Nous avons déterminé : la distribution granulométrique massique de la semoule (2) (norme ISO 2591-1-1988F), la surface spécifique (méthode BET, gaz vecteur krypton, Micromeretics®), la masse volumique (pycnomètre à mercure, Micromeretics®) et la porosité intra-granulaire (porosimètre à mercure, Micromeretics®).

Echelle mésoscopique :

Les particules de semoule ont été observées au microscope environnemental ESEM XL 30 (Philips®). Le pourcentage surfacique de la couche à aleurone des particules de semoule a été déterminé par un microscope optique à fluorescence I440F (Dipix®). La couche à aleurone et le péricarpe, du grain de blé et de ses dérivés, farine, semoule, font partie des rares composés auto-fluorescents. La couche à aleurone représente environ 5 à 8% de la masse d'un grain. Elle forme une couche monocellulaire de cellule prismatiques riche en protéines, en lipides et en fibres. Cette couche est fortement adhérente aux enveloppes de la graine (testa) et du fruit (péricarpe) avec lesquels elle constitue les sons. Le péricarpe représente 5 à 8% de la masse du grain, sa composition est particulièrement riche en fibres. Par application d'algorithmes spécifiques, les taux de couche à aleurone, de péricarpe et de son ont été quantifiés.

Echelle moléculaire :

Les teneurs en amidon et amidon endommagé ont été déterminées selon les normes AACC 76-13 (3) et 76-31 (4). La teneur en protéines a été déterminée selon la méthode Dumas (AACC 46-30) (5). Les protéines solubles dans le dodécyl sulfate de sodium ont été séparées en fonction de leur poids moléculaire par chromatographie liquide à haute performance d'exclusion - diffusion - SE-HPLC (colonne TSK G4000SW_{XL}, TosoHaas®).

Les pentosanes totaux, solubles et les glucides réducteurs ont été dosés selon la méthode d'analyse semi-automatisée mise au point par Rouau et Surget (6).

Le taux de lipides libres, a été mesuré après extraction au diéthyl éther suivi d'une évaporation et séchage (100°C, 30 min) du résidu. Le taux de cendres est mesuré selon la norme NF V 03-720 (7).

II-2.2 Mesure des propriétés d'hydratation des semoules

La capacité de sorption de vapeur d'eau a été mesurée par une balance de sorption, système DVS "dynamic Vapour System" (Surface Measurement Systems®). L'humidité relative varie de 0 à 95 % en 11 paliers à une température constante de 25°C, avec un débit d'azote de 200 cm³/min. La variation limite par palier de la masse est de 0,002% par minute, pour une durée minimale de 15 minutes et une durée maximale de 1200 minutes..

II-2.3 Mesure des propriétés rhéologiques de mélange

L'évolution de la viscosité du milieu due à des transformations physico-chimiques a été suivie par mesure du couple de torsion par un rhéomètre (CALEVA®). Environ 40 g d'échantillon ont été exactement pesés. L'addition multiple d'eau a été utilisée. Pour l'ensemble des expériences, nous avons fixé : la vitesse de mélange à 50 rpm, la fréquence d'acquisition des mesures à 50 Hz, la durée du mélange à 20 minutes.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1 Caractéristiques physico-chimiques des semoules

Les caractéristiques physico-chimiques des grains de semoule de blé dur ont été étudiées à l'échelle macroscopique, mésoscopique et moléculaire.

III.1.1 Echelle macroscopique

Les caractéristiques granulométriques (d50 et dispersion) de la semoule et de ses sous fractions sont présentées dans le tableau I. La majorité des granules se situe dans la fraction 200-400 µm.

Par comparaison à la semoule de granulométrie comprise entre 0 et 630 µm, le couscous du commerce présente des granulométries de 630-1120 µm (couscous fin) et 1120-2000 µm (couscous moyen).

Tableau I : Caractéristiques granulométriques de la semoule et de ses sous-fractions

Caractéristiques granulométriques	Semoule et sous-fractions (A1-A3)			
	Semoule	A1	A2	A3
Étalement granulométrique (µm)	0 à 630	0 à 200	200 à 400	400 à 630
Fraction massique		14 %	63 %	23 %
d50 massique (µm)	300	157	325	470
Dispersion : (d90-d10)/d50	0,9	1,2	0,7	1,3

La masse volumique de la semoule et de ces sous-fractions est de 1,45 kg/l. Ce résultat suggère qu'il y a peu de différence de composition entre les différentes fractions granulométriques, ce qui sera confirmé par les analyses biochimiques (voir III.1.3).

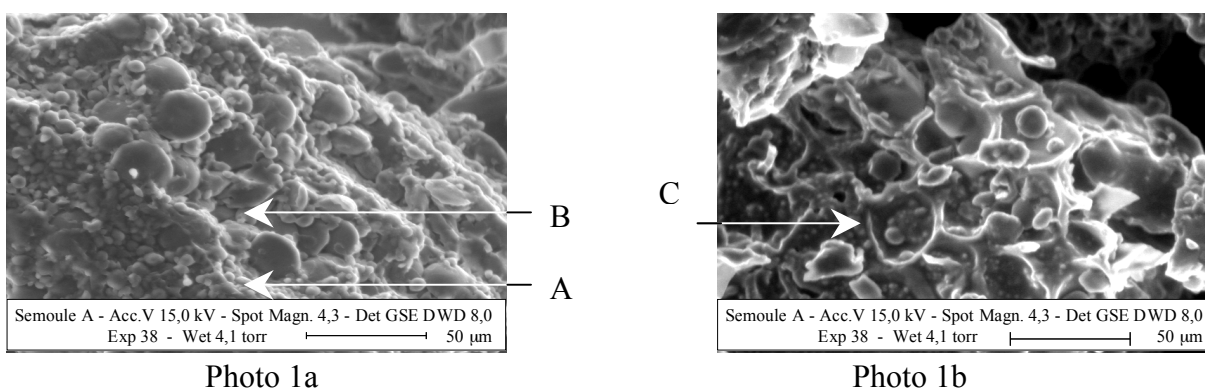
Les mesures de surface spécifique donnent des valeurs aux limites du seuil de détection de l'appareil (S_{BET} limite =1 m²/g). Ces mesures ne permettent pas de mettre en évidence un réseau poreux intraparticulaire, ce qui a été confirmé par la mesure au

porosimètre à mercure. En effet, aucune valeur de porosité intragranulaire n'a été détectée par le porosimètre à mercure.

III.1.2 Echelle mésoscopique

La surface des particules de semoule a été observée au microscope environnemental, ESEM. On distingue essentiellement des granules d'amidon cimentés par une matrice protéique (figures 1a et 1b). Deux populations de grains d'amidon différents en taille sont observées, des petits grains sphériques, de taille $< 10 \mu\text{m}$ (figure 1a-A), et des grains larges et lenticulaires, de taille comprise entre 20 et 40 μm (figure 1a-B). Des structures alvéolaires bien définies, de forme hexagonale et tapissées d'amidon, sont parfois observées (figure 1b-C). La taille de ces cellules est de l'ordre de 40 μm . D'après ces caractéristiques, elles se présentent comme des cellules de la couche à aleurone.

La teneur en cellules de la couche à aleurone a été quantifiée par microscopie à fluorescence. Le pourcentage surfacique de cellules de la couche à aleurone varie avec la granulométrie des grains de semoule. Ce pourcentage est d'autant plus élevé que la taille des particules est faible : 2,4% (A1); 2,1% (A2) et 1,4% (A3).



Figures. 1a et 1b : Observations au ESEM de la surface de particules de semoule

III.1.3. Composition biochimique des semoules

Les dosages que nous avons effectués montre que la semoule contient 85% d'amidon et 14% de protéines. Parmi les autres constituants que nous avons analysés, les pentosanes, majoritairement sous forme insolubles, représentent 2% de la matière sèche. L'ensemble des analyses est rapporté dans le tableau II.

Les caractéristiques biochimiques de la sous-fraction A1 se distinguent nettement de celle du mélange (semoule) ou des sous-fractions A2 et A3. Ses teneurs en protéines, en amidon endommagé, en pentosanes totaux et en lipides sont significativement plus élevées. Ces résultats révèlent des origines histologiques différentes selon la granulométrie des produits. Les particules plus fines sont issues de la périphérie de l'albumen du grain de blé, et de ce fait enrichies en cellules provenant de la couche à aleurone. Celles-ci se caractérisent en effet par leur richesse en protéines, leur absence d'amidon et leur forte teneur en pentosanes insolubles. La forte teneur en lipides éthersolubles suggère une possible contamination par des produits en provenance du germe.

Tableau II : Composition biochimique de la semoule et de ses sous-fractions.

Composition (% m.s.)	Semoule et sous-fractions			
	Semoule	A1	A2	A3
Amidon	86,1	83,3	85,6	86,9
Amidon endommagé	5,9	9,3	5,0	4,6
Protéines	13,5	15,4	14,1	13,0
Prot. insolubles dans SDS	6,7	5,9	7,8	6,9
Pentosanes totaux	1,7	1,9	1,6	1,3
Pentosanes solubles	0,12	non déterminé	0,13	0,12
Lipides libres	1,4	2,4	1,5	1,1
Glucides réducteurs	0,7	1,5	0,7	0,5
Cendres	1,2	1,7	1,3	0,6

III.2. Propriétés d'hydratation des semoules

Les courbes de sorption de la semoule et de ces sous-fractions sont présentées sur la figure 2. La teneur en eau de la semoule varie en fonction de l'humidité relative.

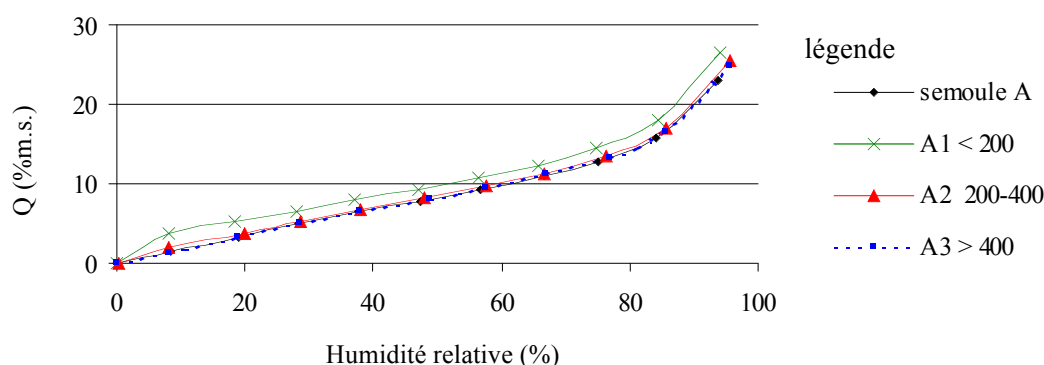


Figure 2 : Teneur en eau en fonction de l'humidité relative

D'après la classification de l'IUPAC, (10), cette isotherme de sorption est de type II. Ce type d'isotherme caractérise l'adsorption sous forme de plusieurs couches additionnelles d'eau sur un solide non poreux. En fonction des caractéristiques du solide, des régions décrivant les interactions liquide / solide peuvent être définies. Généralement, pour des produits amylicés, on distingue trois régions I, II et III (11). La région I, convexe, caractérise la formation de la monocouche. Dans cette région, l'eau est fortement liée aux sites les plus hydrophiles. La région II correspond à la portion linéaire de l'isotherme. L'eau ajoutée se lie aux composants sous forme de couches superposées. Dans la région III, concave, l'eau piégée est faiblement liée et assez mobile.

La semoule A et ses sous-fractions A2 et A3 présentent les mêmes isothermes de sorption. Les isothermes de sorption de A, A2 et A3 ne permettent pas de distinguer de point de rupture vis à vis de l'humidité relative entre les mécanismes d'adsorption sous forme monocouche et multicouche. Seule l'isotherme de sorption de la sous – fraction A1 [0-200 mm[présente une région convexe, pour une humidité relative comprise entre

0 et 20%. Pour une humidité relative supérieure à 20%, les isothermes de sorption de la semoule et ses sous fractions sont parallèles. La région II peut être définie pour une humidité relative comprise entre 20 et 80% et la région III pour une humidité relative supérieure à 80%.

Bushuk (12), tableau III, a mis en évidence les différentes capacités de sorption des principaux composants de la semoule. Les caractérisations biochimiques effectuées avec nos semoules, tableau I, montrent que les particules fines, A1, ont une teneur plus élevée en composants hydrophiles que les particules A2 et A3.

Tableau III: capacité de prise en eau des principaux constituants de la farine de blé (12)

A 25°C	Composants			
	Amidon natif	Amidon endommagé	protéines	pentosanes
Capacité de prise en eau (g H ₂ O / 100g m.s.)	44	200	215	1500

III.3. Caractérisation de l'état d'agglomération

La résistance aux forces de cisaillement et la cohésivité des particules de semoule évoluent en fonction de l'apport d'eau et du mélange traduisant la formation d'agglomérats. L'enregistrement du couple de torsion et de son amplitude rend compte de l'état d'agglomération (8, 9). La figure 3, présente les enregistrements obtenus pour la semoule et ses sous-fractions.

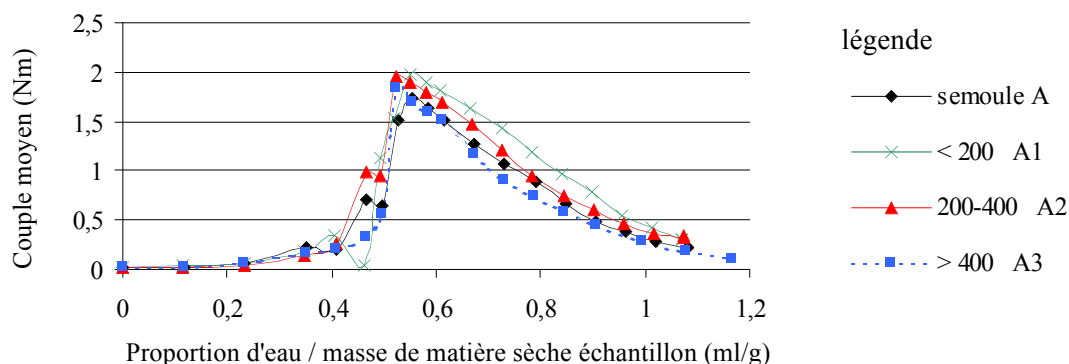


Figure 3 : Evolution du couple moyen en fonction du ratio de mouillage

Globalement un même profil est observé. Jusqu'à 0,2 ml d'eau ajoutée par g d'échantillon le couple moyen reste nul, le comportement est celui d'un solide divisé sec. Entre 0,2 et 0,35 ml/g, le couple s'accroît progressivement. Des ponts liquides se créent entre les particules de semoule et initialement des agglomérats se forment. Ces agglomérats ont une résistance au cisaillement supérieurs à celle du solide sec. Au-delà de 0,35 ml/g, on observe un brusque décrochage de la pente qui culmine à 2 Nm à 0,55 ml/g d'eau ajoutée. Sous l'effet du mélange, cet apport d'eau supplémentaire contribue à l'hydratation de la matrice protéique. Les agglomérats deviennent très cohésifs, ils perdent leur structure, et une pâte se développe où les grains d'amidon sont emprisonnés dans le réseau de gluten. Ce phénomène s'accompagne d'une forte

augmentation du couple. Les apports d'eau supplémentaires contribuent à la dilution du système, d'où l'affaissement continu du couple.

IV. CONCLUSIONS

L'objectif de ce travail était d'analyser les compositions physico-chimiques et structurales de la semoule et de les mettre en relation avec ses propriétés d'hydratation et d'agglomération.

La semoule se présente comme un solide divisé hétérogène. Une large dispersion granulométrique est observée à laquelle se superpose une variation de composition biochimique. En effet, dans la semoule de blé dur, les particules les plus fines sont originaires des parties périphériques du grain. En conséquence, elles se distinguent par des teneurs plus élevées en protéines, pentosanes, amidon endommagé et cellules de la couche à aleurone.

Du fait de leurs plus fortes teneurs en pentosanes et amidon endommagé, les particules fines devraient présenter une plus forte capacité d'adsorption d'eau. Les isothermes de sorption obtenues confortent cette hypothèse. En outre, les cinétiques de sorption d'eau devraient être plus rapides en raison de leur plus grande surface spécifique et pourraient ainsi posséder une réactivité supérieure au cours de l'agglomération.

Compte tenu de cette capacité accrue d'adsorption d'eau, on aurait pu s'attendre à un décalage de l'évolution du profil du couple vers de plus forts apports d'eau. Cependant, la réaction des composants biochimiques de la semoule avec l'eau, sous l'effet du couple cisaillement-hydratation, entraîne une coalescence des agglomérats et le développement d'une pâte pour un apport d'eau supérieur à 0,4 ml/g d'échantillon. Une meilleure définition des paramètres de contrôle de l'agglomération par le rhéomètre (taux d'hydratation, vitesse d'agitation, modalités de mélange) sera nécessaire.

Les travaux engagés dans le cadre de ce programme seront poursuivis à l'échelle pilote afin de mieux comprendre et maîtriser les facteurs physico-chimiques impliqués dans le processus d'agglomération du grain de semoule en couscous.

REFERENCES

- (1) Guezlane L., Mise au point de méthodes de caractérisation et étude des modifications physico chimiques sous l'effet des traitements hydrothermiques en vue d'optimiser la qualité du couscous du blé dur, thèse Institut National Agronomique El-Harrach, sciences agronomiques, (1993)
- (2) Godon et Willm, les industries de premières transformations, technique et documentation, Lavoisier Ed., Paris, France, 1991
- (3) Debbouzz A., Dick J.W., Donnelly B.J., Influence of raw material on couscous quality, *Cereal Foods World*, 39, 4, 231-236, 1994
- (4) Norme ISO 2591-1 –tamisage de contrôle. Partie 1 : modes opératoires utilisant des tamis de contrôle en tissus métalliques et en toiles métalliques perforées, (1988)
- (5) Megazyme, Total Starch, Assay Procedure, AOAC Method 996.11, AACC Method 76-13, ICC Method No. 168, (1996)
- (6) Megazyme, Starch Damage, Assay Procedure, AACC Method 76-31, ICC Method No. 164, (1996)

- (7) Approved Methods of the AACC, 9th ed. Method 46-30, approved November 1995. The Association: St Paul, MN. American Association of Cereal Chemists, (1995)
- (8) Rouau X. Surget A., A rapid semi-automated method for the determination of total and water extractable pentosans in wheat flour, Carbohydrate Polymers, 24, 123-132, (1994)
- (9) NF V03-720 – Céréales et produits de mouture – Détermination des cendres – Méthodes par incinération à 900°C, (1981)
- (10) Rouquerol F., Rouquerol J., and Sing K., Adsorption by powders and porous solids, principles methodology and applications, Academic press, 1999
- (11) N.H. Dural and A. L. Hines, Adsorption of water on cereal bread type dietary fibers, Journal of food engineering, Vol. 20,17-43, 1993
- (12) Bushuk W., Sorption of water vapor on wheat flour, starch and gluten, Cereal Chemistry, 34, 2, 73-85, 1957
- (13) Hancock B. C., York P. et al., An assessment of substrate binder interactions in model wet masses: 1 Mixer torque rheometry, International Journal of pharmaceutics, 102, 167-176, (1994)
- (14) Rumpf H., Agglomeration, Interscience Ed. Knepper, 379-414, (1962)