

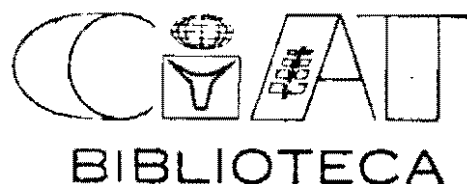
SB
211
.C3
P56

UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE COMPIEGNE
(Génie Biologique / Bio-Industrie)



Projet de fin d'étude
(Session de Printemps 1995 - Présentation en Septembre 1995)

**CARACTÉRISATION D'AMIDON
DE RACINES ET TUBERCULES ANDINS:
ETUDE DE LA SYNERESE ET DE LA
RESISTANCE A DIFFERENTES
CONTRAINTEES.**



Réalisé par
Priscille PINGAULT

021455

07 NOV 1995

Pour le CIRAD-SAR (Montpellier - France)



et le CIAT (Cali - Colombie)



REMERCIEMENTS

Je souhaite en tout premier lieu remercier toutes les personnes qui ont permis le bon déroulement de ce projet:

- Dominique Dufour pour son accueil au sein du service "utilisation du manioc", son encadrement, ses conseils et sa disponibilité.
- Nadine Zakhia du CIRAD pour avoir contribué à l'organisation et au bon déroulement de ce stage.
- John Jairo Hurtado pour son aide lors des manipulations, et pour sa patience.
- Jenny Ruales de l'école polytechnique de Quito (Equateur) pour les échanges de méthodologie d'analyse.
- Asunción Aguinaga et Jenny Angel de l'université del Valle pour m'avoir permis d'utiliser leur viscosimètre, et pour m'avoir accueillie au sein de leur service aussi souvent que nécessaire.
- Stella sans qui le travaille dans ce laboratoire serait rendu beaucoup plus difficile.
- Enna et Luzmilla pour leur aide technique en cette période de fin de recherche et de rédaction de rapport.
- Tous le personnel du service pour leur accueil, leur patience et la fantastique ambiance de travail qu'ils entretiennent

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS

RESUME	1
--------------	---

LE CADRE DE TRAVAIL

1- Le CIRAD-SAR	2
2- Le CIAT et le programme "manioc"	2
3- Le Stage	3

BIBLIOGRAPHIE

1. Production mondiale d'amidon	4
2. Composition et structure chimique de l'amidon	4
2.1. L'amylose	4
2.2. L'amylopectine	5
2.3. Le matériel intermédiaire	6
2.4. Structure du grain d'amidon	6
3. Propriétés physico-chimiques de l'amidon	6
3.1. Eau et amidon	6
3.1.1. Phénomène de Sorption	7
3.1.2. Le phénomène d'empesage (ou gélatinisation)	7
3.1.3. Le phénomène de gélification/rétrogradation	8
3.1.4. Le phénomène de synérèse	8
3.2. Hydrolyse de l'amidon	9
3.2.1. Hydrolyse acide	9
3.2.1. Hydrolyse enzymatique de l'amidon	9
3.3. Transparence des gels	10
3.4. Le pH	10
4. Stabilité et potentialité de quelques amidons	10
4.1. Les amidons natifs	10
4.2. Les amidons modifiés	13
4.2.1. La résistance à de hautes températures	13
4.2.2. Résistance aux basses températures (congélation)	14
4.2.3. Résistance à l'acide	14
4.2.4. Résistance à la synérèse	15

MATERIEL ET METHODES

1. Préparation des échantillons, extractions des amidons	16
1.1. La matière première	16
1.2. L'extraction	18
2. Caractérisation des amidons	21
2.1. La matière sèche	21
2.2. Le visco-amylogramme Brabender	21
2.3. Détermination du contenu en amylose des amidons	22
2.4. Détermination des carbohydrates	23
2.4.1. Les sucres	23
2.4.2. Détermination enzymatique de la quantité d'amidon	24
3. Détermination d'un protocole d'étude de la stabilité des amidons à différents stress	25
3.1. Essais préliminaires	25
3.1.1. Effet du volume de l'échantillon traité	25
3.1.2. Effet du pH	28
3.1.3. Effet de la température de stockage pour la résistance à l'acide	30
3.1.4. Détermination de la concentration des gels	32

3.2. Protocole adopté	32
3.2.1. Résistance à l'acide.....	32
3.2.2. Résistance à la congélation.....	32
3.2.3. Résistance à la stérilisation	33
3.2.4. Mesures.....	33
RESULTATS ET DISCUSSIONS	
1. Extraction - composition.....	34
1.1. Composition de la matière première.....	34
1.2. Extraction en laboratoire.....	35
1.3. Composition des amidons	37
1.3.1. Pureté des amidons.....	37
1.3.2. Mesure du contenu en amylose des amidons	39
1.3.3. Contenu des amidons.....	40
2. Comportement rhéologique des différents amidons.....	41
2.1. Principe.....	44
2.2. Analyse des courbes.....	46
3. Etude de la stabilité des amidons à différents stress	49
3.1. Résistance à la stérilisation	49
3.2. Résistance des amidons à la congélation (- 20 °C)	52
3.3. Résistance à l'acide (pH = 2.4)	59
CONCLUSION.....	69
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	72
ANNEXES	

RESUME

Des amidons modifiés sont actuellement utilisés dans l'industrie pour leur propriétés de résistance à différentes contraintes (acidité, congélation, stérilisation, cisaillement, ...). Cependant, considérés comme des additifs alimentaires et non comme des ingrédients de fabrication, ils ne sont incorporables qu'en faible quantité dans les aliments (inférieur à 5 %)

Les industries alimentaires, désireuses de développer des nouveaux produits à connotation "naturelle", sont à la recherche d'amidons natifs résistants à certains traitements industriels connus pour altérer fortement la structure des gels d'amidon.

Dans cet objectif, plusieurs amidons ont été extraits de racines et tubercules andins (Manioc, Canna, Ulluco, Arracacia, Pachyrhize, Igname, Oca). Ils ont été soumis en laboratoire à des contraintes d'acidité (pH=2,4) et de températures (2 heures de stérilisation à 121 °C), congélation à - 20°C). Les résultats obtenus ont été comparés aux amidons d'utilisation courante tels que le maïs, le maïs cireux, la pomme de terre et le riz.

Des gels ont été préparés par chauffage jusqu'à ébullition de suspensions d'amidon.

La stérilisation s'effectue pendant 2 heures à 121 °C, la résistance est évaluée par mesure de la viscosité du gel. La stabilité à la congélation est évaluée par mesure de la synérèse et de la viscosité après stockage des gels à -20°C pendant 1, 2, 4 et 6 semaines. La résistance à l'acidité est évaluée par la mesure de la viscosité d'un gel à pH 2,4 stocké durant 2, 4, 5, 6 et 8 semaines à 4°C.

La viscosité est mesurée à l'aide d'un viscosimètre Brookfield et la synérèse est évaluée par la perte d'eau après centrifugation de 15 min à 7900g et 20°C.

Les études ont démontrées que:

* - L'amidon de maïs est le plus stable à la stérilisation des amidons couramment utilisés.

- Les amidons d'Igname et de Pachyrhize présentent une stabilité à la température supérieure à celle du maïs. Ils présentent même une légère augmentation de viscosité après deux heures de stérilisation.

- Parmi ces deux amidons, celui d'Igname semble le plus adapté à un éventuel développement industriel.

* - A - 20°C, les gels d'amidon présente l'aspect d'une "éponge". Ce phénomène est du à la rétrogradation totale de l'amidon qui induit une forte synérèse. Cette synérèse se stabilise après un certain temps de congélation (variable selon les amidons) à de fortes valeurs.

- Les amidons de maïs présente une très faible résistance à la congélation.

- Les gels d'amidons de manioc et d'arracacia semblent les deux amidons les plus résistants à la congélation parmi les 12 amidons testés.

Les gels d'amidon de manioc présentent un faible taux de synérèse en comparaison aux autres amidons étudiés. Les gels d'amidon d'arracacia présentent une augmentation de synérèse durant la première semaine, puis une diminution progressive de cette perte d'eau.

* - A pH acide, certains amidons natifs présentent de fortes stabilités et maintiennent un bon aspect physique.

C'est la cas par exemple des amidons de manioc et d'arracacia qui ne présentent aucune synérèse et une viscosité stable, même au-delà de 8 semaines de conservation.

- Parmi les amidons d'utilisation courante, l'amidon de maïs cireux est le plus stable à l'acide, l'amidon de maïs étant très peu résistant.

L'étude met en évidence une grande potentialité de certains amidons natifs de racines et tubercules à répondre aux exigences industrielles de résistance à certaines contraintes. Les amidons de manioc, d'arracacia, d'Igname, et de canna semblent pouvoir répondre à certaines de ces exigences. L'étude des propriétés fonctionnelles des amidons natifs laisse entrevoir de nouvelles oportunités de marché pour certaines racines et tubercules andins et permettront probablement de participer au développement et au renouveau de certaines cultures autochtones en zone rurale.

ABSTRACT

Modified starches are currently used in industry on account of their capacity to withstand certain conditions (acidity, freezing, sterilisation, shearing stress, ...). However, as they are classified as food additives rather than ingredients, the level of their incorporation in foods has to be limited (lower than 5 %).

The food industry, keen to develop novel products with "natural" connotations, is investigating a number of native (i.e. unmodified) starches. These starches are resistant to certain industrial treatments which alter greatly the structure of starch gels.

With this objective in mind, starches were extracted from several different Andean root and tuber sources (Cassava, Purple Arrowroot, Ulluco, Arracacha, Yam Bean, Yam, Oca). The starches were submitted to acid conditions (pH = 2.4) and extremes of temperature (2 hours of sterilisation at 121°C; freezing at -20°C). The results obtained have been compared with those obtained from commonly-used starches such as maize, waxy maize, potato and rice.

Gels were prepared by heating starch suspensions to boiling. Sterilisation was achieved by heating for 2 hours at 121°C, and resistance was evaluated by the measurement of gel viscosity. Stability under freezing conditions was evaluated by measurement of syneresis and viscosity after storage of gels at -20°C during 1, 2, 4 and 6 weeks. Resistance to acidity was evaluated by measurement of the viscosity of a gel at pH 2.4, stored during 2, 4, 5, 6 and 8 weeks at 4°C. Viscosity was measured with a Brookfield viscometer, and syneresis was evaluated by quantification of water-loss after centrifugation for 15 min at 7900g and 20°C.

The studies have shown that:

- * - Maize starch was the most stable of the commonly-used starches when subjected to sterilisation conditions.

- Yam and yam bean starches manifested greater heat-stability than maize starch. They even showed a slight increase in viscosity after 2 hours of sterilisation.

- Of these two starches, that of Yam seemed a more likely candidate for the eventual development of an industrial use.

- * - At -20°C, the starch gels had a "sponge-like" aspect. This phenomenon is due to the total retrogradation of the starch, which induces a strong syneresis. This syneresis reaches a stable, high value after a certain time (variable depending on the starch type) under freezing conditions.

- Maize starch gels showed very weak resistance to freezing.

- Cassava and arracacha starch gels appeared to be the two most resistant to freezing among the 12 starches tested.

Cassava starch gels underwent a relatively weak syneresis effect in comparison with the other starches studied. Arracacha starch gels underwent an increase in syneresis during the first week, followed by a steady decrease in this water-loss.

- * - At acid pH, some native starches showed high stability maintained a good physical appearance.

For example cassava and arracacha starches had no indication of syneresis and a stable viscosity stable, even after more than eight weeks of storage.

- Of the commonly-used starches, that of waxy maize was the most stable under acid conditions, whilst maize starch showed very poor resistance.

The study has shown the great potential of certain root and tuber starches in their native form, to respond to the demands of industry regarding resistance to certain physical stresses. Cassava, arracacha, Yam and Purple arrowroot starches appear to be capable of satisfying some of these demands. The investigation of the physical properties of native starches facilitates the identification of new market opportunities for certain Andean roots and tubers, and will probably facilitate participation in the development and the renewal of a number of crops which are indigenous to rural areas.

CADRE DE TRAVAIL

LE CADRE DE TRAVAIL

Ce stage a été effectué dans les locaux du CIAT et de l'université del Valle (Cali, Colombie), et coordonné par le CIRAD-SAR (Montpellier, 34). En effet, il existe un accord de coopération entre ces deux organismes et le CIRAD visant à valoriser les produits agricoles et agro-alimentaires en Amérique Latine. C'est dans le cadre de cet accord que s'inscrit ce travail.

1- Le CIRAD-SAR

Le CIRAD (Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement) a pour mission de contribuer au développement des régions tropicales et subtropicales par des recherches, des réalisations expérimentales et par la formation et l'information scientifiques et techniques.

Basé principalement à Montpellier, il résulte de la fusion en 1984 d'instituts de recherche dans diverses domaines (agronomique, élevage, forestier, alimentaire, ...). Son personnel était constitué en 1994 de 1800 agents. Parmi eux, 409 cadres et 292 collaborateurs et agents de maîtrise étaient en mission à l'étranger répartis sur les 5 continents et dans près de 50 pays. Son budget s'élevait à 950,2 millions de francs en 1994.

Le CIRAD possède plusieurs départements parmi lesquels se trouve le CIRAD-SAR (département des Systèmes Agroalimentaires et Ruraux). Son personnel était composé de 83 cadres et 50 agents de maîtrises, et son budget a atteint les 70.5 millions de francs en 1994. Il a pour objectif d'aider les sociétés rurales à valoriser leurs savoir-faires locaux en aidant les unités de production et les entreprises agro-alimentaires, afin d'améliorer la qualité des produits agricoles, les conditions de mise sur le marché, et gérer les moyens de production.

2- Le CIAT et le programme "manioc"

C'est en 1967 que le CIAT fût créé à Cali, avec l'appui du gouvernement colombien, par les fondations Rockefeller et Ford. Il a pour mission d'appliquer la science à l'agriculture tropicale afin de lutter contre la faim et la pauvreté des pays en développement.

C'est l'un des 18 centres internationaux de recherche financés par le CGIAR (Consulting Group on International Agriculture Research). Actuellement, une vingtaine de pays appuient financièrement ses programmes de recherche, et 30 pays sont représentés au sein même du CIAT.

Plus de 1000 personnes travaillent au CIAT autour de 8 programmes de recherche concernant les haricots, le riz, le manioc, les fourrages, les savanes, l'utilisation des sols, l'agriculture en zone de piémont et en marge forestière. Son budget annuel est de 25 millions de dollars.

Un habitant sur dix dans le monde consomme du manioc comme aliment de base, c'est dire l'importance du **programme "manioc"**. De plus, il possède la responsabilité au niveau mondiale de la promotion de cette culture pour le CGIAR.

Il contribue à l'amélioration de la production du manioc ainsi qu'à la valorisation et diversification de ses dérivés sur le marché mondial. Le CIAT regroupe une collection de nombreuses variétés de manioc cultivées dans le monde entier (5600 clones provenant des différents continents).

Une vingtaine de personnes travaillent dans la **section "utilisation du manioc"**. Ils y étudient la qualité, la détérioration et la conservation des racines fraîches ainsi que la production et l'utilisation des farines et amidons de manioc. C'est dans ce service que s'est déroulée cette étude.

3- Le Stage

En Amérique Latine, de nombreux tubercules et racines restent peu utilisés. Leurs amidons peu étudiés à ce jour, pourraient présenter des caractéristiques différentes des amidons bien connus à ce jour (maïs, blé, pomme de terre, ...).

D'autre part, les industriels sont à la recherche d'amidons natifs résistants à un certain nombre de traitements, et présentant des avantages sur les amidons traditionnellement utilisés.

Combinant ces deux objectifs, un nouveau projet vient de démarrer concernant "la caractérisation des amidons de racines et tubercules cultivés dans les pays andins".

Mon travail a consisté plus particulièrement à étudier leur résistance à:

- un pH de 2.4 pour une durée de 1 à 2 mois (ex: concentré de tomate),
- une stérilisation de 2h à 121°C (norme de stérilisation des aliments pour bébé),
- une congélation à -20°C.

Le but est donc d'étendre les recherches déjà effectuées sur le manioc à d'autres sources amylicées afin de caractériser des amidons concernant au mieux leurs propriétés fonctionnelles lors des différents traitements industriels.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

L'amidon est utilisé dans de nombreux secteurs industriels pour ses propriétés fonctionnelles. C'est une substance glucidique de réserve chez les végétaux (grain d'amidon). De l'origine botanique dépend la quantité d'amidon rencontré dans les racines ou tubercules.

L'amidon est constitué à 98-99% de polymères de D-Glucose. Ces polymères confèrent à l'amidon des propriétés physico-chimiques particulières, la plus mise à profit étant sa capacité de gélification. Cependant, il est possible de modifier par voies chimiques ou enzymatiques ces propriétés, on parle alors d'amidons "modifiés".

1. Production mondiale d'amidon

L'amidon possède de multiples emplois non seulement en alimentaire, mais aussi dans les industries textile et d'emballage, en papeterie, ... La production industrielle d'amidon est l'un des secteurs les plus importants, atteignant 33 millions de tonnes en 1992.

Les sources d'amidons sont nombreuses, mais les plus importantes sont le maïs (64%), la patate douce (13%), le manioc (11%), le blé (6%)· la pomme de terre (6%). (Orstertag C. 1992)

L'Amérique Latine produit des amidons de maïs et de manioc principalement. L'amidon de manioc produit dans cette région représente 4% de cette production mondiale d'amidon en 1992.

2. Composition et structure chimique de l'amidon

L'amidon est composé d'unités glucose liées principalement par des liaisons $\alpha[1\rightarrow4]$ (95-96%), et dans une moindre mesure par des liaisons $\alpha[1\rightarrow6]$ (4-5%). Chaque molécule possède en son extrémité C₁ une fonction pseudo-aldéhydrique réductrice.

Les polymères d'amidon possèdent de nombreux groupements hydroxyles leurs procurant des propriétés hydrophiles. Ceci facilite la dissolution de l'amidon dans l'eau lors du chauffage. Cependant, dans l'eau froide, ces groupements forment des liaisons hydrogènes entre eux (molécules adjacentes) empêchant la solubilité.

La proportion d'Amylose, d'Amylopectine et de matériel intermédiaire (présent chez un nombre restreint de végétaux) dépend des espèces végétales. Le contenu en amylose est généralement compris entre 17 et 35%. On trouve également dans les amidons d'autres composés (protéines, lipides, minéraux, ..) en faible quantité, mais cela peu suffire à modifier son comportement. Par exemple, la présence de sucre diminue la viscosité du gel, mais permet également de diminuer la synérèse par diminution de la rétrogradation (Castro Suavez et Escobar Ospina, 1984).

2.1. L'amylose

C'est un polymère principalement linéaire composé de 200 à 6000 unités glucose liées en $\alpha[1\rightarrow4]$. On peut chez de rares espèces végétales trouver quelques ramifications $\alpha[1\rightarrow6]$, mais en quantité très faible.

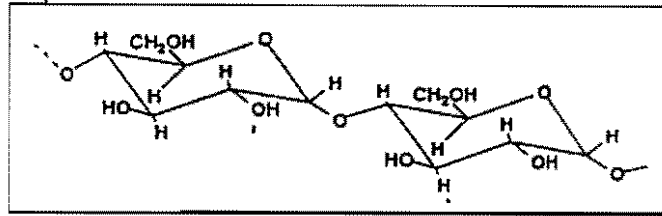


Figure 1: Structure de l'amylose (Buléon, Colonna et Leloup, 1990)

L'amylose possède une conformation hélicoïdale due à la présence de liaisons $\alpha[1\rightarrow4]$. Dans cette hélice, tous les résidus hydrophiles se situent à l'extérieur formant une cavité hydrophobe où peuvent s'insérer des molécules (lipides, iodes, ...). Le complexe iode-amylose est utilisé dans la quantification de l'amylose d'un amidon, il possède une couleur bleue. Sous l'action de la β -amylase, l'amylose est presque totalement hydrolysée en maltose.

2.2. L'amylopectine

C'est un polymère hautement ramifié, constitué d'unités glucose liées en $\alpha[1\rightarrow4]$ et ramifiées en $\alpha[1\rightarrow6]$. Ce composé possède une grande masse moléculaire (10^7 à 10^8 Dalton) de par son degré de polymérisation élevé (fait de 10^5 à 10^6 résidus).

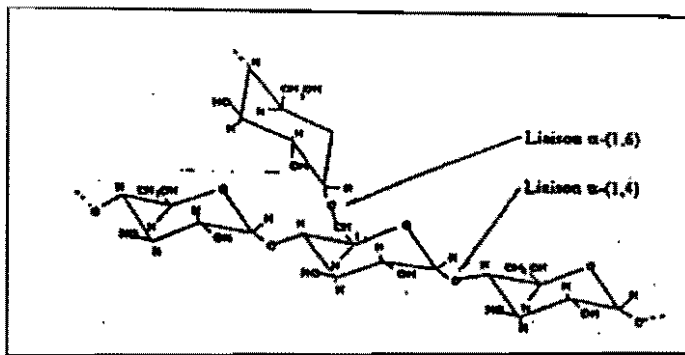


Figure 2: Structure de l'amylopectine (Buléon, Colonna et Leloup, 1990)

L'amylopectine est en fait constituée de grappes (chaines courtes, 15 à 20 unités) reliées par des chaînes longues (40 à 45 unités).

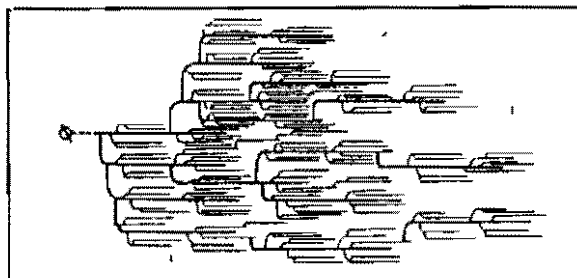


Figure 3: Molécule d'amylopectine (Duprat, Gallant, Guilbot, Mercier et Robin, 1980)

Les différences rencontrées entre deux amylopectines sont principalement dues au degré de polymérisation.

L'action de la β -amylase n'hydrolyse que partiellement l'amylopectine. Pour obtenir une hydrolyse totale, il faut également faire agir une enzyme déramifiante (pullulanase).

2.3. Le matériel intermédiaire

Ce composé n'est présent que chez un petit nombre de végétaux. Il constitue par exemple 10 à 15% de l'amidon de patate douce (Takeda, Tokanaga, Takeda et Hizukuri, 1986).

Il possède une structure intermédiaire entre celle de l'amylose et celle de l'amylopectine. Ce polymère encore appelé "amylopectine anormale" pourrait être du à un dysfonctionnement des mécanismes de biosynthèse, et serait plus abondant dans les amidons riches en amylose.

2.4. Structure du grain d'amidon

L'amidon est extrait sous sa forme granulaire. La forme et la taille des grains varient selon la plante dont ils proviennent.

- Les amidons de racines et tubercules possèdent généralement un grain volumineux, ellipsoïdal à hile excentré.
- Les amidons de céréales possèdent généralement un grain volumineux de forme lenticulaire à hile centré.
- Les amidons de légumineuses ont généralement un grain réniforme à hile central allongé ou étoilé.

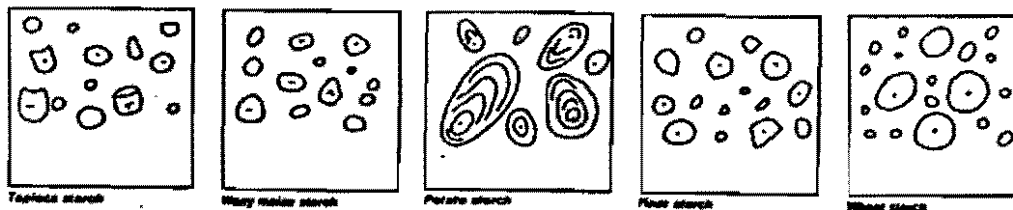


Figure 4: Vue microscopique de différents grains d'amidon (Swinkels, 1985).

Le grain d'amidon est une structure semi-cristalline constituée de zones cristallines séparées par des zones amorphes. Cependant, il n'existe pas de séparation nette entre ces deux phases.

3. Propriétés physico-chimiques de l'amidon

L'amidon possède deux propriétés principales: son comportement en solution, et sa capacité d'hydrolyse totale ou partielle. Cependant, il possède de nombreuses autres propriétés comme: pH, taille et forme des grains, transparence des gels, pourcentage d'amylose ...

3.1. Eau et amidon

A froid, l'amidon n'est pas soluble dans l'eau, de par la présence de liaisons hydrogènes intermoléculaires. Cependant, les groupements hydroxyles de surface permettent de lier l'eau. A température ordinaire, l'amidon possède une capacité de fixation pouvant aller jusqu'à quarante fois son poids en matière sèche. C'est le phénomène de sorption.

Lorsque la température augmente, ces liaisons hydrogènes intermoléculaires sont rompues libérant les groupements OH. Ceux-ci vont alors pouvoir fixer l'eau, augmentant la solubilité de l'amidon jusqu'à dissolution totale. C'est le phénomène d'empesage. Lors du refroidissement d'un empoi d'amidon, on observe une transformation particulière due à la réorganisation des molécules. C'est le phénomène de rétrogradation.

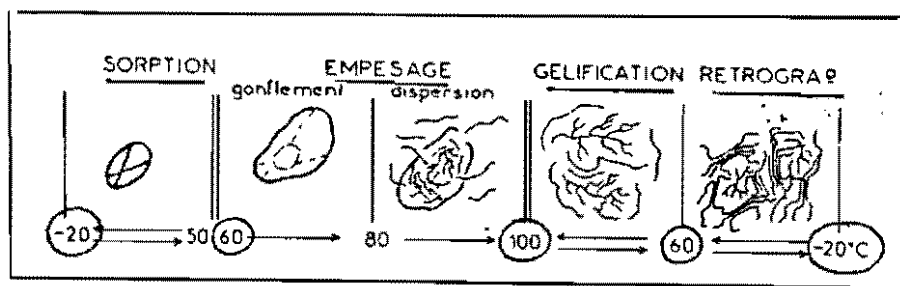


Figure 5: transformations hydrothermiques de l'amidon (Duprat, Gallant, Guilbot, Mercier, et Robin, 1980)

Ces transformations structurales imposent d'importantes variations de viscosité. Ce phénomène est à la base de nombreuses applications industrielles.

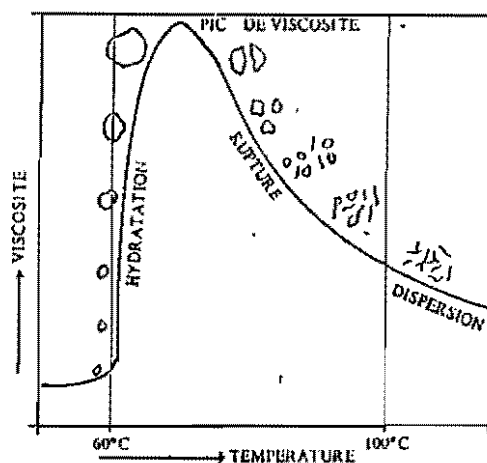


Figure 6: Variation de viscosité avec la température (Romero, 1993)

3.1.1. Phénomène de Sorption

Il est dû à la fixation des molécules d' H_2O sur les groupement OH de l'amidon. Il s'ensuit un gonflement réversible des grains d'amidons jusqu'à une température de 50-60°C, c'est à dire jusqu'à la perte de la croix de biréfringence (en lumière polarisée). Les différences de gonflement entre différents amidons sont dues à la force des liaisons hydrogènes intermoléculaires.

D'une façon générale, plus les grains sont petits, plus ils sont résistants à la température. Le gonflement des grains d'amidon provoque une augmentation de la viscosité du milieu.

3.1.2. Le phénomène d'empesage (ou gélatinisation)

Au delà d'une température de 50-60°C, le gonflement devient irréversible. Il y a rupture de la structure granulaire par dispersion dans le milieu des molécules d'amidon. L'amylose de faible poids moléculaire diffuse en premier.

Cette destruction granulaire est responsable de la perte de viscosité du milieu. On obtient alors une solution contenant des fragments de grains et les molécules d'amidon en suspension. Cette dispersion permet une meilleure digestion de l'amidon par les enzymes (meilleure accessibilité).

La température de gélification représente la température à laquelle le grain commence à gonfler.

Il est à noter que lorsque la proportion d'amylose augmente, la température de gélification tend à s'élever. (Tian, Rickard et Blanshard, 1991)

3.1.3. Le phénomène de gélification/rétrogradation.

Un empoi d'amidon obtenu à partir d'un traitement à 100°C (empesage) est instable à la température. Lorsqu'il se refroidit, il y a réorganisation des molécules d'amylose et d'amylopectine, incompatibles en solution concentrée. Il y a alors formation d'un gel.

En effet, à une température inférieure à 90°C, on observe l'apparition de deux fractions composées chacune à 90% du même polymère: l'une des deux constitue une matrice continue retenant prisonnière la seconde.

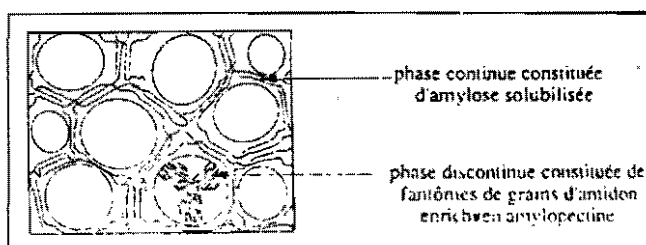


Figure 7: représentation schématique d'un gel d'amidon obtenu à partir d'un amidon partiellement gélifié. (Buléon, Colonna et Leloup, 1990)

A partir de 60°C, les associations intermoléculaires (entre molécules d'amylose principalement) sont plus nombreuses et le gel rétrograde, formant des cristallites insolubles dans l'eau.

3.1.4. Le phénomène de synérèse

Cette rétrogradation est responsable du phénomène de synérèse. En effet, l'eau liée à l'amylose par liaisons hydrogènes va se trouver en partie rejetée par la formation de liaisons Hydrogènes entre molécules d'amylose. Il y a alors séparation de phase par sécrétion d'eau.

Cette synérèse tendrait à augmenter lorsque la quantité d'amylose croît. (Romero, 1993)

Ce phénomène fortement indésirable dans les industries alimentaires est aggravé par le froid. Il pose donc de gros problèmes dans les aliments destinés à être congelés. Les amidons congelés présente un aspect similaire à celui d'une éponge, capable d'absorber et de rejeter de l'eau, et présentant donc une forte synérèse. Ce phénomène rend la mesure de la synérèse difficile et serait du à une rétrogradation totale de l'amidon. (Hak Ryang Kim, 1992).



Figure 8: Electron-micrographie d'un gel stocké à -32°C pendant 60 jours. s: grain d'amidon. (Hood et Seifried, 1974)

En effet, un gel d'amidon congelé ne serait-ce qu'une semaine présente un aspect totalement rétrogradé, assimilable à celui d'une éponge. De fait, le gel est capable de rejeter et d'absorber l'eau en retrouvant chaque fois sa forme initiale.

Le phénomène de rétrogradation augmenterait la sensibilité de l'amidon aux enzymes (Carvajalino Villalobos, 1968).

A pH acide, la tendance à la rétrogradation est plus importante qu'à pH neutre, ce qui a pour effet d'augmenter la synérèse. (Ortiz Eslava et Valderrama Cuellar, 1977).

3.2. Hydrolyse de l'amidon

3.2.1. Hydrolyse acide

L'hydrolyse acide est le moyen le plus ancien pour hydrolyser l'amidon. En effet, en présence d'acide, la liaison $\alpha[1\rightarrow4]$ ou $\alpha[1\rightarrow6]$ sont hydrolysées de la façon suivante :

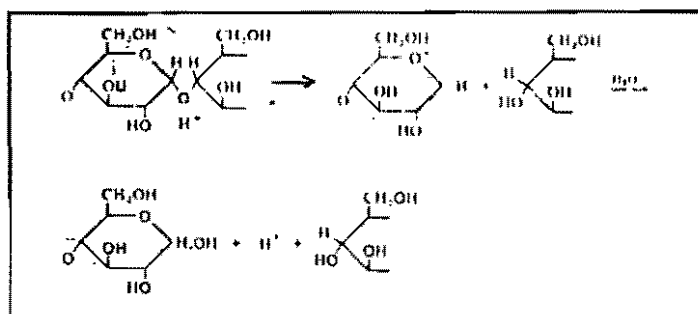


Figure 9: Hydrolyse acide de la liaison hémiacétale $\alpha[1\rightarrow4]$
(Duprat, Gallant, Guilbot, Mercier et Flobin, 1980)

Les phases amorphes du grain d'amidon sont rapidement hydrolysées alors que les phases cristallines sont beaucoup plus résistantes à l'attaque acide (Castro Suavez et Escobar Ospina, 1984).

Cependant, l'intégrité granulaire est maintenue jusqu'à environ 25% d'hydrolyse environ.

La liaison $\alpha[1\rightarrow6]$ est plus résistante à l'hydrolyse acide que la liaison $\alpha[1\rightarrow4]$, néanmoins de par sa position sur la molécule d'amidon, elle est plus soumise à cette "attaque". (Castro Suavez et Escobar Ospina, 1984).

L'hydrolyse acide est un moyen de modification d'amidon qui permet entre autre d'obtenir des amidons de faible viscosité à chaud, mais de rigidité plus importante à froid. (Castro Suavez et Escobar Ospina, 1984).

3.2.1. Hydrolyse enzymatique de l'amidon

Il existe trois types d'enzymes capables d'hydrolyser partiellement ou totalement l'amidon: les enzymes spécifiques de la liaison $\alpha[1\rightarrow4]$ (α et β amylases), de la liaison $\alpha[1\rightarrow6]$ (Pullulanase et iso-amylase), ou des deux (amyloglucosidases).

L' α -amylase coupe les liaisons au hasard, alors que la β -amylase coupe les chaînes en maltose à partir de l'extrémité non réductrice.

Les gluco-amylases permettent la conversion complète de l'amidon en glucose. Elles agissent à partir de l'extrémité non réductrice et peuvent pour certaines agir sur le grain natif.

Il est à noter que la rétrogradation abaisse la sensibilité des amidons aux enzymes.

3.3. Transparence des gels

Au fur et à mesure de la gélatinisation, l'opacité de la solution diminue, devenant progressivement plus transparente.

Les gels d'amidon peuvent avoir des opacités et des couleurs très différentes (gels blancs ou crèmes, opaques ou totalement translucides).

La transmission de la lumière est liée au gonflement du grain, et indépendante du type d'amidon. La réflectance par contre ne montre aucune corrélation avec l'état de gonflement.

De plus, l'ajout d'hydroxyde de sodium dans la solution permet d'augmenter la clareté des gels d'amidon (Ortiz Eslava et Valderrama Cuellar, 1977).

Cette transparence est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre.

3.4. Le pH

Les amidons possèdent des pH variés. Certains sont acides et d'autres basiques. La mesure de ce pH s'effectue sur une suspension d'amidon (généralement à 5%) dans de l'eau distillée froide afin d'éviter toutes contaminations par des sels ou autres substances capables de modifier le pH.

4. Stabilité et potentialité de quelques amidons

4.1. Les amidons natifs

Les amidons de fort contenu en amylopectine posséderont une faible capacité à rétrograder. (Castro Sauvez et Escobar Ospina, 1984). En effet, seule l'amylose rétrograde par réassociation inter-moléculaire. De même, la quantité d'amylopectine, son degré de ramification et sa longueur de chaîne vont influencer le taux de rétrogradation de l'amidon. (Castro Sauvez et Escobar Ospina, 1984).

D'une façon générale, plus les grains d'amidons sont petits, plus ils sont résistants à la température. Si une "pâte" d'amidon est congelée puis décongelée, le matériel ramifié se transforme en précipité insoluble. Cependant, si on chauffe ce dernier à 50-60°C, il revient à son état initial (Ortiz Eslava et Valderrama Cuellar, 1977). Ceci est un phénomène important dans les aliments congelés destinés à être cuits avant utilisation, sachant que la viscosité des gels d'amidons sera fonction de la taille de ses grains et de son degré de polymérisation. (Buléon, Colonna et Leloup).

La taille générale des grains d'amidon est comprise entre 1 et 100 µm. (Evans et Haisman, 1979).

Le *manioc* possède un petit grain d'amidon de diamètre compris entre 5 et 35 µm, un contenu en amylose moyen (13,6 à 23,3 %) et une température de gélatinisation de 52 à 56 °C selon les variétés. (Rickard, Asoaka et Blanshard, 1991). Le rapport annuel du CIAT 1994 indique par contre un pourcentage d'amylose de 15 à 29% et une température de gélatinisation de 62 à 68°C. Il forme un gel opaque relativement stable à la rétrogradation, donc de faible synérèse. (Carvajalino Villaobos, 1968). D'après Xu et Seib (1993), cet amidon présente une résistance à l'acide intéressante lorsqu'il est gélifié (stabilité à 35 °C en présence d'HCl 1M). Par contre, Ruales, Santacruz et Hermann ont montré en 1995 que l'amidon cru pouvait rester susceptible à l'acide, résultat également obtenu par Ortiz Eslava et Valderrama Cuellar en 1977. Il conserve cependant une viscosité maximale élevée, mais peu stable à de hautes températures (Especies vegetales, 1990). Cet amidon semble être très stable à la congélation. (Ruales, Santacruz, Hermann, 1995).

La *Canna edulis* possède un taux d'amylose parmi les plus importants (38%) et sa viscosité maximale est élevée. (Purshottam, Harshwardhan, Srivastava et Mahendrasinh, 1990). Son grain possède un diamètre compris entre 83 et 153 µm c'est à dire parmi les plus grands. Il possède un gel transparent gélatinisant à 64-72 °C et l'amidon cru est résistant à l'attaque enzymatique (4 % d'hydrolyse après 60 min d'incubation). (Cheng-Yi et Yung-Ho, 1991). Cet amidon semble relativement stable à la chaleur jusqu'à des températures avoisinant 90°C. Néanmoins, il reste moins stable que l'amidon de maïs. (Purshottam, Harshwardhan, Srivastava et Mahendrasinh, 1990).

De même, il est moins résistant à la congélation que le manioc, mais plus que le blé. (Ruales, Santacruz et Hermann, 1995). Par contre, il semblerait résistant à l'attaque acide. (Ruales, équateur, rapport d'activité 1994). Cet amidon est totalement digeste et pourrait donc être utilisé dans les aliments pour bébé ou pour personnes âgées ou malades. Il est actuellement utilisé en Colombie pour faire des biscuits ou des pains, et au Vietnam pour la production de pâtes (Hermann, 1994). Cependant, cet amidon reste un amidon cher à produire, c'est peut-être pour cela qu'il reste peu utilisé. (3).

La *patate douce* reste l'un des standards les plus utilisés. Il possède un grain de 10 à 25 μm environ (Duprat, Gallant, Guilbot, Mercier et Robin, 1990), une température de gélatinisation comprise entre 58 et 77 et une viscosité maximale moyenne (Cheng-Yi et Yung-Ho, 1991). Son contenu en amylose peut varier beaucoup selon la période de récolte et les variétés (entre 8,5 et 30 %). (Tian, Rickard et Blanshard, 1991). Ces mêmes auteurs indiquent une température de gélatinisation supérieure de 66,5 à 86,3 $^{\circ}\text{C}$, c'est-à-dire une valeur supérieure à celle du manioc, de la pomme de terre et du blé mais une valeur similaire à celle du maïs. Cet amidon présente une synérèse moindre que les amidons de pomme de terre et de manioc. Par contre, il présente une grande dégradation à l'acide (environ 50% d'hydrolyse en 4 jours à 35 $^{\circ}\text{C}$ en présence d'HCl 2,2M). (Tian, Rickard et Blanshard, 1991). Cet amidon est fréquemment utilisé dans les aliments pour bébé. (Paschoal, Claret et Araujo, 1993/1994).

Les *bananes plantains* semble présenter une stabilité importante à la température, mais une viscosité assez faible. On peut extraire environ 20% d'amidon du fruit vert, mais cette quantité diminue rapidement dans le temps avec la maturation du fruit. La quantité d'amylose varie beaucoup d'une espèce à l'autre, mais reste assez faible. La taille des grains est généralement proche de 26 μm mais peut varier énormément en fonction de l'origine géographique. Sa température de gélatinisation est comprise entre 61,2 et 66,6 $^{\circ}\text{C}$. Il contient environ 11 à 12% d'amylose. Cet amidon est très compacte et présente donc une grande résistance enzymatique supérieure à celle du manioc et du blé. (Eggleston, Swennen et Akoni, 1992).

Le *blé* possède un grain de diamètre compris entre 2 et 38 μm (Duprat, Gallant, Guilbot et Mercier, 1980). Il comporte 25 à 28 % d'amylose et sa température de gélatinisation est de 80 à 85 $^{\circ}\text{C}$. (Buléon, Colonna et Leloup, 1990). Il présente une résistance à l'hydrolyse enzymatique moyenne (Ruales, Santacruz et Hermann, 1995), mais ne semble pas présenter de résistance autre.

La *pomme de terre* possède un grain de 15 à 100 μm et l'amidon forme un gel transparent. Il contient 19 à 22 % d'amylose. (Buléon, Colonna et Leloup, 1990). Sa température de gélatinisation est de 60-65 $^{\circ}\text{C}$. (Swinkels, 1985). Cependant cet amidon présente peu de résistance à la température, la congélation, ou l'acide. Cet amidon est fréquemment utilisé pour sa forte viscosité.

Le *maïs* quand à lui, possède un grain de 5 à 25 μm , forme un gel opaque et très stable à la température. Il possède une température de gélatinisation de 75-80 $^{\circ}\text{C}$. (Swinkels, 1985). Le gel est plus visqueux que celui de manioc, mais semble moins sensible que ce dernier au clivage par l'acide. (Ortiz Eslava et Valderrama Cuellar, 1977). Cet amidon contient 28 % d'amylose. (Duprat, Gallant, Guilbot et Mercier, 1980).

Le *riz* est un amidon cher à produire, mais reste fort utilisé pour la production d'amidons modifiés (tout comme le maïs). Il nécessite un traitement alcalin de plusieurs jours au moment de l'extraction afin de le séparer du grand nombre de protéines qu'il contient. Il possède des grains de très petite taille (3 à 8 μm) et donc une viscosité relativement faible comparée aux autres amidons couramment utilisés. (The minor starches of commerce). Il comporte 14 à 32 % d'amylose. (Duprat, Gallant, Guilbot et Mercier, 1980). Sa température de gélatinisation est faible, comprises entre 53,5 et 64,1 $^{\circ}\text{C}$. (Cheng-Yi et Yung-Ho, 1991). L'amidon de riz modifié est souvent utilisé dans les aliments congelés car il présente fort peu de synérèse.

Le *taro* possède un taux d'amylose faible et forme un gel clair similaire à celui de la pomme de terre. Le grain est compris entre 3 et 5,2 μm , et il contient 14 à 19,4 % d'amylose. Sa viscosité est généralement supérieure à celle des amidons de céréales. (Moorthy, Tankamma et Unnikrishnan, 1993). Cet amidon est très peu stable à la température et possède une température de

gélatinisation comprises entre 63 et 78°C. Cependant, cette température varie beaucoup avec son degré de maturité. (Cheng-Yi et Yung-Ho, 1991). Moorthy, Tankamma et Unuikrishuan ont quant à eux trouver un température de gélatinisation comprise entre 80 et 86 °C. Le rendement en amidon est relativement élevé : 21% environ dans la matière fraîche, et sa qualité est excellente (Proano et Estrada, 1992).

L'*arracacia* possède également un bon rendement en amidon (15 à 20% de la matière première en base sèche), et est relativement stable à la congélation (en particulier, il présente peu de synérèse). Il est utilisé en Amérique latine dans les aliments pour bébé car totalement digestible. (Hermann, 1994).

Les *bananes* sont riches en amidon quand elles sont vertes, au même titre que les bananes plantains. Cet amidon reste cependant peu utilisé. Son grain possède un diamètre compris entre 20 et 60 µm, et il gélatinise à 74-83°C. (Cheng-Yi et Yung-Ho, 1991).

L'*igname* possède quant à lui une grande quantité d'amylose (25,5 à 30 %). Sa température de gélatinisation est comprise entre 71,6 et 80,4 °C. (Faboya et Asagbra, 1990). Il présente une bonne résistance à la température mais sa viscosité est assez faible.

L'*arbre à pain* possède un amidon faible en protéines et très stable à la chaleur ainsi qu'au traitements mécaniques. Il contient environ 18% d'amylose. (Loos, Hood et Graham, 1981).

En conclusion, Le manioc semble posséder un amidon très résistant dans l'ensemble, surtout dans le cas de l'acide et de la congélation. La marante quant à elle semble contenir l'amidon le plus résistant à l'acide. Pour la résistance à la stérilisation, les bananes plantains et l'igname semblent posséder une grande stabilité.

Amidon	Taille des grains (µm)	Tg (°C)	% amidon en M.S.	% amylose	Forme des grains
Bananes	20-60	74-83	0,8-77,5	16	
Bananes Plantains	7,8-61,3	61,2-66,6	72,3-74,2	11-12	Alongés, ovales
Blé	2-38	80-85	67,2-68,4	25-28	Lenticulaires, Polyédriques
Igname	1-70	71,6-80,4	68,5-82,8	25,5-30	Polyédrique, sphériques, Ovoïdes
Maïs	5-25	75-80	71-74	28	Polyédriques
Manioc	5-35	52-56 62-68	85-86,6	13,6-23,3 15-29	Hémisphériques, sphériques
Canna	83-153	64-72		38	
Pachyrrhize	< 10		68	23	Hémisphériques, convexes biconcaves
Patate douce	10-25	58-77 66,5-86,3	69,2-72	8,5-30	Polyédriques
Pomme de terre	1-100	60-65		19-22	Ellipsoïdaux
Riz	3-8	53,5-64,1	74,6-88	14-32	
Taro	3,0-5,2	63-78 80-86		14-19,4	

Tableau 1: tableau des caractéristiques des amidons

Racines ou tubercules	rendement (en t/ha/mois)
Pachyrhize	6,25 - 8,33 (5)
Oca	4,37 - 9,17 (1)
Ulluco	0,41 - 0,75 (6)
Pomme de terre	0,71 - 10 (4)
Arracacia	1,2 - 2,5 (3)
Igname	0,68 - 2,73 (5)
Canna	2,75 - 8,33 (1)
Manioc	0,37 - 3,33 (2)

Tableau 2: rendement de production des racines et tubercules (en t/ha/mois)

(1) Hermann, 1994

(2) Montaldo, 1991

(3) Cip circular, 1994

(4) Desarrollo de productos de raices y tuberculos, 1992

(5) Melo, Krieger, Montenegro, Physicochemical properties of Jacatupe starch. In starch/Stärke, Vol 46, N°7, 1994. p245-247.

(6) Kay, Root crops, 1973.

4.2. Les amidons modifiés

La stabilité des amidons est améliorée par des modifications physicochimiques. Il existe sur le marché certains amidons modifiés possédant de grandes capacités de résistance.

4.2.1. La résistance à de hautes températures

Les amidons modifiés possédant une résistance à la température sont les amidons réticulés.

La réticulation consiste en la création de ponts entre les molécules à l'intérieur même du grain d'amidon. Le gonflement du grain est donc limité.

Sous l'action du chauffage, la destruction des liaisons hydrogènes permet un gonflement du grain et une augmentation de viscosité. Les liaisons de réticulations ne sont pas détruites à la chaleur. Elles permettent de limiter le gonflement, la rupture et la dispersion complète du grain, et donc de diminuer la rétrogradation. Ce phénomène aura ainsi pour effet de limiter la baisse de viscosité du gel à la température, et de le stabiliser. (Boursier, 1994).

La réticulation s'effectue par l'introduction lente dans la suspension d'amidon d'agents réticulants tels que l'oxychlorure de phosphore (méthode de Felton et Schapmeyer, 1940) ou le triméthaphosphate de sodium (méthode de Kerr et Eleveland, 1954). La réaction s'effectue à une température inférieure à la température de gélatinisation, et à un pH avoisinant 10. La réaction s'arrête par la neutralisation du pH. Suit alors filtrage, lavage et séchage. (Chantor, 1995))

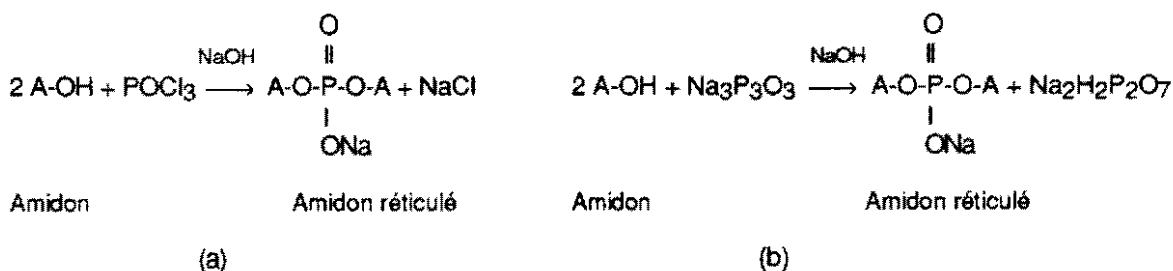


Figure 10: Réticulation d'amidon (Chantor, 1995)

(a): avec oxychlorure de phosphore

(b): avec triméthaphosphate de sodium

Ces amidons sont également résistants à une agitation prolongée.

4.2.2. Résistance aux basses températures (congélation)

Les amidons résistants à la congélation sont stabilisés par l'introduction de groupement éthers ou esters.

Ce greffage permet d'augmenter la répulsion inter-chaine. De par ce fait, la rétrogradation est rendue plus difficile (moins de réassociations moléculaires), et tous les phénomènes dus à la rétrogradation seront restreints, en particulier celui de la synérèse. Pour cette dernière raison, ils sont souvent utilisés dans les aliments congelés. (Boursier, 1994).

Plus la chaîne introduite sera longue, plus la stabilisation sera grande (répulsion plus importante). (Chantor, 1995).

La modification s'effectue par l'utilisation d'un agent étherifiant ou estérifiant en présence d'un catalyseur alcalin.

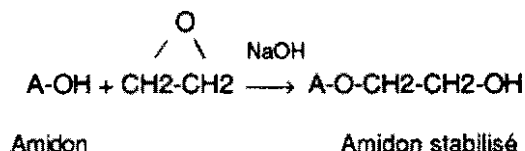


Figure 11: stabilisation d'un amidon (A) à 50°C avec de l'oxyde éthylène. (Chantor, 1995)

Ce type de modification permet également de diminuer l'opacité des gels. (Buléon, Colonna et Leloup, 1990).

D'une manière générale, les dérivés hydroxypropylés possèdent une grande résistance à la congélation (Buléon, Colonna et Leloup, 1990).

Dans les aliments congelés, il est souvent utilisé une double modification: stabilisation et réticulation. La réticulation sert à améliorer la résistance aux traitements industriels, et la stabilisation à diminuer la synérèse lors de la congélation.

4.2.3. Résistance à l'acide

Les deux méthodes vues précédemment permettent également de restreindre le clivage par l'acide.

En effet, l'introduction de liaisons supplémentaires ralentit la cinétique d'hydrolyse et rend le clivage plus difficile.

La stabilisation par un groupement comportant un élément ionique en fin de chaîne permet d'améliorer la résistance à l'acide. (Chantor, 1995)

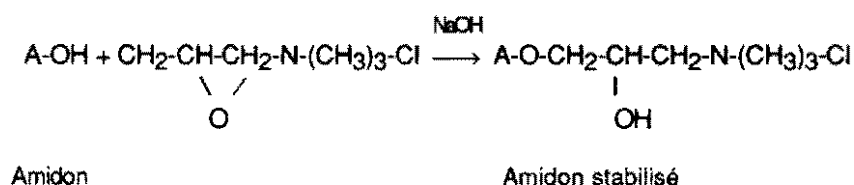


Figure 12: Obtention d'un éther cationique d'amidon (A) avec du 2,3 époxypopyl-méthyl ammonium. (Chantor, 1995)

L'introduction de phosphates permet également l'obtention d'amidons plus résistants à l'attaque acide (Castro Suavev et Escobar Ospina, 1984).

4.2.4. Résistance à la synérèse

Nous avons déjà vu que les amidons stabilisés possèdent une synérèse plus faible que les amidons natifs.

C'est également le cas des amidons oxydés qui, de plus, forment des gels d'une grande clareté. L'oxydation consiste en l'introduction de groupement carboxyle (COOH) ou carbonyle (C=O) sur la chaîne d'amylose. Cela permet de diminuer la rétrogradation. Différents agents oxydants peuvent être utilisés: Hypochlorite de Sodium, Persulfate d'Ammonium ou de Potassium, Permanganate de Potassium, ... Ils sont introduits en faible quantité (< à 10%) dans une suspension aqueuse d'amidon à pH alcalin. La réaction est arrêtée par diminution du pH à 5, puis par lavage. (Chantor, 1995).

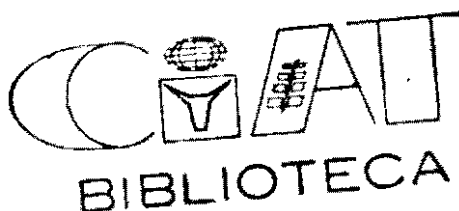


Figure 13: Oxydation d'un amidon (A) par Hypochlorite de Sodium (Chantor, 1995)

Cependant, les amidons modifiés sont considérés comme additifs et ne sont donc incorporables qu'en faible quantité dans les aliments. Les amidons natifs par contre sont ajoutés comme ingrédients.

Bilan:

- Résistance à la température: amidons réticulés.
- Résistance à la congélation: amidons stabilisés (et éventuellement réticulés).
- Résistance à l'acide: amidons réticulés ou stabilisés (avec phosphate, l'amidon stabilisé est plus résistant à l'acide).
- Résistance à la synérèse: amidons stabilisés ou oxydés.
- les amidons modifiés les plus utilisés sont les amidons de maïs et de riz.



MATERIEL ET METHODES

MATERIEL ET METHODES

1. Préparation des échantillons, extractions des amidons.

1.1. La matière première

La majeure partie des amidons ont été extraits manuellement dans les locaux du CIAT à partir de matière première achetée soit à Cali ou ses environs, soit sur le lieu de production lors de déplacement et de visites de sites.

Cependant, quelques amidons ont été achetés directement à des fabricants d'amidon (Colombiana de Almidones, Maizena). Nous nous sommes ainsi procuré les amidons industriels de riz, maïs, maïs cireux, pomme de terre.

En effet, certains amidons sont difficiles à extraire en laboratoire. C'est le cas par exemple de l'amidon de riz qui nécessite un long traitement alcalin afin de le séparer de la couche protéique qui entoure le grain, ou des amidons de maïs.

L'amidon de pomme de terre a été acheté dans le but de comparer la qualité des amidons industriels à ceux produits en laboratoire.

La matière première est réceptionnée et l'extraction faite le plus rapidement possible afin d'éviter toute détérioration pouvant altérer la qualité de l'amidon.

La résistance des amidons suivants a été testée au cours de cette étude: Pomme de terre industriel, maïs, Manioc, riz, *Canna*, Igname, Arracacia, Pachyrhize, Ulluco, Pomme de terre, Maïs cireux, Oca.

Les autres ont été extraits mais ne seront étudiés qu'ultérieurement.

La matière suivante à été travaillée:

Noms français	Noms Latins	Lieu d'achat	Variétés	Age des racines	Contact
Pomme de terre industriel	<i>Solanum tuberosum</i>	Colombiana de almidones (Cali)	-	-	Mr Patiño
Maïs	<i>Zea maiz</i>	Maizena (Cali)	-	-	Mr Figueroa
Manioc	<i>Manihot esculenta</i>	CIAT	CM 3306-4	12 mois	-
Riz	<i>Oryza sativa</i>	Colombiana de almidones (Cali)	-	-	Mr Patiño
Balisier (<i>Canna</i>)	<i>Canna edulis</i>	Quetame (Huila)	Rouge	10 mois	Mr Garcia
Igname	<i>Dioscorea alata</i>	Segovia (sucre)	Ceda	?	-
Arracacia	<i>Arraccia xanthorriza</i>	Bogotá (Central Colabastos)	violette	?	-
Pachyrrize	<i>Pachyrrizus erosus</i>	Potrerito (Palmira)	-	9 mois	Mr Guzman
Ulluco	<i>Ullucus tuberosus</i>	Bogotá (central Colabasto)	Chuguas	?	-
Pomme de terre	<i>Solanum tuberosum</i>	Cali	Parda	?	-
Maïs cireux	<i>Zea maiz</i>	Maizena (Cali)	-	-	Mr Figueroa
Oca	<i>Oxalis tuberosa</i>	Bogotá	-	?	-

Tableau 3: Matière première.

1.2. L'extraction

Les amidons ont été extraits suivant la méthodologie illustrée par la figure 11.

Lavage de la matière première:

Les racines et tubercules sont pesés puis lavés soigneusement, afin d'éliminer au maximum toutes les impuretés (terre, feuilles, insectes, ...). Dans le même objectif, ils sont épluchés.

Triturage:

Ils sont broyés sous forme de cossettes, puis au mixer en présence d'eau, jusqu'à l'obtention d'une suspension suffisamment fine.

Tamisage:

La suspension obtenue après broyage est tamisée et lavée à l'eau. L'amidon est entraîné par le liquide à travers un tamis (80 Mesh), alors que les fibres sont retenues. Ce lavage se termine lorsque le liquide s'écoulant devient très clair (absence d'amidon). Ce lait d'amidon est récupéré dans des bacs servant à la sédimentation.

Sédimentation:

Le lait d'amidon obtenu après filtration est laissé au repos. L'amidon se dépose dans le fond du récipient formant une couche compacte. Les temps de sédimentation varient énormément d'un amidon à l'autre (entre 30 min et 4 heures en moyenne). Les amidons qui sédimentent rapidement vont entraîner avec eux de nombreuses impuretés et nécessiteront de nombreux lavages afin de les purifier. Le surnageant est éliminé et l'amidon récupéré.

Lavage:

Pour laver l'amidon, il est dispersé de nouveau dans l'eau et passé à travers un tamis plus fin (150 Mesh) dans le but d'éliminer les quelques fibres et autres impuretés restantes.

Séchage:

L'amidon est séché en étuve à 40°C. Dans notre cas, le séchage en étuve est préféré au séchage solaire afin d'éviter les contaminations extérieures pouvant altérer la qualité et par conséquent les propriétés de l'amidon. La quantité d'amidon obtenue après séchage est pesée, afin de déterminer les rendements d'extraction en conditions de laboratoire.

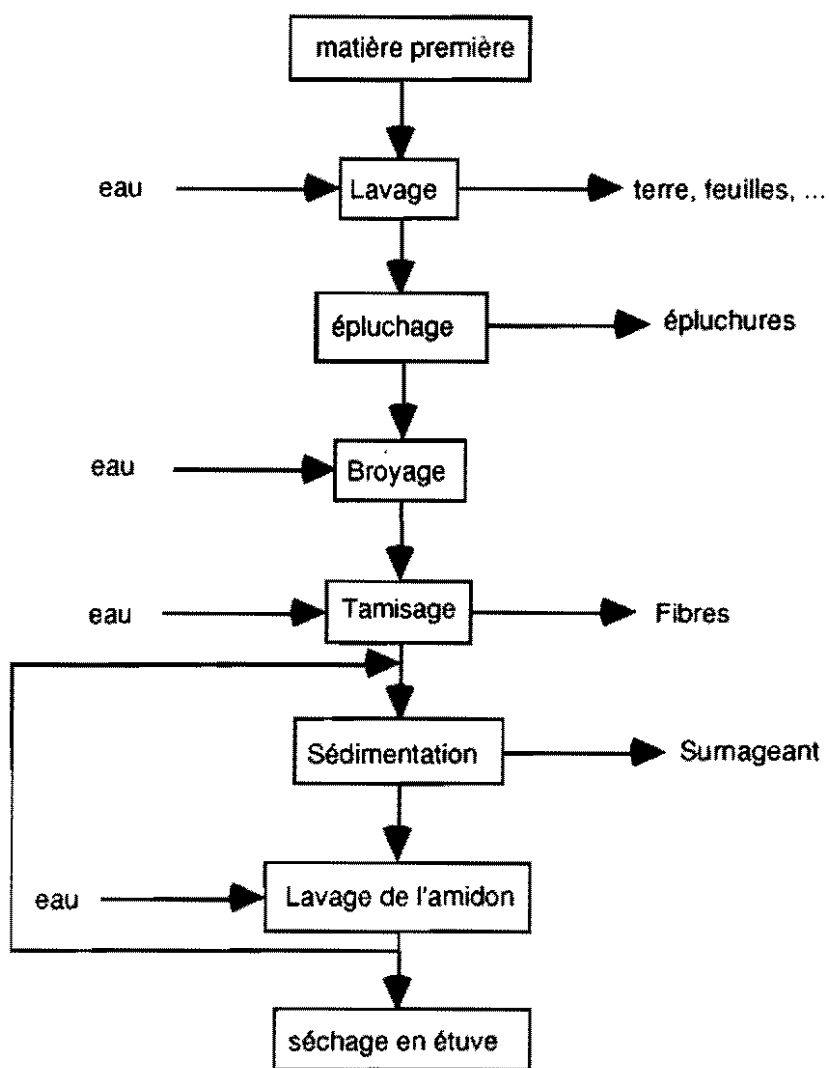


Figure 14: extraction des amidons.

Cependant, certains amidons nécessitent un traitement particulier.

L'amidon de *Canna* sédimentant très rapidement, il entraîne avec lui de nombreuses impuretés. De même, il comporte des composés phénoliques très fortement oxydables et présente un brunissement enzymatique. Il est donc nécessaire de le laver de nombreuses fois. Dans les "rallanderia" (lieu d'extraction des amidons en Colombie), il est lavé 7 fois; dans le cadre du laboratoire, les quantités de matière première sont moindres, les volumes d'eau plus grands, et 4 lavages se sont avérés suffisants.

L'amidon de capucine tubéreuse nécessite également de nombreux lavages. En effet, la matière première comporte un colorant violet tachant fortement l'amidon et les fibres qu'il contient. Il est très difficile de retirer complètement cette coloration, cependant, il est possible de l'atténuer.

Les amidons de bananes et de bananes plantains possèdent des fibres très fines. Lors du passage à travers le deuxième tamis, une quantité importante de fibres passe avec l'amidon, ralentissant sa sédimentation, et l'empêchant de former une couche compacte dans le fond du récipient. Il est donc difficile de retirer le surnageant sans enlever avec une grande partie de l'amidon. Cet amidon sera donc passé à travers un tamis plus fin (325 Mesh).

Les amidons de macabo, Taro et patate douce quant à eux ne sédimentent pas ou très lentement. Le temps de sédimentation nécessaire serait très important et on risquerait de voir apparaître un début de fermentation. Afin de remédier à ce problème, le lait d'amidon obtenu après le premier tamisage est centrifugé. Cette opération étant très longue du fait des grands volumes traités, cet amidon ne subit pas d'autre lavage.

De même, certaines racines et tubercules s'oxydent très rapidement après épluchage. Ils sont alors conservés dans de l'eau avant d'être broyés afin de limiter ce phénomène. Il convient néanmoins de les travailler le plus vite possible. C'est le cas par exemple de la *Canna* ou des bananes plantains.

De plus, il est nécessaire de produire l'amidon de macabo avec des gants. En effet, la pulpe provoque un irriteur cutané.

	Temps de sédimentation	Rapidité d'extraction	Simplicité d'extraction
Manioc	30 min	très rapide	très simple
Canna	20 min	moyen	Moyen (lavage et épluchage compliqués)
Igname	3h (couche non compacte)	moyen	Moyen
Arracacia	30-40 min	très rapide	très simple
Pachyrhize	3-3h30	lent	simple
Ulluco	2h	lent (très visqueux)	compliqué
Pomme de terre	30 min	rapide	très simple
Oca	3h (couche non compacte)	lent	Moyen
Capucine tubéreuse	3h (couche non compacte)	lent	Moyen
Macabo	Centrifugé	très lent	Compliqué
Banane plantain	3-4h	très lent	très compliqué
Patate douce	Centrifugé	très lent	compliqué
Taro	Centrifugé	très lent	compliqué

Tableau 4: caractéristiques de l'extraction des amidons.

2. Caractérisation des amidons

2.1. La matière sèche

Cette mesure est effectuée sur la matière première et sur les amidons afin de déterminer le taux d'humidité qu'ils contiennent.

La mesure consiste à sécher 24 heures en étuve (60°C) une quantité déterminée d'amidon, et de peser son poids sec. La perte de masse correspond alors à la quantité d'eau présent dans le produit.

Le rapport poids humide / Poids sec détermine la matière sèche (MS).

2.2. Le visco-amylogramme Brabender.

Il permet de mesurer la viscosité d'une suspension d'amidon lors d'un chauffage puis d'un refroidissement.

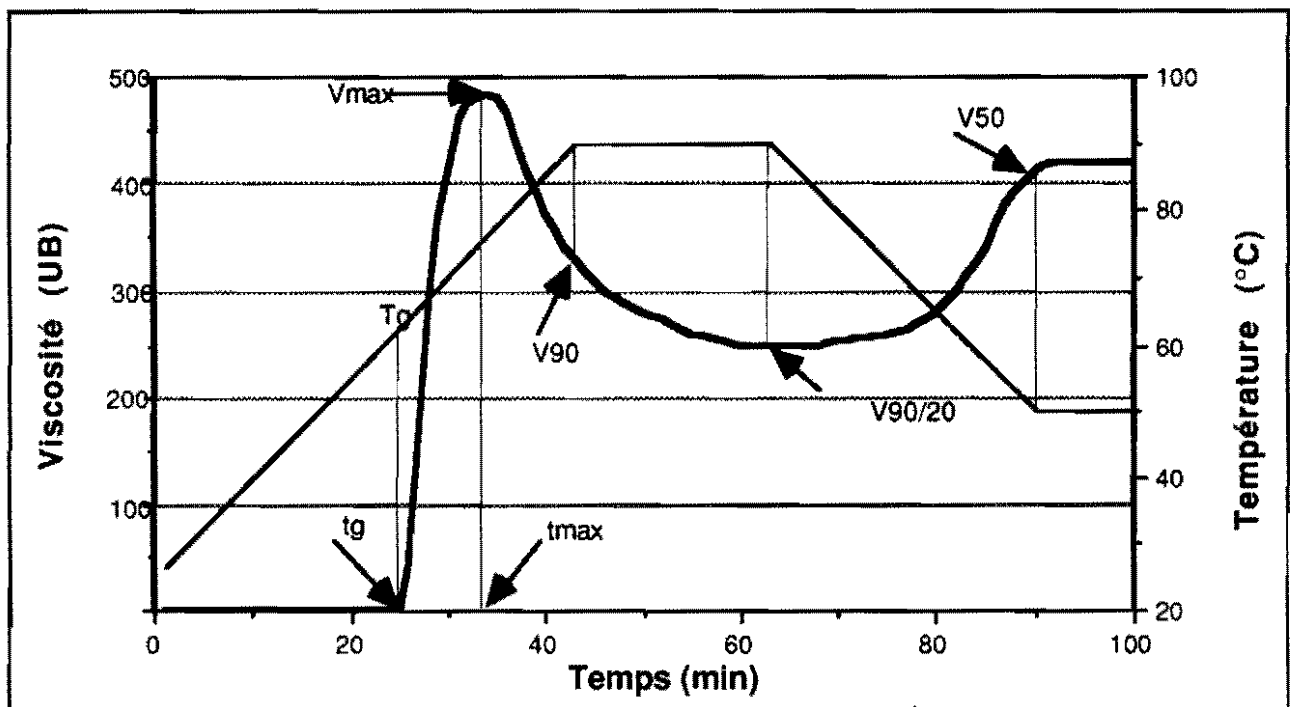
Les cycles de température sont répartis comme suit :

- température initiale de 25°C
- chauffage jusqu'à 90°C à la vitesse de 1,5°C / min
- maintien de cette température pendant 20 min
- refroidissement jusqu'à 50°C à la vitesse de 1,5°C / min
- maintien de cette température pendant 10 min

Le mode opératoire est le suivant :

- peser 25g d'amidon en base sèche (= 25 / MS) (pour obtenir une solution de 500 ml à 5% P/V en base sèche)
- le dissoudre dans un peu d'eau distillée et agiter pendant 10 min
- verser la suspension dans une fiole de 500 ml et compléter avec de l'eau distillée froide (< à 25°C).
- agiter la suspension pour homogénéiser
- verser le plus rapidement possible dans le récipient du visco-amylographe pour éviter la sédimentation de l'amidon
- attendre que la solution atteigne les 25 °C et initialiser le cycle de température.

les courbes obtenues ont l'aspect suivant :



Graphique1: Visco-Amylogramme Brabender d'amidon de manioc

On relève alors les données suivantes :

- la température de gélatinisation (Tg)
- la viscosité maximale (Vmax)
- la viscosité à 90 °C (V90)
- la viscosité à 90 °C après 20 min (V90/20)
- la viscosité à 50 °C (V50)

A partir de ces données, on calcule

- la facilité de cuisson: $t_{max} - t_g$
- la stabilité du gel: $V_{max} - V_{90/20}$ (plus cette valeur est faible, plus le gel est stable)
- l'indice de gélification: $V_{50} - V_{90/20}$

2.3. Détermination du contenu en amylose des amidons

Cette mesure est basée sur la complexation amylose-iodure, caractérisée par une couleur bleue.

* Préparer les solutions suivantes:

- Iode: peser 2g de KI et le dissoudre dans 5ml d'eau distillée. Y dissoudre 0,2g de I_2 et compléter à 100ml.
- Hydroxyde de sodium 1N
- Acide acétique 1N et 0,09N
- Ethanol à 95% (V/V)

** Gélatinisation de l'amidon:*

- Peser 100 mg d'amidon dans une fiole jaugée de 100 ml. Préalablement, l'amidon est pulvérisé à l'aide d'un mortier afin de ne laisser aucun agrégat de grain d'amidon. Cette manoeuvre est nécessaire à la bonne gélatinisation de l'amidon.
- Ajouter 1 ml d'éthanol à 95% et 9 ml d'hydroxyde de sodium 1N en évitant que l'amidon ne se colle aux parois. Laisser à température ambiante 18 à 24 heures sans agitation.
- Compléter à 100 ml avec de l'eau distillée.

** Complexation iode-amidon:*

- Prendre 5 ml de cette solution et les mettre dans une fiole jaugée de 100 ml contenant 50 ml d'eau bidistillée.
- Ajouter 1 ml d'acide acétique 1N et 2 ml d'iode. Mélanger et compléter à 100 ml avec de l'eau bidistillée.
- Laisser 20 min à l'obscurité afin que la réaction ait lieu.

** Lecture:*

- Lire la D.O. à 620 nm.
- Préparer un témoin: dans une fiole jaugée de 100 ml, mettre 50 ml d'eau bidistillée, 5 ml d'hydroxyde de sodium 0,09N, 1 ml d'acide acétique 1N et 2 ml d'iode. Compléter à 100 ml avec de l'eau bidistillée.
- Préparer une courbe standard évaluée avec des solutions à 0, 10, 20, 25 et 30% d'amylose préparée à l'aide d'amylose et d'amylopectine pures de pomme de terre.

Les résultats sont déterminés par comparaison avec la courbe standard.

2.4. Détermination des carbohydrates

2.4.1. Les sucres

La matière première de chaque tubercule est stockée au congélateur afin d'étudier tous les échantillons en même temps. Les échantillons sont ensuite lyophilisés à température ambiante, puis moulus jusqu'à obtention d'une poudre.

Le mode opératoire s'effectue alors comme suit:

** Préparation des solutions:*

- Réactif de cuivre: Dissoudre 12g de tartre de sodium et potassium et 24g de carbonate de sodium anhydre dans 250 ml d'eau bidistillée. Ajouter avec agitation 4g de sulfate de cuivre penta-hydraté dissout dans un peu d'eau, puis 16g de bicarbonate de soude. A part, préparer une solution de 180g de sulfate de sodium dans 500 ml d'eau. Les deux solutions sont mélangées et ajustées à 1l.
- Le réactif d'arseno-molybdate: Dissoudre 25g de molybdate d'ammonium dans 450 ml d'eau, ajouter 21 ml d'acide sulfurique, puis 3g d'arsenate de sodium dibasique hepta-hydraté dissout dans 25 ml d'eau. Placer la solution obtenue 24 heures à 37°C.

** Extraction des sucres:*

- préparer un "réceptacle" à partir de papier filtre
- y peser 2 g d'échantillon et le fermer
- le placer dans un extracteur Soxhlet munie d'un condensateur et d'un reflux. Y mettre 150 ml d'éthanol à 85% et laisser agir pendant 3 heures.
- retirer l'échantillon de la colonne. Le matériel soluble dans l'éthanol contenant les sucres se trouve alors dans le ballon.
- Distiller le contenu du ballon afin d'éliminer l'éthanol. Ajouter 80 ml d'eau distillée et distiller de nouveau jusqu'à élimination complète de l'alcool.
- compléter le volume à 200 ml avec de l'eau distillée.

** Analyse des sucres totaux:*

- pipeter 0,5 ml de la solution obtenue dans des tubes gradués de 50 ml.
- ajouter 2 ml d'eau distillée et 1 ml d'acide chlorhydrique 0,1 M puis les placer dans un bain marie à ébullition pendant 7 min.
- les sortir et les laisser refroidir.
- ajouter 1 goutte de phénolphtaleine 1% et 2 gouttes de solution concentrée de carbonate de sodium. On obtient alors une coloration rose.
- ajouter dans les tubes 2 ml de réactif de cuivre, agiter et les placer de nouveau dans le bain marie pendant 14 min.
- laisser refroidir.
- ajouter dans chacun des tubes 1 ml de réactif d'arseno-molybdate, mélanger et compléter à 50 ml avec de l'eau distillée.

** Analyse des sucres réducteurs*

Procéder comme précédemment mais sans introduire d'acide chlorhydrique.

** Préparation d'une courbe standard:*

- préparer une solution mère de glucose à 1,2 mg/ml
- à partir de cette solution, préparer 4 tubes de 10 ml à 1,2; 2,4; 3,6; 4,8% de glucose.
- prendre 0,5 ml de chaque concentration, et procéder comme pour les sucres réducteurs.
- lire l'absorbance à 520 nm.

** Calcul des résultats:*

- calibrer l'appareil avec la courbe standard.
- lire l'absorbance à 520 nm. Les résultats sont exprimés en comparaison avec la courbe standard.
- % sucres = $\frac{A \times Q \times Fd \times 100 \times 10^{-6}}{As \times P}$ avec:
 - A = Absorbance de l'échantillon
 - Q = quantité de glucose que contient le standard
 - As = absorbance du standard
 - Fd = facteur de dilution = 400
 - P = poids d'échantillon = 2 g

2.4.2. Détermination enzymatique de la quantité d'amidon

Le mode opératoire s'effectue de la manière suivante:

** Préparer les solutions suivantes:*

- Solution tampon acétate 2 M à pH 4,8
- Solution tampon triphosphate à pH 7: Dissoudre 36,3g de trihydroxy-méthyl-aminoéthanol et 52,3g de phosphate de sodium monobasique anhydre dans 1l d'eau bidistillée. Ajuster le pH à 7,0 avec de l'acide orthophosphorique.
- Solution d'amylase à 0,20 %: Dissoudre 0,1g d'enzyme dans 50 ml d'eau bidistillée.
- Solution de glucose-oxidase-péroxydase-ABTS (acide 3-éthyl benzotiazoline 6-sulfonique): Dissoudre 100 mg de glucose oxydase, 3 mg de peroxydase et 50 mg d'ABTS dans 100 ml de tampon triphosphate.

** Préparation d'une courbe standard:*

- préparer une solution mère de glucose à 1,2 mg/ml.
 - préparer 4 tubes contenant 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml et 0,34 ml de solution stock, et compléter à 10 ml avec de l'eau distillée.
 - Prendre 1 ml de cette solution et ajouter 2 ml d'eau bidistillée et 2 ml de solution enzymatique.
- On obtient alors des solutions correspondant à 28,8; 57,6; 86,4; 97,92 % d'amidon après hydrolyse totale.

* *Analyse:*

- Prendre 0,25g du matériel insoluble dans l'alcool (après extraction des sucres) et le diluer dans 25 ml d'eau bidistillée.
- Ajouter 0,1 ml d'amylase et incuber 1h à 90 °C.
- Laisser refroidir et filtrer dans des fioles jaugées de 100 ml.
- Diluer 50 fois.
- Prendre 0,75 ml de cette dilution et ajouter 0,2 ml de solution tampon acétate et 0,05 ml de la solution d'amylo-glucosidase.
- Incuber 2h à 60 °C.
- Ajouter 2 ml d'eau bidistillée et 2 ml de solution de glucose-oxydase-ABTS.
- Préparer un témoin avec 3 ml d'eau bidistillée et 2 ml de solution de glucose-oxydase-ABTS.

* *Calcul des résultats:*

- Ajuster l'appareil avec la courbe standard.
- Laisser à l'obscurité 30 min et lire l'absorbance à 560 nm.
- % amidon = $\frac{A \times Q \times Fd \times 100 \times 10^{-6} \times Fc}{As \times P}$ avec:
 - A = Absorbance de l'échantillon
 - Q = quantité de glucose que contient le standard
 - As = absorbance du standard
 - Fd = facteur de dilution = 6666,65
 - P = poids d'échantillon = 0,25 g
 - Fc = Facteur de conversion de % de glucose en % d'amidon = 0,9

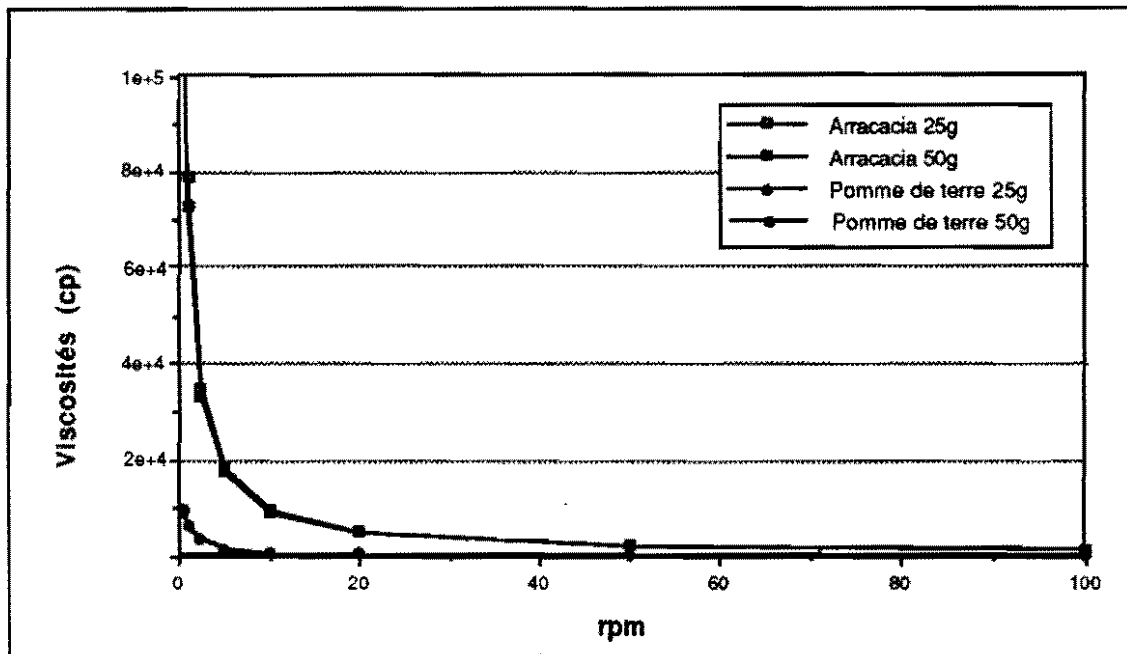
3. Détermination d'un protocole d'étude de la stabilité des amidons à différents stress

3.1. Essais préliminaires

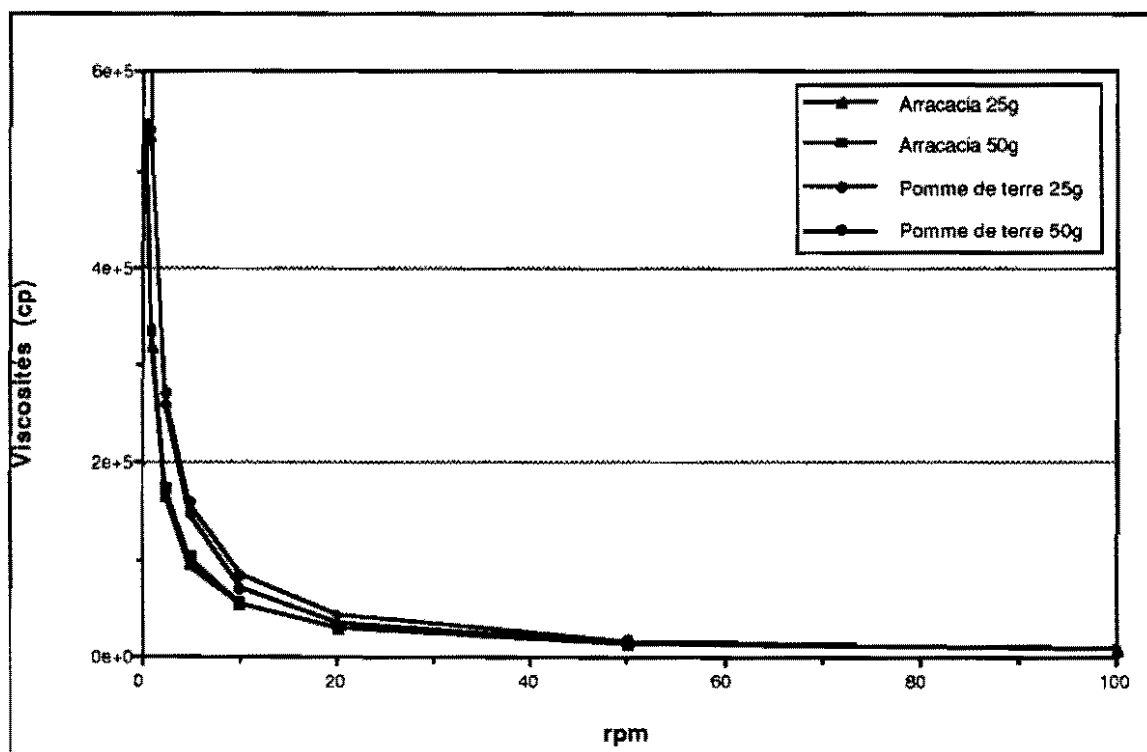
Afin de déterminer la méthodologie, il nous fallait savoir quels étaient les facteurs intervenant sur les résultats (pH, température, concentration, volume, ...). Nous devions également déterminer la concentration à laquelle nous allions étudier les gels afin d'obtenir des viscosités contenues dans l'ordre de grandeur de l'appareil utilisé.

3.1.1. Effet du volume de l'échantillon traité

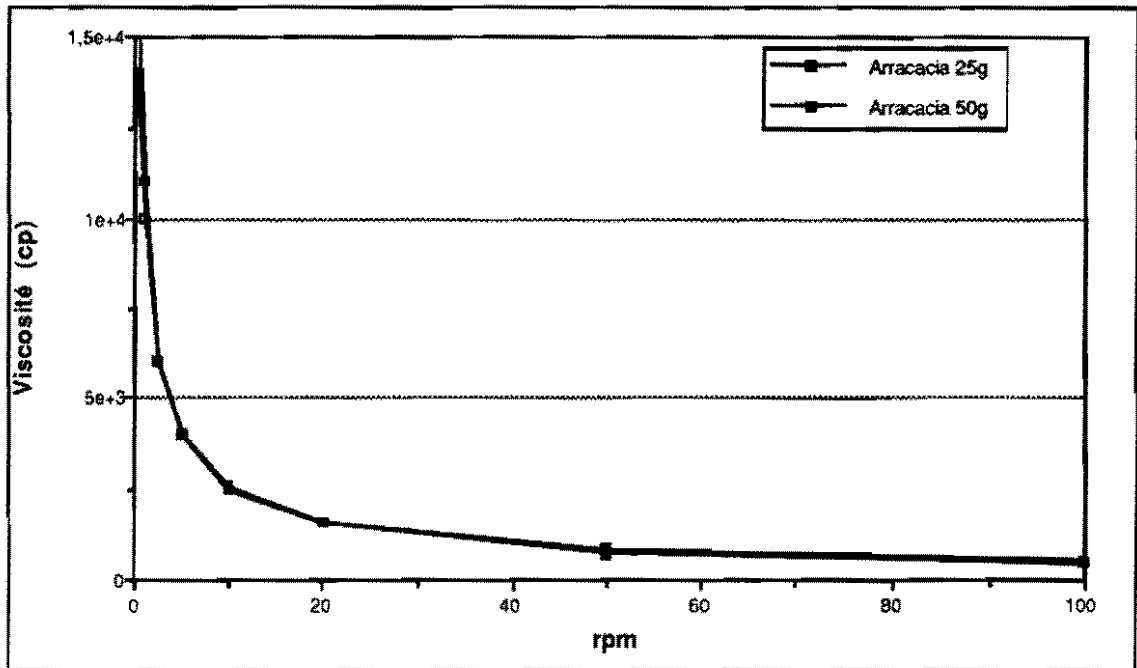
Nous avons mesuré la viscosité de gel à 5% (en MS) de 25g et de 50g après stérilisation, une semaine de congélation à -20°C et une semaine en présence d'acide à 4°C (pH établi à 2,4 à l'aide d'HCl 0,5 N). Les mesures ont été faites en utilisant la gamme de révolution du viscosimètre Brookfield modèle DV-II (0,5; 1; 2,5; 5; 10; 20; 50; 100 rpm).



Graphique 2: effet du volume d'échantillon sur la viscosité après une semaine en présence d'acide.



Graphique 3: effet du volume sur la viscosité après une semaine de congélation à -20°C



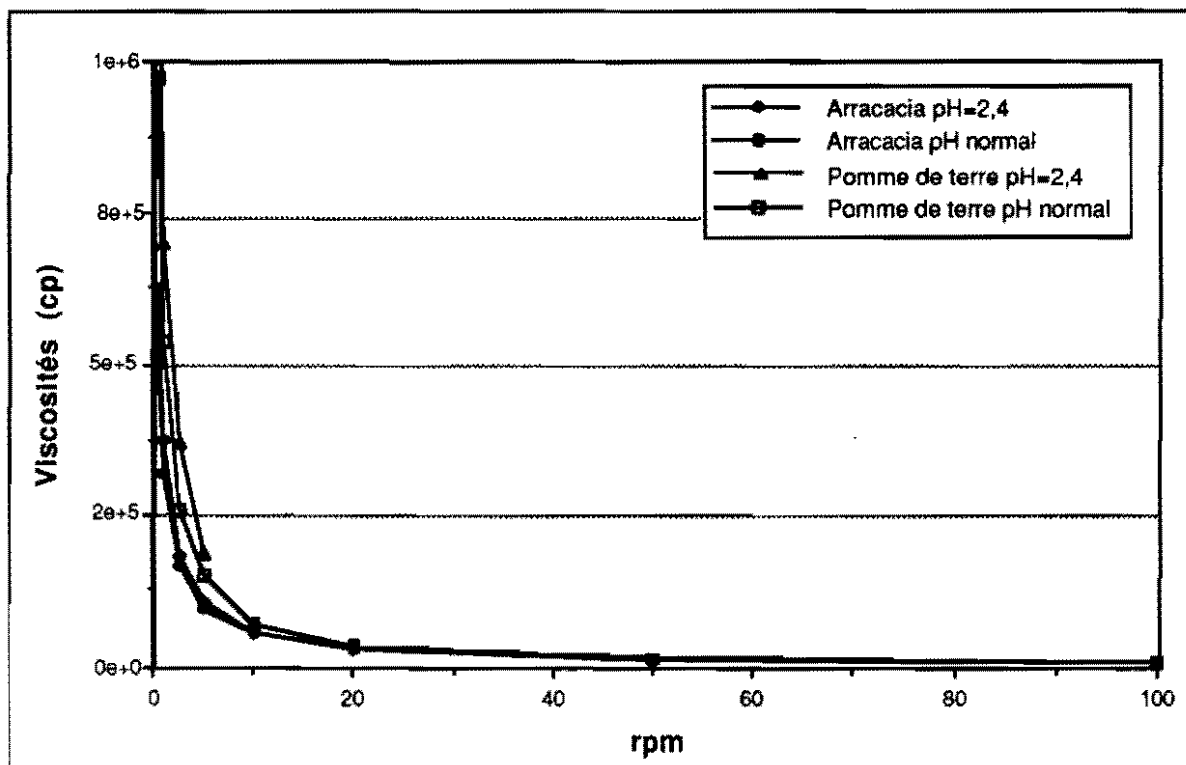
Graphique 4: effet du volume sur la viscosité après stérilisation.

Les résultats obtenus présentés ci-dessus (graphiques 2, 3, 4) montrent que le volume de l'échantillon n'a pas d'influence sur les viscosités finales, et ce quelque soit la révolution utilisée.

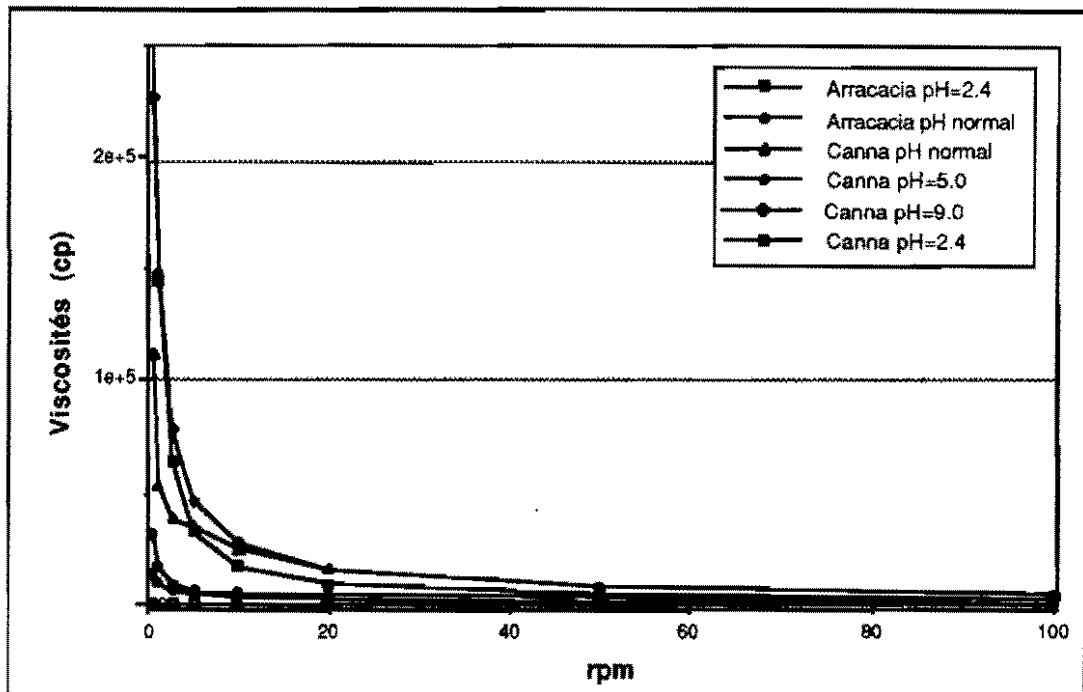
Lors des premier essais, des différences ont été observées dues à un manque d'homogénéité des gels. Par la suite, les gels ont été bien homogénéisés avant leur répartition, et les différences ont disparues. Il sera donc nécessaire lors du protocole définitif de veiller à bien homogénéiser les gels.

3.1.2. Effet du pH

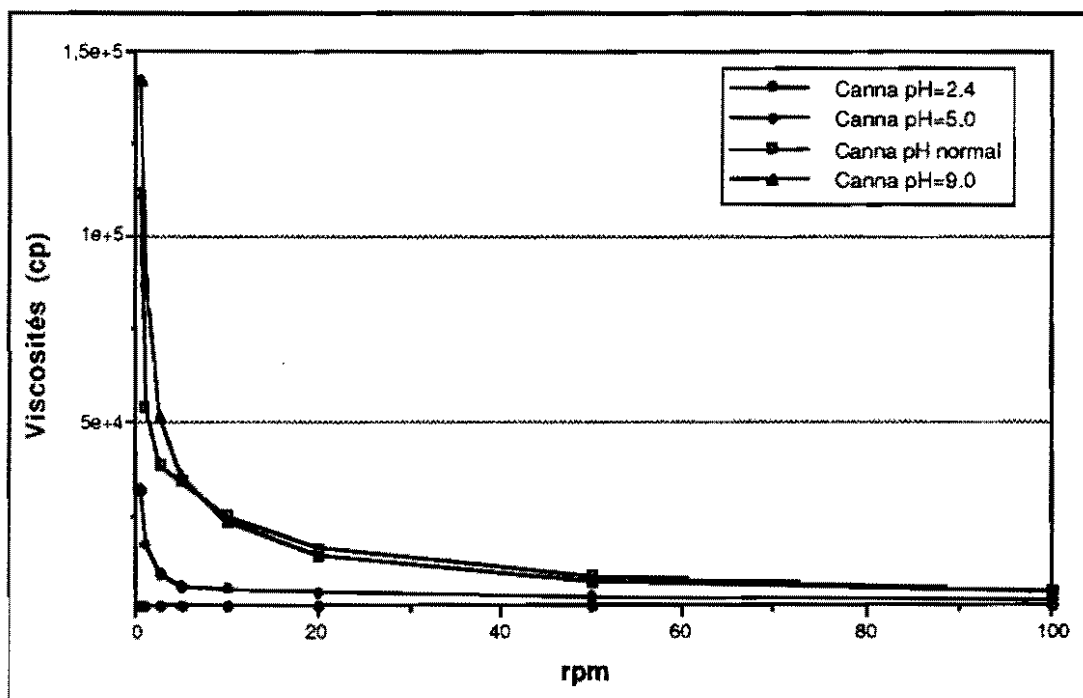
La viscosité de gel à 5% et de différents pH a été mesurée après stérilisation et une semaine de congélation à -20°C. Les pH ont été abaissés à pH= 5,0 et pH= 2,4 avec de l'acide chlorhydrique 0,05N et élevé à pH=9,0 avec de l'Hydroxyde de sodium à la même concentration.



Graphique 5: effet du pH sur la viscosité lors de la congélation.



Graphique 6: effet du pH sur la viscosité lors de la stérilisation.



Graphique 7: effet du pH sur la viscosité initiale.

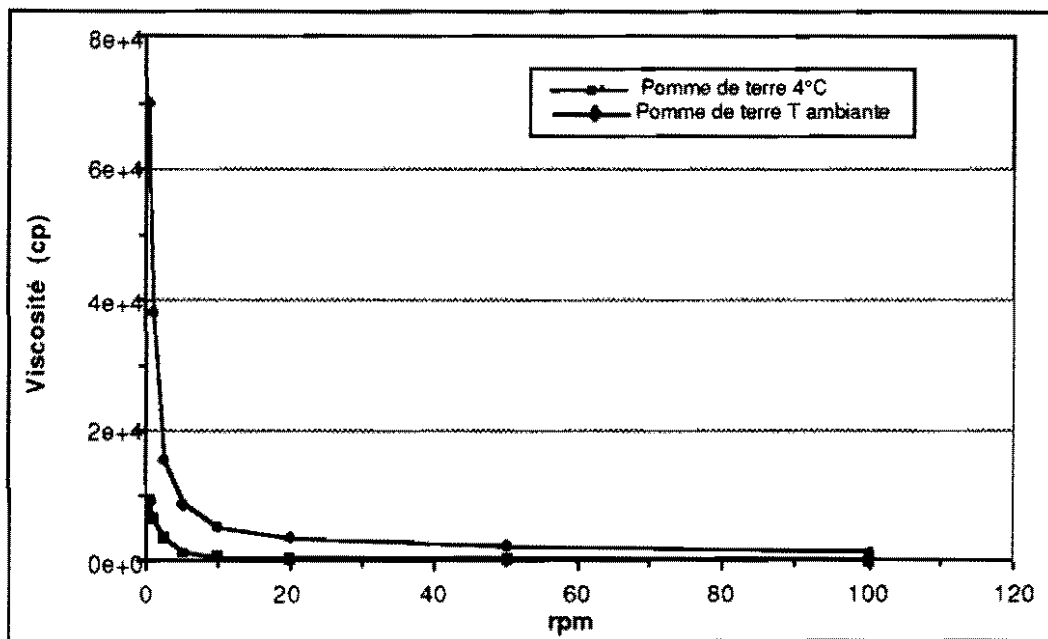
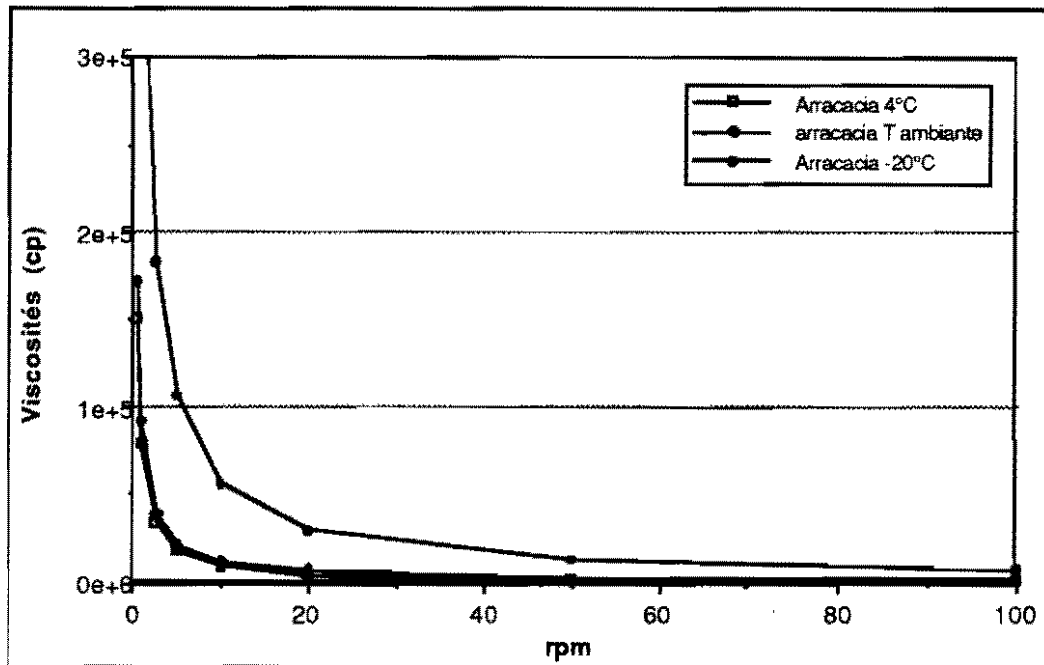
Les graphiques présentés ci-dessus montrent que le pH possède un effet très important lors de la stérilisation (graphique 6), la viscosité pouvant même atteindre 0 à pH très acide. Il nous fallait donc pour savoir à quel pH préparer nos gels destinés à être stérilisés, comparer les viscosités avant et après traitement. (graphiques 6 et 7)

On s'aperçoit alors que c'est sans modification de pH que la stabilité est la meilleure (diminution de viscosité moindre). C'est donc ainsi que nous préparerons les gels.

Quant à la congélation (graphique 5), le pH ne semble pas y avoir d'effet particulier, les mesures étant presque identiques à pH acide ou pH normal. L'activité d'hydrolyse de l'acide semble donc inhibée par la congélation.

3.1.3. Effet de la température de stockage pour la résistance à l'acide

La viscosité de gels à 5% a été mesurée après une semaine de stockage à pH=2,4 et à des températures de -20°C, 4°C, et température ambiante. (graphique 8 et 9)



Graphiques 8 et 9: effet de la température sur la viscosité après une semaine à l'acide.

On s'aperçoit alors que la viscosité la plus faible se trouve à 4°C. Cependant, l'arracacia conserve une viscosité importante (bonne stabilité semble t-il), alors que la pomme de terre, elle, présente une faible viscosité. malgré tout, cette viscosité reste mesurable. De façon à ne pas obtenir de viscosité trop élevée sur des gels présentant une bonne stabilité, nous travaillerons donc à 4°C.

3.1.4. Détermination de la concentration des gels

Les essais de congélation ont montrés qu'après ne serait-ce qu'une semaine de stockage à -20°C, le gel présente un aspect similaire à celui d'une éponge, rejetant l'eau si on le presse et reprenant sa forme initiale si on le place de nouveau en présence d'eau. Ce phénomène aggravé lorsque la concentration en amidon augmente, rend la mesure de la synérèse et de la viscosité difficile. A 5% et après une semaine, il est déjà laborieux de mesurer la viscosité (de par l'effet "éponge" et la valeur de viscosité élevée). Afin de limiter ce phénomène, les gels seront préparés à 2% de MS.

Les tests de stérilisation effectués sur la canna, la pomme de terre et l'arracacia à 5% montre un rang de viscosité entrant dans la plage de mesure du viscosimètre. Ces amidons n'étant pas parmi les plus résistants à la température, il est possible de rencontrer des amidons possédant une viscosité supérieure. Nous travaillerons donc les gels à 4% de MS.

Les essais effectués à 5% sur un gel sensible à l'acide (pomme de terre) présentent de faibles viscosités. Par contre un gel plus résistant comme celui d'arracacia montre des viscosités beaucoup plus importantes. Les gels seront donc réalisés à 6%. De fait, les amidons non stables en milieu acides présenteront rapidement une grande diminution de viscosité. De façon à suivre malgré tout cette chute, il convient de préparer des gels d'une concentration un peu supérieure à 5%.

3.2. Protocole adopté

En fonction des résultats précédents, le protocole suivant a été défini.

3.2.1. Résistance à l'acide

- Peser 30g d'amidon en base sèche.
- Ajouter 0,5g de benzoate de sodium (pour éviter la croissance des champignons).
- Mettre un peu d'eau distillée et agiter pendant 10 min.
- Verser cette suspension dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter avec de l'eau distillée (solution à 6%).
- Verser le contenu de ce balon dans un becher de 1l.
- Chauffer jusqu'à ébullition avec agitation et arrêter immédiatement.

25g environ de chaque gel sont stockés dans des sacs plastiques scellés à la chaleur et 5g exactement sont introduits dans des tubes de centrifugation de 15 ml en polypropylène.

Sur ces gels, on étudie l'effet du temps et de la température de stockage. Des échantillons sont stockés pour une période de 2, 4, 5, 6 et 8 semaines à une température de 4°C, et pour 4 semaines à -20°C et à température ambiante.

Aux temps étudiés, sortir du réfrigérateur deux sacs plastiques et deux tubes.

Avec les sacs plastiques, mesurer la viscosité. Avec les tubes à essais, mesurer la synérèse comme indiqué par la suite.

Précaution: avant d'introduire les 5g de gel dans les tubes de centrifugation, vérifier qu'ils aient bien tous le même poids afin de pouvoir équilibrer la centrifugeuse sans problème (poids tube + gel = 10,5g).

De même, il convient de mélanger à la main les gels avant de les répartir afin d'homogénéiser les lots.

3.2.2. Résistance à la congélation

- Peser 10g d'amidon en base sèche.
- Ajouter 0,5g de benzoate de sodium et un peu d'eau, et agiter pendant 10 min.

- Mettre cette suspension dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter avec de l'eau distillée (solution à 2%).
- Verser le contenu dans un becher de 1l.
- Chauffer jusqu'à ébullition avec agitation et arrêter immédiatement.

Mettre 90g environ de gel dans des sacs plastiques et 5g dans des tubes de centrifugations. Ils sont stockés à -20°C pendant une période de 1, 2, 4 et 6 semaines. Pour la décongélation, les échantillons sont placés dans un bain marie à 30 °C pendant une durée d'une heure.

On mesure la viscosité et la synérèse de la même façon que précédemment. Les mêmes recommandations sont à faire.

Remarque: après décongélation, on observe une séparation de phase due à la synérèse. La phase liquide est donc retirée avant de mesurer la viscosité.

3.2.3. Résistance à la stérilisation

- Peser 10g d'amidon en base sèche
- Ajouter un peu d'eau et agiter pendant 10 min.
- Mettre cette suspension dans une fiole jaugée de 250 ml (solution à 4%).
- Verser le contenu dans un becher de 600 ml.
- Chauffer jusqu'à ébullition avec agitation et arrêter.

Placer ces gels dans des tubes de centrifugation de 50 ml résistants à la stérilisation. La stérilisation s'effectue en autoclave à 121°C pendant une durée de 2 heures.

Ici, la synérèse n'est pas mesurée puisque la plus grande partie des gels après stérilisation sont totalement liquides.

Mesurer la viscosité comme suit.

3.2.4. Mesures

La viscosité est mesurée sur des échantillons de 20ml environ à l'aide un viscosimètre Brookfield modèle DV-II équipé des "axes" N°21 ou N°29 (selon les viscosités). La température est maintenue à 25°C par un bain thermostaté et les révolutions utilisées sont les suivantes: 1, 10, 50 rpm. L'équipement utilisé appartient à la section "Aliments" de l'Université del Valle de cali.

La synérèse est mesurée par la quantité d'eau rejetée par le gel après une centrifugation de 15 min à 20°C et à une révolution de 7900g.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

RESULTATS ET DISCUSSIONS

1. Extraction - composition

1.1. Composition de la matière première

Des analyses de quantité de protéines, de fibres, de cendres, de graisses et d'humidité ont été effectuées sur la matière première par le service analytique du CIAT.

Racines	Sucres totaux	sucres réducteurs	protéines	fibres	cendres	graisses	Autres	Amidon	MS
Pachyrrhize	0,4	0,2						52,5	27,46
Igname	1,7	0,2	5,07	2,88	3,20	0,53	25,42	61,0	12,96
Oca	12,3	6,9	5,88	4,24	4,57	2,72	1,39	62,0	31,96
Arracacia	12,5	9,0	3,79	2,65	4,87	1,90	0	73,0	16,41
Ulluco	4,7	3,8	10,45	2,41	6,56	1,42	0	75,0	29,32
Canna	5,2	3,3	3,94	2,54	4,24	1,38	6,8	76,0	13,40
Pomme de terre	1,3	0,7						82,5	31,23
Manioc	2,2	0,2	2,57	2,72	2,20	1,78	5,83	82,5	40,36

Tableau 5: composition de la matière première. (les résultats sont exprimés en % de matière sèche)

Les tubercules d'oca possèdent respectivement un taux de protéines et de graisses élevé. Ces molécules forment facilement des complexes avec l'amylose. Il risque donc être entraînés avec l'amidon lors de l'extraction affectant ainsi la pureté de ce dernier. Le même problème se retrouve avec les protéines dans les tubercules d'ulluco.

L'oca possède également une quantité de fibres élevée que l'on risque de retrouver dans l'amidon obtenu.

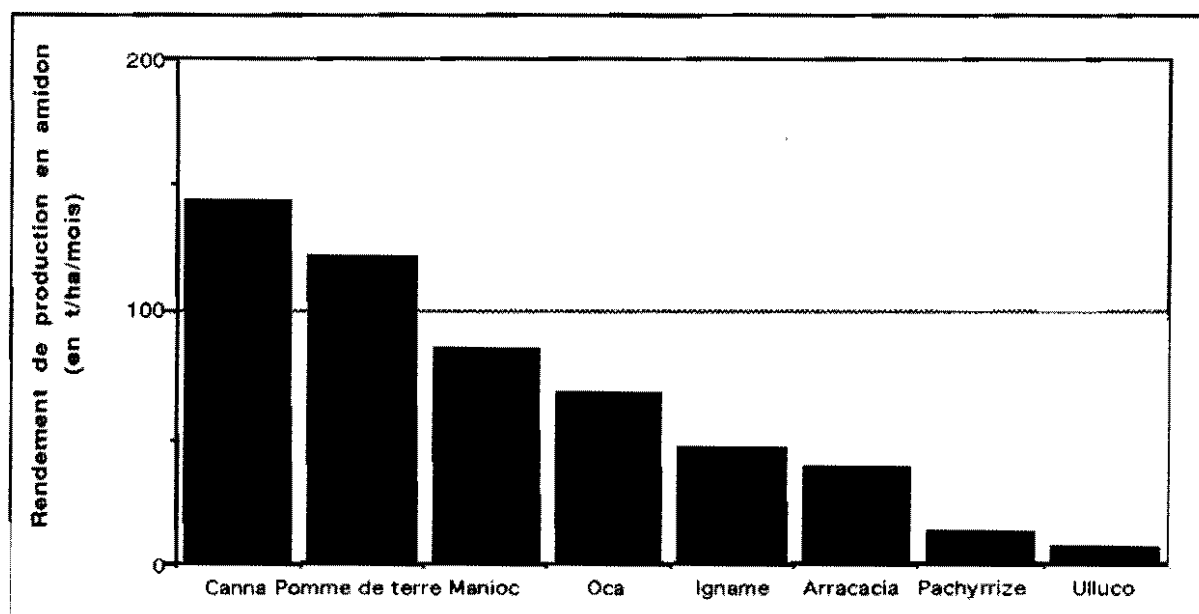
L'oca et l'arracacia contiennent une grande quantité de sucre. Cela pourrait éventuellement expliquer un faible taux d'amidon dans la matière première. En effet, lors de la maturation de la plante, l'amidon pourrait être hydrolysé en sucres, comme cela se produit parfois dans les fruits.

1.2. Extraction en laboratoire

Echantillon	Poids Matière (g)	Poids amidon sec (g)	rendement extraction g/100g de matière	rendement de culture (t/ha/mois)	rendement en amidon (t/ha/mois)*
Pachyrhize	54195	929	1,61	6,25-8,33	10,1-13,4
Oca	5859	409	67,4	4,37-9,17	32,3-67,8
Ulluco	14130	1076	8,47	0,41-0,75	3,5-6,3
Pomme de terre	7765	939	12,05	0,71-10	8,5-120,5
Arracacia	12387	1699	15,61	1,2-2,5	18,7-39,0
Igname	17147	2631	16,77	0,68-2,73	11,4-45,8
Canna	8886	1381	17,27	2,75-8,33	47,5-143,8
Manioc	16195	3702	25,38	0,37-3,33	9,4-84,5

* calculé à partir des deux rendements précédents

Tableau 6: Rendements des différents amidons en MS.



Graphique 10: rendements maximal de production d'amidon (t/ha/mois)

En fonction des résultats précédents, on peut dire que le manioc possède un rendement d'extraction nettement supérieur aux autres. De plus l'extraction est simple et rapide à réaliser, et la quantité d'amidon dans la matière première bonne. De même, la matière sèche est très élevée. Cet amidon présente donc tous les avantages nécessaires à l'extraction de grands volumes. De fait, le manioc est déjà utilisé pour l'extraction d'amidon en Amérique Latine.

La canna présente également un bon rendement d'extraction (bonne quantité d'amidon présent initialement dans la matière). De plus, le rendement de production est en moyenne supérieur à celui du manioc. La culture de cette plante est relativement peu développée dans les andes. Cependant, certaines régions de

Colombie, Pérou, Equateur développent déjà sa production pour l'extraction d'amidon. Mais cette extraction demande beaucoup de main d'oeuvre et de temps (lavage des racines et de l'amidon).

L'igname possède un rendement d'extraction similaire à celui de la canna (bien que la matière première contienne approximativement 15% d'amidon en moins pour une matière sèche presque identique), avec cependant un rendement de production de culture un peu plus faible. Mais sa culture semble plus développée que celle de la canna (grande quantité cultivée en Afrique et au Brésil).

Il est de même possible d'extraire facilement une bonne quantité d'amidon de l'arracacia. Cependant, le rendement de production des racines n'est pas très élevé. Le rendement de production en amidon (t/ha/mois) en sera donc d'autant plus affecté.

La pomme de terre quant à elle est déjà largement utilisée pour l'extraction industrielle. Son rendement, la facilité d'extraction et les grands volumes cultivés à l'heure actuelle en ont facilité le développement.

L'oca possède un rendement de production en t/ha/mois très élevé, mais l'extraction est lente et de rendement moyen (faible quantité d'amidon dans la matière première et matière sèche faible). Il serait donc peu intéressant de développer une méthode d'extraction de grandes quantités et difficile d'optimiser cette extraction compte tenu de la forte teneur en eau de ce tubercule.

L'Ulluco possède également un rendement d'extraction moyen tout comme l'oca. Il faut dire que la matière première contient énormément d'eau (86,6%). Par contre, les rendements de production sont très faibles, et c'est une culture relativement peu développée. De plus, l'extraction est longue et compliquée de par la grande viscosité des suspensions obtenues. Il sera donc très difficile de développer la production de cet amidon.

Quant au Pachyrrize, le rendement d'extraction est très faible. Seulement une faible quantité de l'amidon a été extrait. Cependant, il convient d'être prudent, la matière première travaillée présentait de nombreuses tâches brunes qu'il a fallu retirer affectant fortement le rendement d'extraction. Néanmoins, la quantité d'amidon présent dans la matière première est faible. De plus, cette racine est très riche en eau (environ 87% de la matière première contre 75 à 60 pour la majorité des autres tubercules). Il sera donc impossible d'atteindre des rendements d'extraction permettant la rentabilisation d'un site de production, même avec le développement d'une meilleure méthode d'extraction.

De plus, l'amidon d'Oca possède une matière sèche environ deux fois moindre que celle de l'igname pour un même taux d'amidon en matière sèche. Compte tenu de ces données, on devrait pouvoir extraire un peu plus d'amidon de l'Oca (rendement à 8% -). Il est donc probablement possible d'optimiser certains procédés.

Bilan:

- Les amidons semblant les plus appropriés à développer une production de grande quantité d'amidon sont en premier l'amidon de manioc, puis les amidons de pomme de terre, Canna.
- La production d'amidons de pachyrrize, d'oca et d'ulluco semble difficilement envisageable. Il faudrait effectuée une étude économique plus poussée.
- Il est probablement possible d'améliorer certains rendement d'extraction compte tenu des taux d'amidon présent dans la matière première.

1.3. Composition des amidons

1.3.1. Pureté des amidons

La mesure de la quantité d'amidon a été effectuée sur les amidons obtenus afin d'évaluer leur degré de pureté.

Cette mesure est très importante car les impuretés présentes peuvent affecter les propriétés fonctionnelles des amidons.

Lors de la réalisation d'un viscoamylogramme par exemple, la quantité d'amidon sera en réalité moindre, la solution ne sera donc pas à 5% de MS, mais à une concentration légèrement plus faible, changeant les viscosités obtenues sur les courbes.

Il est donc nécessaire d'obtenir des amidons les plus purs possible.

Echantillon	Mesure 1	Mesure 2	Moyenne % amidon
Pachyrrhize	73	73	73
Manioc	94	93	93,5
Canna	89	91	90
Pomme de terre	92	90	91
Ulluco	90	92	91
Maïs Cireux*	94	91	92,5*
Arracacia	93	92	92,5
Oca	94	96	95
Maïs *	96	97	96,5*
Riz*	97	96	96,5*
Igname	97	96	96,5
Pomme de terre industriel*	98	99	98,5*

Tableau 7: pureté des amidons (quantité d'amidon exprimée en %) de MS

On remarque que les amidons industriels (*) ont en moyenne un degré de pureté très supérieur aux amidons extraits manuellement. Le maïs cireux cependant possède un degré de pureté inférieur rejoignant celui des amidons "artisansaux". Ce résultat peut s'expliquer par le procédé d'extraction compliqué de cet amidon.

Les amidons extraits manuellement possèdent une pureté légèrement inférieure mais satisfaisante malgré tout (>90 %). L'igname et l'Oca possèdent même un degré de pureté élevé.

La canna possède une pureté satisfaisante (90%) compte tenu de la quantité d'impuretés présente dans l'amidon après la première sédimentation. Cependant, les amidons achetés dans la région de production présentent des degrés de pureté respectivement de 91, 94.5, 95 %. Or, ils sont produit de la même façon (production "artisanale") que celle utilisée en laboratoire, mais en effectuant 7 lavages. Il semble donc qu'avec un ou deux lavages de plus, le degré de pureté de l'amidon pourrait être amélioré.

La pureté du Pachyrrhize est assez faible. De fait, lorsque l'on met l'amidon en suspension dans l'eau, on s'aperçoit qu'il reste dans l'amidon un grand nombre de fibres qui précipitent. Il serait donc bon d'utiliser un tamis plus fin.

Le degré de pureté ne semble pas présenter de corrélation directe avec la vitesse de sédimentation (voir tableau matériel et méthodes §1.2). L'amidon sédimentant rapidement a pourtant tendance à entraîner avec lui une quantité d'impuretés plus importante. Ceci signifie probablement que les lavages effectués sont suffisants pour procurer à l'amidon un taux de pureté satisfaisant. L'amidon d'ulluco par exemple sédimente très lentement mais possède une pureté parmi les plus faibles (91%) La difficulté de l'extraction et la présence de la peau lors du trituration (racines non épluchées avant extraction) peuvent expliquer ce résultat. Inversement, l'amidon de manioc sédimente très rapidement mais présente une bonne pureté (93.5%).

Le degré de pureté ne semble pas non plus posséder de lien avec le rendement d'extraction. Lorsque la quantité d'amidon extraite est plus importante, il est nécessaire d'introduire plus d'eau lors du tamisage. On pourrait donc s'imaginer que la quantité d'impuretés entraînées serait plus importante. Cela ne semble pas être le cas. En effet, l'igname possède un bon rendement d'extraction ainsi qu'un bon niveau de pureté (96.5%).

De même, il ne semble pas y avoir de corrélation avec la quantité d'amidon présente dans la matière première. Ce n'est donc pas la quantité de composants non amyliques présente dans la matière première qui détermine la quantité d'impuretés entraînées à travers les tamis lors du tamisage et des lavages.

Tubercule	eau	amidon	Composants non amyliques
Pomme de terre	72,54		
Pachyrhize	87,04	6,80	6,16
Igname	68,04	19,49	12,47
Oca	83,59	10,17	6,24
Arracacia	70,60	21,40	7,92
Ulluco	86,60	10,05	3,35
Canna	68,77	23,73	7,50
Manioc	59,64	33,30	7,06

Tableau 8: quantité de composant non amyliques dans la matière première pour 100g

Il semble que l'igname contienne une grande quantité de composants non amyliques mais l'amidon possède une pureté élevée. Il y a donc d'autres facteurs qui interviennent dans le passage des impuretés à travers la tamis (taille affinité pour l'amidon, ...)

Il ne paraît pas non plus y avoir de relation entre le contenu en amylose des amidons (voir paragraphe suivant) et la pureté des amidons. L'amylose formant des complexes avec certains composés (Lipides, Protéines, ...), on aurait pu penser que plus l'amidon contient d'amylose, plus il entraîne d'impuretés de ce "type" avec lui. Il est possible que les amidons travaillés forment peu de complexes avec ces composés, soit (ce qui est plus probable), que ces complexes sont détruits lors de l'extraction (et du trituration plus particulièrement).

Bilan:

- La pureté générale des amidons est satisfaisante (à part pour le Pachyrrize). La méthode d'extraction utilisée semble donc adaptée à la matière première.
- La rapidité de sédimentation n'affecte pas la pureté finale des amidons.
- Il n'y a aucune corrélation entre la pureté de l'amidon et le rendement d'extraction.
- Il n'y a pas de lien entre la pureté et le contenu en composés non amyloacés de la matière première.
- Il n'y a pas de relation entre contenu des amidons en amylose et degré de pureté.

Ces résultats peuvent être confirmés par l'analyse des autres composés (quantité de graisses, protéines, fibres, ...).

1.3.2. Mesure du contenu en amylose des amidons

Amidon	% amylose mesuré	% amylose théorique
Maïs Cireux	-6,0 %	< 1 %
Pachyrrize	16,8 %	23 %
Riz	18,2 %	14-32 %
Arracacia	18,5 %	-
Manioc	21,5 %	15-29 %
Maïs	25,4 %	28 %
Oca	24,2 %	-
Pomme de terre	25,9 %	19.22 %
Ulluco	27,1 %	-
Pomme de terre industriel	28,7 %	19-22 %
Igname	31,1 %	25.5-30 %
Canna	37,2 %	38 %

Tableau 9: Contenu en amylose des amidons (voir tableau complet en annexe).

En tout premier lieu, il convient d'expliquer le résultat négatif du maïs cireux. Il paraît en effet impossible d'avoir un pourcentage d'amylose inférieur à zéro. Normalement, le maïs possède une quantité d'amylose très faible (<1%). On devrait donc obtenir un résultat proche de 0.

La détermination du contenu en amylose s'effectue par comparaison avec une courbe standard établie à l'aide d'amylose et d'amylopectine de pomme de terre (le point 0 étant donné par une solution ne contenant que de l'amylopectine). Le résultat négatif signifie donc probablement que l'amidon de maïs cireux est en fait de l'amylopectine d'un degré de pureté supérieur à la référence utilisée. L'amylose et l'amylopectine utilisées sont les références A-8515 et A-0512 de la société SIGMA.

Ceci signifie que probablement, les contenus réels en amylose des amidons sont légèrement supérieurs aux valeurs indiquées ci-dessus.

Le contenu en amylose d'un amidon est généralement compris entre 17 et 35 % (voir Bibliographie, §2).

L'amidon de pachyrrize semble donc contenir une quantité d'amylose particulièrement faible, et inférieure à la valeur théorique. Cependant, cet amidon a été très peu étudié jusqu'à ce jour, et une seule valeur unique (et non un rang de valeur) est reportée dans les références bibliographiques. Or le contenu en amylose des amidons varie avec les conditions de culture des racines.

Les amidons de riz et d'Arracacia ont également des taux d'amylose assez bas. Ils présenteront donc moins de rétrogradation et par conséquent de synérèse, ils pourront donc présenter un intérêt lors de la congélation.

L'amidon de canna, quant à lui, possède un taux d'amylose très élevé et supérieur à la normale (>35%). Cependant, cette valeur est confirmée par les références bibliographiques. Cet amidon risque donc de présenter beaucoup de synérèse et de ne présenter aucun intérêt à la congélation.

Les autres amidons ont un contenu en amylose compris entre 17 et 35 %. La majeure partie de ces valeurs sont confirmées par différents auteurs. Seuls les amidons de maïs et de pomme de terre présentent des taux respectivement inférieur et supérieur aux valeurs bibliographiques. Néanmoins, ces valeurs reportées, dépendant des amylose et amylopectine utilisées comme référence, restent relativement proches de nos valeurs obtenues.

Les amidons de pomme de terre "artisanal" et industriel possèdent des taux d'amylose relativement similaires. Cette différence peut s'expliquer par l'âge de la racine utilisée, ainsi que par les conditions de culture.

Bilan:

- Le pachyrrhize possède un amidon de faible teneur en amylose pouvant donc présenter un intérêt à la congélation.
- L'amidon de canna contient un amidon riche en amylose. Il ne présentera donc probablement pas de résistance à la congélation.
- Le procédé d'extraction industriel ne semble pas affecter le contenu en amylose des amidons.

1.3.3. Contenu des amidons

Amidon	Protéines	Fibres	Cendres	Graisses	Amidon	Autres
Pachyrrhize	0,73	0,04	0,33	0,56	73	25,34
Pomme de terre	0,08	0,02	0,93	0,69	91	7,28
Canna	0	0,11	1,31	1,31	90	7,27
Oca	0,12	0,75	0,43	0,32	95	3,38
Arracacia	0,1	0,22	0,11	0,33	92,5	6,74
Igname	0,34	0,51	0,22	4,03	96,5	0,00
Ulluco	0,19	0,22	0,33	0,22	91	8,04
Manioc	0,04	0,76	0,11	0,22	93,5	5,37
Maïs	0,45	0,33	0,11	0,85	96,5	1,76
Pomme de terre (industriel)	0,73	0,11	0,33	0,11	98,5	0,22
Maïs cireux	0,23	0,00	0,11	0,77	92,5	6,39
Riz	1,15	0,33	0,22	0,33	96,5	1,47

Tableau 10: composition des amidons (en % de matière sèche).

L'amidon industriel de pomme de terre possède peu d'impureté. Seul un contenu un peu plus élevé en protéines que les autres amidons est relevé. Ceci peut confirmer la grande pureté de cet amidon obtenue précédemment.

Il en est de même pour le riz. Une forte présence de protéines est relevée dans l'amidon. Nous avons déjà indiqué la présence d'une couche protéique entourant le grain de riz, et la nécessité d'un traitement alcalin lors de l'extraction pour l'éliminer au maximum. Il semble donc que le traitement alcalin ne suffise pas à enlever entièrement ces protéines. Lors de l'extraction, les grains d'amidon et ces protéines sont mis en contact, l'amidon entraînant les protéines à travers le tamis. Les lavages successifs de l'amidon ne suffisent donc pas à séparer ces protéines de l'amidon.

L'amidon d'igname possèdent des quantités de protéines, de fibres et de graisses assez élevées en comparaison avec les autres amidons. Le degré de pureté de cet amidon a pourtant été évalué à 96.5%.

Inversement, le maïs cireux présente peu d'impuretés (excepté un fort taux de graisses) alors que le degré de pureté est relativement faible (92.5 %). Il en est de même pour l'ulluco et l'arracacia.

Il est possible que les taux de protéines, de fibres, de cendres, de graisses, indiqués ici soient suffisamment faibles pour obtenir un bon taux de pureté (95-96%), et qu'une ou plusieurs autres impureté(s), non recensée(s) dans ces analyses augmente(nt) la contamination de certains amidons.

Le manioc, l'igname, et l'oca contiennent plus de fibres que les autres amidons. Un lavage supplémentaire pourrait donc permettre de diminuer cette quantité. Cependant, ce taux reste assez faible.

La canna est l'un des amidons les moins purs. Il contient de nombreuses graisses et cendres, tout comme la pomme de terre.

Bilan:

- Les principales impuretés sont les protéines, les graisses et les cendres.
- Il semble qu'une ou plusieurs autres impuretés inconnues interviennent dans certains amidons.
- Le taux en fibres est assez faible. La taille des tamis utilisés pour l'extraction semble donc suffisante.

2. Comportement rhéologique des différents amidons

Des viscoamylographes de chacun des amidons ont été effectués tous à la même concentration (5% en base sèche), afin de pouvoir les comparer. Les courbes obtenues sont présentées ci-après (graphiques 13 et 14) et leurs principales caractéristiques rhéologiques sont résumées dans le tableau suivant.

Amidon	Tgel (°C)	Vmax (UB)	V90 (UB)	V90/20 (UB)	V50 (UB)	Facilité de cuisson	Stabilité du gel	Indice de gélification
Pomme de terre	61,00	2080	1030	565	800	4,0	1515	235
Maïs	86,50	114	20	105	102	26,0	9	-3
Maïs cireux	72,25	530	320	196	230	3,0	334	34
Canna	67,00	1150	710	810	1135	63,5	340	325
Oca	48,10	865	532	335	440	18,6	30	5
Riz	86,50	45	10	45	40	9,0	0	-5
Igname	83,50	560	230	293	535	56,0	267	242
Ulluco	62,50	816	815	560	690	19,0	256	130
Arracacia	58,75	717	680	375	480	17,5	342	105
Pachyrrize	68,50	140	73	80	128	71,0	160	48
Manioc	63,25	482	330	250	410	8,5	232	160
Pomme de terre (Industriel)	57,25	1530	820	505	690	7	1025	185

Tableau 11: caractéristiques des viscoamylogammes des différents amidons étudiés.

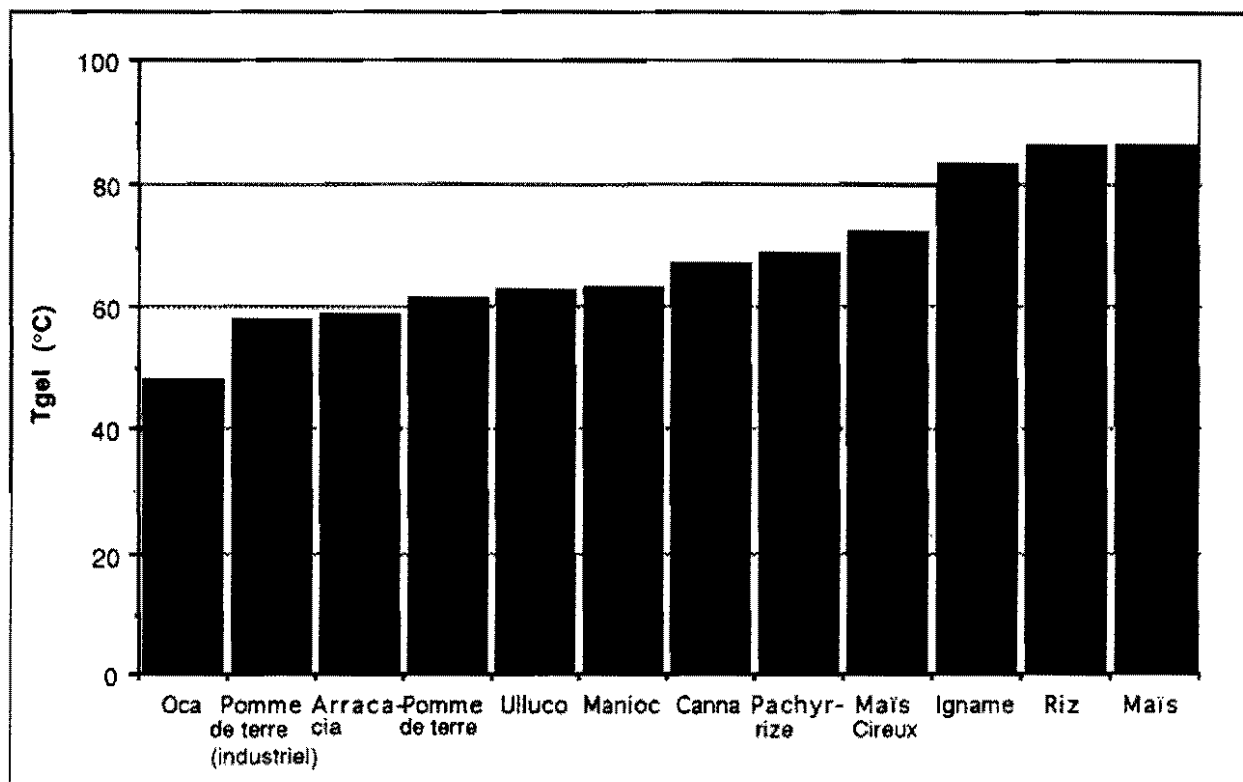
Ces données montrent la grande diversité des amidons étudiés: les températures de gélatinisation sont réparties entre 48.1 et 86.5 °C, et les viscosités peuvent être très faibles (45) ou très élevées (2080).

Oca	48,10
Pomme de terre (industriel)	57,70
Arracacia	58,75
Pomme de terre	61,00
Ulluco	62,50
Manioc	63,25
Canna	67,00
Pachyrrize	68,50
Maïs cireux	72,25
Igname	83,50
Riz	86,50
Maïs	86,50

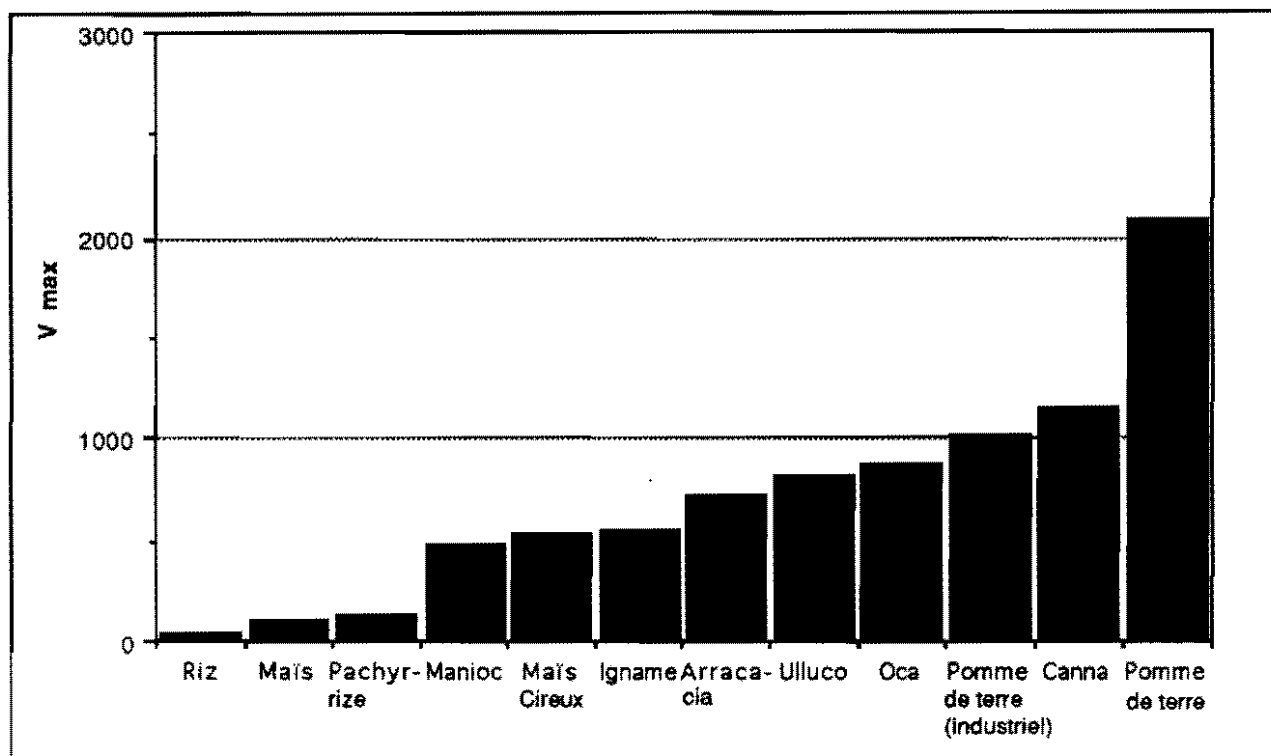
Tableau 12: classification des amidons par Tgel croissantes.

Riz	45
Maïs	114
Pachyrrize	140
Manioc	482
Maïs Cireux	530
Igname	560
Arracacia	717
Ulluco	816
Oca	865
Pomme de terre (industriel)	1020
Canna	1150
Pomme de terre	2080

Tableau 13: classification des amidons par viscosités croissantes.



Graphique 11: température de gélatinisation des amidons



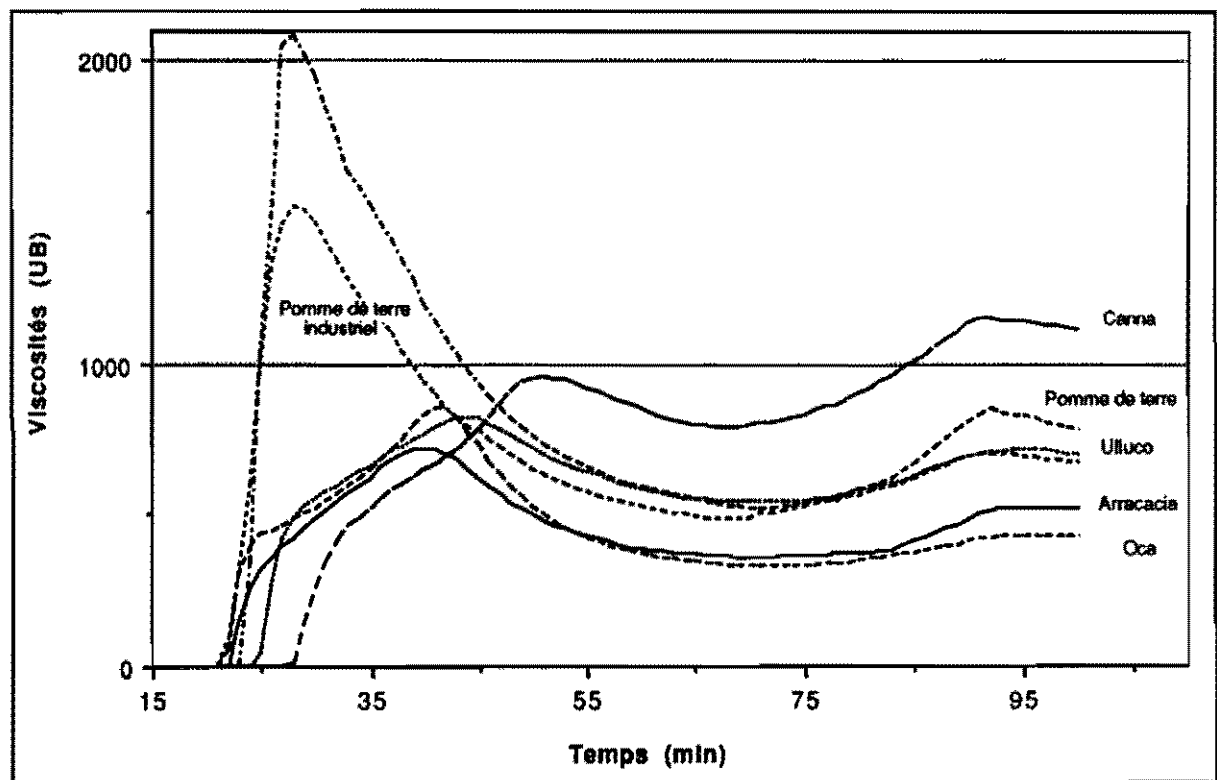
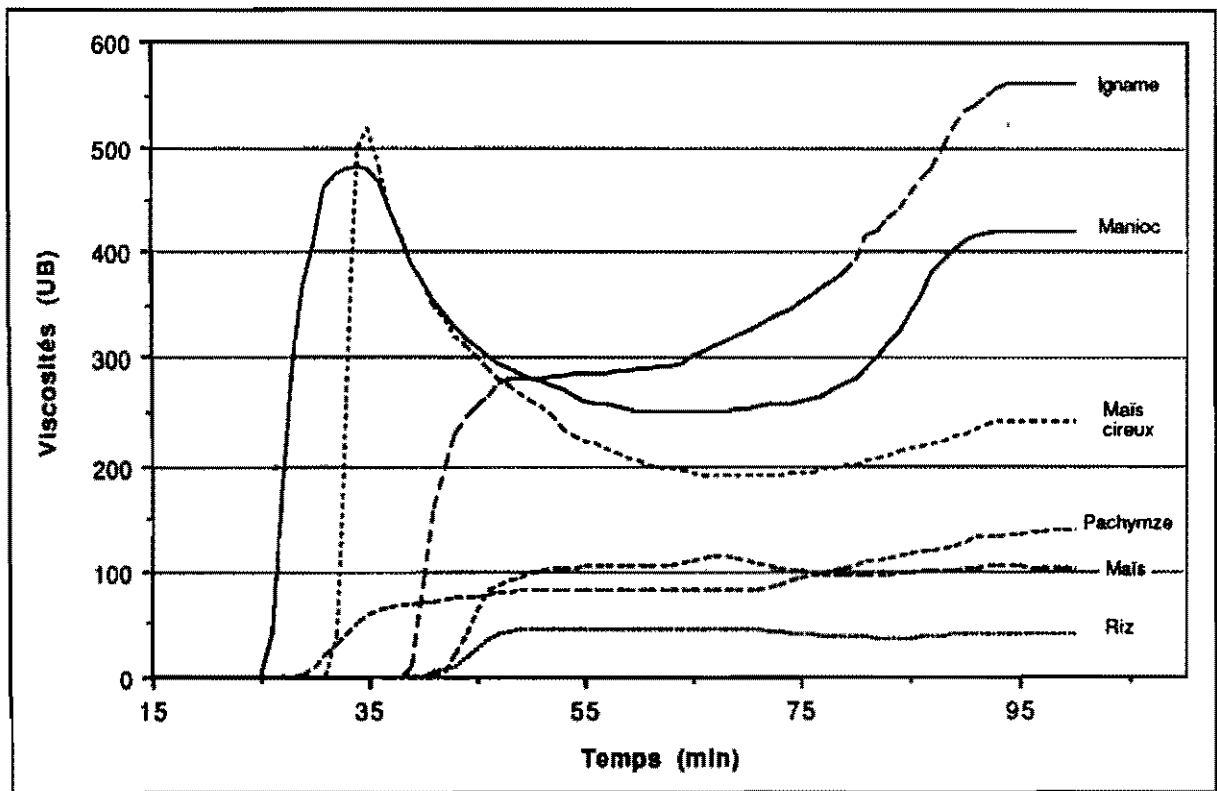
Graphique 12: Viscosités maximales des amidons.

2.1. Principe.

La température de gélatinisation est significative de la facilité de gonflement d'un amidon. Si la température de gélatinisation est faible, cela indique que les molécules sont faiblement liées et qu'il n'est pas nécessaire de fournir beaucoup d'énergie pour les rompre. L'amidon sera donc peu résistant à la température. Dans le cas contraire, l'amidon gonflera moins facilement et nécessitera donc plus d'énergie pour gélatiniser.

De plus, un gonflement important fragilise le grain d'amidon, il sera donc plus facile par la suite de le rompre par simple agitation. Ce dernier phénomène est visible sur les viscoamylogrammes par la chute plus ou moins importante de viscosité que présente certains amidons après le pic de viscosité maximum.

Lors du refroidissement, les molécules se réassocient et l'amidon forme un gel. La formation de ce gel est caractérisée par une augmentation de viscosité. Plus cette augmentation sera importante, plus la capacité de l'amidon à former un gel sera grande. Si cette viscosité atteint de forte viscosité, le gel sera "fort".



Graphiques 13 et 14: Viscoamylogrammes Brabender.

2.2. Analyse des courbes.

Les amidons de riz, maïs et igname sont les amidons possédant les températures de gélatinisation les plus élevées. Les molécules sont donc fortement liées entre elles et l'amidon est résistant à la température. De fait, ces amidons ne présentent aucune baisse de viscosité après gélatinisation. Ils sont donc parfaitement stables à la température et peuvent ainsi présenter un intérêt à la stérilisation.

L'amidon de maïs étudié présente un comportement différent de celui reporté dans la littérature.

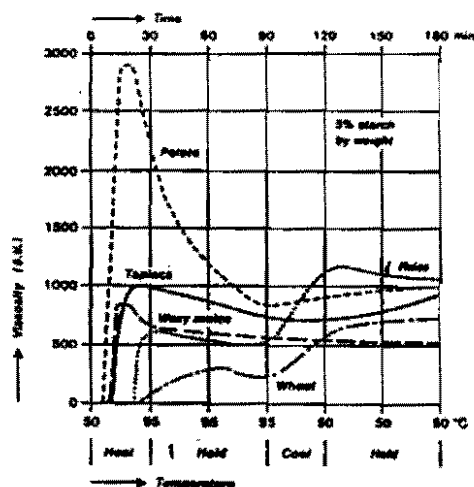


Figure 15 : viscoamyogrammes Brabender. (Purshottam, Haeshwardhan, Harish, Mahendrasinh, 1990)

L'amidon étudié présente un deuxième pic à peine visible et une viscosité beaucoup plus faible (~114 UB). L'amidon de riz également présente une très faible viscosité. Ceci paraît surprenant étant donné que l'amidon de riz est couramment utilisé dans l'industrie. En temps normal, l'amidon de riz devrait présenter un aspect similaire à celui de maïs. La présence de deux pics peut s'expliquer par la présence de deux types de liaisons. La première est détruite rapidement, la deuxième plus résistante nécessite plus d'énergie pour être détruite.

L'amidon d'igname présente une forte capacité à former un gel (grande augmentation de viscosité lors du refroidissement), contrairement à ceux de riz et de maïs. Ceci est en partie due aux faibles taux d'amylose des amidons, puisque l'amylose est responsable de la rétrogradation et donc de la formation des gels.

L'amidon de Pachyrrhize est également très stable à la température bien que sa température de gélatinisation soit plus faible que celle du riz, maïs ou igname. Par contre, sa capacité à former un gel est beaucoup plus faible que celle de l'igname, et le gel est de faible viscosité.

Les amidons de manioc et de maïs cireux présentent des courbes similaires, bien que l'amidon de maïs possède une température de gélatinisation un peu plus élevée. Ces amidons de faibles températures de gélatinisation sont très peu stables à la température et ne présentent donc pas d'intérêt pour la stérilisation. L'amidon de manioc présente également une bonne capacité à former un gel.

Les amidons d'oca, ulluco, arracacia et canna présentent deux pentes différentes lors de la gélatinisation. Il est possible que certaines liaisons soient détruites rapidement (première pente) permettant l'accès à d'autres liaisons (jusqu'à présent cachées). Ces liaisons sont donc détruites peu à peu expliquant la

deuxième pente plus faible que la première.

Les amidons d'oca, d'arracacia et d'ulluco possèdent une faible capacité à former un gel. Cependant, le gel d'ulluco possède une viscosité intéressante (690 UB). Ils possèdent également de faibles températures de gélatinisation et sont peu stables à la température.

L'amidon de canna quant à lui, possède une forte viscosité, sa température de gélatinisation est moyenne et sa stabilité à la température également (baisse de viscosité peu importante). Par contre, sa capacité à former un gel est très importante (très grande quantité d'amylose), et le gel obtenu est de viscosité élevée (1135 UB). Toutes ces données confèrent à cet amidon un grand intérêt. Cependant, Purshottam, Haeshwardhan, Harish et Mahendrasinh, (1990) indiquent une courbe légèrement différente. Leur amidon étant extrait de racine indienne, la variété étudiée, le climat, la production peuvent peut-être expliquer cette différence.

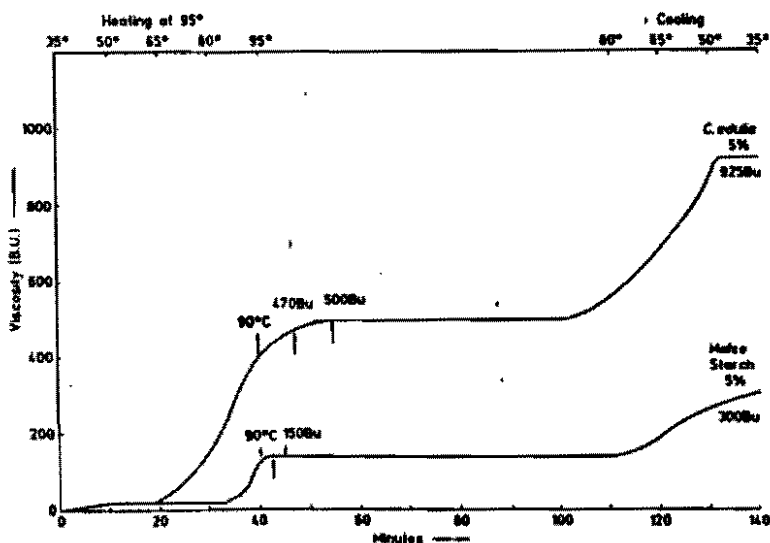


Figure 16: Viscoamylogramme Brabender d'Achira (Purshottam, Haeshwardhan, Harish et Mahendrasinh, 1990)

Enfin, les amidons de pomme de terre possèdent de très forte viscosités, mais la température de gélatinisation est basse et la résistance à la température très mauvaise (très forte baisse de viscosité et très rapide). Par contre, sa capacité à former un gel est assez bonne et la viscosité des gels relativement élevée (800 UB).

Le traitement industriel des amidons semble modifier les caractéristiques rhéologiques des gels d'amidon. En effet, l'amidon industriel présente une température de gélatinisation et une viscosité un peu inférieures à celles de l'amidon extrait manuellement. Cependant, l'entreprise nous ayant vendu cet amidon nous a indiqué que l'extraction avait été faite avec la même variété de pomme de terre que celle que nous avons personnellement utilisée pour faire l'extraction manuelle. Les propriétés devraient donc être les mêmes.

Ce phénomène peut être expliqué tout d'abord par le degré de pureté des amidons. Les amidons industriels sont plus purs que ceux que nous avons extraits manuellement, de plus, les amidons industriels sont moulus. Ensuite, il peut être expliqué par la présence de composés chimiques dans les amidons industriels. (utilisation de SO₂ pour blanchir les amidons par exemple). Ces trois raisons peuvent être à la base de ce changement.

La quantité d'amylose est responsable de la rétrogradation et donc de la formation d'un gel. On pourrait donc croire que les amidons possédant une grande capacité de formation d'un gel contiennent une grande quantité d'amylose. Or on s'aperçoit en comparant les viscoamylogrammes et la composition en amylose des amidons, que ce n'est pas tout à fait vrai.

L'augmentation de viscosité représente la formation du gel et non la rétrogradation. Il est tout à fait possible qu'il y ait rétrogradation, mais que le gel formé présente une viscosité faible (liaisons intermoléculaires de faible force) ou que la rétrogradation soit trop lente pour que la formation du gel soit visible sur la courbe. Dans ce cas, la quantité d'amylose peut-être forte donc l'amidon présente une grande rétrogradation, mais l'augmentation de viscosité n'est pas visible sur le graphique.

Bilan:

- Les amidons de pomme de terre et de canna possèdent des viscosités très élevées (grande capacité de gonflement des grains d'amidon).
- Les amidons d'igname, de maïs et de riz sont les plus stables à la température et possèdent des températures de gélatinisation très élevées. Ils peuvent donc présenter un intérêt lors de la stérilisation.
- Les amidons de canna, pomme de terre et igname forment des gels de grande viscosité.
- Les amidons d'igname, manioc, canna et pomme de terre présentent une grande capacité à former des gels.
- Certains amidons semblent posséder deux types de structure interne.
- Les amidons de pomme de terre, manioc, maïs cireux et oca sont les moins résistants à la température (grande chute de viscosité après le pic de viscosité maximale).
- Les amidons de pomme de terre, oca et arracacia ont des amidons possédant des liaisons intermoléculaires faibles (faibles température de gélatinisation).
- L'extraction industrielle des amidons affecte leurs caractéristiques rhéologiques.

3. Etude de la stabilité des amidons à différents stress

Comme nous l'avons déjà signalé dans la partie méthodologie, les mesures ont été effectuées à trois révolutions (1, 10 et 50 rpm). Les résultats ont révélé que l'erreur de lecture (marge d'erreur de l'appareil) était beaucoup plus importante à la révolution de 1 rpm qu'au deux autres. C'est à 50 rpm qu'elle est la plus faible. Cependant, à cette dernière révolution, les viscosités mesurées sont beaucoup plus faibles, et il est plus difficile de voir l'évolution générale des viscosités avec le temps. Les erreurs d'analyse seront donc plus fréquentes.

Pour cette double raison, les résultats présentés ci-après sont les valeurs obtenues à la révolution de 10 rpm.

Les viscosités ont été en général mesurées avec l'axe n° 29 du viscosimètre. Lorsque les viscosités devenaient trop faibles et que la lecture devenait trop imprécise, les mesures ont été effectuées avec l'axe n° 21. Ces dernières sont indiquées dans les tableaux de mesures présentés en annexes par le signe *. Il semblerait qu'aucune relation puisse être faite entre les deux types de mesure. Cependant l'axe n° 21 n'a été utilisé que rarement dans le cas de viscosité très faible lorsque l'axe n° 29 donnait des valeurs approchant le 0. L'erreur effectuée reste donc faible.

3.1. Résistance à la stérilisation

La donnée la plus importante lors de la stérilisation est la perte de viscosité plus ou moins importante qui affecte le gel. Cette perte de viscosité peut-être faible ou très importante.

Les essais effectués pour la mesure de la synérèse montraient une synérèse de zéro lorsque le gel n'était pas totalement liquide empêchant la détermination de la quantité d'eau rejetée.

Sur les 12 amidons étudiés, la perte de viscosité peut aller jusqu'à 100 %. Les résultats sont présentés dans le tableaux suivant par ordre décroissant de résistance à 2 heures de stérilisation à 121 °C. Les résultats y sont présentés en % de viscosité perdue.

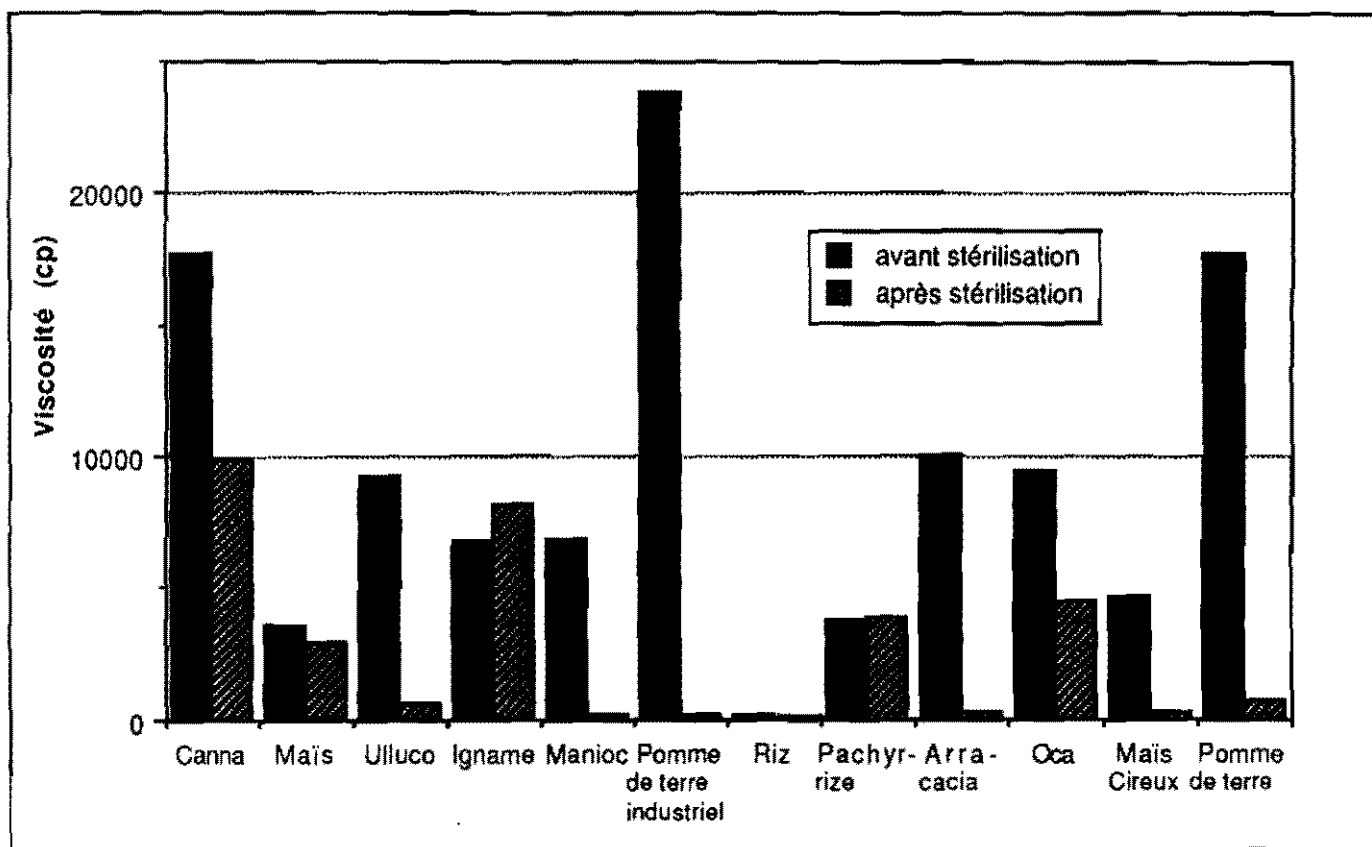
Amidon	Perte de viscosité
Igname	-21,48
Pachyrrize	- 4,00
Maïs	18,05
Canna	44,07
Oca	52,10
Ulluco	92,94
Arracacia	96,62
Manioc	97,61
Maïs Cireux	99,26
Pomme de terre industriel	99,29
Pomme de terre	99,49
Riz	100

Tableau 14: perte de viscosité de amidon en % par ordre décroissant

Les deux premiers amidons (Igname et Pachyrrize) présentent même une augmentation de viscosité. Plusieurs hypothèses sont possibles.

La première est que l'amidon, lors de la préparation des gels n'ait pas été totalement gélatinisé. Il est possible que certains grains restés intacts lors de la gélatinisation aient été gélatinisés par la suite lors de la stérilisation. En effet, les grains d'amidon ne gélatinisent pas tous exactement à la même température. Si la température atteinte par la solution lors de la préparation du gel ne correspond pas à la température maximale de gélatinisation (gonflement de tous les grains), ce phénomène peut avoir lieu. Cependant, les gels ont été portés à ébullition, tous de la même manière. Ce phénomène doit donc avoir lieu sur les gels de haute température de gélatinisation, ce qui est le cas. Des gels présentant une température de gélatinisation plus élevée ne présentent pas ce

phénomène, mais ils ne présentent pas non plus de résistance. Il faudrait pour valider ou infirmer cette hypothèse, vérifier l'état de gélatinisation des grains.



Graphique 15: Viscosité des gels d'amidon à 4% avant et après stérilisation.

Une autre hypothèse possible est que ce phénomène soit dû à la rétrogradation de l'amidon (formation d'un gel de plus forte viscosité). En effet, l'igname comme le Pachyr-rize présente une bonne capacité à former un gel (voir viscoamylogramme). Il est donc possible que la stérilisation ait augmenté ce phénomène de rétrogradation, la température étant plus élevée que lors de la préparation des gels à ébullition.

Néanmoins, ceci prouve que ces amidons sont très résistants à la stérilisation. En effet, dans le cas contraire une baisse de viscosité aurait été enregistrée à la suite de cette augmentation, masquant ce phénomène. De plus, la résistance de l'igname à de haute température est confirmée par les données bibliographiques.

Les deux heures de stérilisation correspondent aux normes des aliments pour bébé. Or les bébés nécessitent des amidons faciles à digérer. Dans cet objectif, l'amidon de pachyr-rize semble plus approprié que celui de l'igname. En effet, sa viscosité et sa température de gélatinisation sont plus

faibles, ce qui prouve qu'il est plus facile de rompre cet amidon que celui de l'igname. Les liaisons qui lient ses molécules entre elles sont plus faibles. Cet amidon devrait par conséquent être plus digeste.

L'inconvénient est que cette plante possède une teneur très basse en amidon (peu d'amidon dans la matière première, et matière sèche très faible). Il est donc difficile d'envisager une application industrielle plus poussée.

Ce sont les deux seuls amidons qui soient plus résistants que l'amidon de maïs. Les autres amidons ne semblent donc pas présenter d'intérêt particulier pour ce secteur, l'extraction de l'amidon de maïs étant déjà largement développée.

Il est donc possible que l'amidon d'igname soit le plus intéressant dans les aliments pour bébé. Sa viscosité est plus élevée que celle de l'igname pour une température de gélatinisation légèrement supérieure. Il devrait donc être plus facilement assimilable, et il sera introduit en quantité plus faible dans les aliments.

L'amidon d'Arracacia semblait initialement présenter un intérêt dans l'alimentation infantile. En effet, il est connu pour sa totale digestibilité. Cependant, dans les produits stérilisés, il ne présente pas de grand intérêt, car sa résistance est mauvaise. Il pourrait être intéressant de voir si un amidon réticulé d'arracacia présenterait des caractéristiques intéressantes pour ce secteur; La réticulation permettrait d'améliorer sa résistance à la chaleur, mais risque de diminuer fortement sa digestibilité.

L'amidon de riz semble le moins résistant à la chaleur (100% de perte de viscosité). Cependant, sa viscosité initiale est tellement faible, qu'il est difficile d'observer une modification significative. Il pourrait être intéressant de renouveler l'opération avec un gel de concentration un peu supérieure à 4% de MS afin d'obtenir une "échelle" de viscosité plus grande et donc d'observer mieux le comportement de cet amidon.

Nous avons indiqué précédemment que la viscosité de l'amidon industriel de pomme de terre était inférieure à celle de l'amidon "artisanal". Or dans le cas présent, l'effet inverse est observé. Ceci est probablement dû à la température de gélatinisation plus faible de l'amidon industriel. Il gélatinise donc plus tôt. Ainsi à la même température, le degré de gélatinisation de l'amidon industriel est plus important. Il est donc probable que la gélatinisation de l'amidon de pomme de terre "artisanal" ne soit pas totale (dans le cas contraire, la viscosité resterait plus importante). Il en est donc probablement de même pour une partie des autres amidons qui ont un pic de viscosité maximale (gélatinisation complète) à des températures plus élevées que les amidons de pomme de terre. Cela dépendra en réalité de la température d'ébullition des différents gels, et de l'homogénéité des lots. Il pourrait cependant être bon pour la suite des études, de laisser un peu plus longtemps les gels à ébullition de façon à ce que la gélatinisation soit plus complète.

La résistance à la stérilisation ne semble pas être liée avec la composition des amidons.

De même, le traitement industriel ne semble pas avoir d'effet sur la résistance à la stérilisation. En effet, les deux amidons de pomme de terre présentent la même perte de viscosité (en pourcentage).

Bilan :

- L'amidon de pachyrrhize semble le plus intéressant dans le domaine de l'alimentation pour bébé, cependant, la productivité de cette plante rend difficile l'exploitation de cet amidon.
- L'amidon d'igname semble intéressant pour sa très grande résistance à la stérilisation. Il peut donc être intéressant d'étudier sa digestibilité pour une éventuelle utilisation dans l'alimentation infantile.
- L'amidon de maïs semble également intéressant. De plus, le secteur d'extraction est déjà largement développé et ne nécessiterait donc pas d'installation ni de travail supplémentaire.
- L'extraction industriellement ne semble pas affecter la résistance à la température.

3.2. Résistance des amidons à la congélation (- 20 °C)

La donnée la plus importante dans ces essais est la mesure de la synérèse. En effet, comme nous l'avons dit auparavant, les gels présentent l'aspect d'une éponge après quelque temps de congélation. Ce phénomène a pour effet d'aggraver la synérèse et de former un gel insoluble dans l'eau. La séparation de phase va donc provoquer une forte augmentation de la viscosité des gels. Ce phénomène apparaît plus ou moins vite selon les amidons (lent chez le manioc). Nous verrons et nous expliquerons plus tard que le maïs cireux est le seul qui ne présente pas (ou très peu) ce phénomène.

Au niveau de la synérèse, les résultats sont assez variés. D'abord, un bon nombre de gel possède déjà une synérèse avant congélation. Ce phénomène peut s'expliquer simplement par la faible concentration des gels. Une quantité de 2% de MS d'amidon ne suffit pas à stabiliser et lier l'eau. Il est probable qu'à une concentration supérieure, la synérèse soit plus importante.

Ce qui va nous intéresser dans le cas présent, c'est la vitesse de stabilisation de la synérèse, et la valeur relative de cette perte d'eau en comparaison avec les autres.

On s'aperçoit que la synérèse de certains amidons se stabilisent très rapidement, alors que d'autres sont beaucoup plus longs à ce stabiliser. Ce phénomène peut-être du à la rapidité de la rétrogradation de l'amidon. Si le gel arrive rapidement à son niveau de rétrogradation maximale, la synérèse se stabilisera vite.

On s'aperçoit qu'en générale, la stabilisation de la synérèse correspond à la stabilisation de la viscosité. Ces deux phénomènes sont donc bien liés l'un à l'autre par le taux de rétrogradation. Seul l'arracacia et le maïs cireux ne répondent pas à ce critère: la viscosité de l'arracacia augmente alors que la synérèse diminue.

Quant au maïs cireux, la synérèse se stabilise très vite. Mais le plus étonnant est que la viscosité diminue contrairement aux autres. Cela s'explique par le faible taux d'amylose que comporte cet amidon. Il n'y a donc pas ou peu de rétrogradation. Le gel est donc totalement détruit à la congélation, les liaisons intermoléculaires sont rompues diminuant fortement la viscosité du gel et libérant l'eau responsable de la synérèse. Au niveau de la viscosité, cet amidon reste stable plus d'une semaine.

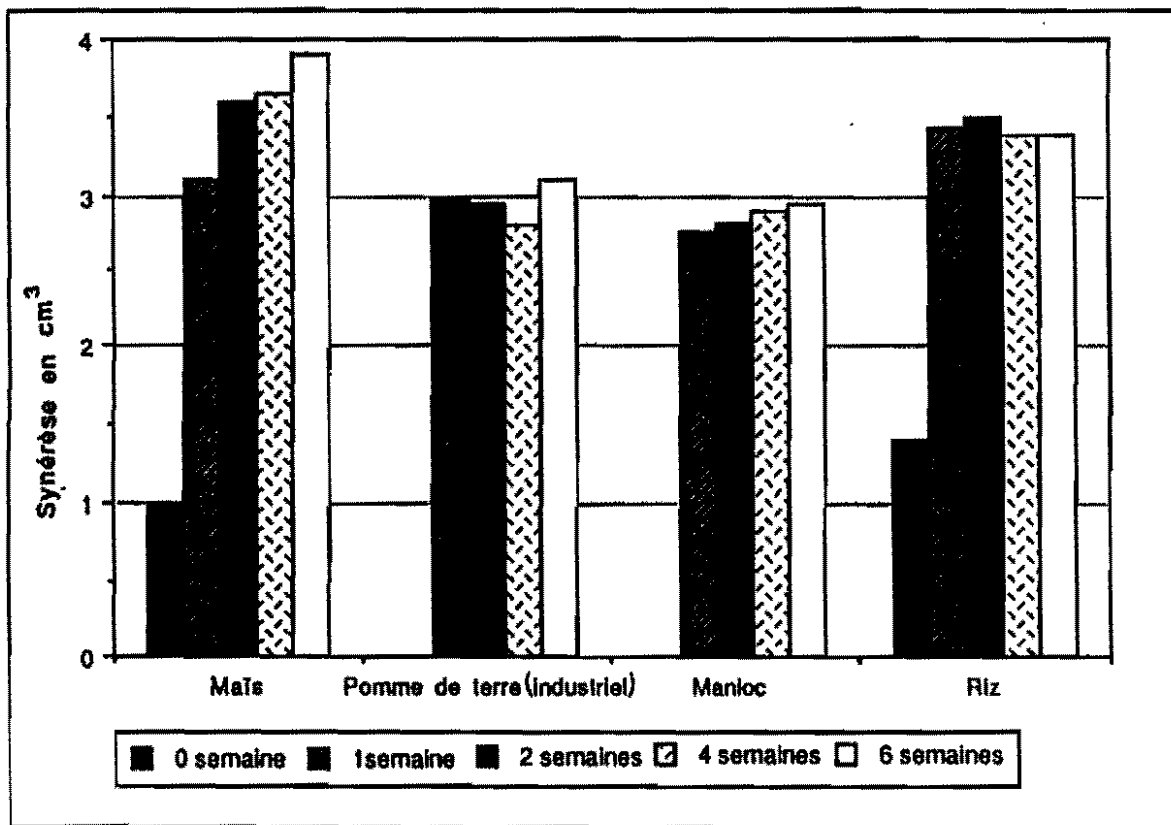
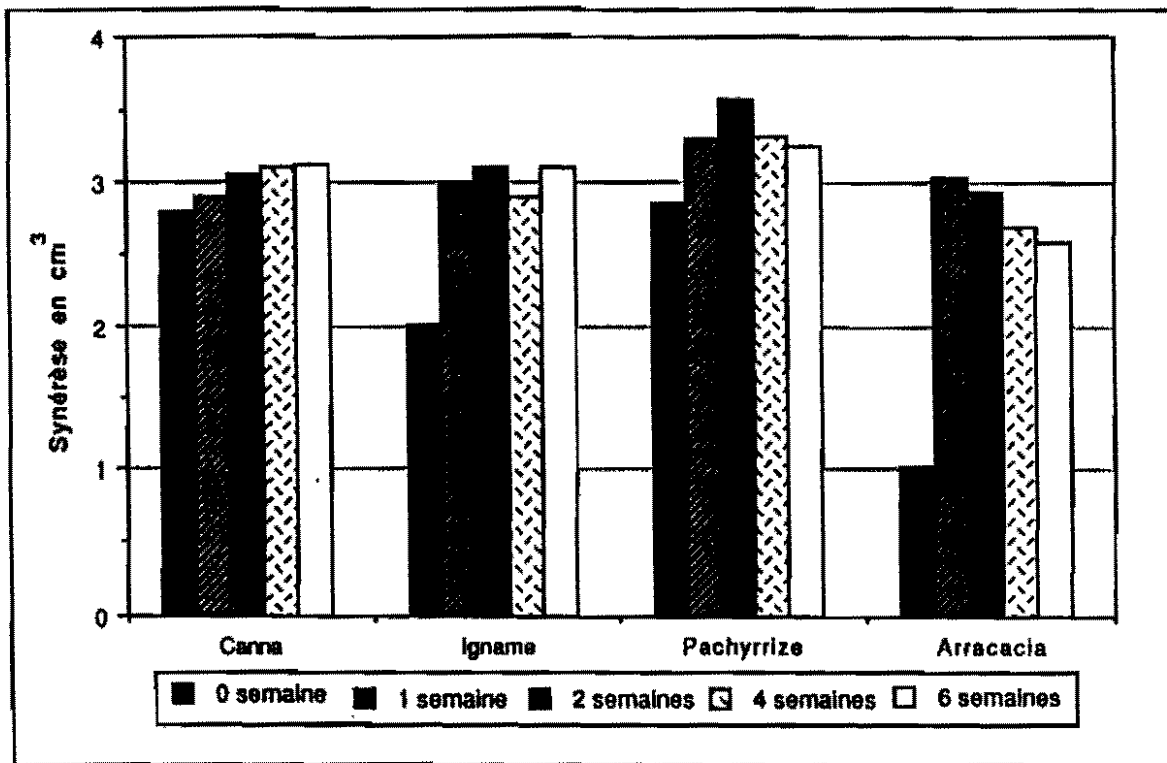
On pourrait s'attendre à ce que l'amidon de maïs cireux présente une résistance à la congélation de par sa faible quantité d'amylose. Il ne semble pas que ce soit le cas, puisque la synérèse reste assez élevée. Il aurait donc un autre phénomène que celui de la rétrogradation qui interviendrait dans la résistance des amidons à de très faibles températures.

En général, la synérèse augmente très rapidement la première semaine puis plus lentement par la suite jusqu'à stabilisation. Cette stabilisation correspond probablement à l'état de rétrogradation totale.

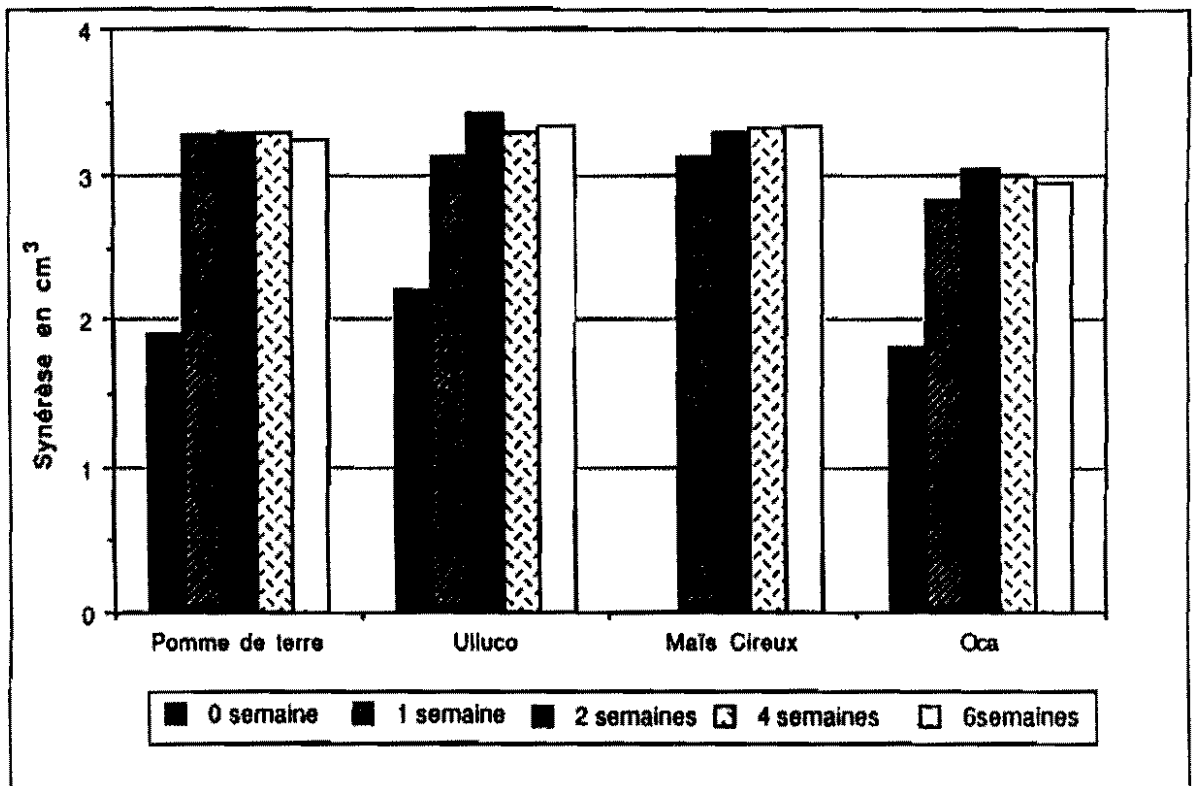
L'amidon d'arracacia possède un comportement surprenant. Après avoir atteint la synérèse maximale, la quantité d'eau rejetée commence à diminuer. Ce comportement pourrait être expliqué par une faible rétrogradation (d'où les faibles viscosités des gels obtenus) due à un faible taux d'amylose dans ces amidons.

L'arracacia semble donc, de par ce comportement être l'amidon présentant le plus d'intérêt lors de la congélation. Cependant, le taux de synérèse reste relativement élevé (> à 2.5 cm³ sur 5 cm³ de gel introduit initialement (perte de la moitié en volume).

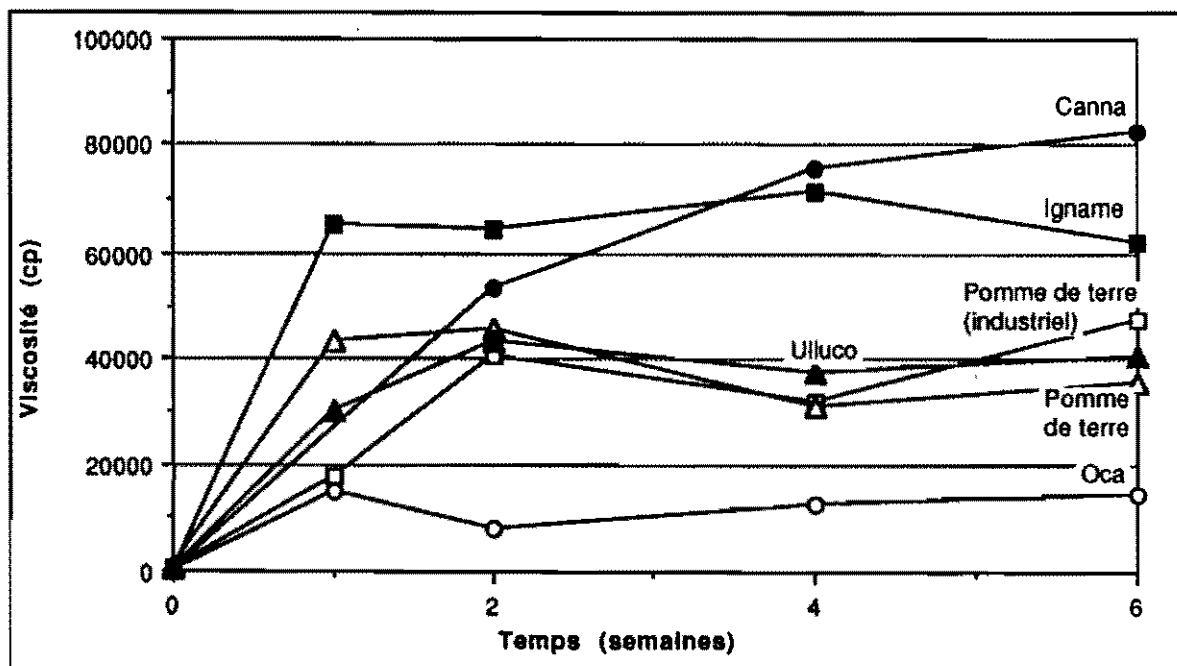
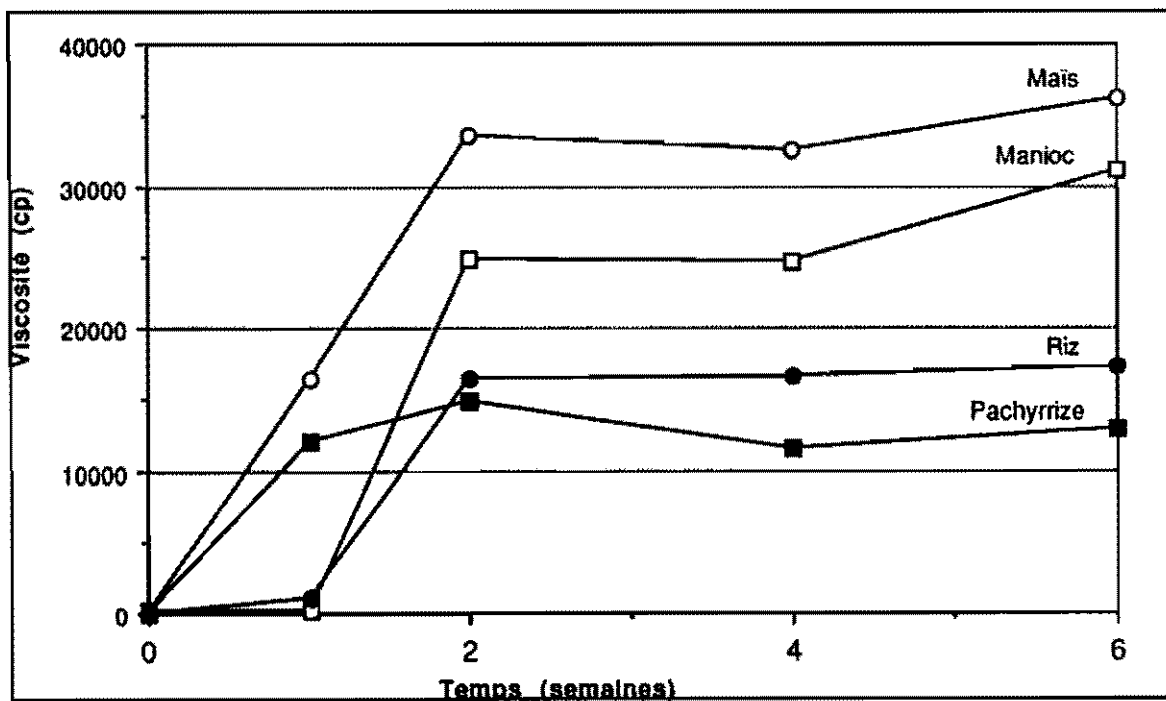
Il apparaît donc qu'aucun des amidons étudiés ne possède vraiment de résistance à la congélation à -20 °C.



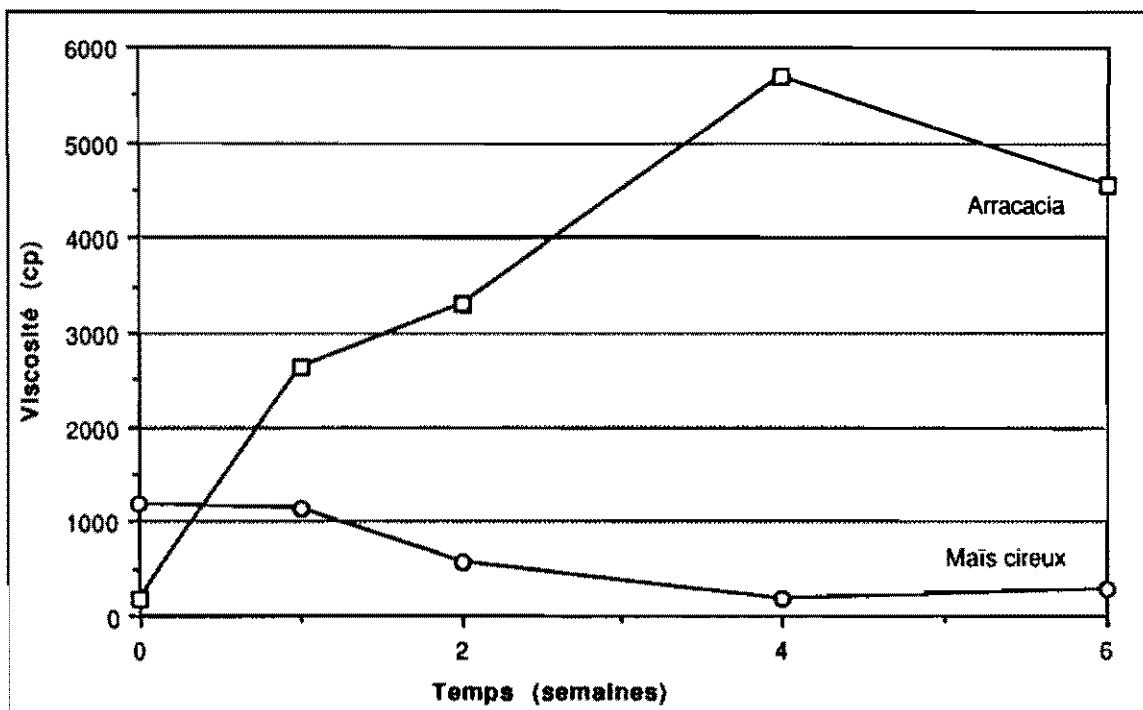
Graphiques 16 et 17: Synérèses présentées par les gels d'amidon après congélation



Graphique 18 : Synérèses présentées par les gels d'amidon après congélation



Graphiques 19 et 20: Viscosités des gels d'amidon après congélation.



Graphique 21: Viscosités des gels d'amidon après congélation.

L'amidon traditionnel de maïs qui semblait assez stable à la stérilisation n'est par contre pas stable du tout à la congélation. Aucune stabilisation n'est observée ni pour les valeurs de synérèse, ni pour celles de viscosité. De plus, les taux de synérèse sont très élevés (proche des 4 cm³ sur 5 introduit initialement après 6 semaines).

Un phénomène identique mais moins prononcé est observé pour l'amidon de canna.

Ces deux amidons possèdent un fort taux d'amylose; La rétrogradation est donc très importante, ce qui peut expliquer ce comportement.

L'amidon de manioc pourrait également présenter un intérêt. En effet, son taux de synérèse est le plus faible parmi les 12 amidons étudiés. L'inconvénient est qu'aucune stabilisation n'est observée, même si l'augmentation de la synérèse reste faible. Il peut donc poser problème dans les produits conservés longtemps, mais peut présenter un intérêt pour de courtes congélations (quelques semaines).

Il pourrait être intéressant de refaire ces analyses, mais sur une durée plus longue pour voir si la synérèse se stabilise à un niveau intéressant ou non. Il est à noter que la littérature indique une bonne stabilité du manioc à la congélation.

Les deux amidons présentant donc la meilleure résistance (arracacia et manioc) contiennent une proportion d'amylose moyenne. Une quantité trop importante d'amylose provoque une rétrogradation trop forte imposant une synérèse élevée. Cependant, une faible quantité d'amylose peut former un gel de faible force. Les quelques liaisons intermoléculaires formées permettraient de protéger le gel d'une destruction totale par le froid. (structure plus solide du gel).

Parmi les amidons traditionnellement utilisés, l'amidon de pomme de terre industriel semble le plus stable tout comme l'amidon de maïs cireux. (Synérèse et viscosité assez "faibles").

L'extraction industrielle de l'amidon de pomme de terre ne semble pas changer fondamentalement le comportement de l'amidon, bien que l'amidon industriel semble posséder un taux de synérèse légèrement plus bas que l'amidon extrait manuellement.

En conclusion, on peut tenter de faire une classification de ces amidons par ordre d'intérêt. Cependant, il convient d'être prudent, cette classification est loin d'être simple à établir, tous les amidons ayant le même "genre" de comportement.

- Arracacia
- Manioc (pour des temps courts ?)
- Pomme de terre (industriel)
- Oca
- Maïs Cireux
- Pomme de terre
- Igname
- Ulluco
- Pachymize
- Riz
- Canna
- Maïs

Tableau 16: classification par ordre d'intérêt décroissant.

Bilan:

- L'intérêt d'un amidon à la congélation est fortement lié à sa teneur en amylose.
- L'arracacia possède un comportement particulier lui conférant un intérêt plus important que les autres lors de congélation sur de longue période.
- Le taux de synérèse de l'amidon de manioc est faible. Il peut donc présenter un intérêt pour des congélations de faible durée. Il serait bon de tester sa stabilité sur des périodes plus longues.
- L'amidon de maïs et de canna sont très peu résistants de par leur grande quantité d'amylose.
- Parmi les amidons industriels, l'amidon de pomme de terre semble le plus stable. Les amidons d'arracacia et de manioc semblent néanmoins présenter plus d'intérêt.
- L'extraction industrielle ne semble pas avoir de grand effet sur la résistance des amidons à la congélation.
- Les amidons à teneur moyenne en amylose semblent plus résistants à la congélation.

3.3. Résistance à l'acide (pH = 2.4)

Lors de l'étude de la résistance des amidons à l'acidité, le facteur le plus important reste l'évolution de la viscosité des gels. En effet, le clivage par l'acide détruit la structure des gels, et diminue leur viscosité.

On pourrait donc s'attendre à observer sur les graphiques de viscosité une chute continue de la viscosité des gels. C'est en effet l'aspect que présente certains amidons comme le riz ou le maïs.

Cependant, certains amidons présentent en premier lieu, une augmentation de viscosité avant d'observer cette chute. Ce phénomène peut paraître normal. En effet, jusqu'à 25 % d'hydrolyse environ, la structure du grain reste intact, mais les liaisons rompues permettent de libérer de l'eau. Ce phénomène provoque la synérèse sans pour autant altérer l'aspect du gel. L'élimination de l'eau surnageante avant mesure induit une augmentation de la viscosité.

Certains gels présentent une séparation de phase assez prononcée, où le gel forme un bloc compact indissociable dans l'eau. Ceci serait responsable de l'augmentation de viscosité. Par la suite, une fois les 25 % d'hydrolyse atteints, le grain ne se maintient plus et le gel perd entièrement sa structure, d'où la perte de viscosité.

Les gels présentant une chute de viscosité importante dès la première semaine sont les gels peu résistants et atteignant rapidement les 25 % d'hydrolyse. De fait, ces gels présentent rapidement un aspect d'hydrolyse totale (voir photo).

Enfin, certains autres amidons présentent une augmentation permanente de viscosité (Ulluco). Ceci signifie probablement que les 25 % d'hydrolyse n'ont toujours pas été atteints, ou qu'une réorganisation des molécules a lieu (similaire à la rétrogradation). Cependant, ce phénomène n'est pas très souhaitable puisqu'il provoque une forte synérèse et une augmentation importante de viscosité.

Il est à noter que les courbes de viscosité de l'igname et de la Canna n'ont pas été présentées sur les graphiques. En effet, les tableaux de résultats montrent qu'une grande quantité de mesures n'ont pas pu être faites (lecture impossible du fait de très fortes viscosités). Il est donc impossible d'analyser ces résultats. Cependant, l'aspect physique de ces deux gels présentait pour l'igname une hydrolyse totale, et pour la canna une synérèse importante où le gel formait un bloc indissociable. Ces amidons ne semblent donc pas présenter de résistance à l'acide.

Néanmoins, la canna avait été indiquée dans la bibliographie comme étant résistante à l'acide (Ruales, 1994). Comme le comportement rhéologique des amidons de canna peuvent varier énormément d'une variété à l'autre, il est possible que certaines variétés présentent de meilleure résistance que d'autres. Il pourrait donc être intéressant de tester la résistance à l'acide d'autres variétés de canna.

Les amidons présentant les meilleures résistances sont les amidons d'arracacia et de manioc. En effet, on observe rapidement une stabilisation de la viscosité. De plus, ces amidons ne présentent aucune synérèse même après 8 semaines de séjour en milieu acide. De même, l'aspect physique des gels reste similaire à celui du départ. Seules quelques détériorations (bulles de gaz) sont visibles après 6 semaines, mais en faible quantité.

Ce même aspect a été observé pour l'amidon de maïs cireux. Cet amidon ne présente également aucune synérèse. Cependant, deux mesures de viscosité semblent contredire ce résultat en montrant une forte augmentation de viscosité. Ce phénomène est peut-être dû à un problème lors de la conservation des gels, ou à un problème de mesure.

Les amidons industriel et "artisanal" de pomme de terre semblent montrer deux comportements totalement différents. En effet, l'amidon de pomme de terre extrait manuellement semble plus stable que l'amidon industriel. De plus sa synérèse est plus faible.

Ce phénomène peut-être dû aux traitements plus "drastiques" que subit l'amidon industriel lors de son extraction. En effet, l'amidon après extraction industrielle est moulu. Cela peut avoir fragilisé le grain et l'avoir par conséquent rendu plus susceptible au clivage par l'acide. Il pourrait être

intéressant de moudre l'amidon extrait manuellement afin de voir si son comportement à l'acide est similaire à celui de l'amidon industriel. Cela permettrait de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse.

Il est également possible que les composants chimiques introduits lors de l'extraction industrielle pour blanchir les amidons fragilisent les grains d'amidon. Il pourrait être intéressant de faire un essai d'extraction en utilisant du SO₂ (couramment utilisé dans l'industrie pour blanchir les amidons), afin d'évaluer l'effet que celui-ci peut avoir sur le comportement des amidons.

Parmi les amidons d'utilisation courante, le maïs cireux semble donc être assez résistant à l'acide. Ensuite, vient l'amidon de pomme de terre. Les amidons de maïs et de riz quant à eux ne présentent aucune résistance à l'acide.

Les amidons d'arracacia et de manioc paraissent plus résistants à l'acide que les amidons traditionnels. Ceci contredit les données bibliographiques qui indiquaient que l'amidon de maïs était plus résistant au clivage par l'acide que celui de manioc.

De plus, l'amidon d'arracacia étant totalement digeste, il peut présenter de grands intérêts.

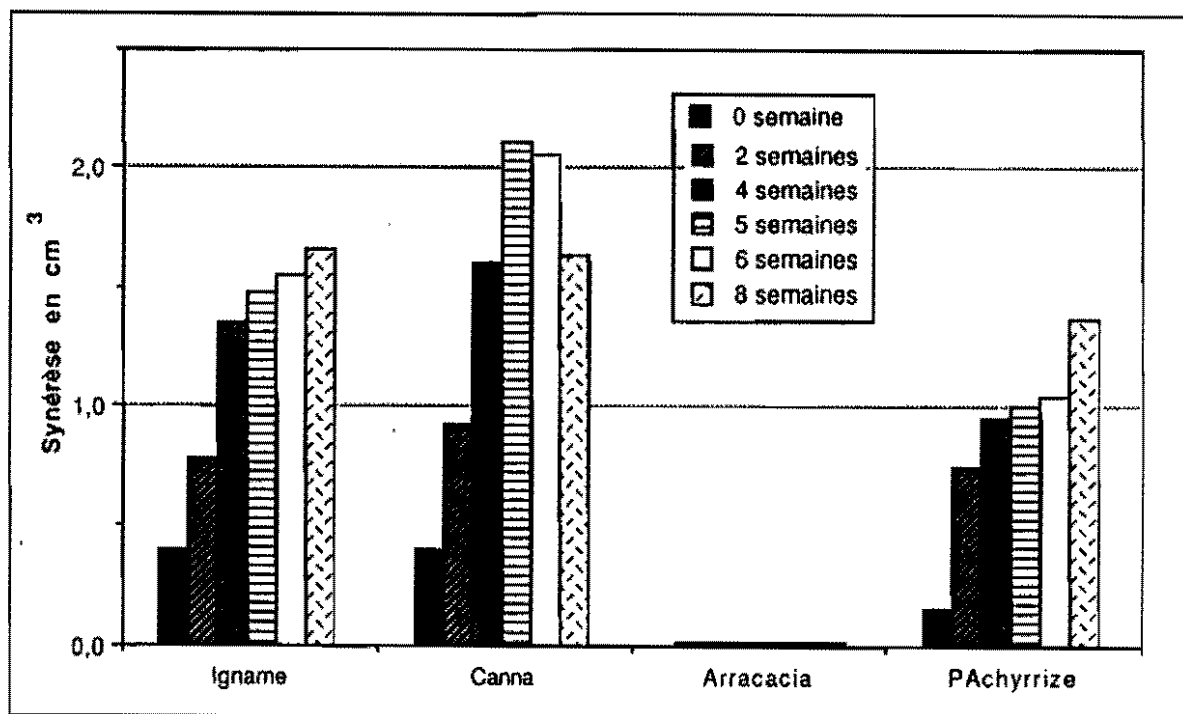
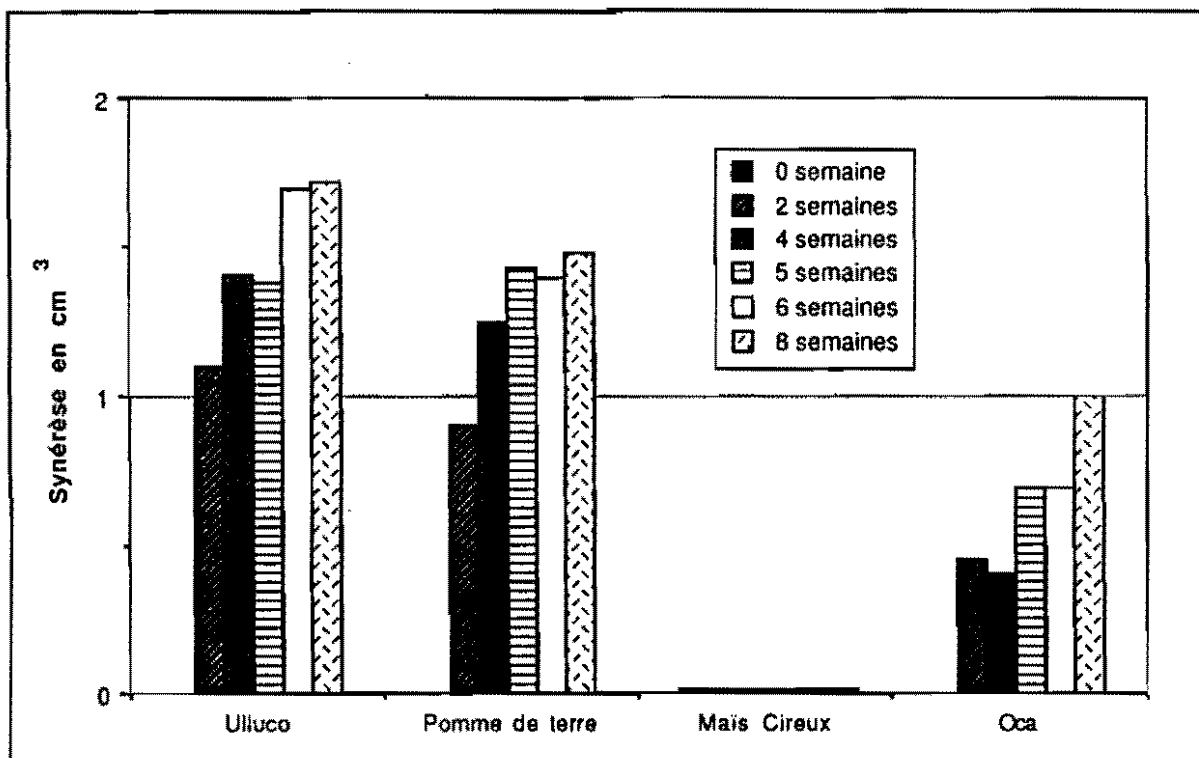
En conclusion, on peut tenter de faire la classification suivante:

Amidon	variation de viscosité en % (Vmax-Vmin)/Vmax
Arracacia	31,02
Manioc	57,89
Maïs Cireux	91,18
Pomme de terre	93,15
Pomme de terre (industriel)	85,78
Ulluco	81,41
Igname	-
Maïs	67,21
Pachyrrhize	88,46
Oca	54,17
Riz	57,09
Canna	-

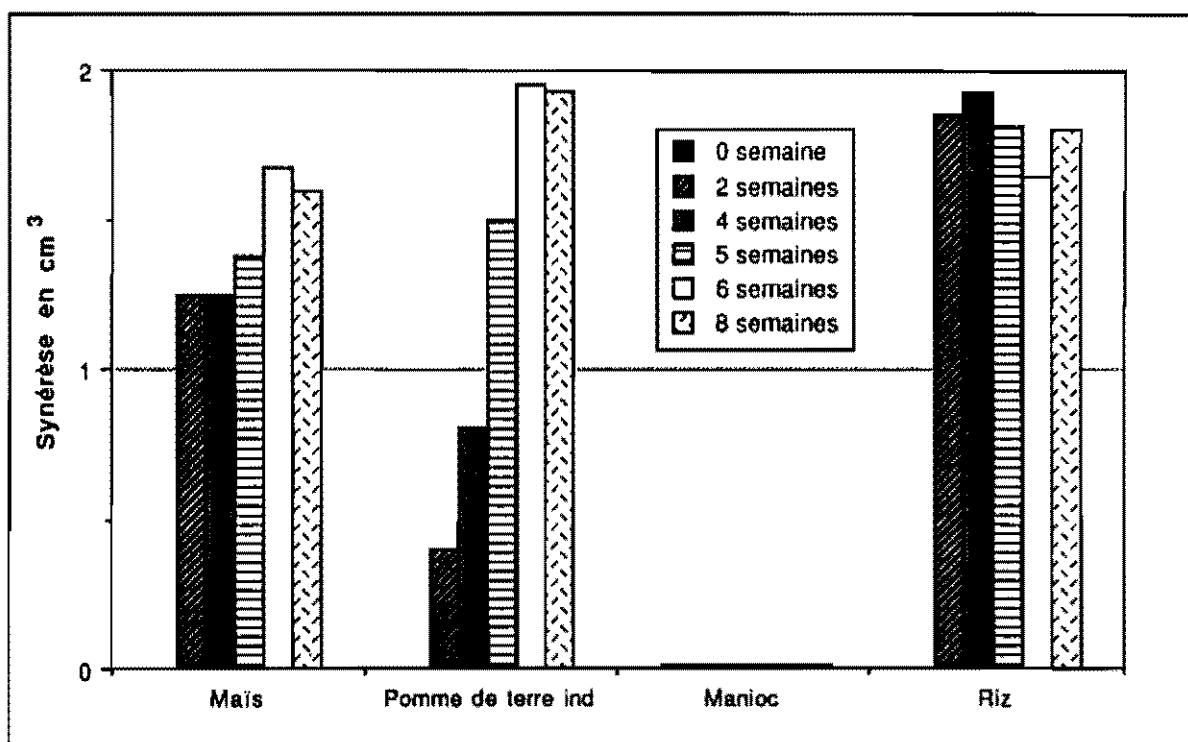
Tableau 17: classification par ordre d'intérêt décroissant.

Bilan:

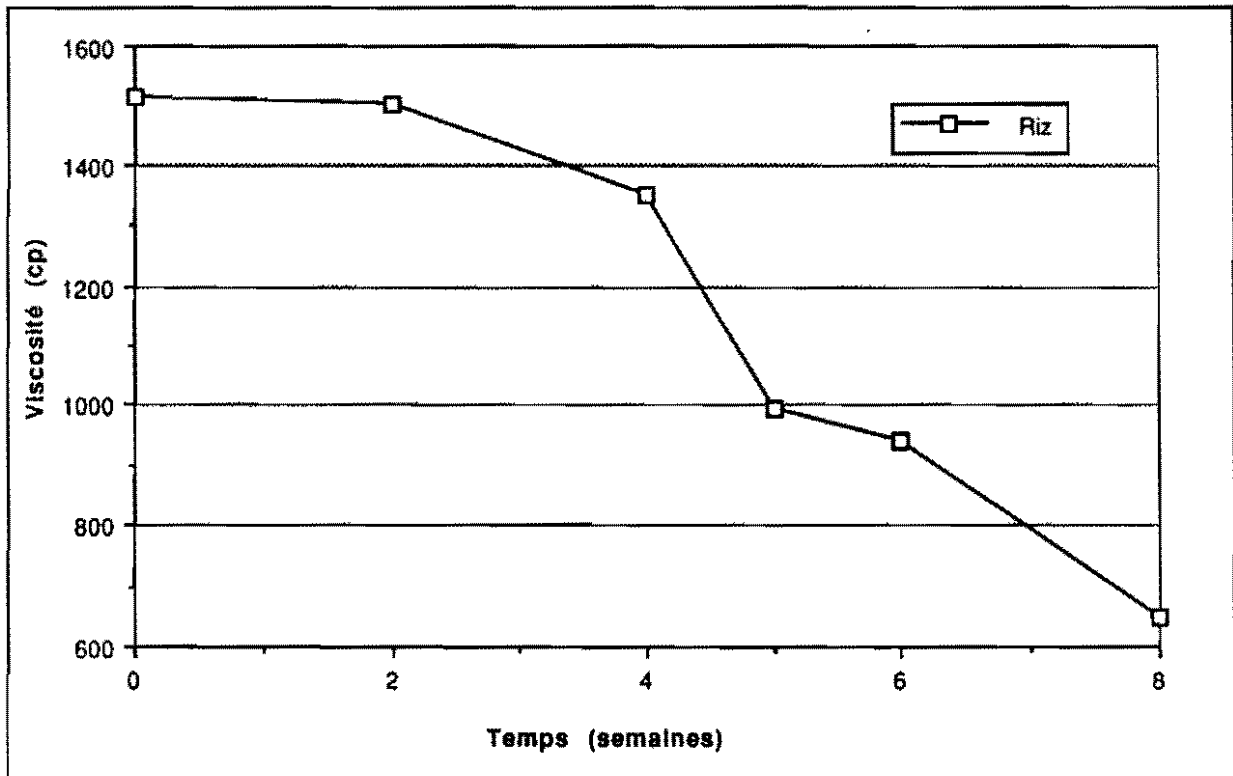
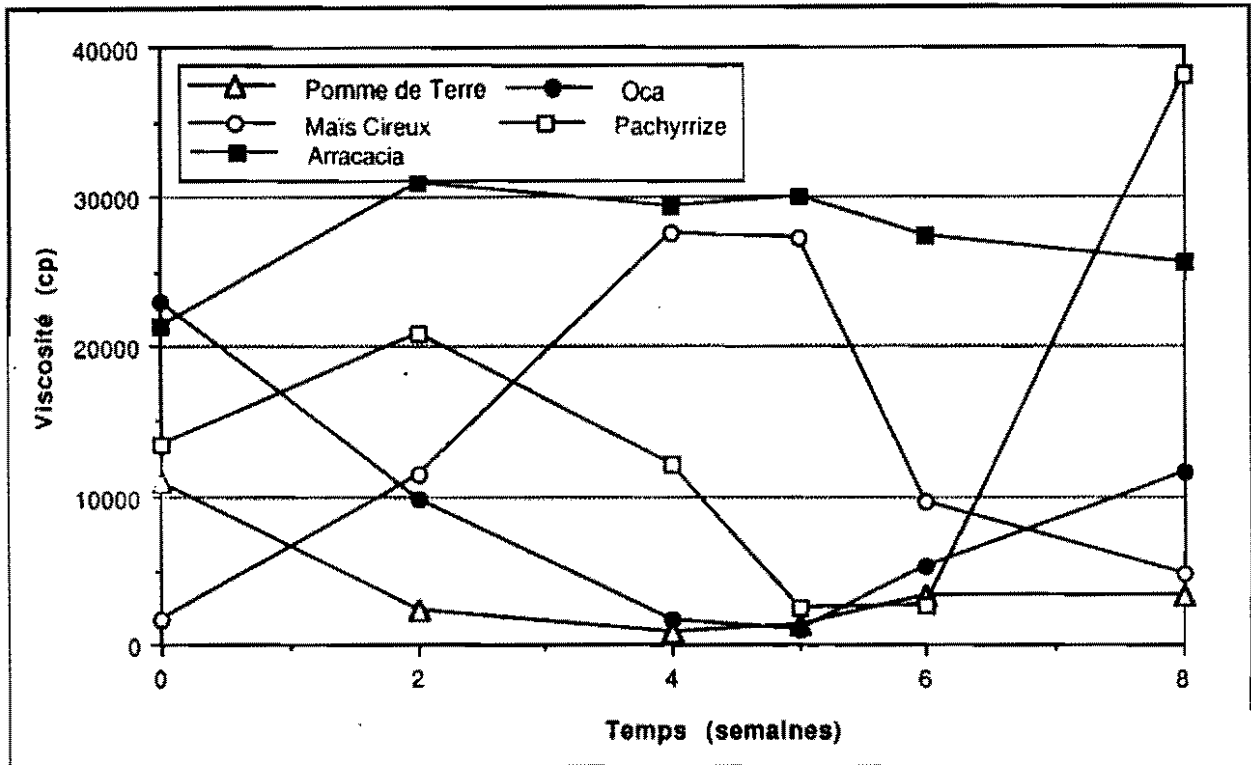
- Les amidons les plus résistants à l'acide semblent être les amidons d'arracacia et de manioc. L'amidon de maïs cireux semble également intéressant.
- L'extraction industrielle semble diminuer la résistance à l'acide des amidons.
- L'amidon de canna qui d'après la bibliographie semblait être le plus résistant à l'acide n'a présenté aucune stabilité lors de ces essais.



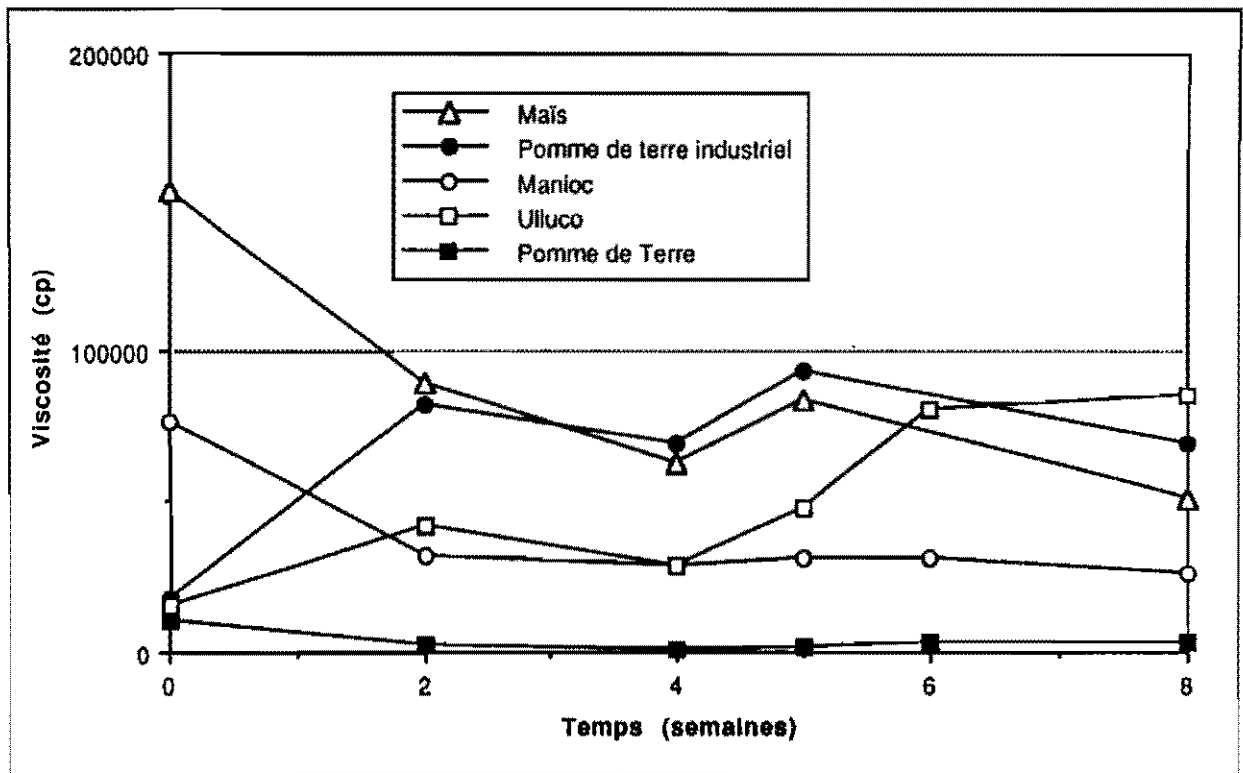
Graphiques 22 et 23: Synérèses présentées par les gels d'amidon après stockage en milieu acide.



Graphique 24: synérèses présentées par les gels d'amidon après stockage en milieu acide.



Graphiques 25 et 26: Viscosités des gels d'amidon après stockage en milieu acide.



Graphique 27: Viscosités des gels d'amidon après stockage en milieu acide.

Quant à l'effet de la température sur la stabilité du gel (graphiques 28, 29 et 30), on s'aperçoit qu'en général, c'est à température ambiante que le gel présente la détérioration la plus faible (faible variation de viscosité). Seul le maïs échappe à cette règle, mais il ne présente de toute façon aucune résistance à l'acide.

Le froid semble donc aggraver l'hydrolyse acide. Cependant, on a déjà vu que l'acide lors de la congélation ne semblait pas présenter d'action particulière, que la détérioration imposé par le froid semblait donc supérieure à celle de l'acide.

Un résultat cependant apparaît intéressant: celui de l'arracacia. Il confirme la grande stabilité de l'arracacia à l'acide. Quelque soit la température de stockage, le gel est stable (peu de variation de viscosité). En particulier, le gel d'arracacia à 6% de MS, à pH = 2.4 et congelé à -20 °C pendant 4 semaines présente une faible augmentation de viscosité. Il semblerait donc présenter une résistance à la congélation. C'est le seul amidon qui présente ce phénomène.

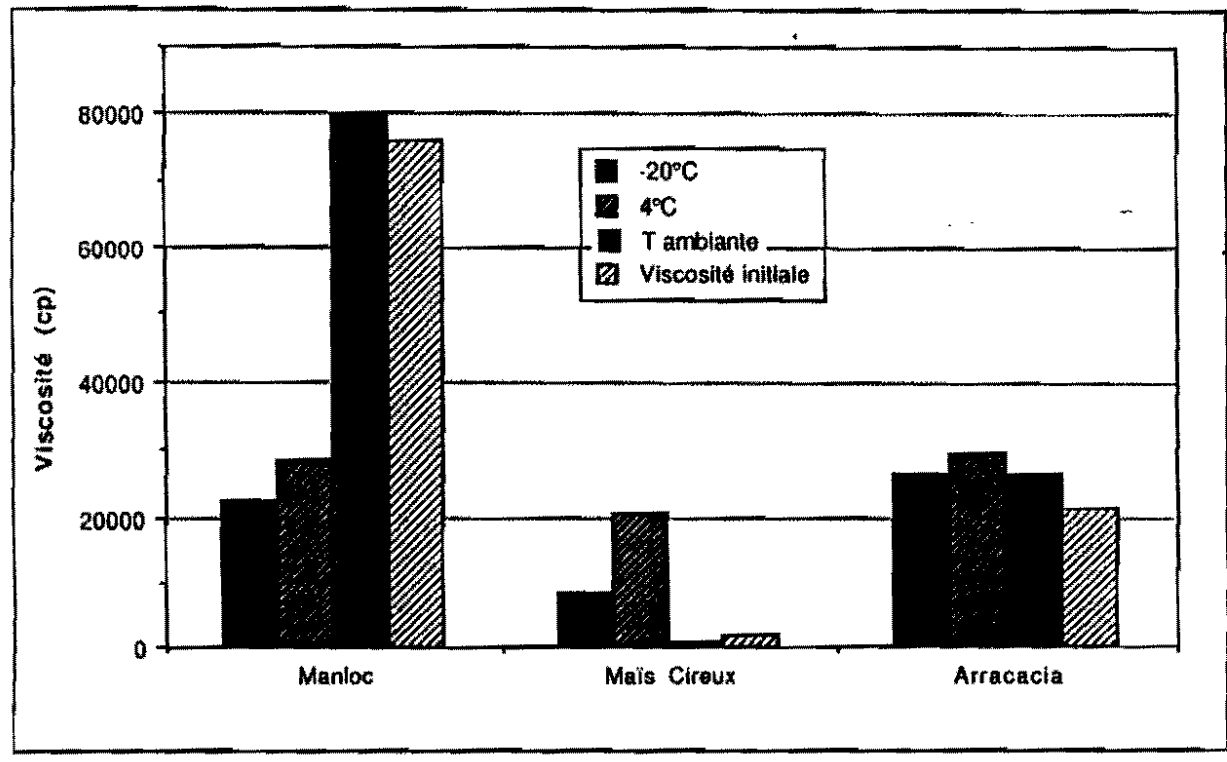
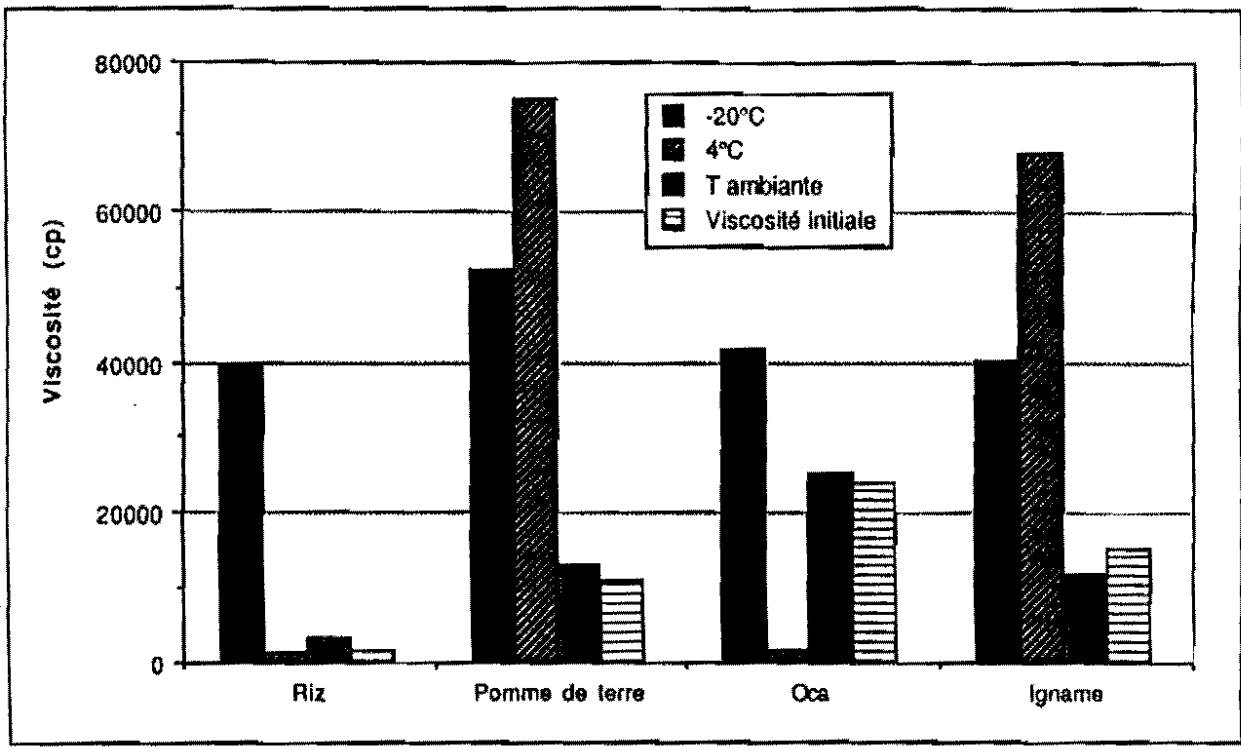
Or, une faible hydrolyse des amidons est l'un des moyens utilisés pour la production d'amidons modifiés. Comme l'arracacia présente une bonne résistance à l'acide, l'hydrolyse sera faible. Il est donc possible que l'amidon ait été "modifié" pendant ces 4 semaines de stockage, lui conférant une résistance à la congélation.

Cependant, il convient d'être prudent sur ce résultat. En premier lieu parce que les amidons modifiés par acide ne sont pas connus pour être résistants à la congélation. Ensuite, parce que l'amidon de manioc, également résistant à l'acide, ne présente pas ce comportement.

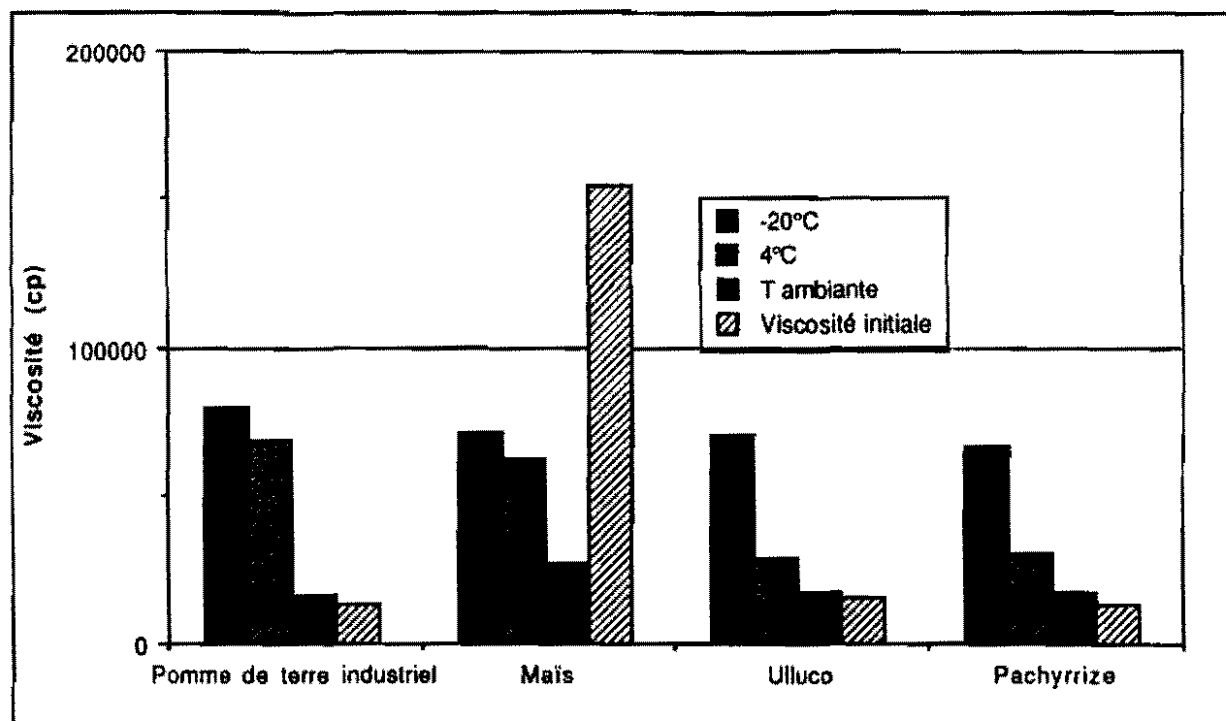
Il peut néanmoins être intéressant de vérifier ce phénomène en effectuant les essais de stabilité à la congélation sur un gel de cet amidon à 2% et à pH = 2,4. Cela permettra également de vérifier que ce résultat n'est pas seulement dû à la concentration du gel.

Bilan:

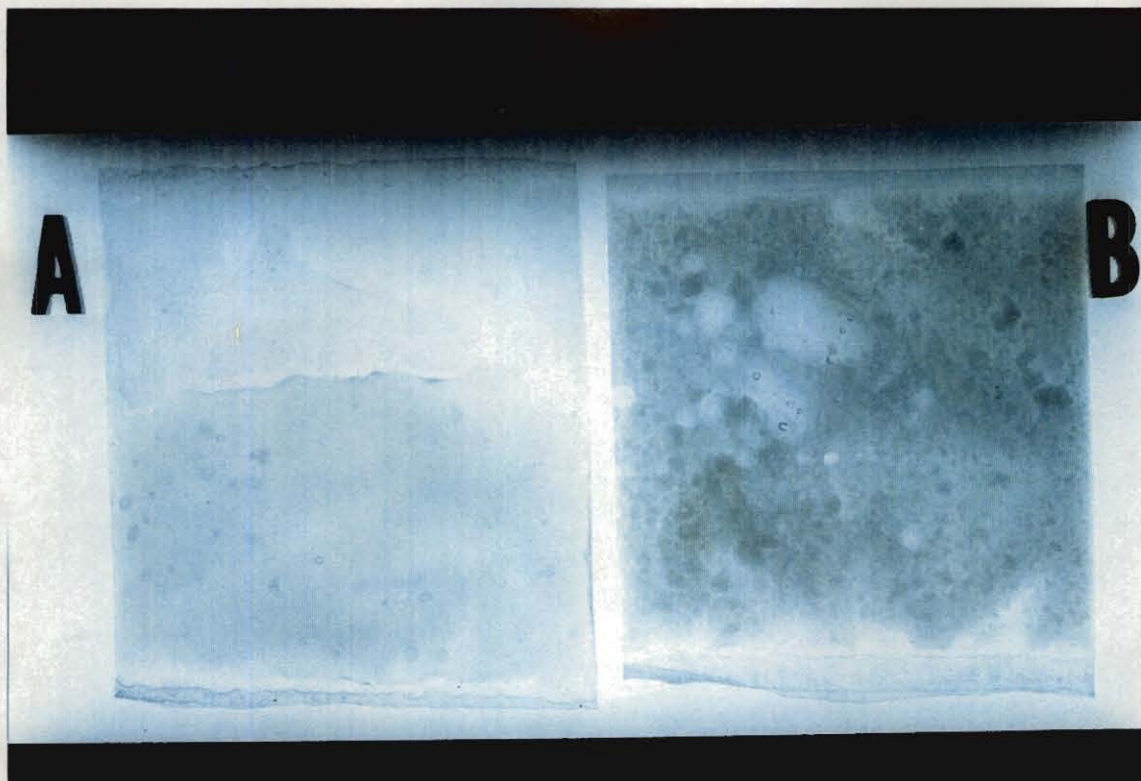
- L'amidon d'arracacia semble en milieu acide être très résistant quelque soit la température de stockage. En particulier, il semblerait présenter une résistance à la congélation. (Résultat à vérifier).



Graphique 28 et 29: effet de la température sur la Viscosité en milieu acide.



Graphique 30: effet de la température sur la Viscosité en milieu acide.



*Photo n°1: gel d'amidon après 8 semaines de conservation à pH 2,4.
 A- gel résistant à l'acide: manioc
 B- Gel non résistant à l'acide: riz*



Photo n°2: aspect d'un gel d'amidon avant et après 6 semaines de congélation. (Pachyrrhize)

CONCLUSION

CONCLUSIONS GENERALES

Cette étude a consisté, suite à la demande d'industriels, à recherché des amidons résistants à de hautes températures, à la congélation (- 20 °C) et à une forte acidité (pH = 2.4).

Dans cet objectif, des amidons issus de racines et tubercules andins ont été sélectionnés et extraits en laboratoire.

Ces amidons parfois peu étudiés à ce jour pourraient en effet présenter des caractéristiques intéressantes et différentes des amidons généralement utilisés. Pour ce faire, Leurs propriétés physicochimique ont été comparées avec des amidons d'utilisation industrielle courante (riz, maïs, maïs cireux, pomme de terre).

Les amidons étudiés sont les suivants:

- Arracacia
- Pomme de terre
- Pachyrrize
- Manioc
- Canna
- Oca
- Ulluco
- Igname

Les études rhéologiques (viscoamylogrammes Brabender) et de compositions ont montré la grande diversité des amidons étudiés. Ils peuvent donc présenter des comportements totalement différents des autres amidons.

1. Résistance à la stérilisation.

La viscosité a été mesurée avant et après deux heures de stérilisation à 121 °C. La grande majorité des gels présentent une forte détérioration par diminution importante de viscosité.

Parmi les quatre amidons traditionnels testés, l'amidon de maïs semble le plus approprié (diminution de viscosité de 18.05 % seulement). Les trois autres amidons courants présentant tous des pertes de viscosité supérieure à 99%.

On comprend donc l'importance d'étudier d'autres amidons résistants à de hautes températures.

Parmi les amidons étudiés, la majeure partie présente une faible résistance à la stérilisation (diminution de viscosité > à 50 %).

Seuls les amidons d'igname et de Pachyrrize présentent une stabilité supérieure à celle du maïs. Ces deux amidons présentent même une augmentation de viscosité probablement due au phénomène de rétrogradation.

Parmi eux, l'amidon de Pachyrrize semblerait particulièrement intéressant pour les aliments pour bébés. Cependant, son faible rendement en amidon rend difficile un éventuel développement industriel.

L'amidon d'igname et de maïs seraient donc les deux amidons les plus résistants à la température.

2. Résistance à la congélation.

Les expériences menées ont montrées que la résistance à la congélation était fortement liée aux taux d'amylose des amidons.

En effet, l'amylose responsable de la rétrogradation serait à l'origine de l'effet "éponge" observé sur la totalité des amidons natifs étudiés.

Il convient donc de chercher des amidons à faible teneur en amylose. Cependant, le maïs cireux contenant moins de 1% d'amylose montre une faible résistance à la congélation. Il semblerait donc qu'un minimum d'amylose reste nécessaire.

Il semble également qu'aucun amidon natif ne présente de très bonne résistance à la congélation.

Néanmoins, l'amidon d'arracacia présente un comportement différent des autres, pouvant lui procurer un intérêt lors de la congélation pour de longue période.

De même, l'amidon de manioc possède un taux de synérèse inférieur aux autres amidons. Il pourrait donc également présenter un intérêt. Il présente néanmoins un inconvénient, en 6 semaines d'essais, aucune stabilité n'a été observée.

Il pourrait donc être bon d'effectuer des amidons modifiés sur ces deux derniers amidons afin d'améliorer leur résistance au froid.

Parmi les amidons traditionnels, les amidons de pomme de terre semble le meilleur, mais reste cependant moins performant que les amidons d'arracacia et de manioc.

3. Résistance à l'acide

Les expériences menées ont montrées qu'il était possible de trouver des amidons natifs résistants à l'acide. C'est le cas par exemple des amidons d'arracacia et de manioc.

L'amidon d'arracacia en particulier semble très résistant à l'acide. Il montrerait même une résistance à la congélation en milieu acide.

De plus, sa grande digestibilité pourrait lui apporter un atout de plus pour son développement en milieu industriel.

La plus grande partie des aliments sont conservés au réfrigérateur. Or c'est à cette température que la dégradation semble être la plus importante. Il est donc nécessaire de trouver des amidons résistant à cette température.

L'amidon traditionnel de maïs cireux présente également une bonne résistance à l'acide. En particulier il conserve un aspect physique intact.

4. Perspectives

L'amidon d'arracacia semble promis à un bon avenir. En effet, en plus de sa bonne digestibilité, il présente une bonne résistance à l'acide et une stabilité meilleure que les autres amidons à la congélation. De plus son extraction est simple et de bon rendement.

Il est donc possible de voir plusieurs perspectives de ce projet:

1- Certains autres amidons de tubercules andins semblent selon la bibliographie présenter des stabilités à ces différents traitements. Il est donc intéressant d'étendre cette étude à d'autres amidons. L'amidon de bananes plantains semblent également posséder de grands intérêt (en particulier à la stérilisation).

2- Certains amidons modifiés présentent de forte résistance à ces traitements. Il peut donc être utile de comparer les amidons natifs résistants aux amidons modifiés afin de comparer leurs propriétés.

3- Si des amidons natifs sont très résistants à ces traitements, on peut imaginer l'intérêt que pourrait avoir ces amidons après modification. Il serait éventuellement possible de cette manière de produire des amidons à double résistance.

Il serait possible également de trouver de cette façon des amidons modifiés résistant à la congélation, puisqu'aucun des amidons natifs testés ne présente de bons résultats.

4- Il pourrait également être utile de développer des méthodes d'extraction plus appropriés et permettant d'améliorer le rendement d'extraction des amidons pouvant présenter un intérêt industriel.

Cette étude a donc permis de montrer qu'il existe des amidons natifs possédant des résistances à la stérilisation, à la congélation et à l'acide. Certains amidons montrent même des stabilités supérieures aux amidons d'utilisation courante dans l'industrie.

Les amidons de manioc, d'arracacia, d'igname et de canna semblent pouvoir répondre à certaines exigences industrielles de résistance à certaines contraintes.

L'étude des propriétés fonctionnelles des amidons natifs laisse entrevoir de nouvelles oportunités de marché pour certaines racines et tubercules andins, et permettront probablement de participer au développement et au renouveau de certaines cultures autochtones en zone rurale.

On imagine donc l'impact économique que pourrait avoir sur les sociétés d'amérique latine le développement d'un de ces amidons au niveau industriel.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- BOURSIER B. Applications alimentaires des amidons modifiés. In *IAA*, Septembre 1994. p 583-592.
- BULEON A., COLONNA P., LELOUP V. Les amidons et leurs dérivés dans les industries des céréales. In *IAA*, Juin 1990. p 515-531.
- CARVAJALINO VILLALOBOS O. Almidones de Achira, Platano Dominico Harton y Yuca: fraccionamiento, retrogradación, modificación con fosfatos. Mémoire, Université nationale de Colombie, Département de Génie Chimique, Bogotá, 1968.
- CASTRO SUAREZ L.A., ESCOBAR OSPINA C.L. Estudio de las propiedades fisicoquímicas de almidones de maíz modificados y su correlación con el índice de dextrosa. Mémoire, Université Nationale de Colombie, Département de Génie Chimique, Bogotá, 1984.
- CHAPARRO R.B., CORTES H. La achira: cultivo, industrialización, utilidad forrajera. In *Temas de Orientación agropecuaria*, Jan-Fev 1978, N° 131. 56 p.
- CHANTOR. Communication personnelle avec D. Dubreuil de la sucrerie Chantor à Reims: *Starch modifications*, 1995.
- CHENG-YI L., YUNG-HO C. Study of starch in Taiwan. In *Food Reviews International*, 1991, Vol 7, N° 2. p 185-203.
- COLONNA P., MERCIER C. Les amidons de légumineuses: aspect, composition, structure, propriétés physico-chimiques. In *Lebensmittel Wissenschaft & Technologie*, Vol 12, N° 1. p 1-12.
- DARBON P. Le roi amidon. In *Biofutur*, Jan 1988. p 23-34.
- DUPRAT F., GALLANT D., GUILBOT A., MERCIER C., ROBIN J.P. L'amidon. In *Polymères Végétaux: polymères pariétaux et alimentaires non azotés*. Gauthier-Villar, Ed C. Coste, 1980. p 176-231.
- EGGLESTON G., SWENNEN R., AKONI S. Physicochemical studies on starches isolated from plantain cultivars, plantain hybrids and cooking bananas. In *Starch/Stärke*, 1992, Vol 44, N° 4. p 121-128.
- EVANS I.D., HAISMAN D.R. Rheology of gelatinized starch suspensions. In *Journal of Texture Studies*, 1979, Vol 10. p 347-370.
- FABOYA O.O.P., ASAGBRA A.A. The physicochemical properties of starches from some Nigerian cultivars of white yam. In *Tropical Science*, 1990, N° 30. p 51-57.
- HAK RYANG KIM. *Physicochemical properties of hydroxypropyl potato starch*. Thèse de doctorat en technologie alimentaire, Lund (Suisse). Université de Lund: 1992.
- HERMANN M. Arracacha and Achira processing and product development. Compte rendu 6310 des travaux du CIP(1994). Quito, Equateur, 1995.
- HERMANN M. La achira y la arracacha: procesamiento y desarrollo de productos. In *CIP circular*, sept 1994, Vol 20, N° 3. p 10-12.

HOOD L.F., SEIFRIED A.S. Effect of frozen storage on the microstructure and syneresis of modified tapioca starch-milk gels. In *Journal of Food Science*, 1974, Vol 39. p 121-124.

LOOS P.J., HOOD L.F., GRAHAM H.D. Isolation and characterization of starch from Bread Fruit. In *Cereal Chemistry*, 1981, Vol 58, N° 4. p 282-286.

MAGA J.A. Taro: Composition and food uses. In *Food Reviews International*, 1992, Vol 8, N° 3. p 443-473.

MONTALDO A. Cultivo de raices y tuberculos tropicales. San Jose, Costa Rica: ed Instituto Interamericano de Cooperación para la agricultura, 1991. 407 p.

MOORTHY S.N., THANKAMMA P.K., UNNIKRIISHNAN P. & M. Variability in starch extracted from taro. In *Carbohydrate Polymers*, vol 20, 1993. p 169-173.

NOEL T.R., RING S.G., WHITTAM M.A. Physicochemical analysis of wheat starch. In *Mod. Methods Plant Analysis*, v 14, 1992. p333-346.

ORTIZ ESLAVA M., VALDERRAMA CUELLAR G. Obtención de almidon de Yuca Hidroxipropilado y su aplicación en la industria. Mémoire, Université nationale de Colombie, Département de Génie Chimique, Bogotá, 1977.

PASCHOAL J., CLARET FERNANDES DE AGUIAR M., ARAUJO F.L. Amido de Batata doce: Caracterização morfológica e estudo de algumas propriedades funcionais. In *Alimentos Nutrição*, 1993/1994, N° 5. p9-25.

PREVECAB. Especies vegetales promisorias de los países del convenio Andre Bello. Tome 4, Bogotá: Talleres de Editora Guadalupe, 1990.

PROANO O., ESTRADA O. Estudio de la Papa China y sus posibles industriales. In *Politecnica-Revista de Información Tecnico-Científica*, 1992, Vol 17, N° 1. p 121-171.

PURSHOTTAM L.S., HAESHWARDHAN S., HARISH C.S., MAHENDRASINH M.G. Physicochemical properties of Canna edulis starch. Comparison with maize starch. In *Starch/Stärke*, 1990, Vol 42, N° 12. p 460-464.

RICKARD J.E. Quality aspects of tropical root crop starches. In *Journal of root crops*, 1990, ed spéciale. p 227-232.

RICKARD J.E., ASAOKA M., BLANSHARD J.M.V. The physicochemical properties of cassava starch. In *Tropical Science*, 1991, N° 31. p 189-207.

ROMERO J. Almidones naturales y modificados en productos alimenticios. In *Alimentos Hoy*, Jan - Mars 1993. p 10-14.

RUALES J. SANTACRUZ S. HERMANN M. Caracterización de las propiedades reológicas y nutricionales del almidón nativo y gelatinizado de Achira. Conferencia internacional en biodisponibilidad de nutrientes, Quito, 1-3 mars 1995.

SCOTT G., HERRERA J.E., ESPINOLA N., DAZA M., FONSECA C., FARRO H., BENAVIDES M. *Desarrollo de productos de raices y tuberculos*. Vol 2, America Latina. Compte rendu du congrès de "production, commercialisation et utilisation de racines et tubercules en Amérique Latine. 8-12 Avril 1991, Villa Nueva, Guatemala.

Starch production technology. Chap 12: The Minor starch of commerce, The manufacture of rice, arrowroot and sago starch. p229-245.

SWINKELS J.J.M. Composition and properties of commercial native starches. In *Starch/Stärke*, 1985, N° 37. p 1-5. ISSN: 0038-9056.

TAKEDA Y., TOKUNAGA N., TAKEDA C., HIZUKURI S. Physicochemical properties of Sweet Potato starches. In *Starch/Stärke*, 1986, N° 38. p 345-350.

TIAN S.J., RICKARD J.E., BLANSHARD J.M.V. Physicochemical properties of sweet potato starch. In *Journal of Food Agriculture*, 1991, N° 57. p 459-491.

WU J.Q., SCHWARTZ S.J., CARROLL D.E. Chemical, Physical and sensory stabilities of prebacked frozen Sweet Potatoes. In *Journal of Food Science*, 1991, Vol 56, N° 3. p 710-713.

XU A., SEIB P.A. Structure of tapioca pearls compared to starch noodles from Mung Beans. In *Cereals Chemistry*, 1993, Vol 70, N° 4. p 463-470.

ANNEXES

NOMS SCIENTIFIQUES ET COMMUNS

Noms Scientifiques	Noms Colombiens	Noms Français	Noms Anglais
<i>Arracacia xanthorriza</i>	Arracacha	Arracacia, Pomme de terre scéleri	Arracacha
<i>Canna edulis</i>	Achira	Balisier, Tous les mois	Purple arrowroot
<i>Colocasia esculenta</i>	Papa china	Taro	Taro
<i>Dioscorea alata</i>	Name	Igname	Yam
<i>Ipomoea batata</i>	Batata	Patate douce	Sweet potato
<i>Manihot esculenta</i>	Yuca	Manioc	Cassava
<i>Musa paradisiaca</i>	Platano	Banane plantain	Plantain banana
<i>Musa rosacea</i>	Banano	Banane	Banana
<i>Oryza Sativa</i>	Arroz	Riz	Rize
<i>Oxalis tuberosa</i>	Oca, Ibias	Oca, Oxalis tubéreux	Oca
<i>Pachyrrizus erosus</i>	Ahipa, Pipilanga	Pachyrrize, Dolique tubéreux	Yam Bean
<i>Solanum Tuberosum</i>	Papa	Pomme de terre	Potato
<i>Sorghum vulgare</i>	Sorgo	Sorgho	Sorghum
<i>Triticum aestivum</i>	Trigo	Blé	Wheat
<i>Tropaeolum tuberosum</i>	Cubio	Capucine tubéreuse	Tuber nasturtium
<i>Ullucus tuberosus</i>	Ulluco	Ulluco	Ulluco
<i>Xanthosoma sagittifolium</i>	Mafafa	Macabo	Cocoyam
<i>Zea maiz</i>	Maiz	Maïs	Maize

PHOTOS DES RACINES ET TUBERCULES
ETUDIES



ACHIRA
(*Canna edulis*)

Photo 3: Canna



AHIPA
(*Pachyrrhizus erosus*)

Photo 4: Pachyrrize.



Photo 5: Oca.

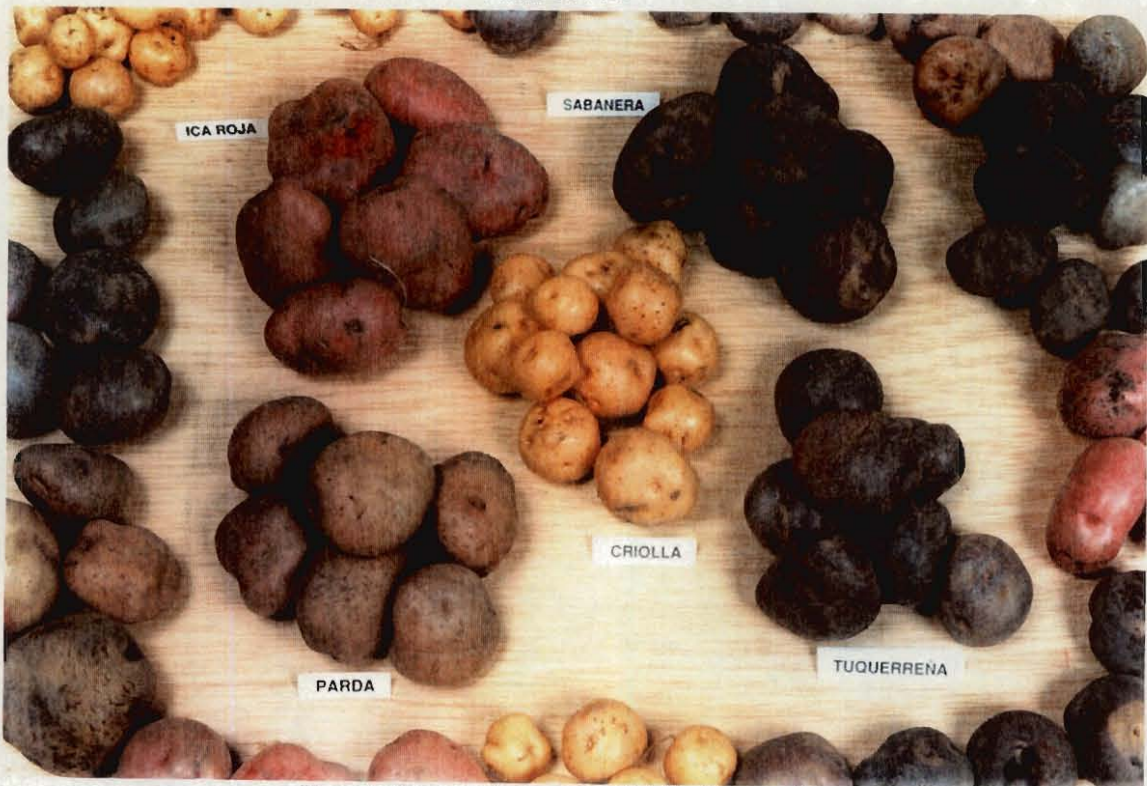


Photo 6: Pomme de terre (variété étudiée: parda)



Photo 7: Arracacia



Photo 8: Igname