



**HAL**  
open science

## Détermination de comportements visqueux pour l'extrusion de formulations de céréales petit-déjeuner

Alexander Brugger, Laurent Chaunier, Guy Della Valle, Jean-Philippe Dellemann, Magdalena Kristiawan

### ► To cite this version:

Alexander Brugger, Laurent Chaunier, Guy Della Valle, Jean-Philippe Dellemann, Magdalena Kristiawan. Détermination de comportements visqueux pour l'extrusion de formulations de céréales petit-déjeuner. 47. Colloque National du Groupe Français de Rhéologie, Groupe Français de Rhéologie (GFR). Paris, FRA., Oct 2012, Pau, France. hal-01143524

**HAL Id: hal-01143524**

**<https://hal.science/hal-01143524>**

Submitted on 19 Nov 2015

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

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

# Détermination de comportements visqueux pour l'extrusion de formulations de céréales petit-déjeuner.

A. Brugger, L. Chaunier, G. Della Valle, J.P. Dellemann\*, M. Kristiawan.

INRA, UR 1268 Biopolymères, Interactions & Assemblages (BIA), BP 71627, 44316 Nantes

\* Buhler, AG, Project Manager CH-9240 Uzwil, Suisse

**Résumé :** La viscosité en cisaillement de deux formulations céréalières est déterminée à l'aide du rhéomètre à pré-cisaillement Rheoplast®, dans des domaines de 3 à 500 s<sup>-1</sup>, de teneur en eau MC (15- 23 %), de température T (145- 185°C) et pour une énergie mécanique de 20 à 220 kJ/kg. Elles suivent un modèle de loi puissance dont les paramètres sont corrélés avec MC et T, mais pas avec la SME. Une fois vérifiée la transformation des matériaux, ces résultats peuvent être utilisés à des fins de simulation de l'extrusion bi-vis.

**Mots-clé :** amidon, extrusion, pré-cisaillement, sucre, viscosité capillaire.

## 1. Introduction

La connaissance du comportement rhéologique d'un fondu à base d'amidon, dans des conditions d'extrusion, est nécessaire pour modéliser le procédé, et prévoir la transformation du produit. C'est particulièrement le cas pour les formulations de céréales petit-déjeuner, qui contiennent 60 à 80 % d'amidon, en base sèche. Ces propriétés font actuellement défaut dans le domaine industriel, principalement en raison du manque d'outils fiables pour les déterminer. En effet, la présence d'eau prohibe l'utilisation de rhéomètres rotatifs classiques. De plus, le passage à l'état fondu de matériaux amylicés requiert un apport d'énergie mécanique [1], que ne peuvent fournir les viscosimètres capillaires usuels. Enfin, en dépit de résultats fiables obtenus notamment sur des prototypes bi-canaux [2], les filières plates instrumentées en ligne d'extrudeuse requièrent des expérimentations assez lourdes et ne permettent pas d'évaluer la composante élongationnelle.

Le rhéomètre capillaire à pré-cisaillement (Rheoplast®), qui combine un système de Couette, dans lequel un traitement mécanique contrôlé peut être appliqué, et un rhéomètre capillaire, est la technique la plus adaptée pour déterminer la viscosité de ces matériaux amylicés [3]. En outre, elle permet, par la prise en compte des effets d'entrée [4], d'évaluer les propriétés élongationnelles, qui jouent un rôle essentiel dans l'expansion finale du produit par extrusion [5, 6]. Elle a déjà été appliquée à la caractérisation d'un mélange de type « céréales petit-déjeuner » sans que l'influence de l'énergie mécanique ait été étudiée toutefois [7]. Le but de ce travail est donc de déterminer la viscosité, en cisaillement et élongationnelle, de ce type de matériau et l'influence des principaux paramètres de l'histoire thermomécanique sur ce comportement, afin de pouvoir fournir des données fiables à un modèle de simulation du procédé de fabrication de ces

aliments par extrusion bi-vis. Ceci requiert en outre une comparaison des matériaux d'essais aux produits commerciaux extrudés.

## 2. Matériels et méthodes

### 2.1 Préparation des échantillons

Les deux formulations de type « céréales petit-déjeuner » contiennent 10% sucre et l'une environ 5% de sirop de malt (A) et l'autre 5% de poudre de cacao (B), et respectivement 71 et 67 % d'amidon en base sèche. Les mélanges sont réalisés par incorporation successives des différents ingrédients sous forme de poudre, puis hydratation progressive jusqu'au niveau souhaité et conservation à 4°C pendant 24 h, avant vérification de la teneur en eau finale.

### 2.2 Rhéométrie

Le schéma de principe et les protocoles de mesures du Rheoplast® ont été décrits dans les études précédentes [3, 7]. Les mesures sont réalisées dans un domaine de teneur en eau (MC = 15- 23 % en base humide), de température T (145- 185°C), mesurée avant sortie de filière, et pour une énergie mécanique SME de 20 à 220 kJ/kg, modulée par la vitesse de rotation du piston central (50-200rpm). Tous les points de ce domaine n'étant pas accessibles en pratique, soit pour des raisons de précision de la mesure, soit à cause du comportement délicat du matériau, le plan d'expériences suivant a été appliqué (Tableau 1). Chaque mesure de variations de pression en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  est issue de la moyenne de trois répétitions, pour un rapport longueur/diamètre de filière (L/D) et chaque profil de pression est ensuite mesuré pour 3 rapports L/D (0, 8, 16). En revanche, seule la condition centrale du plan est répétée 3 fois. Les résultats sont traités suivant la procédure usuelle de la rhéométrie capillaire, incluant corrections de Bagley et de Rabinowitsch, ce qui permet d'ajuster les

courbes d'écoulement  $\eta(\dot{\gamma})$  ainsi obtenues suivant la loi puissance :

$$\eta = K \times \dot{\gamma}^{n-1} \quad (1)$$

K étant l'indice de consistance (Pa.s<sup>n</sup>) et n l'indice d'écoulement.

MC (% bh)	T (°C)	SME (kJ/kg)	K(Pa.s <sup>n</sup> )		n	
			A	B	A	B
15	145	70	35400	44200	0,32	0,28
15	145	220	7123	39100	0,26	0,31
15	165	70	16500	28200	0,46	0,39
15	185	70	1180	5700	0,61	0,52
19	145	70	25780	24400	0,3	0,29
19	165	20	4430	16700	0,53	0,33
19	165	70	7280	9100	0,5	0,41
19	165	220	7840	14900	0,36	0,33
19	185	70	1170	2250	0,53	0,56
23	145	70	14600	16300	0,31	0,27
23	165	70	4400	8300	0,4	0,37
23	185	70	870	2900	0,54	0,36

Tableau 1 : Conditions expérimentales des mesures et résultats obtenus pour les paramètres de la loi puissance.

Les valeurs de viscosité élongationnelle apparentes sont déduites d'après les pressions d'entrée, déterminées par les corrections de Bagley [4] et le nombre de Trouton calculé comme le rapport des viscosités pour les mêmes vitesses de déformation.

### 2.3 Analyse de la transformation des matériaux

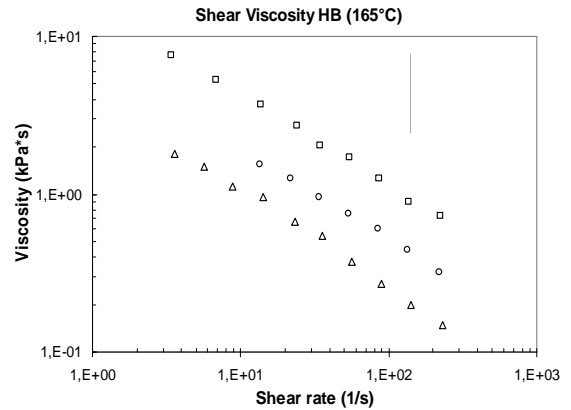
Les produits issus du rhéomètre sont caractérisés par analyse enthalpique différentielle (DSC) en excès d'eau pour déterminer la quantité d'amidon non fondu, ou non gélatinisé, et par mesure de la consistance d'empois (RVA) de suspension (ms≈10%) à 95°C, pour évaluer la dispersion des macromolécules d'amidon. La transformation des matériaux est évaluée par la comparaison de ces caractéristiques avec celles obtenues pour les matériaux non traités. De même, les matériaux traités sont comparés aux produits commerciaux pour évaluer l'aptitude du Rhéoplast® à simuler la cuisson-extrusion. La DSC a aussi permis de déterminer les températures de fusion des formulations aux teneurs en eau du traitement, elles varient de 135 à 120°C et de 165 à 120°C pour les produits A et B respectivement, ce qui suggère que l'amidon peut ne pas être complètement transformé aux températures de mesure.

## 3. Résultats

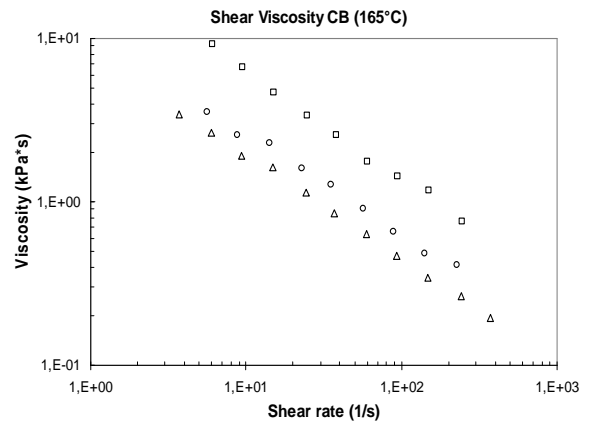
### 3.1 Viscosité en cisaillement des formulations

Quelles que soient les conditions de T, MC et SME, la viscosité en cisaillement des matériaux suit une loi

puissance et les valeurs de K et de n ont pu être déterminées (Tableau 1) entre 3 et 500 s<sup>-1</sup>. En général, pour les mêmes conditions, les valeurs de K sont plus élevées pour le produit B que pour le produit A, ce qui peut être interprété, en première approche, par un rôle fluidifiant du sucre ajouté. En outre, elles illustrent bien l'influence classique de la température (non présentée ici) et de la teneur en eau (Fig.1).



(a)



(b)

Figure 1: Courbes d'écoulement obtenues pour les produits A (a) et B (b) pour T=165°C et 3 teneurs en eau différentes 15% (□), 19% (○), 23% (Δ).

Ces variations sont bien reflétées par la diminution des valeurs de K lorsque MC augmente, sans influence significative sur n. la même influence est constaté pour la température. Ces deux résultats sont bien en accord avec la bibliographie ([2], [3], [7] par ex.). En revanche, l'influence de l'énergie mécanique est beaucoup moins nette, même en se plaçant aux plus faibles conditions de température et d'hydratation, supposées favoriser l'effet du pré-traitement par cisaillement (Fig.2). L'interprétation de ce résultat, plutôt surprenant, par comparaison avec la bibliographie, réside soit dans la protection de l'amidon par les constituants mineurs (de la formulation ou des farines de céréales) qui joueraient un rôle de lubrifiant, soit par un niveau d'énergie mécanique insuffisant par comparaison avec le procédé

de cuisson extrusion (SME  $\approx 400$ kJ/kg).

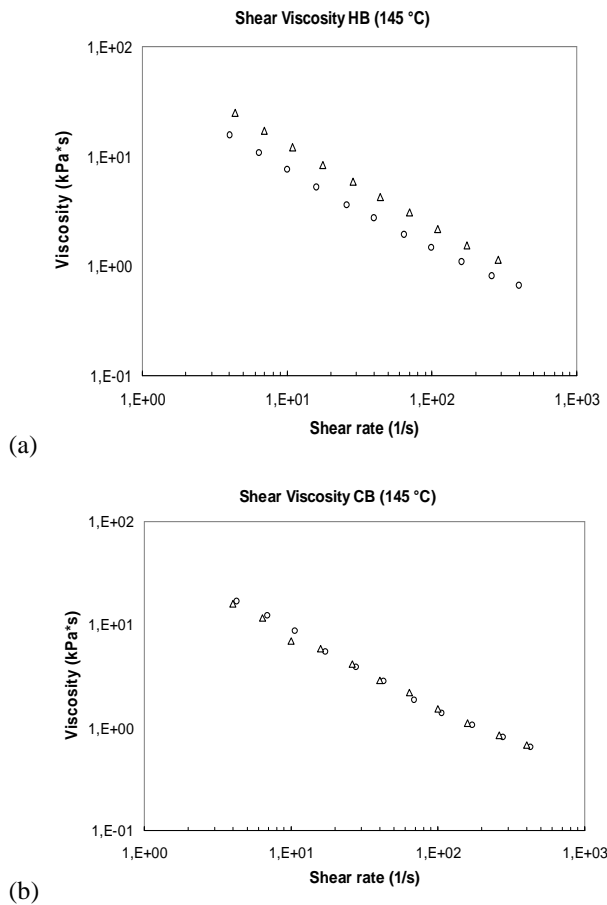


Figure 2 : Courbes d'écoulement obtenues pour les produits A (a) et B (b) pour  $T=145^{\circ}\text{C}$  et  $\text{MC}=15\%$  pour deux valeurs de SME différentes 70 ( $\square$ ) et 220 kJ/kg ( $\Delta$ ).

C'est pour cette raison, entre autres, qu'il est important d'évaluer la transformation des produits ainsi traités.

### 3.2 Transformation des produits

Les thermogrammes obtenus par DSC en excès d'eau montrent que la fusion est complète dès que  $T$  est supérieure à  $165^{\circ}\text{C}$  (Fig.3) ; la relation  $T(\text{MC})$  gouverne donc la fusion de l'amidon, indépendamment de l'énergie mécanique spécifique. En deçà de  $165^{\circ}\text{C}$ , quelle que soit la teneur en eau, le rapport des enthalpies de gélatinisation sur celle du produit initial (avant transformation) suggère qu'environ 10% de l'amidon n'est pas fondu. Ce résultat est en accord avec les températures de fusion mesurées au préalable, pour le produit B; cependant, les températures de fusion de A étant inférieures à  $165^{\circ}\text{C}$ , ce résultat suggère aussi que le traitement thermique dans le Rhéoplast® n'est pas homogène. Enfin, aucune cristallinité résiduelle n'est décelée dans les produits commerciaux extrudés à des températures de l'ordre de  $150^{\circ}\text{C}$ . Inversement, la comparaison des consistances d'empois

mesurées à  $95^{\circ}\text{C}$  montre que la limite de traitement est plutôt imposée par la teneur en eau.

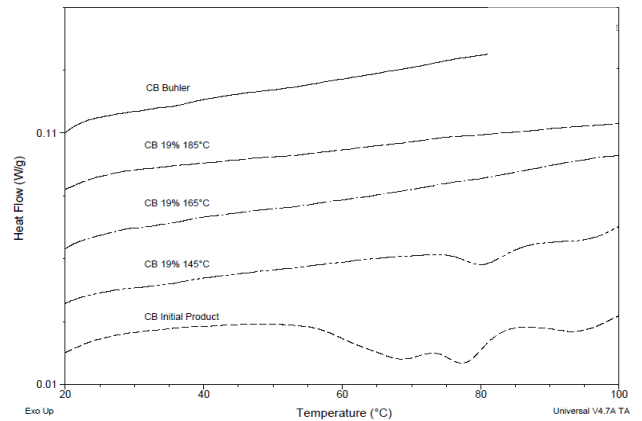


Figure 3 : Thermogrammes de gélatinisation en excès d'eau des produits B, de bas en haut : initial, transformé à  $145^{\circ}\text{C}$ ,  $165^{\circ}\text{C}$ ,  $185^{\circ}\text{C}$  ( $\text{MC}=19\%$ ) et commercial (résultat analogue pour A).

En effet, pour le produit B, si  $\text{MC} > 20\%$ , la consistance est le double de celle des autres empois, de produit commercial extrudé ou traité au Rhéoplast® (Fig.4).

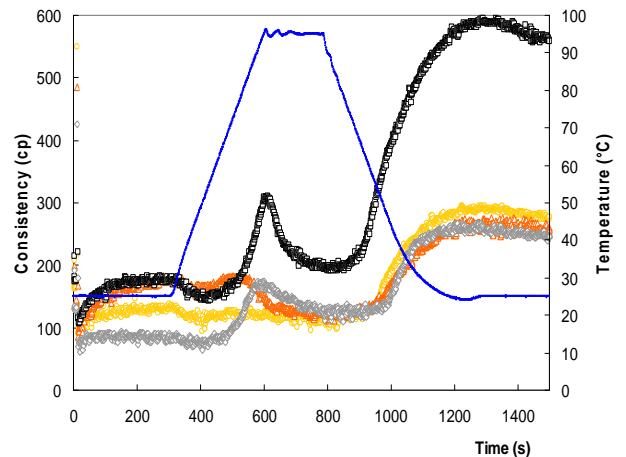


Figure 4 : profils de consistance d'empois de matériau commercial ou traités à  $185^{\circ}\text{C}$ , pour  $\text{MC} = 15, 19, 23\%$ , de bas en haut. Un résultat analogue est obtenu pour A.

Quelque soient les limites entrevues pour le traitement de ces matériaux, notamment le niveau de SME relativement faible, la comparaison de ces résultats avec les produits commerciaux extrudés, suggère que le Rhéoplast® reproduit suffisamment bien les conditions thermomécaniques d'extrusion bi-vis pour que les mesures viscométriques réalisées ici puissent être employées pour simuler ce procédé.

### 3.3 Exploitation des résultats pour l'extrusion

A cet effet, les résultats rapportés au tableau 1 sont utilisés pour déterminer les coefficients permettant de calculer  $K$  et

n, après régression multi-linéaire, selon des relations éprouvées ([2], [3], [7]) :

$$K = K_0 \exp (E/RT - \alpha MC) \quad (2)$$

$$n = n_0 + \alpha_1.T + \alpha_2.MC + \alpha_3.MC.T \quad (3)$$

La variable SME est exclue de la régression car son effet direct n'a pas été démontré.



Figure 5: Profils de viscosité (haut) et d'énergie (bas) calculés pour les deux produits (A,---) et (B,---) sur un extrudeur bi-vis pilote sur une géométrie de vis standard.

Les coefficients des relations (2) sont calculés avec un  $r^2$  de l'ordre de 0,85. E/R prend les valeurs de 11100 et 6800  $K^{-1}$  pour A et B resp. L'effet de la température est donc important pour le produit A, par comparaison avec la bibliographie.  $\alpha$  vaut  $\approx 13,5$  pour les deux matériaux,

ce qui est du même ordre de grandeur que pour les autres matériaux amylicés. Ces valeurs numériques, ainsi que celles des températures de fusion, peuvent être introduites dans le logiciel de simulation, Ludovic© [8], basé sur un modèle 1D [9], ce qui permet, par exemple, de déterminer les profils de viscosité et d'énergie spécifique en cours d'extrusion (Fig.5). La comparaison des deux produits montre bien que B a des viscosités plus élevées que A, ce qui entraîne des valeurs d'énergie plus élevées, dues à la dissipation visqueuse.

Enfin, l'évaluation de la viscosité élongationnelle, non représentée ici, permet de déterminer le nombre de Trouton, qui varie entre 20 et 100, les valeurs plus élevées étant présumées conduire à des conditions rhéologiques favorables à une expansion homogène conduisant à une structure cellulaire avec alvéoles et parois fines ([6], [10]).

## 5. Références bibliographiques

- [1] Barron C., Della Valle G., Colonna P, Vergnes B. Energy balance of low hydrated starches transition under shear. *J. Food Sci.*, 67, 1426-37 (2002).
- [2] Vergnes B., Della Valle G., Tayeb J. A specific slit die rheometer for extruded starchy products. Design, validation and application to maize starch. *Rheol. Acta*, 32, 465-476 (1993).
- [3] Vergnes, B., & Villemaire, J. Rheological behavior of low moisture molten maize starch. *Rheol. Acta*, 26, 570-576, (1987).
- [4] Cogswell, F. N.. Converging flow of polymer melts in extrusion dies. *Polymer. Eng. Sci.*, 12(1), 64-73, (1972).
- [5] Della Valle G., Chanvrier H., Lourdin D. Propriétés thermorhéologiques et mécanismes d'expansion de produits à base de maïs. *40<sup>ème</sup> Colloque du GFR*, Nice 26-28 Oct., (2005).
- [6] P. Babin, G. Della Valle, R. Dendievel, D. Lourdin, L. Salvo. X-ray tomography study of the cellular structure of extruded starches and its relations with expansion phenomenon and foam mechanical properties. *Carb. Polymers*, 68, 329-340, (2007).
- [7] M. Núñez, G. Della Valle, A. J. Sandoval. Shear and elongational viscosities of a complex starchy formulation for extrusion cooking. *Food Res. Int.*, 2093-2100, (2010).
- [8] <http://www.sccconsultants.com/Ludovic.html>
- [9] Vergnes B., Della Valle G., Delamare L. A Global 1D Model for polymer flows in corotating twin screw extruders. *Polym Eng. Sci.* , 38, 1781-1792, (1998).
- [10] F. Robin, J. Engmann, N. Pineau, H. Chanvrier, N. Bovet, G. Della Valle. Extrusion, structure and mechanical properties of complex starchy foams. *J. Food Eng.*, 98: 19-27, (2010).

The shear viscosity of two cereal recipes is determined by using the pre-rheometer cisallement Rheoplast ©, in a range of 3 to 500  $s^{-1}$ , MC water content (15-23%), temperature T (145 to 185 ° C) and mechanical energy of 20 to 220 kJ / kg. They follow a power law model whose parameters are correlated with MC and T, but not with the SME. Once verified the state of materials processing, these results can be used for simulation of twin-screw extrusion.