DK 333699
Notice n° 38589
NC92-6
SR 92625

**INSTITUT NATIONAL AGRONOMIQUE**
**PARIS-GRIGNON**

CONFIDENTIEL
Double

MEMOIRE

présenté par: Mlle. RAHAL Rayane

Spécialisation: **S**cience et **T**echnologie **A**limentaires

# MISE AU POINT D'UN EMBALLAGE COMESTIBLE A BASE DE PRODUITS AMYLACES EXPANSES.

pour l'obtention du Diplôme d'Ingénieur Agronome
de la **F**aculté d'**A**gronomie de l'**U**niversité **L**ibanaise.

Sous la responsabilité de:
**Mme. C. TOURNEUR**

**M. S. GUILBERT**
CIRAD-SAR/
Montpellier.

Soutenue le 7 Septembre 1992.

INSTITUT NATIONAL AGRONOMIQUE
PARIS-GRIGNON

MEMOIRE

présenté par: Mlle. RAHAL Rayane

Spécialisation: Science et Technologie Alimentaires

# MISE AU POINT D'UN EMBALLAGE COMESTIBLE A BASE DE PRODUITS AMYLACES EXPANSES.

pour l'obtention du Diplôme d'Ingénieur Agronome
de la Faculté d'Agronomie de l'Université Libanaise.

Sous la responsabilité de:
**Mme. C. TOURNEUR**

**M. S. GUILBERT**
CIRAD-SAR/
Montpellier.

Soutenue le 7 Septembre 1992.

# SUMMARY


New "ways of valorisation" of cereal product aim to:

- answer to the ecological demand by lowering the volume of biodegradable wastes
- decrease the use of fossil materials
- create new trade opportunities for these agricultural resources.

Thus, in this frame, the CIRAD-SAR/Montpellier leads research work on "Biodegradable Plates Made with Starchy Expanded Products".

Activities achieved in this domain are very recent and many patents are already taken.

However, this type of packaging is not marketed.

Production of these edible containers is technically based on starch ability to expansion at high pressure and high temperature.

In our work, rice was chosen as raw material, due to its best expansion.

Preliminary trials allowed us to set the best experimental conditions, i.e: 60 bars pressure, couple temperature of 240-270°C. and 18% as rice moisture content.

Work is presently carried on plasticizing for increasing the flexibility of plates.

This study allows to characterize our " puffed rice containers" in comparison with "Polystyrene" ones, in terms of mechanical resistance and moisture resistance.

Nevertheless, it was difficult to obtain repeatability in our experiments, because of deficiences in the prototype we used.

Conception of new pilot is then considered, taking into account the improvement of the airtight of the moulds.

New perspectives will focus on:

- improving the flexibility of edible containers by the use of plasticizing agents.
- increasing their moisture resistance by coating them with edible films or paraffin.

# SOMMAIRE

N°. Pages

**SUMMARY**

**SOMMAIRE**

**AVANT-PROPOS**

**1-INTRODUCTION** 1

**2-ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE** 4

I- LES CARACTERISTIQUES GENERALES DE L'AMIDON. 5

I.1- L'AMIDON ET SES DIFFERENTS CONSTITUANTS. 5
I.1.1-L'amylose 5
I.1.2-L'amylopectine 6
I.1.3-Le matériel intermédiaire 7
I.1.4-Les lipides et les protéines 8

I.2-LA GELATINISATION 8
I.3-LA GELIFICATION 9
I.4-LA RETROGRADATION 11
I.5-LA PLASTIFICATION 12
I.6-L'EXPANSION 13

II- LES FACTEURS INTERVENANT LORS DE L'EXPANSION 16

II.1-LE CHOIX DE LA MATIERE PREMIERE 17

II.1.1-Le type d'amidon 17
II.1.2-La granulométrie 19
II.1.3-L'âge de la graine 19
II.1.4-L'humidité de la graine 20

II-2-LE PRETRAITEMENT DE LA MATIERE PREMIERE AVANT EXPANSION: 21

II.2.1-Effet du traitement à la vapeur 21
II.2.2-Effet du salage 22
II.2.3-Effet du sucre 23
II.2.4-Effet des lipides 24
II.2.5-Effet de l'alcool 25
II.2.6-Effet du trempage à pH acide 25
II.2.7-Effet des protéines 26

**3-MATERIELS ET METHODES 27**

I-DESCRIPTION DU PROTOTYPE 28

II-LA MATIERE PREMIERE 29

III-PREPARATION DE LA MATIERE PREMIERE: 29
III.1-Mesure de la teneur en eau 29
III.2-Réhumidification du riz 31

IV-MESURE DES PROPRIETES DES BARQUETTES: 31
IV.1-Recherche d'un équilibre hydrique 31
IV.2-Mesure des propriétés mécaniques: 32
IV.2.1-Mesure de la force à la cassure: 32
*Méthode de la sonde cylindrique
*Méthode de la lame métallique
IV.2.2-Mesure de la flexibilité 34
IV.3-Mesure d'autres propriétés: 34
IV.3.1-Mesure de la densité 34
IV.3.2-Mesure de l'état de surface 35
IV.3.3-Mesure de l'épaisseur 35
IV.3.4-La reprise d'humidité 35

**4-RESULTATS ET DISCUSSION** 36

I-LA PRESSION: 37
I.1-Détermination de la pression 37
I.2-Détermination du mode de mise en pression 39
II-LA TEMPERATURE 40
III-LA REHUMIDIFICATION DU RIZ 41
IV-L'ADJONCTION D'ADDITIFS: 42

IV.1-Effets de l'addition de sels 42
IV.2-Effets de l'addition de carraghénanes 43
IV.3-Effets de l'addition de soude 43
IV.4-Effets d'un traitement acide 44
IV.5-Effets de l'addition de sorbitol 45

V-COMPARAISON DES PROPRIETES MECANIQUES ENTRE LES BARQUETTES COMESTIBLES ET LES BARQUETTES EN POLYSTYRENE. 46

**5-CONCLUSION** 48

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

**RESUME**

**ANNEXES**

# AVANT - PROPOS

Ce travail a été réalisé au CIRAD-SAR (Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement / Systèmes Agro-Alimentaires et Ruraux / Montpellier).

Mes remerciements vont d'abord à M. Stéphane GUILBERT, Responsable de l'Unité de Recherche Génie et Technologie Agro-Alimentaires, pour avoir encadré mon stage; à Mlle. Claire MOUQUET, Allocataire de Recherche, pour toute l'attention qu'elle a porté à mon étude, malgré le travail qu'elle devait fournir pour sa thèse.

Mes remerciements vont également à l'équipe du "Laboratoire de conception des Equipements du SAR" pour l'aide technique qu'ils m'ont apportée.

Mes plus vifs remerciements vont aux membres du jury pour avoir accepté de participer à ma soutenance, en particulier, à Mme C. TOURNEUR, Enseignant Responsable et à M. REMEUF, Enseignant Correcteur à l'INA-PG.

Je n'oublierai pas de remercier toutes les personnes de l'I.N.R.A. et de l'I.R.A.T qui m'ont aidée à avancer dans mes recherches ainsi que tous ceux qui ont contribué au bon déroulement du stage au SAR.

Que tous mes collègues de stage trouvent ici toute mon amitié pour l'acceuil qu'ils m'ont réservé et la sympathique ambiance qu'ils ont su créer.

## 1- INTRODUCTION:

Dans notre société du "Tout Jetable" et de l'emballage perdu (90% en France contre 60% dans le reste de l'Europe), les déchets sont rois.

Mais, face à l'accroissement rapide du volume des déchets, cette attitude commence à poser des problèmes: opinion publique et pouvoirs publics sont tous sensibilisés par les pressions écologiques.

Les producteurs et utilisateurs d'emballages alimentaires sont soumis à de nombreuses contraintes; on leur demande de respecter l'environnement en limitant les quantités d'emballages, en fabriquant des matériaux qui puissent être recyclés ou dégradés.

Le recyclage se pratique principalement pour le papier, le verre et plus difficilement le plastique, après ramassage et tri. C'est pourquoi les équipements nécessaires sont coûteux, de plus, avec le recyclage, le problème écologique reste posé.

L'incinération concerne les matières organiques qui sont inertes vis à vis des réactifs chimiques ou des attaques bactériennes.

Cependant, pour aider à réduire quantitativement les déchets peu ou non dégradables, on peut aller plus loin que la limitation quantitative des emballages à la source:

Trouver des débouchés crédibles aux masses de matériaux régénérés demandera des recherches et de l'imagination.

Le concept d'emballage à partir de matières premières comestibles n'est pas vraiment nouveau:
les pays asiatiques utilisent depuis longtemps du papier de riz ou des films de proteines de soja pour conditionner les denrées alimentaires.
Dans les pays occidentaux également, depuis plusieurs dizaines d'années déjà, on commercialise dans la rue, les sorbets et crêmes glacées dans des cornets à glace consommables.

Les avantages de tels systèmes de conditionnement sont les suivants:

-les matériaux impliqués dans la fabrication de ces emballages sont des produits de l'agriculture, donc indéfiniment renouvelables. Leur production permettrait alors de retarder l'épuisement des ressources des matériaux fossiles.

-la partie rigide de l'emballage est très facilement éliminée (consommation par l'homme ou par les animaux).
Ils contribuent ainsi à la réduction du volume des déchets d'emballages.

-de plus, la principale source de matière première étant d'origine céréalière, son exploitation pourrait constituer un nouveau débouché pour les céréales dont les surplus produits par les pays industrialisés posent de gros problèmes d'écoulement sur les marchés mondiaux.

Ainsi, un nouveau programme de recherche visant la conception de divers types d'emballages alimentaires, comestibles ou biodégradables, s'est développé au CIRAD-SAR ces dernières années.

Le projet de réalisation de barquettes en amylacés soufflés, analogues des barquettes en polystyrène expansé faisant l'objet de cette étude, s'inscrit dans ce programme de recherche.

Ce projet associe le CIRAD - SAR, le CEREM - LNE, VITEMBAL, fabricant d'emballages à base de polystyrène, la CAL (Coopérative Agricole Lauragaise), fournisseur de matières premières végétales et MONOPRIX, utilisateur d'emballages.
Des essais préliminaires de fabrication de barquettes ont été réalisés sur le prototype conçu pour ce projet par le "Laboratoire de Conception des Equipements" du SAR.

Les objectifs de ce mémoire sont:

-de réaliser une étude bibliographique, rappelant d'une part les caractéristiques et les propriétés d'expansion de l'amidon et d'autre part, précisant les différents paramètres (liés à la matière première) pouvant intervenir lors de la production.

-de présenter tous les résultats obtenus lors des essais effectués.

# 2- ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

## I- LES CARACTERISTIQUES GENERALES DE L'AMIDON

*I-1.* L'amidon constitue la substance de réserve de nombreux végétaux (tubercules, graines de céréales) qui de tous temps, ont joué un rôle important dans l'alimentation humaine.

Les granules d'amidon ont un diamètre compris entre 0 et 185 microns et sont de formes variables: sphérique ou hémisphérique, ovale, lenticulaire, réniforme, filamenteuse, ellipsoïdale ou bien polyédrique, (MERCIER, 1985).

L'amidon est composé en majorité (98 - 99%) d'un mélange de 3 polyholosides:

- l'amylose: polymère de glucose non ramifié;
- l'amylopectine: polymère de glucose ramifié;
- le matériel intermédiaire. (MESTRES,1986).

L'amidon est composé aussi de fractions lipidiques et protéiques qui existent en très faibles quantités.

Notons seulement que les lipides de céréales sont en grande majorité des lipides monoacylés: acides gras ou mono-esters d'acide gras.

### *I.1.1- L'amylose*:

L'amylose représente, chez la plupart des plantes supérieures, 20 à 30% de l'amidon; Il s'agit d'un polyholoside essentiellement linéaire formé des mêmes résidus de D-glucose liés en $\alpha$.(1-4).

Sa masse molaire moyenne est de l'ordre de $10^5$ à $10^6$ g, toutefois, au sein de l'amidon, cette population de macromolécules est toujours très hétérogène en taille. (MESTRES, 1986).

De même, suivant l'origine botanique ou le mode d'extraction, les macromolécules d'amylose ne présentent pas le même taux de ramification; son degré d'hydrolyse par la $\beta$ - amylase (enzyme hydrolysant spécifiquement les liaisons $\alpha$ (1-4) ) peut varier de 70 à 100% (MESTRES, 1986).

Ainsi, l'amylose doit être considéré comme un mélange de chaînes linéaires et légèrement ramifiées (2 ou 3 branchements $\alpha$.(1-6), par molécule) (COLONNA et MERCIER, 1984).

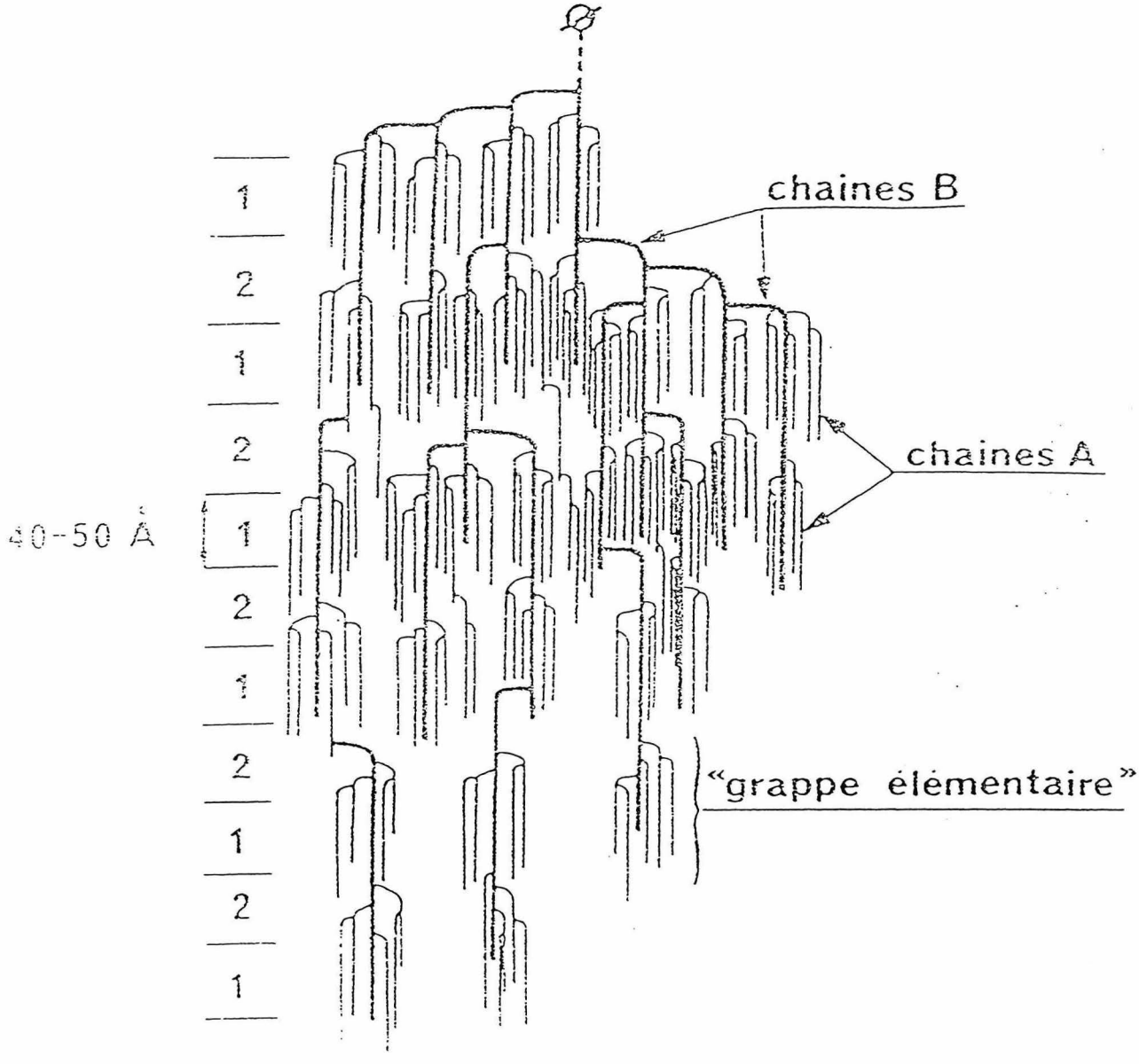



Figure 1- SCHÉMA DE L'ORGANISATION STRUCTURALE DE L'AMYLOPECTINE :

CHAÎNES A : DP 15

CHAÎNES B : DP 45

Ø : GROUPEMENT RÉDUCTEUR

1 - COUCHES DENSES, FORTEMENT "CRISTALLINES"

2 - COUCHES PEU DENSES, MOINS ORGANISÉES, RICHES EN POINTS DE RAMIFICATIONS α (1-6)

(ROBIN, 1976; cité par MESTRES 86).

En solution, après gélatinisation, la chaîne d'amylose peut exister sous forme d'hélice (cette dernière est stabilisée par complexation avec acides gras, mono et diglycérides).
Les solutions aqueuses d'amylose ne sont pas très stables, après refroidissement des solutions chaudes, il se forme des précipités.

### *I.1.2- L'amylopectine:*

L'amylopectine, composant majeur de la plupart des amidons, est une macromolécule ramifiée formée par l'association de résidus d'anhydropyranose (D-glucose) reliés entre eux par des liaisons $\alpha$ (1-4) dans les chaînes linéaires, greffés les uns aux autres par des liaisons $\alpha$ (1-6).

Ces branchements représentent 5 à 6 % de l'ensemble des liaisons amylopectine (DUPRAT *et al.*, 1980).
Son poids moléculaire est très élevé: $10^7$ à $10^8$ g/mole.

Un modèle d'architecture de cette macromolécule a été proposé (figure 1). :

- les chaînes A (short) , dont le degré de polymérisation (ou DP = nombre de monomères) est voisin de 15, forment les arborescences terminales.
- les chaînes B (long) , dont le degré de polymérisation est voisin de 45, forment l'ossature de cette molécule.
- une chaîne DP supérieure à 60 porte l'unique extrémité réductrice de l'amylopectine.

Le rapport du nombre de chaînes courtes sur le nombre de chaînes longues (A/B) varie de 5 à 6 pour un amidon de pomme de terre (ROBIN *et al*, 1974), à 10 environ, pour des amidons de céréales (ROBIN *et al.*, 1976) ou légumineuses (COLONNA et MERCIER, 1984).

L'amylopectine est donc une macromolécule fortement ramifiée; l'organisation en grappes des chaînes courtes sur un squelette de chaînes longues est la caractéristique essentielle qui distingue le modèle de ROBIN *et al.*, (1974) de celui de FRENCH (1973)-(cité par MESTRES, 86), dans lequel la structure et la fonction des grappes de chaînes courtes sont moins définies.

L'amylopectine reste "insoluble" même dans l'eau chaude, mais elle a une très forte capacité de rétention de l'eau.
C'est surtout elle qui est responsable du gonflement du grain d'amidon.

L'organisation arborescente de cette molécule rend sa cristallisation difficile: les molécules s'auto-associent peu mais fixent par contre de nombreuses molécules d'eau.
Pour la même raison, il n'y a pas de rétrogradation.

*Le tableau suivant nous donne les différentes proportions d'amylose et d'amylopectine dans quelques amidons:*

| | AMYLOSE | AMYLOPECTINE |
|---|---|---|
| P.de terre | 23 | 77 |
| Manioc | 20 | 80 |
| Blé | 20 | 80 |
| Riz | 15-35 | 65-85 |
| Sorgho | 25 | 75 |
| Maïs | 25 | 75 |
| Maïs cireux | 1 | 99 |
| Petits pois (mûrs) | 40 | 60 |

### ***I-1.3. Le matériel intermédiaire:***

Une population de macromolécules de structures intermédiaires entre amylose et amylopectine peut être mise en évidence dans certaines conditions; elle représente 5 à 10% des amidons, mais est particulièrement abondante (10%) chez les amidons riches en amylose: amylomaïs et pois ridés (MESTRES, 1986).

La structure de cette molécule s'apparente plutôt à celle de l'amylopectine, avec la présence de chaînes courtes et longues en rapport identique à celui observé pour l'amylopectine (COLONNA, MERCIER, 1984).
Cette population de macromolécules a été jusqu'à présent, assez peu étudiée. Elle ne représente d'autre part qu'une fraction mineure de l'amidon, c'est pourquoi il en sera peu question dans cette étude.

### I.1.4- Les lipides et les protéines:

Le tableau suivant donne la composition chimique de l'amidon et la teneur en eau dans différentes amylacées:

| matière amylacée | H% | lipides (% m.s.) | protéines (% m.s.) |
|---|---|---|---|
| p.de terre | 19 | 0,1 | 0,1. |
| maïs | 13 | 0,8 | 0,35. |
| blé | 13 | 0,9 | 0,4. |
| manioc | 13 | 0,1 | 0,1. |
| maïs cireux | 13 | 0,2 | 0,25. |

## I.2.- LA GELATINISATION:

Les caractéristiques des grains se modifient en présence d'eau si la température est suffisante.
L'eau pénètre dans les micelles -(c.à.d. disposition des molécules d'amidon en parallèle avec tendance à l'adhésion les uns aux autres en formant des faisceaux), ce qui provoque le gonflement du grain. Une partie des molécules , en particulier des molécules d'amylose, passe dans le milieu aqueux environnant.
Toutefois, les micelles restent reliées les unes aux autres et l'ensemble du grain forme un réseau volumineux extrêmement lâche: c'est la gélatinisation. (C. BOURGEOIS).

Mais cette gélatinisation nécessite une température suffisante pour rompre une partie des micelles et permettre le gonflement et elle se produit dans une fourchette de températures caractéristiques de l'origine végétale. La température de gélatinisation (TG) est normalement la limite supérieure du domaine thermique en question, celle pour laquelle s'installe une viscosité maximale.
BHATTACHARYA *et al.*, (1982) montrent que plus la TG d'un amidon est élevée, meilleure sont ses propriétés d'expansion.
Les paramètres de gélatinisation sont la température et la teneur en eau.

L'amylopectine est responsable du gonflement de l'amidon, car il absorbe beaucoup d'eau à la cuisson, alors que l'amylose, du fait de son degré de cristallinité bien supérieur, ne gonfle qu'à une température élevée.
La proportion amylose/amylopectine de l'amidon pourrait donc avoir une influence sur sa gélatinisation. Dans le granule, les liaisons intermoléculaires sont en effet d'autant plus fortes que la proportion de chaînes linéaires, c.à.d. d'amylose, est plus élevée.
Par suite, on peut penser que la TG est d'autant plus élevée et le gonflement réduit que l'amidon riche en amylose.

### I.3.- LA GELIFICATION:

Lorsque l'empesage est total et qu'il ne reste plus de traces de l'organisation granulaire, l'amylose et l'amylopectine forment une dispersion colloïdale.
Lors du refroidissement, le système gélifie et ses caractéristiques rhéologiques dépendent des concentrations relatives de l'amylose et de l'amylopectine.

Au niveau moléculaire, la gélification peut être décrite simplement par l'association de macromolécules pour former un réseau tridimensionnel continu retenant entre ses mailles la phase liquide et capable de résister à certaines contraintes physiques.
La formation de ce réseau suppose donc l'organisation progressive des macromolécules initialement distribuées au hasard dans la solution, par l'intermédiaire des "zones de jonction" entre molécules. (COLONNA et THIBAULT, 1988).

Si le polymère possède une structure uniforme (holymère), les zones de jonction sont très étendues et le gel obtenu sera rigide et cassant; la gélification est proche d'une précipitation.

En revanche, s'il possède quelques éléments introduisant (périodiquement ou au hasard) une irrégularité structurale, le gel sera plus élastique puisqu'une chaîne du polymère pourra posséder des zones de jonction communes avec plusieurs partenaires. Ceci assurera la cohésion du réseau. (COLONNA et THIBAULT, 1988).

* La gélification de l'amylose comprend trois étapes:
1- la séparation de phase: un phénomène rapide (10mn pour une solution à 20% m.s.) est observée par l'opalescence du milieu et l'apparition d'un comportement viscoélastique.
2- la cristallisation de l'amylose au sein de la phase riche en polymères; ce phénomène se traduit par une augmenation lente de la cristallinité du gel et l'apparition d'un endotherme de "fusion" de ces cristallites vers 160°C.
3- la synérèse: c.à.d. exsudation de l'eau. Ce phénomène est marqué si le séchage a lieu rapidement.
(MILES *et al.*, 1985; extrait de L'ENS_BANA).

* L'amylopectine gélifie en suivant les mêmes règles physico-chimiques, mais sa structure ramifiée induit une dynamique d'apparition plus lente.

Ainsi, les liaisons sont d'autant plus nombreuses que la proportion de chaînes linéaires, c.à.d. d'amylose est plus élevée; par suite, la température nécessaire pour la gélification est d'autant plus haute que la proportion d'amylose est plus élevée.
C'est ainsi que l'amidon de blé (20% d'amylose) gonfle rapidement dès 55°C, tandis que l'amidon de pomme de terre (23% d'amylose) gonfle plus modérément et à température plus élevée.

Ce pouvoir gélifiant de l'amidon lui confère des propriétés filmogènes. C'est pourquoi l'amidon a déjà été utilisé pour l'élaboration de films d'emballages biodégradables.

## I.4.- LA RETROGRADATION:

C'est l'insolubilisation graduelle et réversible d'une dispersion aqueuse d'amidon obtenue par gélatinisation. Cette évolution est d'autant plus rapide que la température ambiante est basse.
Lors de la gélatinisation, il y avait eu désorganisation de la structure initialement très organisée dans l'amyloplaste.
Lors de la rétrogradation, on trouve une tendance vers une structure à nouveau plus organisée. Il y a retour partiel à l'état organisé antérieur.
Ce phénomène concerne surtout l'amylose qui est peu soluble dans l'eau.

Dans de nombreux cas, en technologie alimentaire, le phénomène de la rétrogradation de l'amidon est considéré comme néfaste; (c'est le cas du rassissement du pain).
Selon CHINNASWAMY et BHATTACHARYA, (1983) la rétrogradation diminue l'expansion.

* En résumé, soumis à un chauffage en milieu aqueux, l'amidon perd sa cristallinité: c'est la gélatinisation.
Les grains d'amidon gonflent, tandis qu'une fraction des polyholosides passe en solution. Ce qui provoque une augmentation apparente de la suspension d'amidon: c'est l'empesage.
Au cours du refroidissement, l'empois tend à former "un gel opaque" viscoélastique (gélification), puis, au cours du stockage à basse température, les caractéristiques de ce gel évoluent (rétrogradation).

## 1.5 - LA PLASTIFICATION:

L'amidon plastifié constitue un matériau possédant des propriétés mécaniques suffisantes pour envisager certaines applications. Celles exigeant la dispersibilité dans l'eau, la biodégradabilité ou encore la comestibilité sans requérir une résistance mécanique considérable peuvent être bien adaptées pour ce genre de produits.

L'amidon est capable d'acquérir cette caractéristique dans certaines conditions de traitement, telles que l'addition d'agents de plastification et de texture, communément employés dans les produits alimentaires.

L'amylose, macromolécule linéaire, se prête en effet davantage à ce type d'expérience que l'amylopectine, macromolécule ramifiée.

Les agents plastifiant pouvant être utilisés sont les suivants:

-l'eau est un plastifiant de l'amylose du fait de sa capacité à affaiblir les forces intermoléculaires; mais, il y a risque d'évaporation de l'eau à la suite de laquelle les produits soufflés deviennent fragiles et cassants.

-le sorbitol (polyol) est un plastifiant organique provenant de l'amidon. Certains auteurs ont montré l'efficacité du sorbitol combinés à des glucosides, dans le cas de la plastification de films d'amidon de maïs.

-les pentosanes: les polysaccharides pariétaux du blé, et particulièrement les pentosanes, ont une grande capacité d'interaction avec l'eau, ainsi que dans la qualité et la conservation des produits de cuisson.

Nous citons à titre d'exemple quelques applications des pentosanes en panification et en biscuiterie:

1- L'addition de 1 à 2% de pentosanes solubles à des farines faibles entraine une augmentation du volume de pain de l'ordre de 35 à 55%. D'autre part, les pentosanes solubles permettent de maintenir la texture souple de la mie et de limiter la rétrogradation de l'amidon lors du stockage en contrôlant les migrations d'eau et les réassociations moléculaires.

Les pentosanes insolubles permettent, grâce à leur forte capacité de rétention d'eau, de limiter les mouvements d'eau au sein du grain et donc l'évaporation en surface. De ce fait, la résistance au dessèchement est améliorée.

2- Les pentosanes sont indispensables pour obtenir une bonne granulation, une bonne texture et un bon volume de biscuit. (X.ROUAU, 1990).

-Les carraghénanes, (hydrocolloïdes) ajoutés à 0,5 à 1% pour modifier les propriétés physiques du riz à extruder (dans un Brabender Model PL-V500), augmentent la résistance à la cassure à partir de 150°C. (MAGA et FAPOJUWO, 1988). D'autres hydrocolloïdes (pectine, agar, etc.) influent aussi sur la résistance à la cassure des produits extrudés mais à des températures d'extrusion plus basses (75°C.).

## I.6 - L'EXPANSION:

Les produits amylacés lorsqu'ils sont soumis à des pressions et températures élevées peuvent s'expanser.
Lors du relâchement de la pression, l'eau du produit se vaporise instantanément en absorbant une importante quantité de chaleur. (ANDRE, 1970).
Sous l'effet de la pression de vapeur, des alvéoles se forment au sein du produit et les grains d'amidon éventuellement intacts éclatent.
L'abaissement brutal de la température résultant de la vaporisation de l'eau assure la rigidification de l'amidon, bloque la structure alvéolaire créée par la vapeur d'eau.

COLONNA *et al.*, (1988) distinguent l'expansion longitudinale et l'expansion diamétrale, (l'expansion n'étant pas uniforme dans toutes les directions);

L'expansion des produits alimentaires à base d'amidon, après gélatinisation, peut-être obtenue par quatre voies différentes:

A- la cuisson-extrusion
B- la friture
C- le "Puffing" ou l'expansion explosive. (BLENFORD *et al.*1979).
D-l'expansion formage sur "la Rice Cake Machine". (HSIEH *et al.* 1990).

A- La cuisson -extrusion consiste à soumettre une matière première ou un mélange de matières premières, sous une forme granulaire ou pulvérulente, à l'action conjuguée de la température (jusqu'à 250°C) et de contraintes mécaniques très élevées: ces contraintes sont d'une part un cisaillement et d'autre part une compression (allant jusqu'à 100 bars), pendant une courte durée (10 à 60 secondes) et à des teneurs en eau relativement faibles. (GREBAUT 1983; MERCIER).
Le phénomène de cuisson-extrusion provoque une rupture au hasard des chaînes d'amylose et d'amylopectine: les macromolécules résultant sont 10 fois plus petites, et leur structure chimique est conservée sans rupture préférentielle de l'un des deux types de molécules ou de liaisons $\alpha$.(1-4 ou 1-6).

Après cuisson-extrusion, l'amidon devient un facteur essentiel de la texture des aliments, soit en phase solide peu hydratée (extrudat proprement dit) soit en interaction forte avec l'eau (solubilité, gonflement):

a- la phase solide d'un extrudat est décrite par son expansion (diamétrale et longitudinale), et sa texture est généralement estimée grâce à la résistance à la cassure. (MERCIER et FEILLET, 1975; LAUNAY et LISCH, 1983; MILLER,1985).

b- en phase très hydratée, l'amidon extrudé va se solubiliser conduisant à la formation d'un empois à froid.

L'aptitude des amidons extrudés à former des suspensions et des solutions est généralement estimée par leur indice de solubilité dans l'eau (W.S.I.) et leur indice d'absorption (W.A.I.). (MERCIER *et al.*, 1975) et (COLONNA *et al.*, 1985).

- WAI= un gramme de gel obtenu par gramme de m.s.
- WSI= l'eau soluble du produit en % de m.s.

Le rapport amylose-amylopectine a un effet significatif pour les propriétés fonctionnelles du produit fini.
Pour des températures d'extrusion de 135 à 225°C, WSI diminue de 80 à 10% quand la teneur en amylose augmente, tandis que WAI passe par un maximum à 20-24% d'amylose (MERCIER et FEILLET, 1975).

L'indice d'absorption d'eau de plusieurs amidons augmente avec la température du fourreau jusqu'à un maximum aux environs de 150-180°C.
Par contre, la solubilité augmente continuellement avec la température, même à des traitements thermiques sévères; et moins le produit à extruder contient d'eau, plus élevé est l'indice de solubilité de l'extrudat.

B- Dans le cas de la friture, la matière première de base est essentiellement l'amidon de pomme de terre ou l'amidon de blé.
Le produit est soumis à la friture à l'huile végétale (210 à 215°C). L'expansion est obtenue en 8 secondes, ensuite le produit est séché au four.
L'adjonction d'antioxydant est recommandée pour prolonger la conservation du produit.

C- Le "Puffing" consiste à soumettre le produit à une forte compression et à température élevée, suivies de décompression, en mode discontinu.

D- L'expansion "formage" sur la "Rice Cake Machine". HSIEH *et al.* 1990, ont travaillé sur la production de galettes de riz .
Les "grits" de céréales ont été préalablemment traités par un trempage dans l'eau distillée à 23°C pour 5 mn puis séchée à 65,5°C.
Les conditions opérationnelles permettant la meilleure expansion étaient:
-humidité des grains= 14%
-température= 250°C
-durée de l'opération= 9 secondes, avec compression suivie de décompression rapide
-salage et traitement à la vapeur
-trempage à pH bas
-l'addition de 2% de glycérine + 2% de l'huile tend à augmenter le volume d'expansion.

## II- LES FACTEURS INTERVENANT LORS DE L'EXPANSION:

Plusieurs auteurs ont étudié les facteurs affectant le degré d'expansion: MERCIER et FEILLET (1975), DE LA GUERIVIERE (1976), ANTILLA *et al.*(1983), CHINNASWAMY et HANNA (1988).

Les principaux paramètres concernés, outre les facteurs mécaniques (Température et Pression), sont:

II.1- Le choix de la matière première.
II.2- Le prétraitement de la matière première avant expansion.

## II.1- LE CHOIX DE LA MATIERE PREMIERE:

### *II.1.1. Le type d'amidon:*

On distingue plusieurs types d'amidons, en fonction de leur composition:
- les amidons dits "normaux" qui contiennent de 15 à 25% d'amylose.
- les amidons cireux (waxy) riches en amylopectine (tels que: maïs, orge, riz, sorgho) < 1% d'amylose.
- les amidons riches en amylose: >25% - amylomaïs.

Dans certains amidons naturels ayant une faible teneur en amylose, la gélatinisation se fait facilement formant un gel très lâche par exemple: le maïs cireux: 1% d'amylose ou encore le tapioca (manioc)17% d'amylose.

D'autres amidons obtenus par sélection génétique de variétés de céréales, sont caractérisés par une haute teneur en amylose; une forte résistance à la gélatinisation a été obtenue. (C.BOURGEOIS)-

D'une façon assez schématique, les équations suivantes sont proposées:

- amidon riche en amylopectine= grand pouvoir d'expansion, bonne friabilité et fragilité.
- amidon riche en amylose= faible pouvoir d'expansion et bonne résistance .(ANDRE, M. 1988).

Un amidon riche en amylose doit être traité à des températures plus importantes pour permettre une expansion satisfaisante.

MERCIER et FEILLET (1975) rapportent que l'addition d'un amidon à haute teneur en amylose (61%) à du maïs cireux, riche en amylopectine, diminue l'expansion, à 225°C.

Le choix d'un amidon ayant des caractéristiques précises revêt donc une grande importance:
si l'on veut par exemple obtenir un produit fini très aéré et très friable, on utilisera un amidon possédant une teneur maximum en amylopectine (parfois 100%).

Voici quelques indications sur les principales sources d'amidon employé dans la fabrication de produits expansés. (ANDRE, M., 1970).

- Maïs vitreux: à 100% d'amylopectine pour obtenir un produit très expansé.

- Milo blanc: variété de Sorgho - amidon formé aussi à 100% d'amylopectine donc facile à expanser; du point de vue flaveur, il est le plus "neutre" des amidons.

- Riz: sous forme de farine ou de semoule; le riz est une matière première qui se prête bien à l'expansion - (produit fini: blanc à flaveur neutre) .

- Avoine: teneur élevée en lipides 7%, se prête mal à l'expansion.

- Blé: sa teneur en amylose >20% fait qu'il est classé parmi les matières premières qui donnent à l'extrudat une expansion moyenne.

- Manioc: la farine de manioc nécessite également des températures d'extrusion élevées;

- Pomme de terre: l'amidon de pomme de terre a une teneur en amylose généralement >30%.Il ne se prête donc pas facilement à l'expansion.(ANDRE,M.1970).

*II.1.2. La granulométrie:*

HOSENEY *et al.* (1983) ont étudié l'effet de la taille des grains sur l'expansion.
Ils ont démontré que les grands grains de maïs à pop-corn ont un meilleur volume d'expansion que les petits; car ils permettent un surchauffage de la vapeur et par conséquent une augmentation de la pression;
Avec les petits grains, la vapeur pourra s'échapper sans produire une pression suffisante pour le soufflage.
Ils ont également signalé l'importance du nombre des grits utilisé, qui diffère selon la masse désirée.

Selon GRAHAM, WILLIAMS *et al.* (1969)- le broyage diminue le temps de cuisson, donne une couleur plus claire, et le produit obtenu a une texture lisse.

*II.1.3. L'âge de la graine:*

CHINNASWAMY et BHATTACHARYA (1983), ont montré que l'âge des graines a un faible effet sur l'expansion (figure 2). L'expansion augmente légèrement avec l'âge jusqu'à environ 10 mois puis décroît.

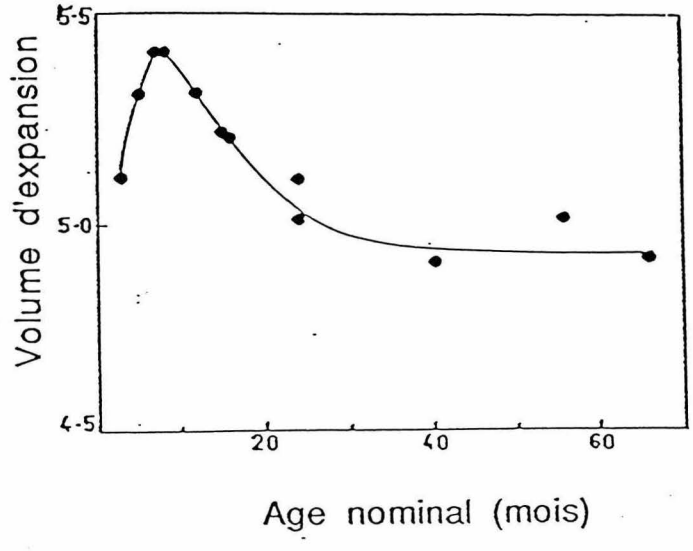



Fig. 2 - Effet de l'âge du riz non décortiqué, traité à la vapeur, sur l'expansion.

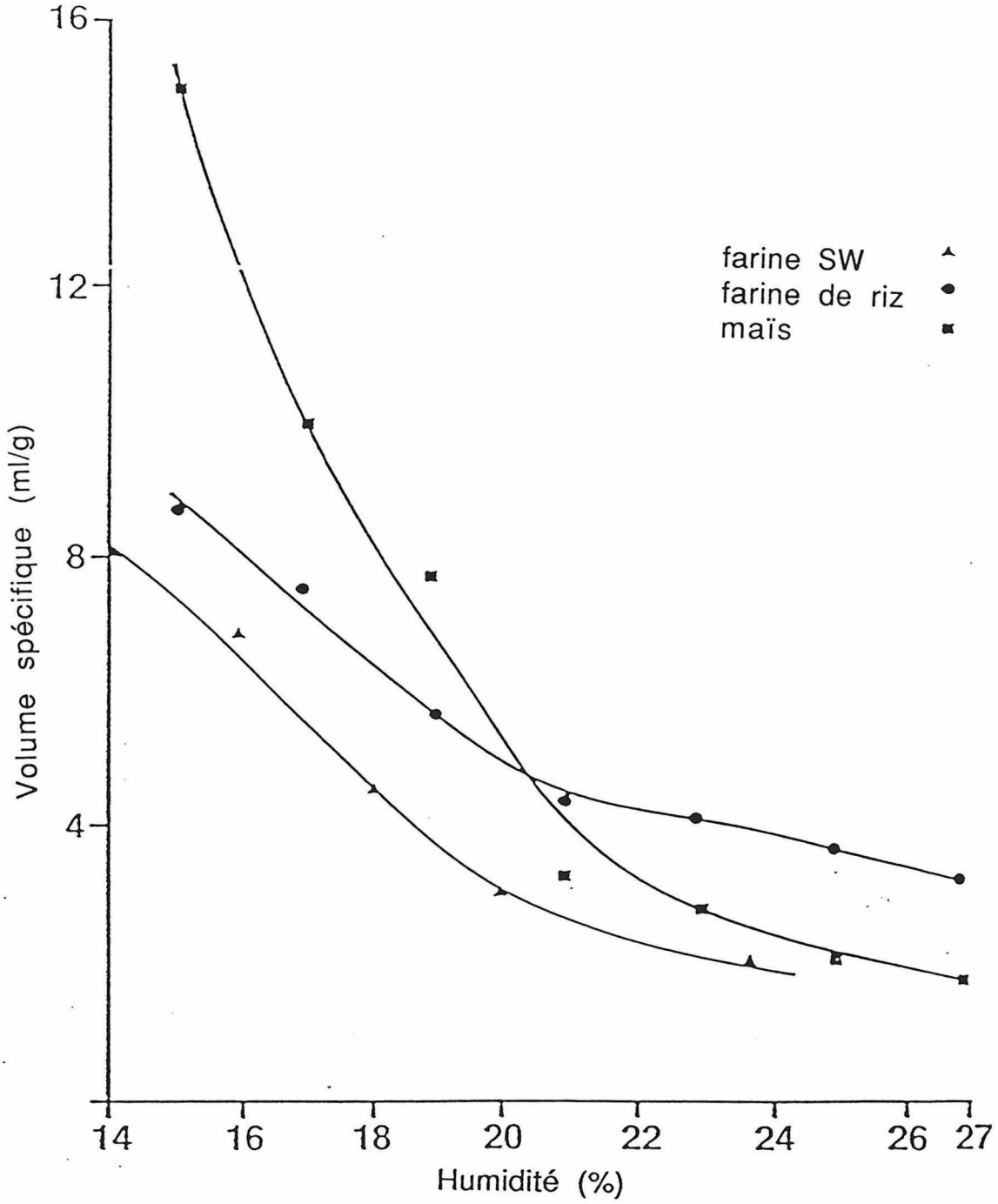



Figure 3-Volume spécifique de divers amidons expansés par cuisson-extrusion en fonction de leur teneur en eau (vitesse de rotation de la vis 300 (rpm)).

*II.1.4. L'humidité des grains:*

De nombreux auteurs ont montré que la meilleure expansion de divers produits amylacés est obtenue pour une humidité variant de 14 à 20% (figure 3).; alors que d'autres (BHATTACHARYA et CHINNASWAMY) ont travaillé sur une humidité initiale de 10,5%.

En résumé, une faible humidité, des températures et pressions élevées permettent une meilleure gélatinisation et une expansion importante. (R. MILLER, 1985).
De plus, l'extrusion à faible humidité est responsable de la réduction de la plasticité et de l'élasticité de l'extrudat.

* la figure 3 suivante met en évidence le volume d'expansion par rapport à la matière première amylacée et en fonction de son humidité - (GUY et ALISON, 1988);
et la figure 4 (MERCIER *et al.*, 1983) étudie le volume d'expansion par rapport à la matière amylacée utilisée et en fonction de la température.

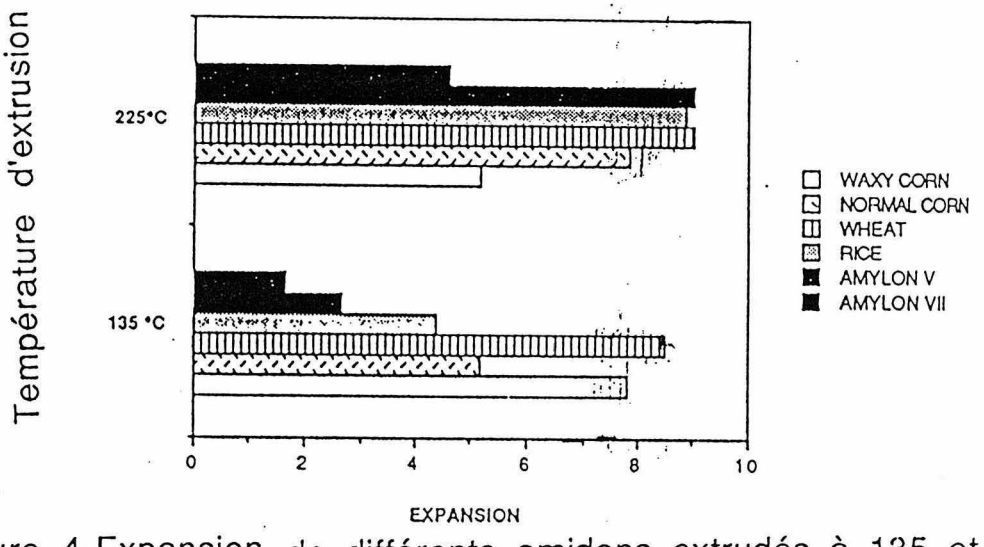



Figure 4-Expansion de différents amidons extrudés à 135 et 225°C, d'humidité initiale de 22%, (sur un Clextral BC-45 twin-screw extruder- MERCIER et FEILLET, 1975).

## II.2. LE PRETRAITEMENT DE LA MATIERE PREMIERE AVANT EXPANSION.

Les propriétés de l'amidon, qui dépendent surtout des proportions d'amylose et d'amylopectine, et de la structure du grain d'amidon, ne sont pas une caractéristique absolue; elles dépendent grandement de la nature et de la concentration des autres composants.

### *II.2.1. Effet du traitement à la vapeur:*

Selon HSIEH *et al.*(1990), l'amidon doit tout d'abord être gélatinisé.
En effet, l'expansion est plus importante si l'on augmente le degré de gélatinisation de l'amidon mais diminue avec sa rétrogradation.
Quand le rapport $H_2O$/AMIDON diminue, la TG (température de gélatinisation) de l'amidon augmente.
La meilleure expansion a été observée avec des échantillons complètement cuits à la vapeur sous une basse teneur en eau et une pression de vapeur élevée; donc en augmentant la pression de vapeur à basse humidité, le degré de gélatinisation augmente sans qu'il y ait rétrogradation et par conséquent, une expansion maximale est observée. (BATTACHARYA et CHINNASWAMY, 1986).

Ces mêmes auteurs, (1990), ont montré que le riz soufflé après traitement à la vapeur permettait d'obtenir une expansion plus importante mais des formes irrégulières, tandis que le riz soufflé sans avoir subi d'étuvage, s'expanse moins mais donne des produits aux formes plus régulières.
Dans le cas où les grains ne sont pas traités à la vapeur, avec une teneur en eau de 14%, la demande en énergie pour l'expansion est plus élevée.

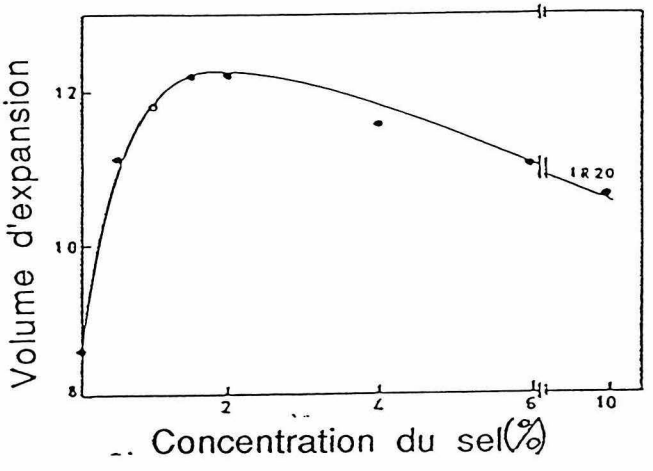



Figure 5_Concentration optimale de sel pour un meilleur soufflage du riz non décortiqué - soufflage à l'air chaud et à 17% d'humidité.

### *II.2.2. Effet du salage*:

Le sel améliore le phénomène d'expansion des céréales:
En fait, il est bon conducteur de la chaleur vers l'intérieur des grains et diminue la disponibilité de l'eau.
Des auteurs indiquent un pourcentage de 2% de NaCl ajouté.(HSIEH *et al.*, 1990). (voir figure 5 - BHATTACHARYA *et al.*, 1986, cité par MESTRES, 1986).
Selon WOOTON et BAMUNNARACHCHI (1980), le NaCl provoque une augmentation de la TG jusqu'à une concentration de 9%, puis au-delà de cette valeur, il y aura diminution de la TG.

Le sel utilisé peut-être non seulement le NaCl mais aussi d'autres sels ayant le même effet. Le tableau suivant nous donne l'effet de différents sels sur le volume d'expansion du riz soufflé. (BHATTACHARYA *et al.*, 1986 cité par MESTRES, 1986).

Effet de différents sels sur le volume d'expansion du riz soufflé:

| Sel | Concentration (%) | Humidité optimale (%) | degré d'expansion |
|---|---|---|---|
| NaCl | 2 | 17 | 12,1 |
| $CaCl_2$ | 2 | 17 | 12,3 |
| $K_2SO_4$ | 2 | 17 | 12,0 |

Le riz non décortiqué est trempé respectivement dans les solutions de sel pendant 3 jours, séché à l'air jusqu'à ce qu'il atteigne l'humidité optimale, puis il est soufflé à l'air chaud.

HSIEH *et al.*(1990), ont effectué 4 types d'essais sur du riz pour la production de galettes sur la "Rice Cake Machine":
1°- grains salés.
2°- grains traités à la vapeur.
3°- grains salés et traités à la vapeur.
4°- grains ni traités, ni salés.

Selon leurs conclusions, le salage seul ou le traitement à la vapeur seul n'augmente pas remarquablement le volume d'expansion par rapport aux échantillons ni salés, ni traités à la vapeur.
En revanche, les deux opérations prises simultanément favorisent la gélatinisation de l'amidon et permettent donc un volume d'expansion important.

* il faut noter que l'addition de sel, entraine un déplacement de l'optimum de pourcentage d'humidité; BHATTACHARYA *et al.* (1986), ont montré que le maximum d'expansion a été obtenu avec une humidité de 14% en absence de sel. Il est déplacé à 17% avec rajoût de 2% de sel.

* ANDRE, M. (1970) a également proposé la possibilité d'addition de poudre levante parmi les ingrédients qui peuvent être ajoutés, elle sert à pallier l'absence d'expansion par extrusion.

### *II.2.3. Effet du sucre:*

Dans les pâtisseries, les sucres entrent en compétition avec l'amidon pour capter l'eau; la quantité d'eau disponible pour le gonflement de l'amidon est donc réduite et la gélatinisation est retardée.
Ceci s'observe également dans une solution: la température à laquelle la viscosité de la solution augmente, croît avec la concentration en sucre; (les disaccharides ont de ce point de vue un effet plus important que les monosaccharides (C. BOURGEOIS).
D'après HSIEH *et al.* (1990), l'addition de sucre jusqu'à 10%, n'a pas d'effet; une addition supplémentaire de sucre (à concentration élevée), diminue la gélatinisation de l'amidon.
Ainsi, l'eau et l'énergie nécessaires pour la gélatinisation de l'amidon seront économisées pour l'expansion.

Cependant, le brunissement et le collant des produits amylacés augmentent avec l'addition de sucre.

Pour GREBAULT *et al.* (1978), l'addition du saccharose en quantité supérieure à 15% augmente l'expansion, et l'effet sera double avec l'inclusion de 5% de NaCl.

### *II.2.4. Effet des lipides:*

Le rôle des lipides est fondé sur la complexation de l'amylose afin de retarder la rétrogradation de l'amidon, sachant que le complexe ne peut se développer qu'à basse humidité (14%) - (MERCIER, *et al. 1980).*
La formation de complexes est liée à la linéarité de la molécule d'amylose, qui acquiert une structure hélicoïdale rigide autour de l'agent complexant.

La nature et la structure chimique des lipides, qui influence le processus de complexation entre amylose et lipides, jouera aussi un rôle important:
- les monoglycérides, à longues chaînes, tensioactifs (monostéarine, monopalmitine) peuvent complexer aussi l'amidon; mais leurs extrêmités hydrophiles conduisent à une insolubilisation partielle de l'amylose. En conséquence, le taux d'amylose solubilisé diminue, ainsi que le gonflement à la cuisson, le caractère collant et la viscosité du produit qui est protégé contre la rétrogradation.
- les triglycérides au contraire, abaisse cette température.
- les lipides, tels que: le beurre, les huiles de noix de coco ou de tournesol ,ainsi que le glycérol ne complexent pas l'amidon, du fait de la taille gonflée de ces lipides. (MERCIER *et al.*, 1980)..
- tous les acides gras, sauf l'acide acétique, sont capables de former un complexe; l'acide acétique étant volatile à la température d'extrusion de 200°C. (MERCIER, *et al.*, 1980).
Ces molécules polaires peuvent venir se loger dans la cavité hydrophobe de la molécule d'amylose hélicoïdale qui est alors stabilisée par de fortes liaisons hydrogène.
De plus, la présence de ces acides réduit le collant du produit extrudé.

- selon SPICER (1981), la glycérine à 2% améliore l'expansion.
Dans l'expérience faite par HSIEH *et al.* (1990), 3 pourcentages différents d'huile ont été utilisés: 1%, 2% et 3%-
Les résultats obtenus ont montré que très peu d'huile ne change pas significativement l'expansion; une teneur élevée en huile retarde la gélatinisation.
En présence de 2% d'huile, les granules d'amidon s'expansent plus uniformément.

Toutes les publications conseillent l'addition de lipides jusqu'à 5% au maximum afin d'augmenter l'expansion.
Au-delà de ce pourcentage, une chute brutale est observée (DE LA GUERIVIERE, 1976).
Par contre, FAUBION et HOSENEY (1982), ont montré que l'addition de lipide a une influence mineure sur l'expansion de l'extrudat de farine de blé.

* Dans la fabrication de galettes à base de riz expansé (type snack-food), HSIEH *et al.* (1989) ont utilisé les grains de sésame comme ingrédient lipidique ajouté aux autres produits.

### *II.2.5. Effet de l'alcool:*

Selon SPICER (1981), l'addition de 3% d'alcool a un effet négatif sur l'expansion. Ces résultats sont en contradiction avec ceux de BABCOCK et SLONEKER (1979), qui ont observé une augmentation de l'expansion des grains non décortiqués, (expansion obtenue par friture) en présence d'alcool.
Ceci peut être dû aux différentes conditions des expériences respectives.

### *II.2.6. Effet du trempage à pH acide:*

Le trempage à pH 4, (HSIEH *et al.*, 1990), entraine une expansion élevée et une couleur plus claire qu'à pH 6,5.

En milieu acide, l'hydrolyse de l'amidon se fait dans les régions amorphes des granules d'amidon laissant les régions cristallines relativement intactes;
Donc, l'hydrolyse acide l'amylopectine plus facilement que l'amylose.

Dans les expériences faites par les auteurs cités ci-dessus, le pH optimum est de 4; alors que les deux extrêmes d'acidité (trop ou peu acide) diminuent l'expansion.

Selon LAI et SARKANER, l'amylose est complètement dégradé dans une solution diluée de NaOH 0,01 à 1M; à 100°C, alors que l'amylopectine est apparemment plus stable grâce aux liaisons $\alpha$-(1,6).

### *II.2.7. Effet des protéines*:

Nous n'avons pas pu trouver de références bibliographiques qui abordent ce facteur de façon détaillée.

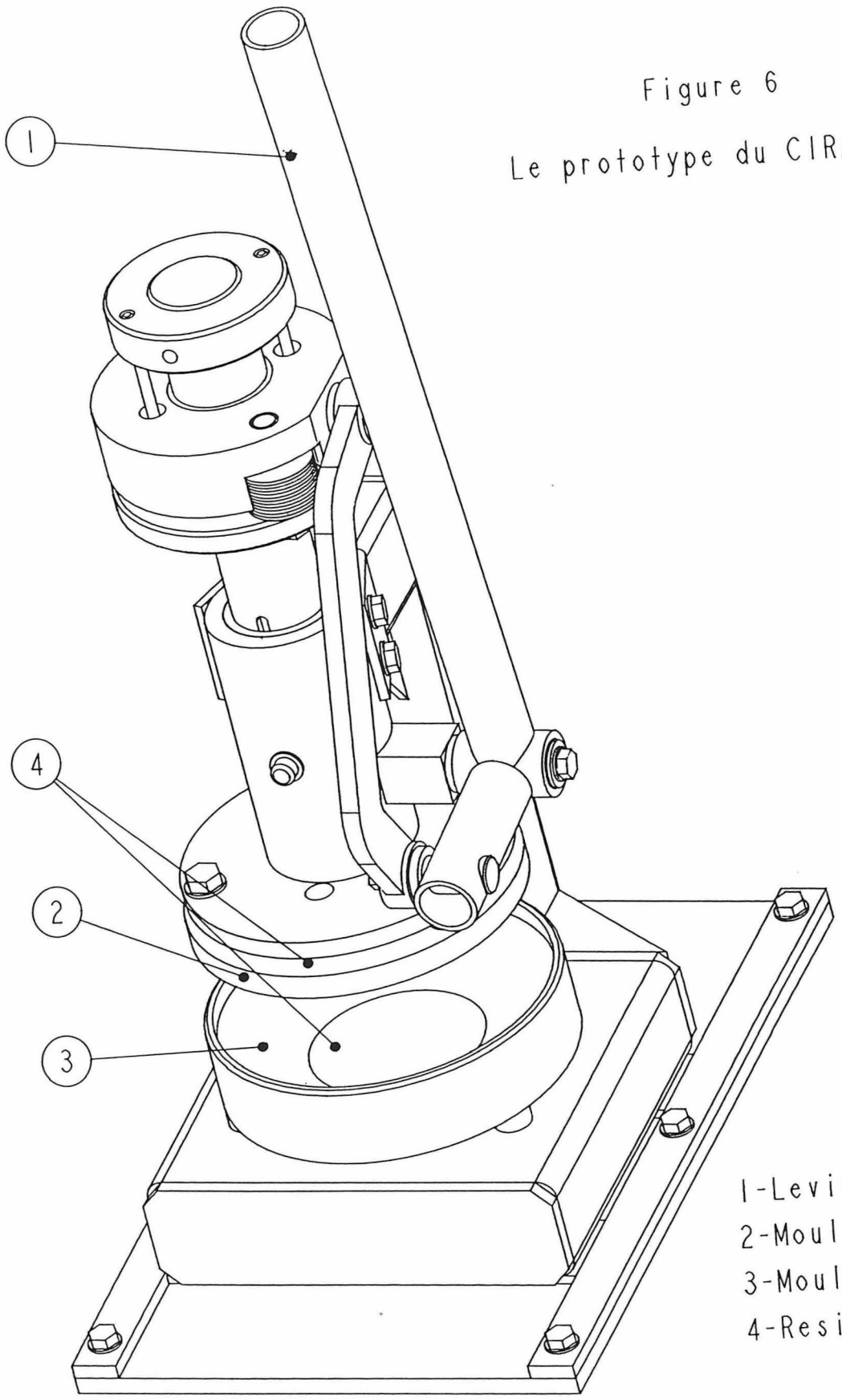
Les protéines diminuent l'enthalpie de gélatinisation de l'amidon de blé et augmentent la TG (MESTRES 1986)-
Une compétition vis à vis l'eau entre l'amidon et les protéines serait à la base de ce phénomène.

ANTILLA *et al.* (1990), montrent que l'enrichissement en protéine est souvent bénéfique pour l'amélioration de la texture et du goût.
Cependant, l'expansion est modifiée selon la nature de la protéine.

# 3- MATERIELS ET METHODES

Figure 6

Le prototype du CIRAD-SAR




1-Levier
2-Moule male
3-Moule femelle
4-Resistances chauffante

## I- DESCRIPTION DU PROTOTYPE:

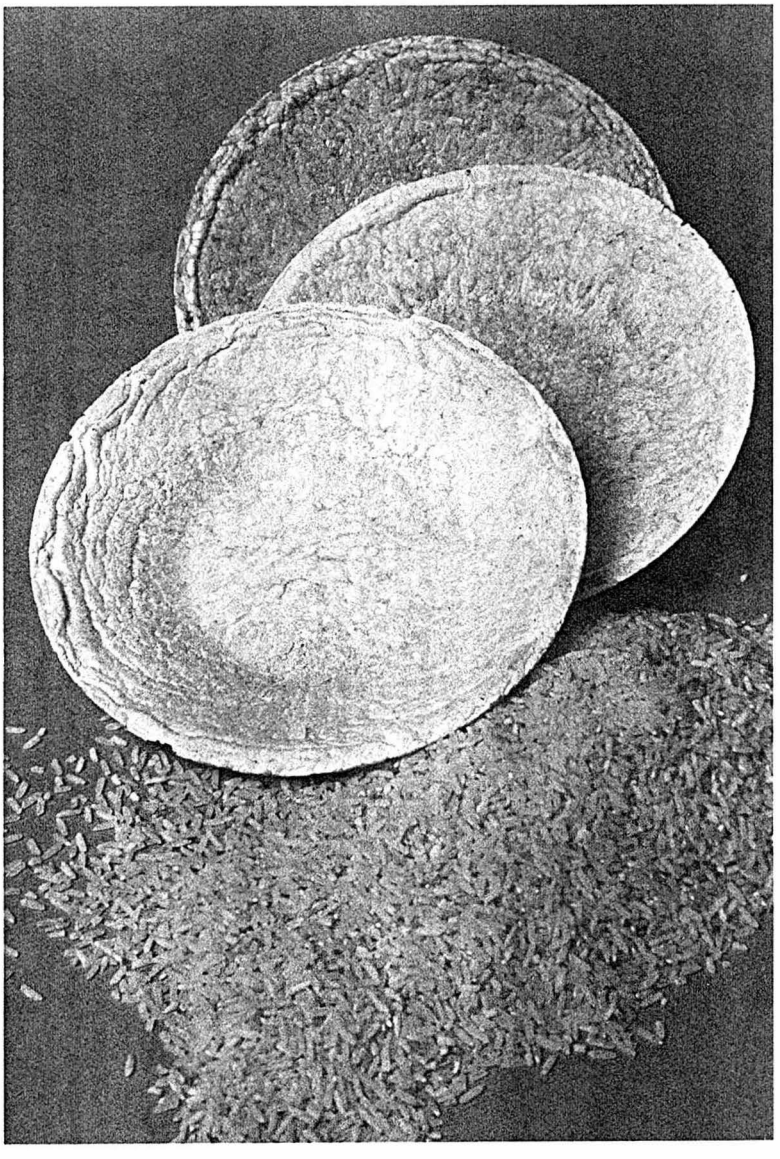
Toutes les expériences ont été réalisées à l'aide d'un prototype conçu et réalisé par le "Laboratoire de Conception des Equipements du SAR"- (Voir fig. 6).

Ce matériel est composé d'un moule supérieur, de diamètre 179,5 mm porté par un poinçon, qui se rabat sur un moule inférieur, de diamètre 180 mm, portant le produit à comprimer. Les deux moules sont chauffés grâce à deux résistances chauffantes distinctes. Le couple de température est affiché sur une armoire de commande.
Lorsque le poinçon est positionné à l'horizontale et par un système pneumatique, le piston descend, et les deux moules s'emboîtent. Ce prototype est placé sous une presse hydraulique d'atelier, permettant d'appliquer sur le piston une pression maximale de 566 bars = 60 tonnes.
La mesure de la pression est affichée sur un manomètre de pression.

La matière première est placée dans un poêlon ayant la forme du moule inférieur et le produit fini tel qu'il sort, 13 secondes après, a la forme d'une assiette de diamètre 17,9 cm. (voir photo ci-après).

Afin d'éviter que la barquette colle au moule supérieur ou au poêlon, ces derniers sont téflonnés par pulvérisation chaque fois que nécessaire.

Par ailleurs, un joint de silicone, de 3 mm d'épaisseur, a été fixé sur le moule supérieur pour assurer une étanchéité maximale lors de l'application de la pression, c'est à dire, pour limiter le départ de la vapeur d'eau qui contribue, lorsqu'elle est retenue, à améliorer l'expansion de la matière première.
Ce joint est fixé par une colle à 100% de silicone; c'est la seule colle du marché qui résiste à une température de 260°C.
Pour nos essais, la température maximale a été donc limitée à un maximum de 240°C., afin d'éviter une détérioration trop rapide de ce joint de silicone.



**B**arquettes **C**omestibles à base de riz expansé
dont la teneur en eau est de 18%,
sous la pression de 60 bars et
au couple de température 240-270°C.

## II- LA MATIERE PREMIERE:

Différentes matières premières amylacées ont été testées au cours d'essais préliminaires: farine de blé, riz long, vermicelles, fécule de pomme de terre, maïs, orge, sorgho, semoule de blé dur, semoule de maïs, bille de tapioca (manioc), couscous, etc... .

Les fécules de pomme de terre et de manioc ont donné des résultats très fructueux: les barquettes obtenues sont de couleur blanche, de texture homogène.

D'autre part, les conclusions tirées des premières expériences ont montré la nécessité de travailler avec des céréales décortiquées. Sinon, la présence des enveloppes empêche l'adhésion des grains les uns aux autres, et donc une bonne cohésion.

La céréale se prêtant le mieux à l'expansion et la plus facile à réhumidifier étant le riz, nous avons utilisé du riz long d'Indonésie durant toute la période de mon stage.

## III- PREPARATION DE LA MATIERE PREMIERE:

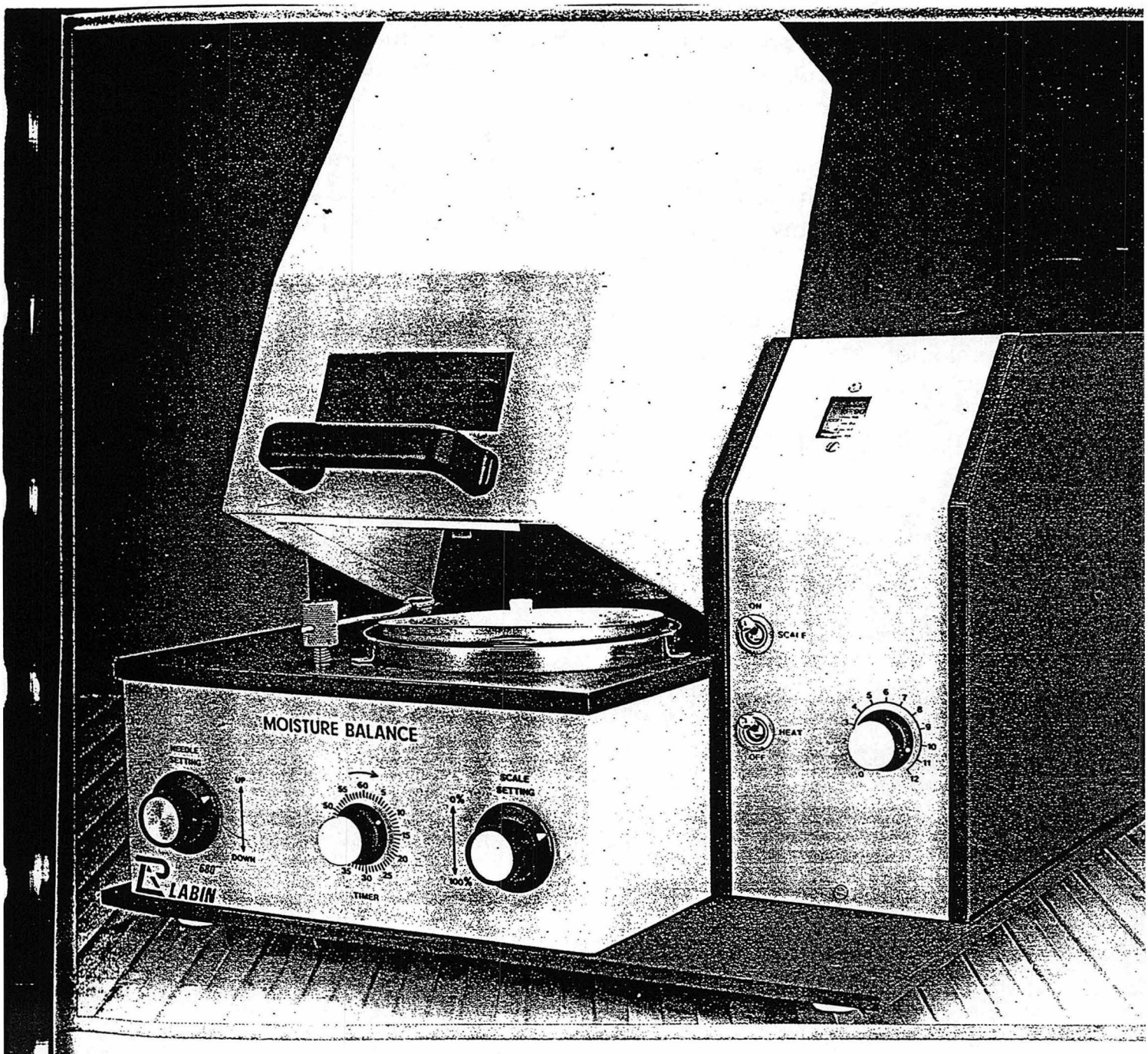
### III-1. MESURE DE LA TENEUR EN EAU:

Avant tout essai, il est nécessaire de connaître la teneur en eau initiale de la matière première.
Deux méthodes sont proposées:

1°. *Matériel: Une balance d'humidité, BREDA - scientific, lampe infra - rouge de 250 Watts. (Figure 7).

*Méthode: Environ 6 g de riz sont broyés au moulin à café. Directement après broyage, on effectue la mesure au BREDA , pendant 10 mn et à la puissance 11. L'echelle graduée nous donne par simple lecture, en pourcentage, la valeur de la teneur en eau du riz.

Figure 7- **BREDA SCIENTIFIC**




agent exclusif OSI division métrologie

OSI
141, rue de Javel 75739 Paris cedex 15
tél. 45.54.97.31 +
télex OSILABO 270 011 F

**BALANCE D'HUMIDITÉ**

* Determination du pourcentage d'humidité en quelques minutes:
* Utilisation directement sur le lieu de travail: laboratoire, usine, magasin - une simple table suffit -
* Indication directe du pourcentage de perte d'humidité.
* Précision: jusqu'à 0,2% d'humidité.

2°. *Matériel: L'étuve à 130°C.

*Méthode: La norme française (V 03 - 707 / Mars 1976) décrit une méthode pratique pour le dosage de l'eau des céréales et des produits céréaliers.

On prend 2 à 3 boîtes à tare après les avoir laissées 30 mn à l'étuve 130°C puis au dessicateur. Elles sont pesées à vide sur la balance de précision et on note la tare A en gramme. On y ajoute 5 g de riz broyé et on note la masse B ( cristallisoir + farine de riz).

Ces boîtes sont déposées à l'étuve ( à 130°C. pendant 2 heures) tout en laissant les couvercles entre-ouverts. Elles sont retirées puis on laisse refroidir 30 mn dans un dessicateur, avant de peser l'ensemble, soit la masse C (cristallisoir + farine de riz).

La teneur en eau (H% ou TE) est alors calculée selon la formule suivante:

$$TE = \frac{B - C}{B - A} \times 100$$

Une étude comparative entre les deux méthodes a montré une différence maximale de teneur en eau de 0,5% (+0,5% pour les mesures effectuées au BREDA).

| N°.échantillon | TE%=(B-C/B-A)*100 | TE%(BREDA) |
|---|---|---|
| 1 | 11,968 | 12 |
| 2 | 11,976 | 12 |
| MOY | 11,97 | |
| 3 | 12,59 | 12,6 |
| 4 | 12,53 | 12,6 |
| MOY | 12,56 | |
| 5 | 12,61 | 12 |
| 6 | 12,23 | 12 |
| 7 | 12,54 | 12 |
| MOY | 12,46 | |
| 8 | 11,87 | 12,4 |
| 9 | 11,94 | 12,4 |
| MOY | 11,9 | |

Pour la suite des essais, nous avons adopté la méthode au BREDA, plus pratique (mesure rapide et simple), pour effectuer nos mesures.

## III-2. LA REHUMIDIFICATION DU RIZ:

La teneur initiale du riz est d'environ 12%, à température ambiante.
Au cours de notre travail, la teneur en eau du riz est un facteur primordial qui influe sur l'expansion. Pour faire varier cette teneur en eau de la matière première, la quantité d'eau qu'il est nécessaire d'ajouter est obtenue par le calcul suivant:

$$V = \frac{Y - X}{1 - Y/100}$$

*avec: X = humidité initiale de la céréale en % = g eau / 100 g de MH*
*Y = humidité recherchée en % = g eau / 100 g de MH*
*V = volume d'eau à rajouter en ml pour 100 g de produit.*

Le riz ainsi réhumidifié est conservé dans un récipient hermétiquement fermé au réfrigérateur pendant 24 heures au moins, afin que la teneur en eau s'équilibre à la valeur recherchée.
Juste avant de lancer les manipulations, la teneur en eau est contrôlée.

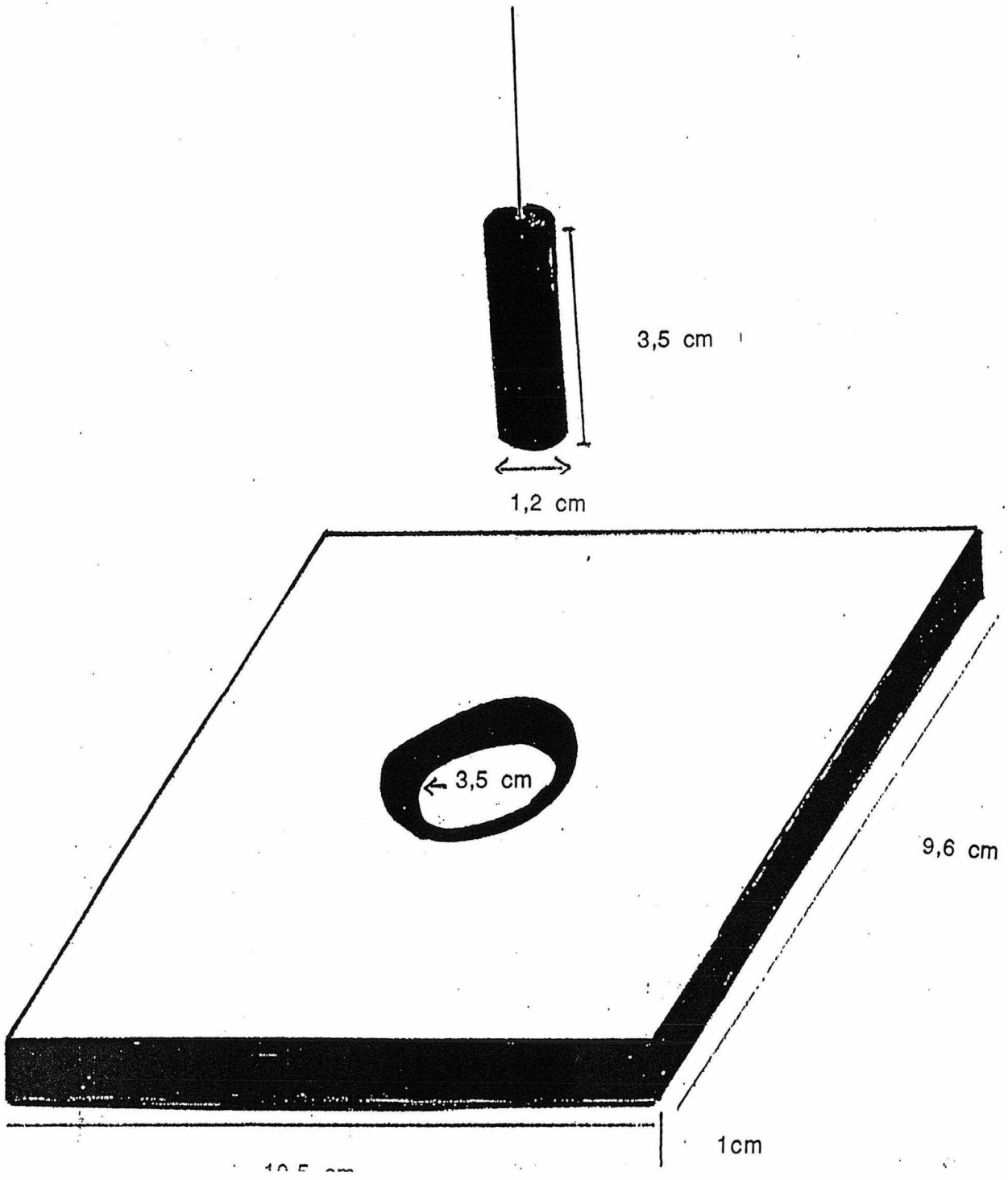
## IV- MESURES DES PROPRIETES DES BARQUETTES:

Les barquettes produites sont destinées, comme nous l'avons déjà signalé, à contenir divers produits alimentaires.
En tant qu'emballage, elles doivent donc résister à des chocs dûs au transport ou à la mise en rayon de ces produits.
Plusieurs mesures des propriétés des barquettes ont été faites:

### IV-1. RECHERCHE D'UN EQUILIBRE HYDRIQUE:

Les barquettes à base d'amylacés soufflés sont très hygrophiles.
Avant de mesurer leurs propriétés mécaniques, il était nécessaire de conserver les barquettes dans une atmosphère à humidité contrôlée suffisamment longtemps pour qu'elles s'équilibrent toutes à la même $a_w$.
La valeur de l'$a_w$ a été fixée d'après le travail de HSIEH *et al.* (1989), qui ont travaillé sur les galettes de riz (fabriquées dans la Rice Cake Machine), dont le pic de force se présentait à une activité de l'eau comprise entre 0,57 et 0,65.

Figure 8



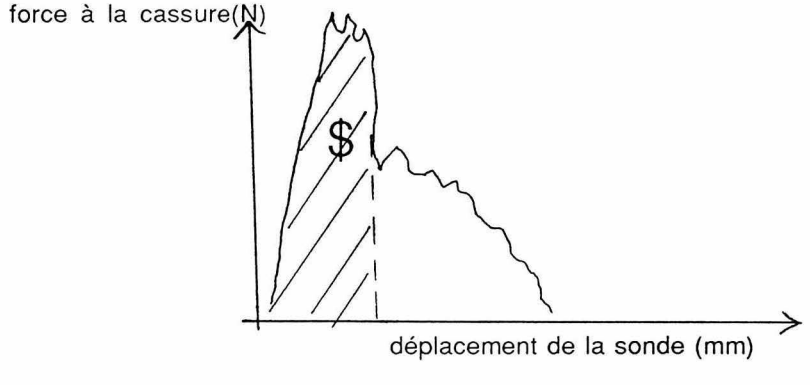
Juste après leur production, les barquettes sont alors pesées puis conservées dans un fût (26 x 41 cm) contenant une solution saturée de NaBr, dont l'$a_w$ est de 0,58 à 25°C. La mesure des propriétés mécaniques est ensuite faite lorsque l'équilibre est atteint, c'est à dire au bout de 5 jours. Les barquettes auront alors une teneur en eau environ égale à 8,4 % environ.

## IV-2. MESURES DES PROPRIETES MECANIQUES:

### IV.2.1- Mesure de la force à la cassure:

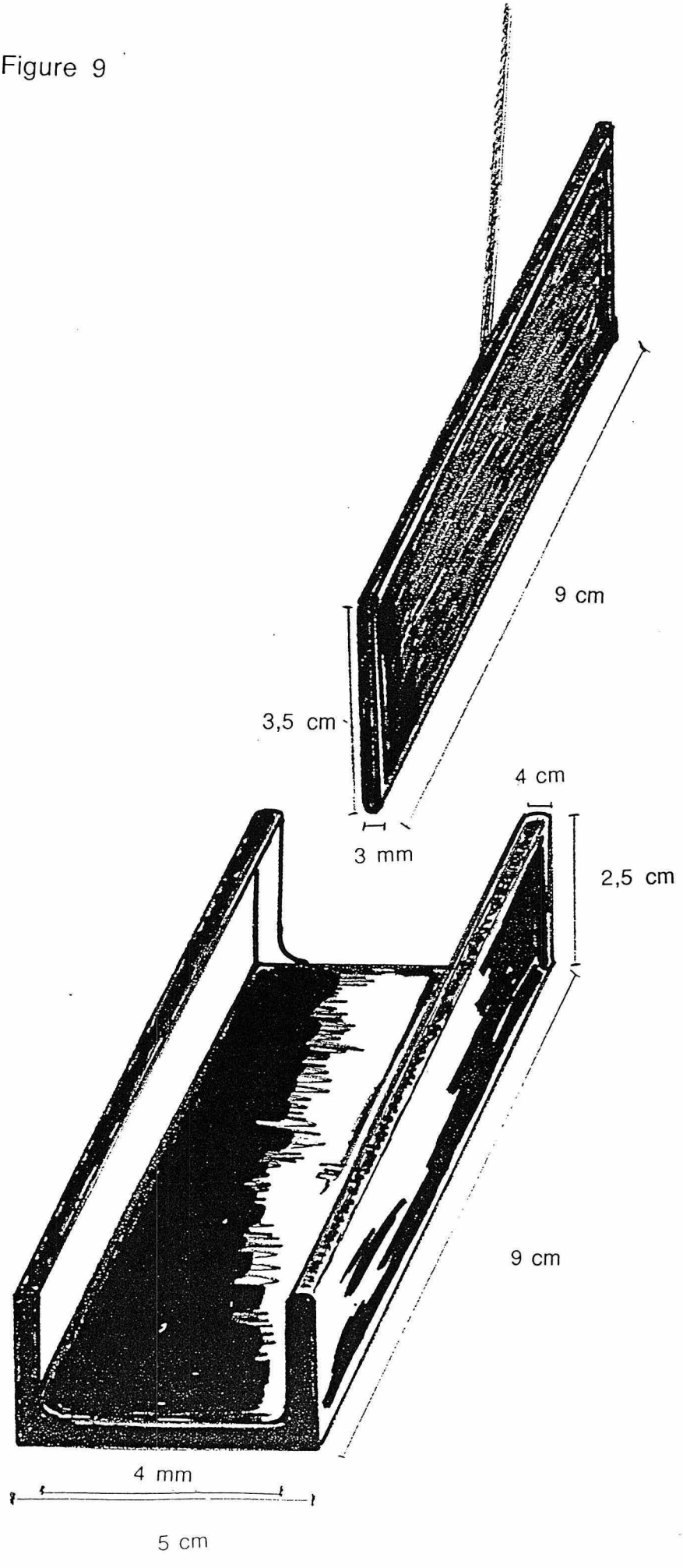
*Matériel: L'INSTRON (capacité maximale = 1 KN).
*Méthode de la sonde cylindrique: Jusqu'à la fin des essais préliminaires, nous avons utilisé une sonde cylindrique ayant un diamètre de 1,2 cm et capable de percer la base de la barquette déposée sur une plaque métallique. cette dernière est percée au centre d'un trou de 3,5 cm.
Le modèle est représenté schématiquement comme ci-après, (figure 8).

La sonde, fixée au capteur de force de l'INSTRON, descend à la vitesse de 5 mm/min sachant que la vitesse de la table traçante est égale à 40 mm/min.
La sonde peut pénétrer jusqu'à 20 mm.
Lors de la mesure, un stylet enregistre la résistance de la barquette.
A la fin, la base de la barquette est trouée; les courbes obtenues ont l'allure suivante:



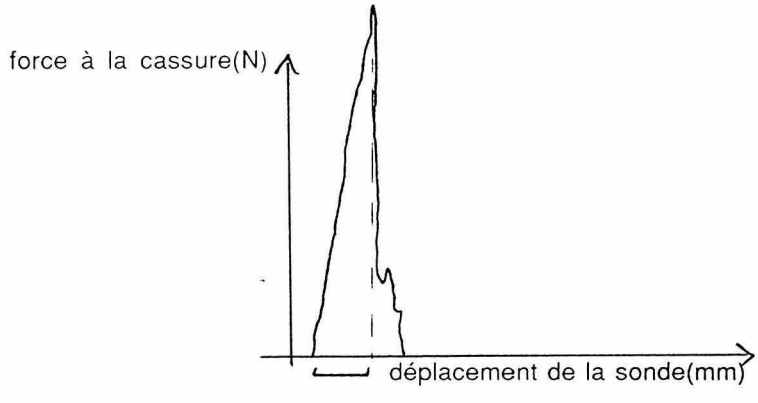

A l'aide d'un planimètre relié sur une carte graphique, on délimite la surface jusqu'au premier pic pour calculer ensuite la force moyenne de cette aire.

Figure 9



Sur les graphes enregistrés, apparaissent plusieurs "pics de force" qui rendent la courbe difficile à interpréter et les échantillons ne sont pas toujours cassés à la même manière (cassés en 2 ou troués).

*Méthode de la lame métallique:
Un autre système de mesure a été monté qui permet l'enregistrement de la "Peak Force". Cette "Peak Force" est donc retenue comme résistance à la cassure en Newton.
La sonde est fixée sur l'INSTRON avec les mêmes conditions utilisées dans la méthode précédente - vitesse de la lame à la descente est de 5 mm/min. et son déplacement est réglé à 20 mm. Le schéma suivant nous montre la lame métallique, non tranchante, qui coupe la base de la barquette en son milieu. (Figure 9). On a choisi les mêmes conditions de vitesse et de pénétration que celles du premier modèle. La courbe obtenue a l'allure suivante:



### IV.2.2- Mesure de la flexibilité:

A partir des graphes obtenus à l'INSTRON, nous avons également calculé le déplacement du stylet lors de la cassure de l'échantillon. Ce déplacement est lié à la capacité de déformation de l'échantillon avant cassure et donc à sa flexibilité. Sur le papier millimétré de la table traçante, un déplacement du stylet de 38 cm, signifie que la lame qui coupe le produit s'est déplacée de 40 mm à partir de la surface de l'échantillon. La mesure du déplacement est donnée en mm. Plus le déplacement est grand, plus le produit se déforme avant cassure, plus il est flexible.

## IV-3. MESURE D'AUTRES PROPRIETES:

### IV.3.1- Mesure de la densité:

Pour évaluer le degré d'expansion en fonction des différentes conditions opératoires, on mesure la densité des barquettes par rapport à celle du sable de Fontainebleau.
Un échantillon du produit, de masse connue, est introduit dans le récipient. On complète avec du sable que l'on tasse toujours de la même manière afin de standardiser la mesure au maximum. La densité de l'échantillon est calculée selon la formule suivante:

$$d\ produit = \frac{mp}{m3 + mp - m4} \times d\ sable \quad avec;$$

*mp = masse du produit en Kg*
*m3 = masse du récipient + sable en Kg.*
*m4 = masse du récipient + sable + produit en Kg.*

sachant que la densité du sable est de:

$$d\ sable = \frac{m3 - m1}{m2 - m1} \times d\ eau$$

$$d\ sable = 1{,}56\ g/cm^3$$

*m1 = masse du récipient à vide*
*m2 = masse du récipient + eau en Kg*

### IV.3.2- Mesure de l'état de surface:

Selon l'expansion et le degré de gonflement des grains de riz, la surface des barquettes présente différents reliefs.
Une méthode simple a été adoptée afin de pouvoir comparer l'état de surface des barquettes. Cette méthode empirique permet d'évaluer la rugosité des barquettes, c.à.d. le relief à la surface des barquettes, formées par les grains de riz expansés.
Cette méthode consiste à combler les creux par du sable fin; les mesures sont effectuées sur la base plate des barquettes. La masse du produit est enregistrée avant et après l'addition du sable; le paramètre utilisé pour évaluer la rugosité est alors la quantité de sable nécessaire pour remplir les creux.

### IV.3.3- Mesure de l'épaisseur:

La mesure de leur épaisseur traduit elle aussi, le degré d'expansion et paraît importante pour étudier son influence sur la résistance des barquettes à la cassure.
Pour celà, nous nous sommes servis d'un pied à coulisse (mm).
L'épaisseur retenue est la moyenne de 3 mesures prises sur la base plate de chaque barquette.

### IV.3.4- La reprise d'humidité:

Pour avoir une idée de la capacité de reprise d'humidité des produits finis, on a appliqué une méthode simple, sans avoir recours a un matériel professionnel.
Dans une éprouvette remplie d'eau à 110 ml, on plonge un gramme de produit entier, en évitant qu'il y ait des miettes, facilement hydratables. Deux heures après, l'échantillon est retiré, posé sur du papier absorbant pour éliminer l'eau extérieure, puis pesé pour calculer la différence de poids, correspondant au gain d'eau par g de produit sec.

# 4- RESULTATS ET DISCUSSION

Dès les premières manipulations, trois paramètres sont apparus comme primordiaux; deux paramètres physiques:

-la pression appliquée et la température des moules;

et un paramètre lié à la matière première:

-la teneur en eau du riz, lié à son degré de réhumidification.

## I- LA PRESSION:

### I.1-Détermination de la pression:

Sur la base des résultats des essais préliminaires, du riz a été préparé à 18% de réhumidification et expansé au couple de température 240-270°C. Le poids initial de la matière première est fixé à 35 g et le temps de chauffage est fixé à 13 secondes.

Quatre valeurs de pression ont été essayées: 40, 50, 60 et 80 Bars. Les résultats sont présentés sur le tableau 1:

Tableau 1: Mesure des propriétés mécaniques des barquettes après mise à l'équilibre à 57%; la force à la cassure étant mesurée par la méthode de la sonde cylindrique:

| Pression (bars) | densité(g/cm3) | épaisseur (mm) | force(N) |
|---|---|---|---|
| 80,00 | 0,20 | 4,56 | 20,00 |
| 60,00 | 0,22 | 4,83 | 31,20 |
| 50,00 | 0,16 | 4,50 | 32,00 |
| 40,00 | 0,22 | 4,30 | 27,00 |

-à 40 bars, nous n'avons obtenu que la base de la barquette ; l'expansion n'a pratiquement pas lieu.

-à 50 bars, la barquette présente des trous à divers endroits.

-à 60 bars, l'expansion donne de bons résultats et les barquettes sont complètes.

-à 80 bars, l'expansion est très brutale; sous l'action de la haute pression et la production de la vapeur d'eau emprisonnée entre les deux moules, le relief des barquettes devient rugueux.

Les mesures enregistrées pour la résistance à la cassure montrent que les barquettes produites à 60 bars sont complètes et assez résistantes (F=31,2 N).

Nous avons noté que la pression n'avait pas d'effet sur l'épaisseur des barquettes. Celles-ci étaient en moyenne de 4,5mm.

La pression à 60 bars ayant entrainé une production de vapeur d'eau suffisante pour obtenir une bonne expansion du riz et permettant la formation de barquettes entières, sans trop de boursouflures, a été donc retenue pour toutes les manipulations suivantes.

Par ailleurs, il faut préciser que la valeur de la pression affichée (60 bars = 7 tonnes) représente le total de la pression hydraulique qui comprend la pression exercée sur:

-le piston cylindrique pour comprimer le moule supérieur sur le moule inférieur
-la pression réelle exercée sur le produit à comprimer
-les pertes de pression entre les parois des moules.

La valeur réelle de la pression exercée sur le riz correspond au rapport de l'effort sur la surface de la barquette de riz, avec:
$S = P.R^2 = 254\ cm^2$ (R = 18 cm).

P réelle = effort total exercé en tonne / S
P réelle = 30 bars.

| H%=f(t) | T°C | masse finale (g) | densité(g/cm3) | rugosité | épaissseur(mm) | force(N) | déplacement(mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 18-(28h) | 240-270 | | | | | | |
| MOY | | 30,25 | 0,12 | 1,01 | 5,19 | 27,41 | 1,46 |
| CV | | 0,79 | 37,88 | 49,11 | 6,63 | 20,77 | 22,87 |
| recomp.pneum. | 240-270 | | | | | | |
| MOY | | 30,22 | 0,14 | 0,55 | 4,70 | 21,66 | 1,62 |
| CV | | 1,47 | 21,07 | 9,74 | 6,88 | 19,63 | 26,18 |
| recomp.manu. | 240-270 | | | | | | |
| MOY | | 30,10 | 0,12 | 0,78 | 5,11 | 26,73 | 1,36 |
| CV | | 1,22 | 17,28 | 22,73 | 10,71 | 32,43 | 24,45 |

Tableau 2: Influence du système de mise en pression, sur les propriétés mécaniques des barquettes; au couple de température 240-270°C.

*H%=f(t) - teneur en eau initiale du riz en fonction du temps de réhumidification.

*mesure de la force à la cassure obtenue par la méthode de la lame métallique après mise à l'équilibre à 57% d'humidité relative.

*mesure de la rugosité (voir chapitre Matériel et Méthode; paragraphe IV.3.2).

*la moyenne porte sur les résultats de 5 mesures effectuées respectivement sur 5 barquettes.
*le coefficient de variation: CV= écartype *100 / moyenne.

## I.2-Détermination du mode de mise en pression:

Dans l'étape suivante, 15 manipulations ont été effectuées afin de tester l'effet du mode de mise en pression sur l'expansion et l'aspect des barquettes. Trois modes sont possibles:

-un système normal de mise en pression: les pressions pneumatique (approche rapide) et hydraulique sont appliquées successivement.

-le système normal doublé d'une recompression pneumatique.

-le système normal doublé d'une recompression manuelle (on rabat le moule supérieur sur le moule inférieur).

Les autres facteurs sont fixés à 18% pour l'humidité initiale du riz, à 240-270°C pour le couple de température.

Les résultats recueillis dans le tableau 2 montrent qu'avec le système normal exclusivement puis ce système suivi d'une recompression manuelle, la densité et l'épaisseur des barquettes sont presque les mêmes ( 0,12 et 5,1mm) mais avec le système normal, les barquettes sont les plus résistantes (27,41N).

Quant à la recompression pneumatique seule, on en déduit qu'elle agit sur la texture des barquettes, car après la fuite de vapeur, le produit est recomprimé à chaud:
la densité = 0,14 g/cm$^3$ et l'épaisseur = 4,70 mm; ce qui diminue, en contre-partie la résistance à la cassure (F = 21,60).
Mais la flexibilité des barquettes ne varie pas remarquablement.

Pour la suite des essais, on a appliqué alors le système normal (pneumatique et hydraulique).

| H%=f(t) | T°C | masse finale(g) | densité(g/cm3) | rugosité | épaisseur(mm) | force(N) | déplacement(mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 18-(46h) | 230-260 | | | | | | |
| MOY | | 30,12 | 0,21 | 0,49 | 4,77 | 22,48 | 1,51 |
| CV | | 0,79 | 22,18 | 46,86 | 1,93 | 12,39 | 48,93 |
| 18-(46h) | 235-265 | | | | | | |
| MOY | | 30,16 | 0,27 | 0,55 | 5,00 | 21,08 | 1,00 |
| CV | | 0,76 | 21,85 | 26,08 | 6,29 | 18,47 | 32,35 |
| 18-(46h) | 240-270 | | | | | | |
| MOY | | 29,78 | 0,22 | 0,64 | 5,25 | 30,05 | 1,30 |
| CV | | 0,28 | 29,74 | 30,95 | 4,56 | 16,14 | 26,95 |

Tableau 3: Influence du couple de température sur les propriétés mécaniques des barquettes à base de riz réhumidifié à 18%, pour un temps de réhumidification de 46 heures.

*H%=f(t) - teneur en eau initiale du riz en fonction du temps de réhumidification.

*mesure de la force à la cassure obtenue par la méthode de la lame métallique après mise à l'équilibre à 57% d'humidité relative.

*mesure de la rugosité (voir chapitre Matériel et Méthode; paragraphe IV.3.2).

*la moyenne porte sur les résultats de 5 mesures effectuées respectivement sur 5 barquettes.
*le coefficient de variation: CV= écartype *100 / moyenne.

## II-LA TEMPERATURE:

Plusieurs couples de températures ont été testés en tenant compte que la température maximale pouvant être atteinte est de 240°C, afin d'éviter le décollage du joint du moule supérieur.

Le tableau 3 regroupe les résulats des mesures effectuées sur des barquettes obtenues à partir de 230-260°C, et la figure 10 donne le rapport de la résistance à la cassure sur la flexibilité des barquettes en fonction de la température de chauffage du moule supérieur.

Une simple observation visuelle enregistrée a indiqué que les couples de températures inférieurs à 210/240°C (y compris) empêchent une bonne expansion du riz et seule la base de la barquette est produite.

-à 225/255°C, les barquettes formées sont très irrégulières et présentent des trous à divers endroits.

-Ce n'est qu'à partir de 230/260°C, 235/265°C et 240/270°C que les barquettes réalisées sont complètes. L'expansion est plus réussie au fur et à mesure que la température augmente.
Pour ces trois couples de température, 15 essais ont été faits afin de pouvoir enregistrer les différentes mesures; pour une humidité initiale du riz fixée à 18% (46 heures de réhumidification), la plus grande résistance est observée à 240/270°C (F = 30 N). Cette résistance correspond à l'épaisseur importante des barquettes (5,25 mm en moyenne).

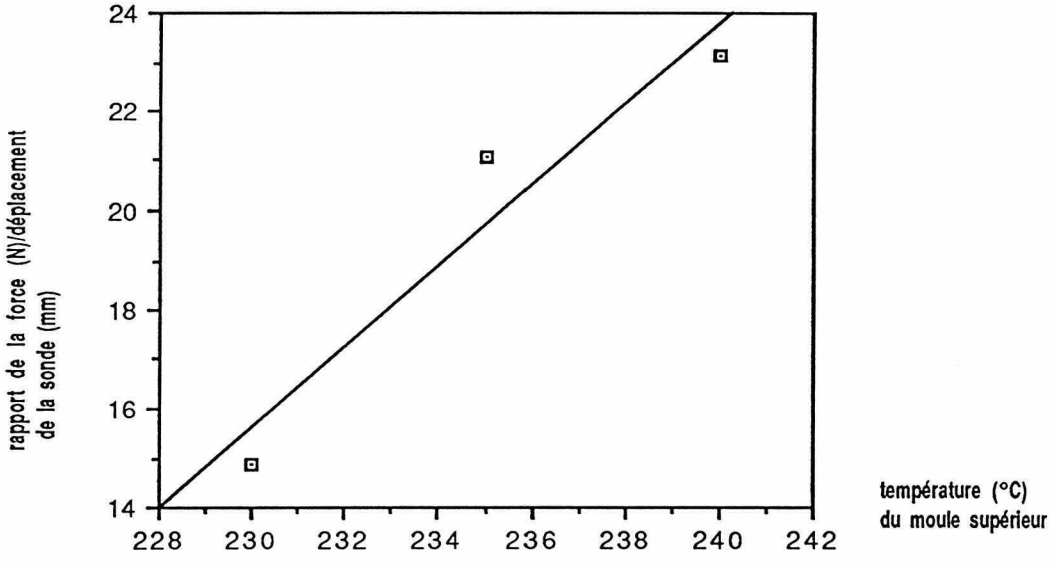



Figure 10-Résistance des barquettes à la cassure par rapport à leur flexibilité en fonction de la température du moule supérieur du prototype, la teneur en eau initiale du riz 18%, pour un temps de réhumidification de 46 heures et sous 60 bars.

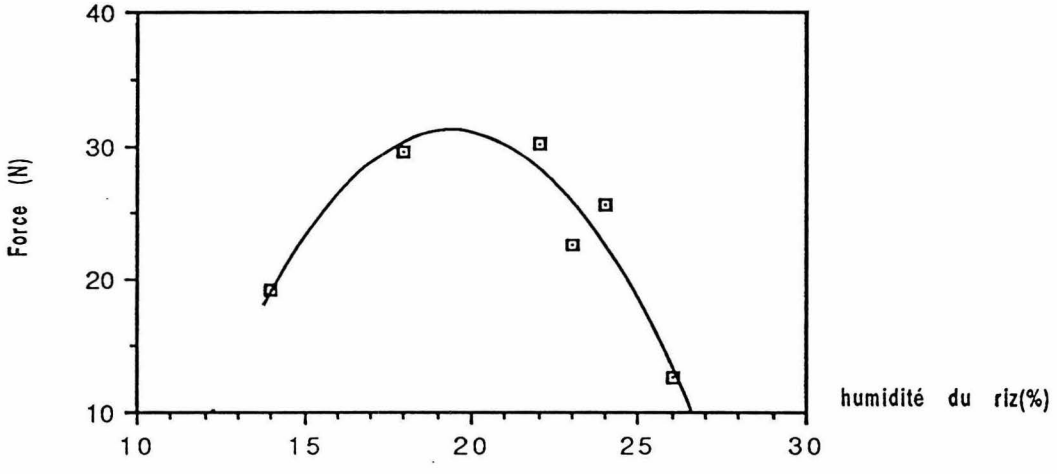



Figure 11- Résistance des barquettes à la cassure en fonction de l'humidité initiale du riz, pour un temps de réhumidification de 28 heures.

## III- LA REHUMIDIFICATION DU RIZ:

Selon sa teneur en eau et le temps de réhumidification, le riz se prête différemment à l'expansion.
Les essais ont porté sur 2 jours de réhumidification.
Les différentes teneur en eau (H%) testées sont de 12% (H% initiale du riz), 14, 18, 22, 23, 24 et 26%.

Les résultats sont présentés dans le tableau 4 et la figure 11 correspond à l'influence de la teneur en eau du riz (pour 28 heures de réhumidification) sur la résistance des barquettes à la cassure.

En dessous de 18% d'humidité, le riz reste quasiment intact et ne présente pas les propriétés d'expansion.

Au-delà de 18%, les grains de riz expansé forment des reliefs; la vapeur d'eau produite colle de plus en plus les barquettes aux moules.

A 26%, l'expansion est tellement forte que le joint éclate. Ceci est dû à la forte accumulation de vapeur d'eau produite dans la chambre entre les deux moules, durant l'opération.
A la sortie du moule, les barquettes sont très molles et conservent cette propriété de flexibilité. Cela est probablement dû à leur teneur en eau résiduelle élevée.

La "rugosité" des barquettes augmente proportionnellement à la teneur en eau du riz.

D'après les résultats obtenus, la plus grande résistance à la cassure est obtenue pour 18%, 240/270°C.
La figure 12 illustre l'influence du temps de réhumidification du riz, dont la teneur en eau est de 18%, sur la résistance des barquettes à la cassure.
Cette résistance augmente progressivement avec la durée de réhumidification jusqu'à 39 heures où F = 38N. La densité qui représente le degré d'expansion est à son maximum à 18% pour un temps de réhumidification de 39 heures, par contre la flexibilité passe par un minimum pour ces mêmes conditions.

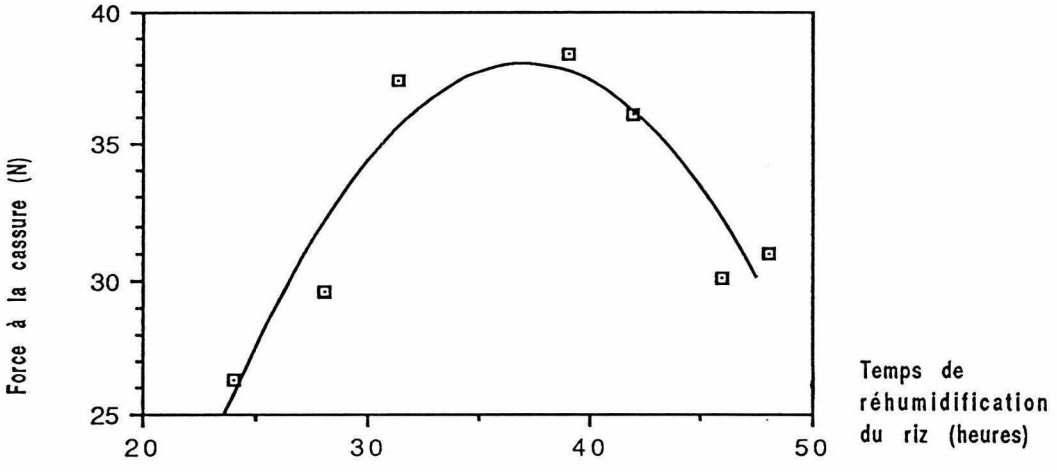



Figure 12: Résistance des barquettes
à la cassure en fonction du temps de réhumidification du riz,
la teneur en eau initiale du riz = 18%

| H%=f(t) | T°C. | densité | rugosité | force(N) | épaisseur(mm) | déplacement(mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 14(24h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,11 | 0,68 | 19,18 | 5,17 | 0,98 |
| CV | | 12,86 | 36,40 | 26,95 | 4,51 | 3,61 |
| 18(24h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,11 | 1,12 | 26,32 | 5,05 | 1,51 |
| CV | | 17,41 | 34,36 | 24,16 | 6,60 | 17,36 |
| 18(28h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,21 | 0,92 | 29,57 | 5,40 | 1,10 |
| CV | | 19,05 | 46,04 | 8,08 | 8,38 | 29,22 |
| 18(31h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,26 | 0,66 | 37,45 | 5,41 | 1,05 |
| CV | | 20,82 | 29,54 | 8,12 | 3,01 | 28,99 |
| 18(39h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,25 | 0,61 | 38,38 | 5,70 | 0,77 |
| CV | | 21,43 | 24,93 | 9,70 | 3,79 | 50,49 |
| 18(42h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,12 | 0,80 | 36,10 | 5,73 | 1,68 |
| CV | | 5,89 | 13,26 | 1,90 | 8,14 | 44,62 |
| 18(46h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,22 | 0,64 | 30,05 | 5,25 | 1,30 |
| CV | | 29,74 | 30,95 | 16,14 | 4,56 | 26,95 |
| 18(48h) | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,12 | 0,77 | 30,95 | 5,21 | 1,20 |
| CV | | 13,77 | 21,03 | 4,81 | 3,53 | 29,36 |

Tableau 4: Inflence de la teneur en eau du riz et du temps de réhumidification sur les propriétés mécaniques des barquettes au couple de température 240-270°C., et sous une pression de 60 bars.

suite (tableau 4)

| H%=f(t) | T°C | densité | rugosité | force(N) | épaisseur(mm) | déplacement(mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 22-24heures | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,15 | 4,10 | 21,52 | 4,98 | 2,55 |
| CV | | 4,71 | 17,25 | 5,22 | 0,57 | 19,13 |
| 22-28heures | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,14 | 3,34 | 27,70 | 5,45 | 2,38 |
| CV | | 7,14 | 33,60 | 7,71 | 2,95 | 7,60 |
| 23-28heures | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,12 | 4,00 | 22,65 | 5,17 | 2,69 |
| CV | | 18,26 | 14,75 | 18,03 | 5,75 | 10,49 |
| 24-28heures | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,22 | 3,56 | 25,65 | 5,15 | 2,41 |
| CV | | 18,92 | 5,85 | 9,15 | 2,64 | 15,59 |
| 26-28heures | 240-270 | | | | | |
| MOY | | 0,13 | 5,47 | 12,68 | 4,39 | 4,65 |
| CV | | 16,32 | 12,28 | 1,62 | 2,09 | 28,13 |

*H%=f(t) - teneur en eau initiale du riz en fonction du temps de réhumidification.

*mesure de la force à la cassure obtenue par la méthode de la lame métallique après mise à l'équilibre à 57% d'humidité relative.

*mesure de la rugosité (voir chapitre Matériel et Méthode; paragraphe IV.3.2).

*la moyenne porte sur les résultats de 5 mesures effectuées respectivement sur 5 barquettes.
*le coefficient de variation: CV= écartype *100 / moyenne.

## IV- L'ADJONCTION D'ADDITIFS:

Dans le but d'améliorer l'expansion du riz et les propriétés mécaniques des barquettes, notamment leur souplesse, nous avons essayé d'ajouter différents additifs.

### IV.1- Effet de l'addition de sels:

* Différents auteurs ont travaillé avec le *$CaCl_2$* pour améliorer l'expansion du riz.
Dans le cas de la production des barquettes, 2% de $CaCl_2$ par rapport à la masse totale de la matière première (en g) a été ajouté lors de la réhumidification du riz à 18% (28 heures de réhumidification). Le couple de température est fixé à 240-270°C.
Cependant, l'addition de ce sel a donné de mauvais résultats: les grains de riz gonflent mais n'adhèrent pas les uns aux autres et les barquettes ont une mauvaise cohésion et s'effritent rapidement.
Par ailleurs, on a observé un fort collage au moule supérieur. Alors, nous avons conclu un effet défavorable du $CaCl_2$.
L'état des barquettes ne nous a pas permis d'effectuer les mesures correspondantes.

* En revanche, le *sel de cuisine NaCl* à 2% (iodé, fluoré/BALEINE), ajouté de la même façon que précédemment, a permis d'améliorer l'expansion du riz et confère aux barquettes, de couleur crème foncée, une certaine brillance. Le relief des barquettes est plus marqué.
Les résultats sont présentés sur le tableau 5.
Lors du test de "cassure", la base de la barquette se déforme jusqu'à 2,1 mm pour se casser à 27 N. Le sel donc a, non seulement un effet positif sur l'expansion du riz, mais aussi sur l'amélioration de la souplesse des barquettes dont la résistance à la cassure diminue légèrement par rapport au témoin (sans sel).

| H%=f(t) | T°C | additifs | densité(g/cm3) | rugosité | épaisseur(mm) | force(N) | déplacement(mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 18-(28h) | 240-270 | - | | | | | |
| *MOY* | | | 0,21 | 0,92 | 5,40 | 29,57 | 1,10 |
| *CV* | | | 19,05 | 46,04 | 8,38 | 8,08 | 29,22 |
| 18-(28h) | 240-270 | 1%carraghénane | | | | | |
| *MOY* | | | 0,31 | 0,75 | 4,66 | 17,73 | 1,54 |
| *CV* | | | 35,39 | 28,17 | 2,48 | 21,85 | 26,85 |
| 18-(28h) | 240-270 | 2% NaCl | | | | | |
| *MOY* | | | 0,42 | 2,50 | 5,04 | 27,75 | 2,11 |
| *CV* | | | 58,14 | 32,58 | 2,49 | 4,82 | 17,49 |

Tableau 5: Influence du carraghénane et du NaCl sur les propriétés mécaniques des barquettes; la teneur initiale en eau du riz est de 18% pour un temps de réhumidification de 28 heures.

*mesure de la force à la cassure obtenue par la méthode de la lame métallique après mise à l'équilibre à 57% d'humidité relative.

*mesure de la rugosité (voir chapitre Matériel et Méthode; paragraphe IV.3.2).

*la moyenne porte sur les résultats de 5 mesures effectuées respectivement sur 5 barquettes.
*le coefficient de variation: CV= écartype *100 / moyenne.

## IV.2- Effets de l'addition de Carraghénanes:

L'addition de 1% de *carraghénane* comme agent plastifiant, est effectuée lors de la réhumidification du riz à 18% (28 heures de réhumidification). Le mélange du riz avec le gel formé n'est pas facile, mais la teneur en eau exigée est atteinte comme dans le cas normal, sans additifs.
Les résultats des mesures des propriétés mécaniques des barquettes sont regroupés dans le tableau 5.
L'addition de *carraghénane* produit des barquettes brûlées et trouées à divers endroits, sachant que le couple de température est de 240-270°C.
La mauvaise expansion du riz est surtout observée au niveau des bords.
L'influence de l'addition de carraghénanes sur les barquettes est négative: très faible flexibilité et faible résistance à la cassure, car le carraghénane ne pénètre pas dans le riz mais se transforme en gel, entourant les grains. Le seul effet positif observé est sur l'aspect des barquettes: il donne des produits moins épais dont la surface est assez lisse.

## IV.3- Effets de l'addition de soude:

Pour réhumidifier du riz à 18%, une solution de soude (13,5 g de soude/ 1l d'eau) a été utilisée à pH = 13.
Les conditions de chauffage et de pression sont toujours constantes: 240-270°C et 60 bars respectivement.

Les résultats obtenus sont négatifs: les barquettes sont complètement brûlées et s'effritent rapidement, et par conséquent la mesure des propriétés mécaniques n'a pas eu lieu.
En conclusion, la soude a un effet négatif sur la production des barquettes, soit parce qu'elle diminue l'expansion, soit parce que le traitement est violent; il faudrait dans ce cas reprendre les essais avec un traitement plus doux, à des concentrations plus faibles.

| H%=f(t) | masse finale(g) | densité(g/cm3) | rugosité | épaisseur(mm) | force(N) | déplacement(mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 18%-1 jour | | | | | | |
| MOY | 29,72 | 0,26 | 1,60 | 4,92 | 19,20 | 1,28 |
| CV | 1,20 | 62,29 | 38,85 | 7,33 | 21,71 | 35,65 |
| 18%- 2 jours | | | | | | |
| MOY | 29,45 | 0,19 | 2,14 | 4,90 | 17,62 | 1,35 |
| CV | 0,43 | 13,21 | 45,74 | 5,86 | 30,79 | 24,14 |
| 18%- 3 jours | | | | | | |
| MOY | 29,18 | 0,17 | 2,93 | 5,09 | 22,70 | 1,35 |
| CV | 1,12 | 20,80 | 25,22 | 3,60 | 10,08 | 45,67 |
| 18%- 4 jours | | | | | | |
| MOY | 29,23 | 0,15 | 1,96 | 4,69 | 23,92 | 1,60 |
| CV | 0,69 | 7,60 | 52,97 | 3,16 | 10,27 | 10,08 |
| 18%- 9 jours | | | | | | |
| MOY | 29,66 | 0,18 | 1,36 | 4,73 | 22,22 | 1,14 |
| CV | 1,23 | 16,48 | 27,31 | 4,57 | 15,57 | 39,16 |
| 18%- 11jours | | | | | | |
| MOY | 29,00 | 0,16 | 0,73 | 5,40 | 15,43 | 0,89 |
| CV | 0,88 | 10,46 | 6,85 | 2,14 | 35,59 | 29,57 |

Tableau 6: Influence de l'acide en fonction du temps de réhumidification sur les propriétés mécaniques des barquettes, au couple de température 240-270°C.

*mesure de la force à la cassure obtenue par la méthode de la lame métallique après mise à l'équilibre à 57% d'humidité relative.

*mesure de la rugosité (voir chapitre Matériel et Méthode; paragraphe IV.3.2).

*la moyenne porte sur les résultats de 5 mesures effectuées respectivement sur 5 barquettes.

## IV.4- L'effet d'un traitement acide:

Du riz a été réhumidifié à 18% avec de l'eau acidifiée à 1,5% HCl (1N), pour un temps de réhumidification allant de 24 heures à 11 jours. Le couple de température est fixé à 240-270°C.

Le tableau 6 présente les différents résultats obtenus et la figure 13 montre l'effet du temps de réhumidification du riz sur la résistance des barquettes.

La résistance des barquettes à la cassure augmente avec le temps puis tend à diminuer après 4 jours et deviennent très cassantes.

On peut conclure que, si l'acide a un effet positif sur l'amélioration de l'expansion, par contre, il diminue la résistance à la cassure et les barquettes sont plus croustillantes. Il améliore l'aspect des barquettes qui sont lisses et de couleur blanche.

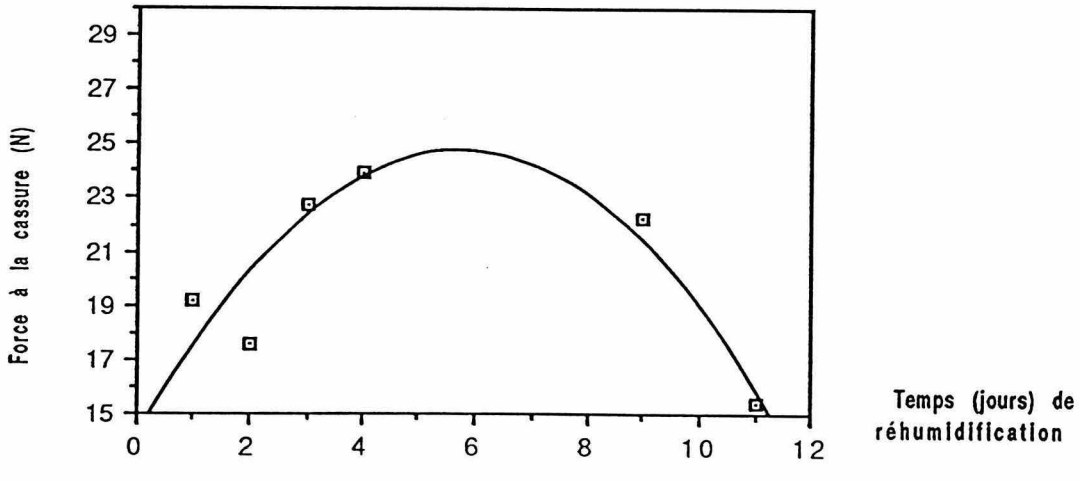



Figure 13: Effet d'un temps de réhumidification à l'eau acidifiée sur la résistance à la cassure (teneur en eau initiale du riz = 18%).

| H%=f(t) | échantillon | masse finale(g) | rugosité | densité | épaisseur(mm) | force(N) | déplacement(mm) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 18%-2jours | Témoin(riz long) | | | | | | |
| MOY | | 30,13 | 0,55 | 0,21 | 5,15 | 29,37 | 0,87 |
| CV | | 1,02 | 16,26 | 22,74 | 9,01 | 17,92 | 25,61 |
| | Riz long+2%sor . | | | | | | |
| MOY | | 29,67 | 1,50 | 0,20 | 5,52 | 29,52 | 1,12 |
| CV | | 0,80 | 35,28 | 8,37 | 4,56 | 15,43 | 24,08 |
| 18%-6 jours | Témoin (Riz long) | | | | | | |
| MOY | | 29,44 | 0,90 | 0,21 | 5,30 | 34,94 | 0,87 |
| CV | | 2,96 | 38,49 | 16,97 | 4,20 | 15,06 | 38,92 |
| | Riz long+2%sor. | | | | | | |
| MOY | | 29,88 | 0,72 | 0,21 | 5,21 | 29,93 | 0,94 |
| CV | | 0,44 | 43,26 | 21,67 | 6,85 | 21,47 | 48,81 |

Tableau 7: Influence du sorbitol sur les propriétés mécaniques des barquettes; la teneur en eau du riz est de 18%, pour 2 jours puis 6 jours de réhumidification.

*mesure de la force à la cassure obtenue par la méthode de la lame métallique après mise à l'équilibre à 57% d'humidité relative.

*mesure de la rugosité (voir chapitre Matériel et Méthode; paragraphe IV.3.2).

H%=f(t) - teneur en eau initiale du riz en fonction du temps de réhumidification.

*la moyenne porte sur les résultats de 5 mesures effectuées respectivement sur 5 barquettes.
*le coefficient de variation: CV= écartype *100 / moyenne.

## IV.5- Effet de l'addition de sorbitol:

Le sorbitol, petite molécule susceptible de plastifier l'amidon, a été ajouté à 2% lors de la réhumidification du riz à 18%, pour un temps de réhumidification allant de 24 heures à dix jours; comme le prototype était en réparation, nous n'avons pu réaliser les essais qu'après deux jours et six jours de réhumidification.

Les résultats enregistrés sur le tableau 7, à 60 bars et au couple de température 240-270°C, montrent que le sorbitol n'a pas d'effet considérable sur l'amélioration des propriétés mécaniques des barquettes.

La seule différence observée au niveau de la flexibilité des barquettes est obtenue après deux jours de réhumidification, mais dans ce cas la rugosité des surfaces augmente.

En conclusion, les résultats obtenus ne sont pas fiables car le traitement à 2% est trop faible; il faudrait augmenter la concentration en sorbitol jusqu'à 20-30% en testant l'effet du temps de réhumidification sur les propriétés mécaniques des barquettes.

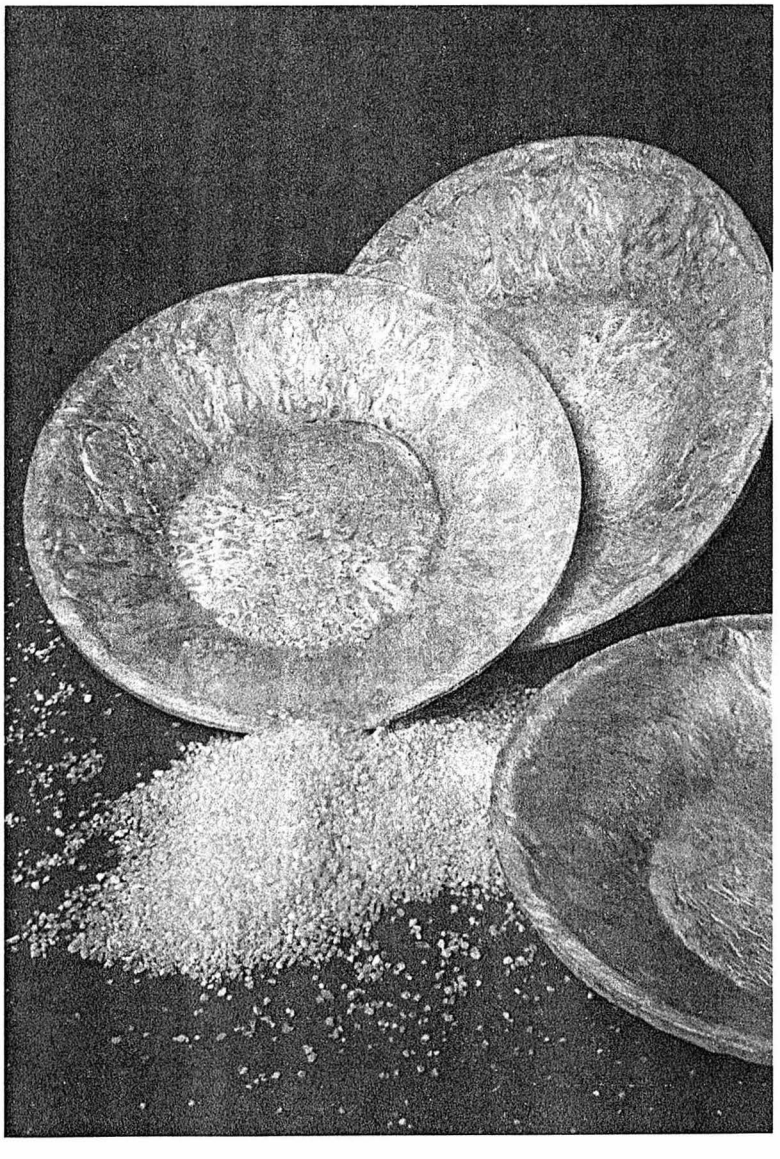
## V- COMPARAISON DES PROPRIETES MECANIQUES ENTRE LES BARQUETTES COMESTIBLES ET LES BARQUETTES EN POLYSTYRENE:

La différence entre "les barquettes en polystyrène" et ce nouveau type d'emballage se situe tant au plan des caractéristiques techniques (légèreté, effet barrière à l'humidité, stabilité à température ambiante, résistance, élasticité) et du prix que de leur caractère biodégradable. Nous signalons que c'est pour cette dernière raison que les deux catégories d'emballage ne rentrent pas en concurrence l'un vis à vis de l'autre, surtout que chacun est destiné à des applications différentes.

Selon des contacts avec des fabricants d'emballage en polystyrène, d'une part, et les mesures recueillies au cours de notre travail, d'autre part, nous avons pu regrouper les données suivantes:

| caractéristiques des barquettes | barquette en POLYSTYRENE | barquette à base de RIZ EXPANSE |
|---|---|---|
| épaisseur (mm) | 5,20 | 5,39 |
| densité (g/cm3) | 0,04 | 0,19 |
| résistance (N) | 16,00 | 32,60 |
| flexibilité (mm) | 10,00 | 1,23 |
| reprise d'humidité (1ml/g de produit) | 0,43 | 3,50 |
| prix de revient (F.F.) | 0,47 F/35 g | 0,15 F/35 g |
| | 0,084 F/6,20 g | |

REMARQUE: D'autres essais ont porté sur une nouvelle matière première: le manioc (tapioca) dont les résultats ne figurent pas dans ce mémoire. Les mêmes facteurs de pression (60 bars) et de température (240-270°C) ont été choisis, avec 2 valeurs d'humidité (14% et 18%).
Les observations visuelles montrent que cette matière se prête plus facilement que le riz à l'expansion; les barquettes obtenues sont complètes, régulières et homogènes.



Barquettes Comestibles à base de manioc (tapioca).

## CONCLUSION

L'étude de faisabilité de la fabrication "d'Emballage Comestible à Base de Produits Amylacés Expansés" a démaré par des essais préliminaires sur un matériel pilote.

Bien que ce dernier ne soit pas totalement au point, - ce qui nous a empêché d'obtenir une bonne répétabilité dans les essais (en raison surtout de la dégradation rapide du joint réalisant l'étanchéité entre les moules), les résultats obtenus restent encourageants.

En comparaison avec les barquettes en polystyrène classiques, les barquettes comestibles sont deux fois plus résistantes aux chocs (Test à la cassure), mais elles sont dix fois moins souples; ceci est dû en partie à la plasticité différente des matières premières utilisées.

Le prototype de fabrication devrait être remplacé, pour la suite de cette étude, par un équipement plus performant, permettant notamment une meilleure étanchéité entre moule supérieur et moule inférieur.

Le travail se poursuivra aussi sur la possibilité d'améliorer leur souplesse par adjonction de plastifiants (tels que le sorbitol ou les pentosanes à tester).

D'autre part, la suite de l'étude visera à améliorer les propriétés d'emballages de ces contenants alimentaires pour éviter qu'ils ne se détrempent au contact de l'aliment qu'ils contiennent, dont l'activité de l'eau est souvent importante.
Les méthodes suivantes seront envisagées:

-enrobage des barquettes avec des films comestibles barrières à l'eau.
-enrobage des barquettes avec une couche de paraffine qui n'absorbe pas l'eau.
-utilisation de suremballages de type films plastiques légers,peu volumineux et possédant des propriétés barrières à l'eau et aux gaz.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES:


1- ANDRE, M. : New Products Made bu Extrusion-Cooking.
IAA- vol.87, N°. 9/10, p. 1131-40, 23 réf., 1970.

2- BADIN A.: Etude d'un Procédé de Fabrication de Flocons d'Igname.
Mémoire de fin d'études - 43 réf., p. 8-11, 1991.

3- BHATTACHARYA et CHINNASWAMY: Studies on Expansed - Rice Optimum Processing Conditions.
Journal of Food Science- vol.48, N°.6, p.1604-1608, 13 réf., 1983.

4-BHATTACHARYA et CHINNASWAMY: Pressure - Parboiled Rice: A New Base for Making Expansed Rice.
Journal of Food Science and Technology- vol.23, N°.1, p.14-19, 8 réf., 1986.

5-BHATTACHARYA *et al.*: Studies on Puffed Rice: I-Effect of Processing Conditions, 1986.

6- BLENFORD *et al.*: Expansed Snacks from The Far East.
p.23-27; 1979.

7- BOURGEOIS C.: Les Amidons dans Les Produits Alimentaires, 11pages.

8- CHANDRASEKHAR *et al.*: Studies on Microstructural changes of Parboiled and Puffed Rice.
Journal of Food Processing and Preservation- vol.14, N°.1, p.27-37, 7 réf., 1990.

9-CHINNASWAMY et HANNA: Optimum Extrusion - Cooking Conditions for Maximum Expansion of Corn Starch.
Journal of Food Science- vol.53, N°.3, p.834-836, 1988.

10- CONSUELO M. P. *et al.*: Varietal Differences in Properties of Extrusion-Cooked Rice-Flour.
Food Chemistry: vol.19, p.173-187, 30 réf., 1986.

11- GAINES: C.S. Instrumental Measurment of The Hardness of Cookies and Crakers.
Ceareal Foods World- vol.36, N°.12, 25 réf., 1991.

12- GONTARD N.: Films et Enrobages Comestibles: étude et amélioration des propriétés filmogènes du gluten.
Thèse, 1991.

13- GOODMAN et RAO: Amylose Content and Puffed Volume of Gelatinised Rice.
Journal of Food science: p.1204, vol.49, 10réf., 1984.

14- GRAHAM *et al.* Scarification and Puffing Effect on The Cooking Qualities of Peeled Wheats.
Food Technology- vol.23,256; p.122-124, 3 réf.

15- GREBAUT J.: Cuisson - Extrusion des Produits Céréaliers.
Conférence présentée aux journées techniques, 1983, p.7-12.

16- GUY et ALISON: Cereals Extrusion Cooking Processes: A Comparison of Raw Materials Derived from Wheat, Maïze and Rice, 35th Technology Conference- 13 pages, 5 réf., 1988.

17- HSIEH *et al.*: Pretreating Dent Corn Grits for Puffing in a Rice Cake Machine.
Journal of Food Science, vol. 55, N°. 5, p.1345-48, 1355, 29 réf., 1990.

18- HSIEH *et al.*: Effects of $a_w$ on The Textural Characteristics of Puffed Rice Cake Machine- 3 pages, 3 fig., 1989.

19- HSIEH *et al.*: Puffing of Rice Cakes as influenced by Tempering and Heating Conditions.
Journal of Food Science, vol.54, N°.5, p.1310, 3pages, 13 réf., 1989.

20- KATZ et LABUZA: Effect of Water Activity on The Sensory Crispness and Mechanical Deformation of Snack Food Product.
Journal of Food Science- vol.46, 403-409, 30réf., 1981.

21- LAUNAY et LISCH: Extrusion Cooking Technology / Twin-Screw Extrusion Cooking of Starches, p.51-73 (12 réf.), p.159-178 (25 réf.).

22- LINKO *et al.*: The Effects of Acid and Alkali on Wheat Starch Extrusion Cooking.
Lebensm-wiss.U.- Technology, 18, 52-59, 33 réf., 1985.

23- MAGA et FAPOJUWO: The Effect of Hydrocolloids on Some Physical Properties of Extruded Corn Grits. International Journal of Food Science and Technology, 23, p.49-56, 9 réf., 1988.

24- MERCIER *et al.:* Extrusion Cooking, ch.9, p.247-309, 1983.

25- MERCIER *et al.*: Phisico-Chemical Modifications of Manioc Starch by Twin-Screw Extrusion Cooking, 15 réf., p.647-650, 3réf.,1983.

26- MERCIER *et al.*: Formation of Amylose- Lipid Complexes by Twin-Screw Extrusion Cooking of Manioc Starch- Cereal Chemistry- Vol.57, N°.1, p.4-8, 1980.

27- MESTRES C.: Thèse de Doctorat: Gélification d'Amidons de Maïs Modifiés Thermiquement: Application à la fabrication de pâtes alimentaires sans gluten - 1986.

28- MILLER: Low Moisture Extrusion: Effects of Cooking Moisture on Product Characteristics.
Journal of Food Science- p.249- vol.50, 14 réf., 1985.

29-MOUQUET C.: Les Emballages Rigides Biodégradables: étude bibliographique., 18 pages, 4 annexes, 22 réf., CEEMAT, 1991.

30-ROUAU X.:Les Polysaccharides Pariétaux Du Grain de Blé/Hémicelluloses et Pentosanes. 36 réf., 1990.

31- Les Cahiers de L'ENS-BANA - J.88, N°.6, 268 pages-
*1- p.157-171: Les Propriétés Fonctionnelles: Pectine et Amidon- COLONNA et THIBAULT.
*2- p.243-254, 38 réf.: Cuisson-Extrusion des Matières Amylacées- COLONNA, TAYEB et DELLAVALLE.

32- Colloques INRA, (87): Cuisson - Extrusion, p.189-195;, vol.41, 1986.

33- Revue RIA. - p.38, N°.448- Sept.-Oct. 1990.

34- ENSIA/SIARC.: Biochimie Module (03). Glucides et Polyosides. 1989.

35- H. ANDRIANAINARIVELO: Rapport d'Avant - Projet: Mise au point de barquettes biodégradables à base de céréales expansées. (CIRAD-SAR).
Institut des Sciences de l'Ingénieur. 1992.

# RESUME

Les nouvelles "voies de valorisation" des produits agricoles céréaliers visent à :

-répondre à la demande écologique en diminuant le volume de déchets d'emballages non biodégradables.
-réduire l'exploitation des matériaux fossiles
-créer un nouveau débouché pour ces ressources agricoles.

C'est dans ce cadre que "La Mise au Point de Barquettes Biodégradables à Base de Produits Amylacés Expansés" s'est développée au CIRAD-SAR/Montpellier.

Les activités menées dans ce domaine sont très récentes et plusieurs brevets ont été pris.

Cependant, à l'heure actuelle, peu d'emballages de ce type sont commercialisés.

Le procédé de fabrication de ces barquettes se base sur la capacité de l'amidon à s'expanser, sous l'effet de fortes pressions et des températures élevées.

En raison de ses particularités qui le prêtent bien à l'expansion, le riz a été choisi comme matière première.

Suite aux premiers essais réalisés, la pression a été fixée à 60 bars et le couple de température, à 240/270°C. L'humidité du riz permettant d'obtenir les meilleurs résultats est de 18%.

D'autres essais ont débuté sur la plastification afin d'augmenter la souplesse des barquettes.

La multiplicité des essais a permis de définir quelques propriétés caractérisant ces barquettes en riz soufflé en comparaison avec les barquettes en polystyrène dont les propriétés (comme la résistance mécanique et la résistance à l'humidité) nous servent de témoin.

Mais, il était difficile d'obtenir une bonne répétabilité dans les essais, suite au manque de fiabilité au prototype que nous avons utilisé.

La conception d'un nouveau prototype est donc envisagée, avec nottamment une amélioration de l'étanchéité des moules.

Les perspectives du travail visent à:

-améliorer la souplesse des barquettes par addition de divers agents plastifiants.
-augmenter la résistance à l'humidité par enrobage des barquettes à l'aide de films comestibles ou de paraffine.

ANNEXE I

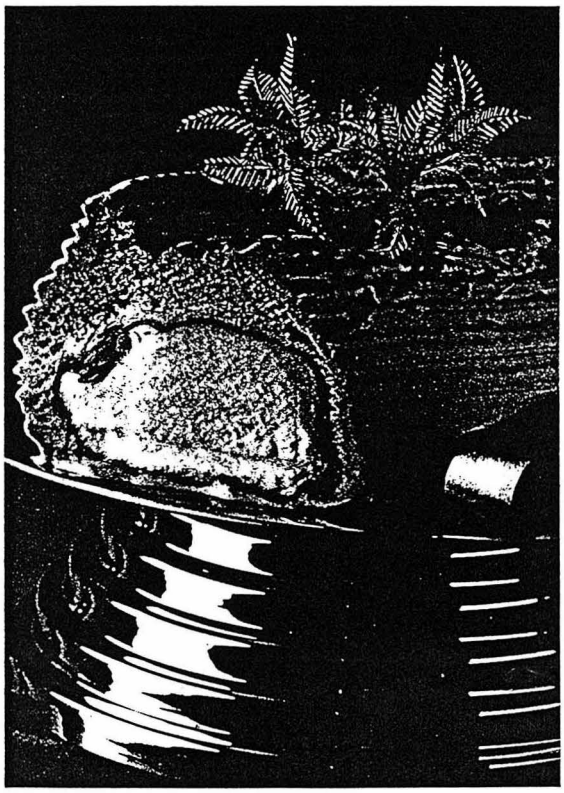
# Les emballages à consommer

*Un emballage sous la forme d'un film, d'un enrobage ou d'une couche mince protectrice est qualifié de comestible lorsqu'il fait partie intégrante de l'aliment et est consommé comme tel. Cette double fonction – d'emballage et d'ingrédient – offre des avantages, en particulier pour la maîtrise de la qualité et de la stabilité de nombreux aliments.*

Pelliculage des fruits à la paraffine ou à la cire, utilisation d'une couche barrière à base de cacao pour éviter le détrempage du cornet dans les cônes de crèmes glacées, microconditionnement de poudres dans des capsules de gélatine ou « croûtage » de cacahuètes pour réduire l'oxydation des matières grasses et permettre un stockage en vrac... Les possibilités d'utilisation de films alimentaires – ou films comestibles – sont nombreuses et presque toujours d'application spécifique. Que peut rechercher l'industriel ? Le plus souvent une diminution des transferts d'eau du milieu extérieur vers l'aliment, entre les compartiments d'un aliment hétérogène ou entre les divers constituants d'un mélange. Comment éviter, en effet, les transferts d'eau entre plusieurs fruits secs – d'activité de l'eau non identique – dans un mélange pour apéritif ou dans un petit déjeuner du type muesli ?

Comment empêcher le passage de l'eau contenu dans une garniture de fruits vers la pâte d'une tarte (d'une pizza ou d'un biscuit) avec les conséquences d'ordre mécanique qui s'en suivent (croustillance, solidité) ? Comment bloquer les migrations d'eau qui peuvent se produire lors de l'entreposage en chambre froide de produits congelés en IQF (individual quick freezing), avec pour conséquence une prise en masse préjudiciable (cubes de fruits, pellets de légumes etc.) ? Une approche, pour freiner ces échanges hydriques, consiste à utiliser une couche barrière comestible (par exemple, une couche mince de matière grasse) aux interfaces et/ou à la périphérie des compartiments ou des éléments en mélange. Les enrobages sucrés sont utilisés à cet effet depuis fort longtemps en confiserie et plus particulièrement pour la dragéification (enrobage par turbinage de saccharose). Certains hydrocolloïdes (gommes végétales et microbiennes, amidons, celluloses etc.) peuvent trouver des applications particulières : alginates pour la protection de viandes ou de poissons frais ou surgelés ; films de pullulanes utilisés au Japon ; enrobages à base de dextrane pour limiter la déshydratation superficielle de crevettes, de viandes, de fruits séchés, de fromages etc. Mais, en raison de la nature hydrophyle de ces polymères, ils sont en général peu résistants à l'eau et leurs propriétés barrières à l'humidité sont médiocres, surtout aux fortes humidités relatives. Ils sont, de fait, plus souvent utilisés comme barrière aux huiles et matières grasses ou comme barrière aux gaz (oxydation), deuxième grand axe d'utilisation des films comestibles.

***Des films comestibles, par exemple, comme couche barrière entre 2 compartiments d'un aliment hétérogène.***



## Ralentir le rancissement

Citons l'utilisation de films d'amidons riches en amylose ou de dérivés hydroxypropyl d'amylose pour le ralentissement de la vitesse de rancissement de confiseries ou de fruits secs, l'enrobage à base de destrines pour la réduction des détériorations de la couleur et de la texture de tranches de pommes, d'abricots ou d'amandes...

RIA-N°. 417; p.35, Fév. 89.

*Des films comestibles, par exemple, comme couches barrière entre 2 compartiments d'un aliment hétérogène.*

De fait, un grand nombre de substances peuvent être utilisées comme agents barrière, à l'eau ou à l'oxygène, mais également aux solutés (comment éviter des transferts de pigments d'une noix au fromage qui le contient, d'une cerise au cake...), aux matières grasses (comment éviter une trop importante pénétration d'huile dans des aliments destinés à être frits ou séchés par friture, comme la chips de pomme de terre, de banane ou d'oignon).

Ainsi, un grand nombre de composés lipidiques (huiles, acétoglycérides, cires naturelles ou agents tensioactifs...) ont été utilisés pour la réalisation de films ou d'enrobages comestibles. Ils sont employés essentiellement en raison de leurs excellentes propriétés barrières à l'humidité, soit en couche protectrice superficielle, soit en couche barrière entre deux compartiments d'un aliment hétérogène. Ils peuvent également remplir d'autres fonctions telles que supports d'additifs liposolubles, agents de protection contre l'abrasion de surface ou l'échaudure des fruits lors du transport ou de l'entreposage, protection contre la croissance microbienne de surface, l'oxydation etc. Citons l'utilisation de matières grasses solides comme agent protecteur de viandes (confis), de cires (fromages, fruits et légumes frais ou séchés...) comme agent barrière aux gaz et à l'humidité, comme améliorant de surface et de présentation de certains aliments (lustrage des confiseries, par exemple). Inconvénients : des problèmes de stabilité (notamment vis-à-vis de l'oxydation), de texture (films cassants, fragiles, au toucher graisseux) et organoleptique (« goût de cire », de « bougie »). En outre, ces substances sont difficiles à appliquer de manière homogène et avec une épaisseur constante.

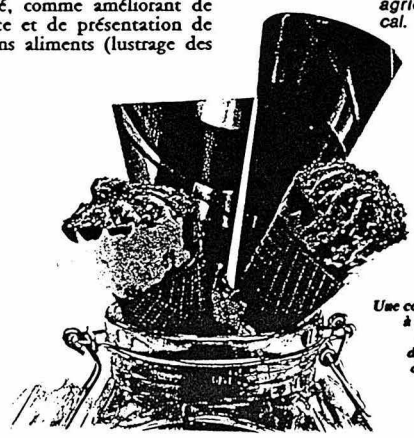
Des films et enrobages à base de protéines sont également utilisables. Les enveloppes de collagène sont utilisées depuis longtemps pour la fabrication des saucisses et saucissons. La zéine du maïs trouve des applications dans la protection de fruits et de divers aliments portions congelés ou à humidité intermédiaire. Les films de soja, obtenus par séchage à l'air de la « peau » de nature lipoprotéique formée au cours de l'ébullition du lait de soja, sont des aliments traditionnels en Asie. Ils sont utilisés comme emballage ou ingrédients alimentaires.

## Problèmes technologiques

Enfin, à l'instar des matériaux plastiques, des films et enrobages composites ont été créés de façon à tirer partie des propriétés fonctionnelles complémentaires des différents types de matériaux filmogènes comestibles et de limiter les inconvénients propres à chacun d'eux. La plupart d'entre eux associent un composé lipidique (transfert d'eau) et une matrice structurelle à base d'hydrocollides.

Stéphane Guilbert et son équipe du Laboratoire de technologie agro-alimentaire du Ceemat à

*(1) Centre d'études et d'expérimentation du machinisme agricole tropical.*



*Une couche barrière à base de cacao pour éviter le détrempage du cornet... et les accidents.*

Montpellier (1) travaillent depuis plusieurs années déjà sur les films alimentaires et spécialement sur leurs propriétés barrières. L'ouvrage « l'emballage des denrées alimentaires » (voir article suivant) développe largement dans un chapitre particulier dont S. Guilbert est co-auteur, l'aspect films et enrobages comestibles que cet article évoque. Spécialiste de tous les problèmes liés à l'activité de l'eau dans les produits alimentaires, il a beaucoup travaillé sur la mise au point de fruits semi-confis et devrait prochainement démarrer un programme complémentaire de recherche pour l'utilisation de ces films alimentaires dans la fabrication des fruits à humidité intermédiaire. Il le dit lui-même : « à produit alimentaire particulier, film comestible particulier ». En effet, en raison des performances limitées de ces « emballages » comestibles, il est souvent nécessaire d'en limiter l'usage à une application principale choisie en fonction de la nature de l'aliment et de son premier mode de détérioration : limitation des transferts d'eau ou du développement microbien de surface, réduction de l'oxydation, support d'arôme, amélioration de l'aspect, facilité d'emploi etc. En effet, les films qui possèdent les meilleures propriétés barrières aux gaz, à la vapeur d'eau ou aux solutés, sont souvent ceux qui posent le plus de problèmes d'ordre technologique et organoleptique. En outre, leur mise en œuvre est d'autant plus difficile que l'activité de l'eau de l'aliment et son environnement est importante... Bref, la recherche dans le domaine des emballages alimentaire a encore un bel avenir. ■

J.M.

# Quelques films commerciaux

« Edisol-M » et « Methocel » sont des films d'hydroxypropylméthyl cellulose. Ils sont solubles dans l'eau dans un intervalle de température de 0 à 55°C. Ils possèdent de bonnes propriétés mécaniques (élongation de 65 %, flexibilité, etc...). Ils possèdent de bonnes propriétés barrières aux graisses et huiles.

« Klucel » (type F) est un film d'hydroxypropyl cellulose utilisé comme vernis alimentaire barrière à l'oxygène et aux matières grasses, etc... Il est également utilisé pour l'encapsulation ou la micro-encapsulation. Il est soluble dans l'eau au-dessous de 38° C et dans la plupart des solvants organiques. Il possède de bonnes propriétés mécaniques, peut être soudé facilement à des températures entre 210 et 249° C, est transparent et stable. Ses propriétés barrières aux gaz sont assez bonnes. Les propriétés barrières à l'humidité sont très mauvaises, mais le film n'est pas collant même aux fortes humidités relatives. C'est une bonne barrière aux graisses et huiles.

« Klucel » est compatible avec beaucoup de composés à haut poids moléculaire, tels que des cires, des matières grasses ou des gommes naturelles. Il peut ainsi être utilisé pour modifier les propriétés d'autres matériaux filmogènes tels que la zéine, les amidons et dérivés, les gommes ou le « shellac » (un exudat cireux d'insectes utilisé comme vernis en confiserie). « Klucel » est soluble dans les cires et les acétoglycérides à chaud. Tout comme les films d'HPMC (« Edisol-M » et « Methocel »), il se comporte comme une résine thermoplastique et des films indépendants peuvent être préparés par les techniques utilisées

## Préparations filmogènes de pullulan

« Ediflex » est un matériau filmogène à base d'amidon modifié et de glycérol. Le film peut être extrudé et est complètement soluble dans l'eau chaude (55° C). Il gonfle aux humidités relatives élevées, est relativement flexible et peut être étiré jusqu'à plus 10 % de sa taille initiale. C'est une bonne barrière à l'oxygène, au gaz carbonique, à l'azote et aux matières grasses.

« Ediflex » est stable, peut être imprimé, soudé (à 105-120° C), et utilisé avec la plupart des équipements industriels. Plusieurs autres films d'amidons tels que « Capsul » ou « Purity Gum 59 » (utilisés en remplacement de la gomme arabique pour les enrobages de confiserie), et de dextrines tels que « Crystal Gum », sont également disponibles sur le marché.

« Obolate » est un produit japonais à base d'amidon de riz et de gomme végétale. Un film mince peut être obtenu par séchage d'une suspension aqueuse sur séchoir tambour. Aux faibles humidités relatives, le film est cassant.

« Flavor Tex » est un film préparé à partir d'une dispersion aqueuse d'un alginate soluble dans l'eau (alginate 5 %, sirop de glucose 40 %, eau). Un mélange d'acacia et de gélatine, soluble à l'eau et qui présente la particularité d'adhérer sur toutes les surfaces grasses. Conséquences : un effet protecteur contre l'oxydation, les ultra-violets, l'eau, etc.

gomme d'acacia et de gélatine, soluble à l'eau et qui présente la particularité d'adhérer sur toutes les surfaces grasses. Conséquences : un effet protecteur contre l'oxydation, les ultra-violets, l'eau, etc.

tel que la CMC et un agent de pontage (cacl2 ou lactate de calcium) doit être appliqué dans un second temps pour obtenir un film continu. « Dairiloid Q » et « Kelmar » sont aussi des films à base d'alginates.

Des préparations filmogènes de pullulan sont couramment disponibles au Japon et viennent d'être introduites récemment en Europe et aux USA sous le nom de « Opadry type F ». « Opadry » est soluble dans l'eau et insoluble dans les solvants organiques. Ce film est utilisable jusqu'à 70 % d'humidité relative. C'est une bonne barrière aux gaz et aux matières grasses. Il est disponible sous forme de film préformé éventuellement additionné d'un édulcorant, d'un colorant, d'arômes ou d'aromates ou sous forme de préparation en poudre à dissoudre dans l'eau et à appliquer par pulvérisation ou turbinage.

« Myvacet » est composé de monoglycérides acétylés. Les enrobages de « Myvacet » sont transparents et flexibles, possèdent de bonnes propriétés barrières à l'humidité et peuvent être appliqués par trempage, technique du film tombant ou pulvérisation.

Le « Cétodan » est un acétoglycéride utilisé comme émulfiant, mais également comme agent d'enrobage.

« Lepak » est composé de 60 % à 70 % d'acétoglycérides et de 30 à 40 % de buryrate acétate de cellulose (Clark, 1961, 1965).

« Dermatex » est à base d'acétoglycérides et de propinate de cellulose.

« Sta Krisp » est un enrobage de confiserie constitué d'un mélange de gommes avec un vernis final du type « shellac ».

Plusieurs poudres et solutions filmogènes à base de zéine sont disponibles aux USA. « Aqua pyléneglycol/eau qui, avantage notable, ne contient pas d'éthanol. La solution peut être appliquée par pulvérisation et donne des films ou enrobages sans goût, sans odeur, clairs et solides.

## Zéine, soja et coton

« Cozeen » est un mélange de zéine, d'huiles de soja et de coton partiellement hydrogénées, d'acétoglycérides, de glycérol, d'acide citrique, et d'antioxydants (BHA et BHT) dans un solvant eau/alcool. Les films sont solides, transparents, brillants et insolubles dans l'eau. Ils peuvent être appliqués par pulvérisation ou trempage. Ils protègent bien contre l'oxydation et constituent une bonne barrière aux graisses et huiles. Les propriétés barrières à l'humidité sont indiquées comme étant bonnes. « Alkozeen » est un produit similaire à « Cozeen » mais qui ne contient pas d'acétoglycérides. Ces produits à base de zéine ont été utilisés dans le cadre du programme spatial Apollo.

« Protocol » est un enrobage de gélatine et de glycérol auquel des gommes, des amidons ou des celluloses, peuvent être ajoutés.

Des préparations à base de sucroesters sont disponibles. Ainsi, « Pro-Long » est un mélange de sucroesters et d'un polyoside (CMC) □

*Extrait de « l'emballage des denrées alimentaires ». Coordinateurs : MM Bureau et Multon. Edition Lavoisier Tec et Doc. Chapitre : « les films et enroba-*

ANNEXE II

# PAS RAMOLLIS LES CONES !

Comment, dans un cône de crème glacée, retarder la migration de l'eau entre la crème et le biscuit du cône ? En particulier, comment éviter que le sucre, très hydrophile, n'absorbe l'eau et ne ramollisse le cône ? Une solution est proposée par des chercheurs en technologie alimentaire de l'Université de l'Orégon (Etats-Unis).

Il est possible d'interposer un film comestible constitué à 75 % de méthylcellulose et à 25 % d'acide palmitique. Dans ce cas, à -22-23°C, la migration de l'eau est nulle pendant quatre semaines et se produit à un taux très faible par la suite. A -35°C, les cônes restent croquants pendant environ douze semaines.

RIA-N°.448; p.38, Sept.90.

# ANNEXE III

## INITIATIVES INDUSTRIELLES DANS LE DOMAINE DES PLASTIQUES BIODÉGRADABLES

### BIOPOLYMERES

C'est **I.C.I.** (Imperial Chemical Industries, Royaume-Uni) qui est le premier industriel à avoir développé le ***PHB/V*** sous le nom de ***Biopol.***

Il en produit actuellement environ 300 tonnes par an et envisage d'augmenter sa production à plusieurs milliers de tonnes pour 1995 en ramenant le prix à 30-40 F/kg, ouvrant ainsi de nouvelles applications telles que les films agricoles, les emballages courants, les bouteilles et les fibres.

Outre des travaux visant à réduire les coûts de production par fermentation (substrats meilleurs marchés,...), il s'est associé, dans le cadre d'un programme Eclair, par l'intermédiaire de ICI-Biological Products et ICI-Seeds, aux universités de Hull (Royaume Uni), de Gand (Belgique), de Göttingen (Allemagne) pour développer la production de Biopol directement par des plantes cultivées génétiquement transformées.

De même, des chercheurs américains, ont isolé les gènes bactériens responsables de la synthèse du PHB/V et tentent de les transférer chez la pomme de terre et le maïs, travaux suscitant l'intérêt de Pioneer Hi-Bred.

### MÉLANGES AMIDON-POLYMERE

**Ferruzzi (Italie)**

Fertec, société de recherche du groupe, a mis au point une famille de produits, ***Mater-Bi***, composés d'amidon, de 60 à 75 %, et de polymères de synthèse d'origine pétrolière, hydrophiles et de bas poids moléculaire.

Il est revendiqué comme étant biodégradable sur des durées de un mois à un an (comparables à celles des papiers) en fonction de la teneur en amidon et de la nature des molécules synthétiques qui seraient biodégradables ou photodégradables (sans additif). Ces propriétés mécaniques varient en fonction des produits entre celles des polyéthylènes basse et haute densité ; il peut être soufflé, filmé, extrudé, moulé par injection et formé sous vide. Il est insoluble dans l'eau mais peut absorber jusqu'à 4 % de son poids d'eau. Les films obtenus sont opalescents.

Les principales applications visées sont :

- plastiques durs : assiettes et couverts jetables, stylos non rechargeables, rasoirs à usage unique, jouets,
- plastiques souples : sacs poubelle, sacs de sortie de caisse, paillages agricoles, couches bébé, sacs d'engrais

L'équipe envisage même des applications dans l'emballage alimentaire (ex.: présentoirs pour chocolats).

La production industrielle est réalisée par Novamont, filiale du groupe, et devrait atteindre 15 000 tonnes pour l'année 1991, avec un prix de vente autour de 30 F/kg. Elle devrait être portée à 60 000 tonnes en 1993, avec un prix qui pourrait être divisé par deux.

**Agri-Tech Industries et Northern Regional Research Center (Etats Unis)**

Ici, le matériau est obtenu par mélange d'amidon préalablement gélatinisé avec un copolymère hydrophile compatible, l'éthylène-acide acrylique. De l'ammoniaque et de l'urée sont employés lors de la gélatinisation afin de minimiser la quantité d'eau nécessaire. La teneur en eau du mélange est ensuite réduite à 10-15 % par des extrusions successives. Les films obtenus par extrusion-soufflage contiennent 40 % d'amidon et sont transparents et souples. L'étude de leur biodégradabilité est en cours.

L'application envisagé est le paillage agricole et les sacs poubelles.

**Prude University (Indiana, Etats Unis)**

Dans ce travail, un agent de compatibilité est synthétisé par le greffage de chaînes de polystyrène, polymère synthétique, sur de l'amidon. Le produit obtenu, amphiphile, sert ensuite à compatibiliser un mélange amidon-polystyrène. Cette méthode a aussi été appliquée à la réalisation de mélanges cellulose-polystyrène.

### AMIDONS THERMOPLASTIQUES

Le groupe **Warner-Lambert Company (Etats-Unis)** a développé un amidon thermoplastique de maïs appelé ***Novon*** qui peut subir toutes les transformations de la plasturgie.

Comestible et totalement biodégradable, il est surtout destiné à des emballages alimentaires à courte durée de vie (boîtes à oeufs, fast food), des applications dans le domaine de la santé (gélules ingestible, applicateurs de tampons hygiéniques), aux emballages non alimentaires (flocons de remplissage ou formes de protection) et aux paillages agricoles.

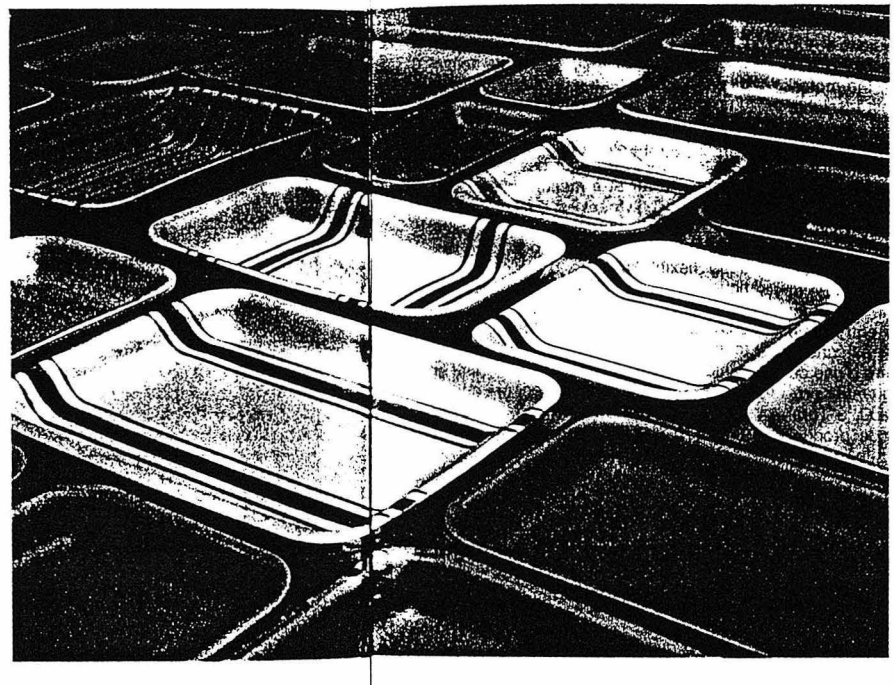
Une usine de 45000 tonnes/an de capacité, en cours de construction à Rockford dans l'Illinois, sera bientôt terminée pour produire le Novon commercialisé dès cette année, alors que se termineront les essais d'application et d'impact sur l'environnement. En outre, un nouveau centre de recherche et développement, incluant un pilote industriel, va être créer à Arlesheim en Suisse.

Des équipes allemandes et hollandaises étudient aussi cette transformation thermoplastique chez les amidons de blé et de pomme de terre suivant les procédures d'extrusion de l'industrie plastique. Les granulés de polymère fabriqués ont permis la réalisation d'échantillons avec une installation de moulage par injection.

## Le match recyclables/biodégradables est lancé

# LES BIODEGRADABLES ENCORE SUR LA TOUCHE

**Dans le contexte actuel de l'emballage et du conditionnement plastiques en IAA, le recyclage apparaît comme une solution pour améliorer l'image écologique de ce type de matériaux. Mais, à plus long terme, avec la création de nouveaux plastiques totalement biodégradables, la dégradation apparaîtra comme l'un des moyens les plus efficaces pour éliminer les monceaux de déchets qui polluent l'environnement.**



**Développer dans le même temps, la biodégradation, avec des matériaux à créer, à inventer, et le recyclage des matériaux existants, qui ont fait leur preuve...**

Le dernier salon de l'Emballage manquait curieusement d'exposants de plastiques biodégradables. Les colloques et congrès internationaux organisés à l'occasion du salon sont restés étrangement muets sur ce thème. Et il n'était partout question que de récupération et de recyclage. La biodégradabilité des plastiques avait pourtant fait grand bruit au cours de l'hiver 1989. Ce qui expliquait la décision de l'Apria de réunir en mai dernier, des spécialistes du problème. Ce colloque, fort instructif, a eu le grand mérite de montrer clairement que, pour le moment, il reste encore beaucoup de questions à résoudre pour commercialiser des plastiques réellement biodégradables à l'échelle des besoins en conditionnement et en emballage du secteur des IAA. Et qui plus est, des plastiques biodégradables garantissant l'hygiène des aliments conditionnés et la sécurité des consommateurs.

A l'évidence, la biodégradation des plastiques n'est pas encore au point. Mais le développement très rapide de l'usage des plastiques en IAA pose un problème immédiat tant aux fournisseurs de plastiques alimentaires qu'aux industriels utilisateurs. Face à la nécessité d'améliorer sans délais l'image écologique des plastiques aux yeux des consommateurs, les solutions préconisées sont la récupération sélective et le recyclage (voit RIA, n° 453, décembre 1990).

Faut-il pour autant abandonner la solution de la biodégradation ? Certainement non puisque, à terme, ce sera une des solutions les plus respectueuses de l'environnement. En effet, au bout d'un certain nombre de recyclages, les produits plastiques devront, en fin de course, être détruits de façon écologique. Ne serait-il pas temps d'envisager sérieusement la production de matériaux biodégradables qui ne poseront pas de problèmes au bout de leur durée de vie ? Les difficultés techniques ne manquent pas, les considérations économiques non plus. Les produits qui serviront à fabriquer les plastiques biodégradables devraient en majeure partie être à base de polymères naturels de type amidon ou cellulose (voir les encadrés). Ou encore, composés de polymères synthétisés à partir de molécules naturelles issues du métabolisme normal des cellules, comme l'acide lactique ou le PHB. Mais, dans l'état actuel des choses, que peut-on faire ? Y a-t-il des amorces de solutions réellement écologiques ?

Pour commencer, qu'est-ce qu'on entend par plastique biodégradable ? En toute rigueur, il devrait s'agir d'un matériau dont la dégradation, dans les décharges, aboutit en plusieurs étapes à la formation de gaz carbonique et d'eau. Et cela dans un laps de temps assez court, compris entre six mois et deux ans. De quoi dispose-t-on aujourd'hui comme plastiques qualifiés de biodégradables et commercialisés, par exemple aux Etats-Unis, par ADM ou Ampacet ? Il s'agit de mélanges constitués d'amidon (à raison de 5 à 20 %), de polymères synthétiques (Pe surtout) et d'additifs divers.

## RAIE DÉGRADATION OU SIMPLE FRAGMENTATION DE POLYMÈRES ?

La dégradation de l'amidon par les bactéries des décharges entraîne la dissociation du réseau de polymère. Avec l'aide de l'additif « prodégradant », les longues chaînes de Pe sont coupées en chaînes plus courtes. A partir de cette étape, le devenir de ces molécules est très mal connu. Les micro-organismes présents (bactéries et moisissures) possèdent rarement les enzymes aptes à catalyser la dégradation totale des chaînes courtes provenant du Pe. Les substances - ou certaines d'entre elles - formées par cette fragmentation sont-elles toxiques ? On ne le sait pas. Mais l'existence de molécules toxiques résultant de la photodégradation (oxydation par la lumière) incite à être prudent. Et à pousser plus loin l'analyse systématique des molécules de fragmentation obtenues par « biodégradation » des plastiques de synthèse. Quant aux micro-organismes qui interviennent dans les processus de dégradation en décharges, on a peu de connaissance sur leur nature et leur comportement.

Il semble ressortir de quelques travaux de recherche que les résidus de Pe après fragmentation sont assez polluants, parce que résistants assez longtemps et pouvant migrer dans les nappes phréatiques s'il y a lessivage des décharges. Les résidus de polyesters, de polystyrène orienté, de polyuréthanes seraient moins polluants. Mais peut-on vraiment parler à leur propos de plastiques plus ▶

## NOUVEAU : LE FILM D'AMIDON THERMOPLASTIQUE

**Warner-Lambert, grand groupe pharmaceutique américain, a déposé un brevet pour un plastique biodégradable composé à 95 % d'amidon de maïs. Le produit, baptisé Novon, présente les propriétés d'un polymère thermoplastique classique. Les propriétés plastiques de ce matériau reposent sur la présence d'eau dans l'amidon. Le mélange est chauffé sous une pression telle que l'eau reste dans l'amidon au lieu d'être évaporée. L'eau, jouant le rôle de plastifiant, permet d'abaisser la température dite de transition vitreuse du grain d'amidon à structure cristalline vers une structure amorphe. Cette transition peut alors se produire à une température inférieure à celle de la décomposition du grain d'amidon. Le mélange peut être traité par extrusion à des températures de140 à 170°C seulement. Pour obtenir un produit aux propriétés plastiques relativement stables, on ajoute des plastifiants organiques (glycérol, sorbitol) et des agents de texturation (dioxyde de titane, silice). Le Novon est revendiqué par ses inventeurs comme totalement biodégradable. Sous l'action des enzymes de l'amidon et de ses produits d'hydrolyse (dextrines, glucose), il se décompose finalement en eau et gaz carbonique. Il serait donc destiné à des emballages jetables à usage unique et à délais de conservation assez courts pour la pharmacie, la chirurgie, le paillage agricole. Pour l'agro-alimentaire, il manque au Novon tel qu'il est les garanties d'étanchéité aux micro-organismes exigées par la loi. Warner-Lambert a prévu de construire rapidement une usine spécialisée dans la fabrication du Novon. D'une part, les coûts de production de la tonne d'amidon sont inférieurs à ceux de la tonne de polyéthylène et c'est un matériau (indéfiniment) renouvelable ; d'autre part, la transformation de l'amidon thermoplastique en films ou en contenants rigides peut être effectuée sur les machines existantes. La commercialisation du Novon est prévue pour 1992.**

RIA- N°.455; p.40, Fév.91.



« écologiques » ? Dans les IAA, en tout cas, tous ces plastiques sont justement conçus pour résister aux attaques de l'eau, de la vapeur d'eau, de l'air, des microbes. La solution réside sans doute dans de nouveaux concepts de matériaux ayant les propriétés et les qualités des plastiques alimentaires actuellement sur le marché - y compris leur coût faible ou modéré - et, en même temps, susceptibles d'être biodégradés en CO2 et H2O.

## LA BIOTECHNOLOGIE À LA RESCOUSSE DES BIODÉGRADABLES

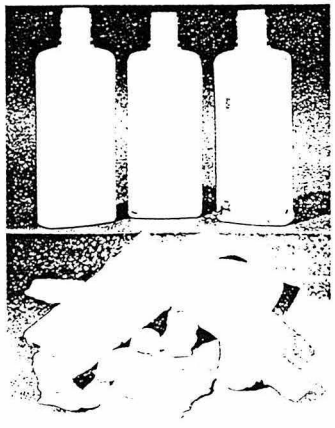
Le groupe ICI a mis au point un matériau plastique produit par biotechnologie, le Biopol. C'est un polyester thermoplastique qui peut être filé, moulé, extrudé, soufflé, et cela sur les machines existantes. La substance de base est le PHB (polyhydroxybutyrate). Produite de façon naturelle par des cellules de la bactérie Alcaligenes eutrophus, elle leur sert de réserve (comme l'amidon pour les grains de céréales).

Les bactéries sont cultivées dans des biofermenteurs. Le rendement de production de PHB dans ces cellules est très élevé : jusqu'à 75 % du poids sec des cellules.Le PHB est ensuite isolé et purifié. Proche du Pp par sa transparence, son point de fusion et sa température de transition vitreuse, il est plus cassant que le Pp. On peut remédier à ce défaut en faisant produire aux bactéries un produit proche du PHB, le PHV (polyhydroxyvalérate). Le mélange statistique PHBV est plus élastique et plus flexible que le PHB, mais son point de fusion est un peu plus bas.

Il va sans dire que si les bactéries Alcaligenes, qui sont très répandues dans toutes sortes de milieux, possèdent les enzymes permettant de synthétiser le PHB (et le PHV), elles ont aussi les enzymes permettant de les dégrader. Le Biopol est donc un plastique totalement biodégradable. Le seul problème, rédhibitoire en IAA, est son prix. La production par voie biotechnologique est - et restera longtemps - plus coûteuse que la synthèse chimique, la phase la plus délicate étant d'isoler le PHB du milieu de culture et des cellules. L'an dernier, le Biopol était proposé, en marché, à un prix allant de 50 à 150 F/kg. Par comparaison, le Pcv et le Pe sont vendus à moins de 10 F/kg et le Pet, considéré comme cher en IAA, à environ 10-12F/kg. Dans l'agro-alimentaire, biodégradabilité totale ne rime donc pas avec faisabilité.

Pour sa part, le Centre de recherche de Ferruzi, Fertec, a emprunté un autre chemin, en reprenant l'idée d'associer de l'amidon à un polymère de synthèse. Mais sur des bases tout à fait différentes. Tout d'abord, les grains d'amidon ne sont pas incorporés tels quels dans le produit. Ils sont au préalable gélatinisés, désintégrés de façon à former une pâte. Par ailleurs, le matériau plastique est composé de polymères hydrophiles, à molécules relativement petites (5 000 à 50 000 daltons). Le mélange forme une sorte d'alliage, constitué à plus de 50 % d'amidon et à environ 35 % d'un polymère hydrophile. Le reste est composé d'additifs naturels (glycérol, huiles végétales ?). Ce plastique ne contient ni produits prodégradants, ni ions métalliques. Selon les proportions des différents éléments, le Mater-Bi de Ferruzi est produit sous deux formes : souple ou rigide. Sa résistance à l'étirement, sa fluidité et son comportement rhéologique sont proches de ceux du Pebd. Il peut être thermoformé, soufflé, injecté, etc. Il est insoluble dans l'eau, froide ou chaude. Mais en présence d'eau, il gonfle et absorbe environ 4 % de son poids d'eau. Le Mater-Bi présente des propriétés barrières à l'oxygène satisfaisantes. Selon ses inventeurs, il pourrait être utilisé pour l'emballage alimentaire (sans précision).

L'aptitude à la biodégradation du Mater-Bi est intermédiaire entre celle du Pe et celle du papier. Malgré cette imperfection « écologique », Ferruzi entreprend la fabrication de ce plastique à l'échelle industrielle, par l'intermédiaire d'une de ses filiales, Novamont. La quantité produite a été de 5 000 en 1990, à Terni (Italie). Une seconde unité de production, installée sur le même site, devrait produire 7 000 t en 1991. Pour 1992, la production totale prévue est de 60 000 t (par comparaison, la consommation de Pvc en France pour les bouteilles d'eaux minérales est aux environs de 200 000.t/an). Pour le moment, le prix du Mater-Bi est encore prohibitif pour les produits courants en Iaa : autour de 30F/kg.



Un retour à la nature ?

## UN PLASTIQUE À BASE D'ACIDE LACTIQUE

Ferruzi a commencé à explorer une autre piste pour la fabrication de nouveaux plastiques. Il s'agirait de partir d'une molécule naturelle assez facile à obtenir, par voie chimique ou biologique. Cette molécule, c'est l'acide lactique, étape de dégradation normale des sucres simples : saccharose, maltose, lactose, fructose, glucose. L'acide lactique peut être polymérisé en acide polylactique.

Depuis quelques années, la firme hollandaise CCA-Biochem fabrique, à l'échelle d'un marché pilote, un polymère de l'acide lactique, qui se présente sous la forme d'un matériau rigide transparent. Non toxique, il sert pour des greffes osseuses. Au fur et à mesure que l'os se reforme, le polymère est biodégradé par les enzymes de l'organisme. Dans le cas de la production d'un film thermoplastique flexible à base d'acide polylactique, il est nécessaire d'ajouter une substance naturelle (non toxique) comme un glycolide ou une caprolactone, pour améliorer les propriétés mécaniques. Ce type de produit étant en phase de recherche, on a encore peu de données sur ses performances rhéologiques et barrières aux gaz. Mais une chose est sûre : c'est un plastique biodégradable d'un type inédit.

Les avantages pour l'environnement de matériaux plastiques tels que le Biopol, le mater-Bi ou l'acide polylactique sont multiples. En premier lieu, si l'on considère le bilan du CO2, il est plutôt favorable, car le CO2 dégagé par le produit biodégradé provient de l'atmosphère actuelle et non de réserves fossiles (sauf, en partie, pour le Mater-Bi). D'autre part, ces produits ne contiennent aucune substance nocive ou pouvant devenir toxique lors de la dégradation. Leur incinération ne pose pas de problèmes, ni non plus leur mise en décharge. Mais, dans la situation présente, ce type de matière plastique n'est pas encore opérationnel à l'échelle des besoins de l'industrie. Par ailleurs, pour les IAA, il faudra prouver par des tests rigoureux la qualité alimentaire de ces plastiques et la compétitivité de leurs performances mécaniques et barrières avec les plastiques multicouches très sophistiqués disponibles sur le marché.

Alors ? La solution est certainement de « marcher sur ses deux jambes » et de développer en même temps la biodégradation, avec des matériaux à créer, à inventer, et le recyclage des matériaux existants, qui ont fait leurs preuves et sont fiables en agro-alimentaire.

Pernette Langley-Danysz