Etude de la farine de coton par DSC :
IV – Etude de la réticulation
- Influence de la vitesse de chauffe

Fichier : C:/myfiles/word/coton/dsc/synthese4.doc

F. Bonfils
V. Vialettes
C. Marquié

Octobre 1999

A participé à la réalisation de ce travail :
- Marlène ROUCH – DUT Chimie (6/04/99 au 11/06/99),

Table des matières

I - Introduction. 3

II – Etude de la reticulation de farines par le glyoxal. 4

III – Influence de la teneur en glyoxal sur le comportement thermique des protéines (films préparés par « casting »). 6

IV – Etude du tourteau industriel de graine de coton. 7

V – Influence de la vitesse de chauffe sur le comportement thermique de la farine. 8

IV – Conclusion et perspectives. 10

V - Références. 11

Annexe 1 : Préparation des pâtes. 12

Annexe 2 : Procédure utilisée en DSC. 13

Annexe 3 : Ensemble des résultats obtenus pour l'étude réalisée sur la reticulation de pâtes par le glyoxal. 14

Annexe 4 : Ensemble des résultats obtenus pour l'étude réalisée sur la reticulation de films par le glyoxal. 15

Annexe 4 : Ensemble des résultats obtenus pour l'étude sur l'influence de la vitesse de chauffe. 17

I - INTRODUCTION.

Des études par DSC ont été réalisées au laboratoire afin de pouvoir étudier les réactions de réticulation des farines de graines de coton. En effet, cette technique est couramment utilisée pour évaluer la cinétique de réticulation de différents systèmes comme la vulcanisation des élastomères [1, 2], la réticulation des résines phénoliques ou époxy [3-5]. Toute réaction de réticulation se traduit, en règle générale, par un pic exothermique en DSC [6].

Les études précédentes [7-9], réalisées directement sur la farine ou sur des pâtes, avaient permis de mettre en évidence, sur les thermogrammes, l'existence de 3 pics et d'une transition indéterminée (figure 1). Le pic 1 n'est pas toujours visibles selon le type d'échantillon étudié. Parmi les trois pics observés, deux sont endothermiques et irréversibles : les pics 1 et 2 (figure 1). Ils sont donc très probablement liés à la dénaturation des protéines [9]. Le troisième pic (pic 3, figure 1), exothermique, est très certainement dû à la dégradation de la farine.

Dans ces études par DSC de la réticulation, nous nous sommes intéressés, dans un premier temps, à la mise en évidence d'un pic de réticulation lors de la réaction du glyoxal avec les protéines contenues dans la farine. En effet, toute réaction de réticulation entre les protéines et les dialdéhydes testés doit se traduire par un pic exothermique plus ou moins intense selon le rendement de la réaction. Dans un deuxième temps, nous avons étudié l'influence du taux de réticulation sur le comportement thermique, plus particulièrement les pics de dénaturation des protéines. Ceci a été réalisé sur des films préparés par « casting ».

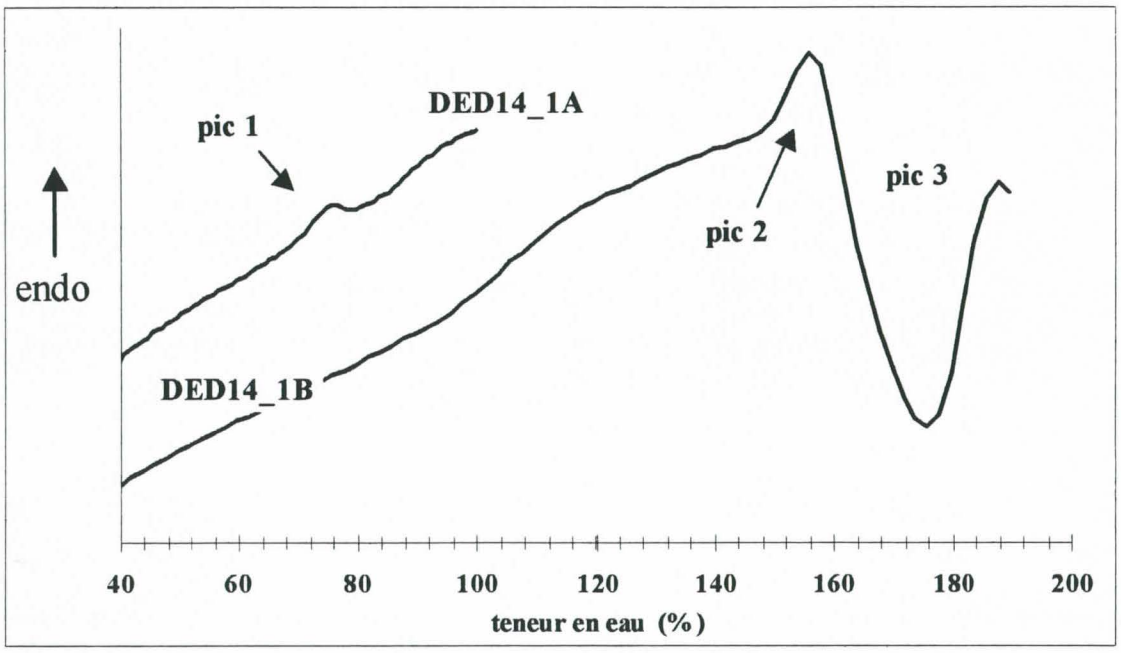

Figure 1 : Exemple de thermogrammes obtenus pour une farine glanded lipidée.

II – ETUDE DE LA RETICULATION DE FARINES PAR LE GLYOXAL.

Les études ont été réalisées sur des pâtes (farine glanded lipidée) à 15 % de teneur en eau initiale. Le glyoxal (solution aqueuse à 40 %) a été rajouté directement dans le mélangeur à différents taux (tableau I). La quantité de glyoxal varie de manière à couvrir la gamme Glyoxal / Lysine (G / L, mole / mole) de 0 à 7,5. Les différents échantillons renfermant des quantité variables de glyoxal ont été préparés de façon « dépendante ». En effet, la procédure suivante a été utilisée (annexe 1) :

- 150 grammes de farine ont été placés dans le mélangeur,
- de l'eau a été ajoutée pour avoir une teneur en eau de 15 %,
- 2,65 ml de la solution de glyoxal ont été ajoutés,
- environ 1 gramme de pâte a été prélevé pour analyse en DSC (G/L_{th} = 1,5),
- à nouveau 2,6 ml de la solution de glyoxal ont été ajoutés,
- environ 1 gramme de pâte a été prélevé pour analyse en DSC (G/L_{th} = 3),
- etc . . .

Les conditions utilisées pour les analyses en DSC, une seule rampe de 25°C à 160°C à raison de 10°C / min, sont détaillées en annexe 2 (PROCDSC3).

Etant donné que l'on ajoute le glyoxal en solution aqueuse, ceci a pour conséquence de modifier, à chaque ajout de glyoxal, la teneur en humidité de la pâte. Le déplacement du pic 2 vers les basses températures est donc en partie lié à l'augmentation de la teneur en eau (tableau I) [8, 9].

Quelle que soit la quantité de glyoxal, il n'apparaît pas sur les thermogrammes de pic exothermique évident caractéristique d'une réaction de réticulation (figure 2). En fait, l'augmentation de la quantité de glyoxal à pour conséquence une inflexion de la ligne de base vers 55°C de plus en plus prononcée. Il semblerait qu'il y ait un pic exothermique, mais sur une plage de température très large, pratiquement 100°C. On peut également remarquer que la surface du pic 2, et donc la variation d'enthalpie correspondante, diminue avec l'augmentation de la quantité de glyoxal (tableau I). Ceci ne peut être lié au problème opératoire mentionné précédemment, à savoir l'augmentation de la teneur en eau. En effet, l'augmentation de la teneur en eau a pour conséquence un accroissement de la ΔH, du moins dans la plage de teneur en eau pour laquelle les études ont été réalisées [9].

Tableau I : Evolution des T_p et ΔH en fonction du taux de réticulation pour des pâtes (farine glanded lipidée, BA550).

Echantillon	G / L (mole / mole) (1)	Teneur en eau (%)	T_{p1} (°C) (2)	ΔH_1 (J/g) (2)	T_{p2} (°C) (2)	ΔH_2 (J/g) (2)
DED88	0	14.5	63 (1.8)	0.74 (66)	138.7 (0.8)	5.64 (4.5)
DED89	1.5	15.4	59.8 (2.5)	0.55 (44)	133.4 (1)	4.09 (6)
DED90	3	17.2	55.8 (2)	0.27 (21)	127.3 (0.8)	3.98 (3.6)
DED91	4.5	19.8	Pas de pic		122.7 (2)	2.78 (6.9)
DED92	6	23.1	Pas de pic		119.5 (1.3)	1.66 (11)
DED93	7.5	27	Pas de pic		114.6 (0.4)	0.73 (11)

(1) G / L : rapport molaire glyoxal / lysine.
(2) Moyenne sur 3 répétitions, les valeurs données entre parenthèses correspondent à la dispersion sur 3 répétitions (Annexe 3).

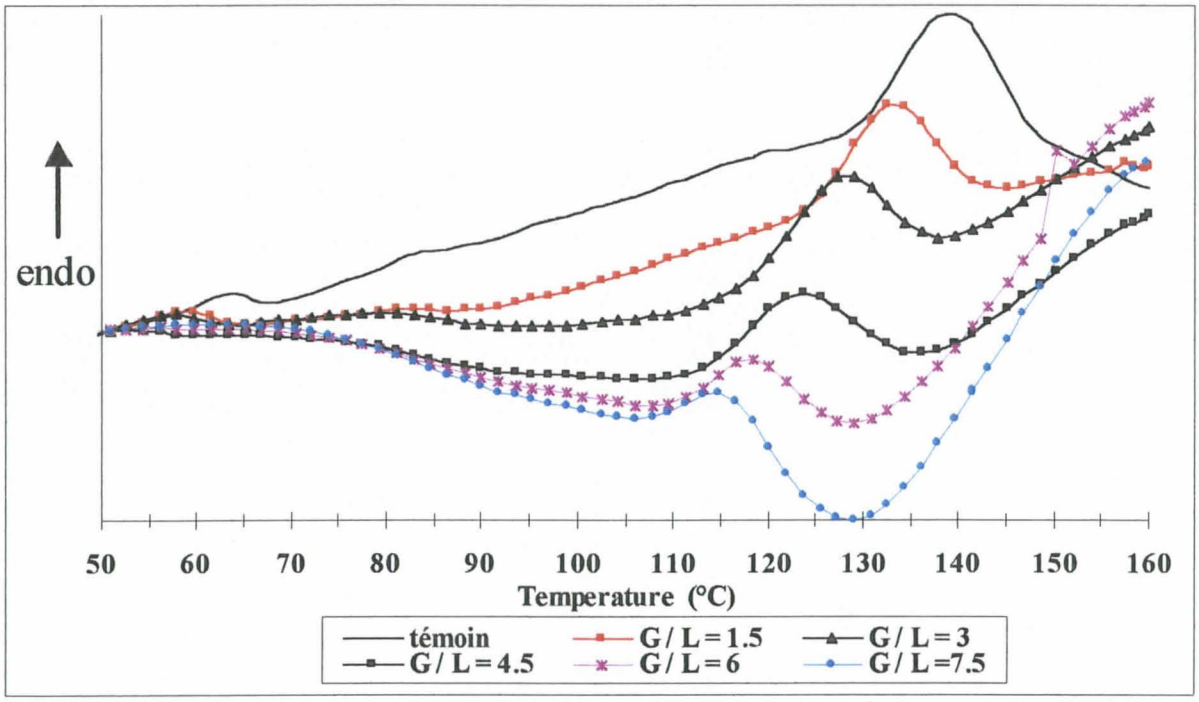

Figure 2 : Influence de la quantité de glyoxal sur le comportement thermique de pâtes (farine glanded lipidée).

III – INFLUENCE DE LA TENEUR EN GLYOXAL SUR LE COMPORTEMENT THERMIQUE DES PROTEINES (FILMS PREPARES PAR « CASTING »).

Les films ont été préparés par la méthode habituellement utilisée au laboratoire. La quantité de glyoxal varie de manière à couvrir la gamme Glyoxal / Lysine (G / L, mole / mole) de 0 à 7. Une moitié de chaque film a été stockée sur P_2O_5 et l'autre moitié à 65 % d'humidité avant analyse en DSC. Les conditions utilisées pour les analyses en DSC, deux rampes à raison de 10°C / min, sont détaillées en annexe 2 (PROCDSC1).

Quelle que soit la quantité de glyoxal, la température du pic 2, supposé lié à la dénaturation, n'évolue pas (tableau II). La différence observée pour un seul des taux G / L (tableau II) n'est pas significative car le pic 2 est largement « parasité » par le pic exothermique supposé lié à la réticulation, appelé « pic 4 » (figure 3). On peut également remarquer que l'augmentation de la réticulation dans le film a pour conséquence une diminution de la surface du pic 2 et donc de la ΔH_2 correspondant à la dénaturation (figure 3, tableau II). Toutefois, il est difficile d'interpréter quantitativement ce phénomène car le pic 4, qui semble débuter avant le pic 2, diminue artificiellement l'intensité du pic 2. Malgré tout, les résultats obtenus montrent que la réticulation a pour conséquence de stabiliser les protéines vis à vis de la dénaturation thermique.

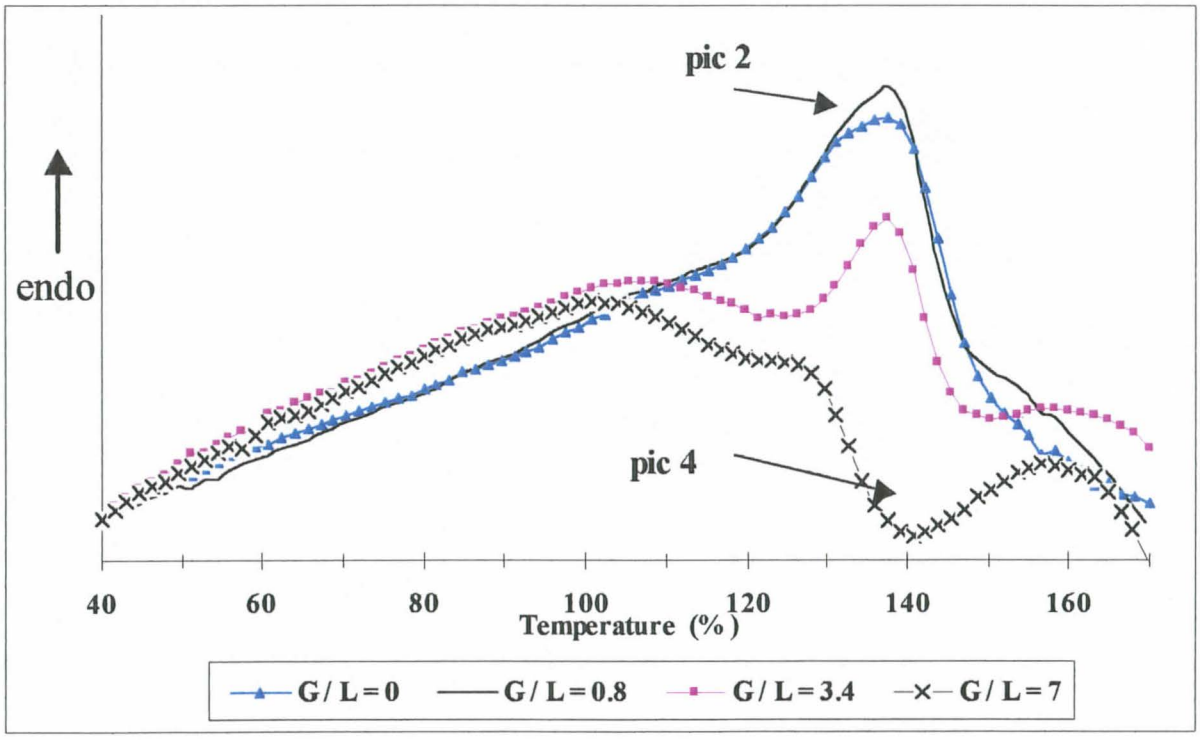

Figure 3 : Influence de la quantité de glyoxal sur le comportement thermique de films (farine glanded lipidée).

Tableau II : Evolution des T_p et ΔH en fonction du taux de réticulation pour des films (farine glanded lipidée).

Echantillon	Stockage	G / L (mole / mole) (1)	T_{p2} (°C) (2)	ΔH_2 (J/g) (2)	T_{p4} (°C) (2)	ΔH_4 (J/g) (2)
FILM43	P_2O_5	0	137 (1.3)	3.24 (8.5)	Pas de pic	
FILM44	P_2O_5	0.8	136.3 (0.7)	2.99 (13)	Pas de pic	
FILM45	P_2O_5	1.7	136.5 (1)	2.57 (29)	147.9 (2.1)	-0.64 (26)
FILM46	P_2O_5	3.4	136.2 (0.9)	1.38 (18)	147.7 (1.5)	-0.44 (50)
FILM47	P_2O_5	7	Pic peu défini		140.8 (0.9)	-1.94 (26)
FILM48	HR 65 %	0	129.4 (0.8)	4.67 (2.6)	Pas de pic	
FILM49	HR 65 %	0.8	129.4 (0.3)	4.05 (2.8)	Pas de pic	
FILM50	HR 65 %	1.7	128.1 (2.2)	3.7 (7.1)	143 (0.1)	-1.1 (27)
FILM51	HR 65 %	3.4	129.4 (0.9)	2.42 (26)	142.7 (1.7)	-1.76 (9)
FILM52	HR 65 %	7	116.7 (0.7)	0.47 (45)	138.1 (0.7)	-3.65 (20)

(3) G / L : rapport molaire glyoxal / lysine.

(4) Moyenne sur 3 répétitions, les valeurs données entre parenthèses correspondent à la dispersion sur 3 répétitions (Annexe 4).

IV – ETUDE DU TOURTEAU INDUSTRIEL DE GRAINE DE COTON.

Une analyse par DSC a été réalisée sur du tourteau industriel (PROCDSC3, annexe 2). Les résultats obtenus montrent que le tourteau industriel n'est pas dénaturé et présente lui aussi le pic 2 relatif à la rupture des ponts disulfures (figure 4).

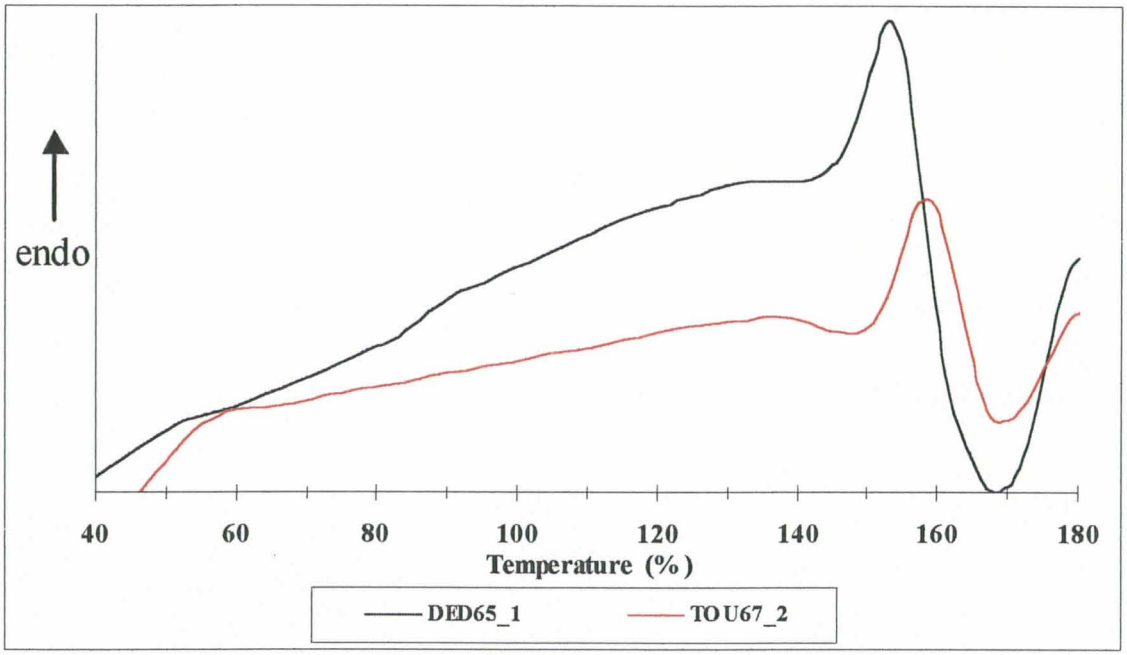

Figure 4 : Thermogrammes obtenus pour un tourteau industriel (TOU67) et une farine glanded lipidée (DED65) (1 rampe 25°C – 190°C à 10°C / min).

V – INFLUENCE DE LA VITESSE DE CHAUFFE SUR LE COMPORTEMENT THERMIQUE DE LA FARINE.

Dans cette étude, la même procédure DSC utilisée précédemment, 1seule rampe de 25°C à 180°C (PROCDSC3, annexe 2), a été employée, en faisant varier un seul paramètre : la vitesse de chauffe de la montée en température. Quatre vitesses ont été testées : 2°C / min, 5°C / min, 10°C / min et 15°C / min.

Il faut noter que Kempf *et al.* [6] avaient étudié ce facteur sur le gluten de blé. Pour eux, les meilleurs résultats (? ! ?) étaient obtenus pour 10°C / min.

Nos essais ont été réalisés sur une farine lipidée de graines glanded (HR : 8.35 %) et sur une farine lipidée de graines glandless (HR : 6.45 %).

Les résultats obtenus (figures 5 et 6) montrent qu'en modifiant la vitesse de chauffe, des différences très importantes apparaissent sur les thermogrammes. Le pic 2 absent à 2°C / min, devient de plus en plus intense en augmentant la vitesse de chauffe, ceci quelle que soit la farine utilisée (figure 5 et 6). Phénomène tout à fait logique car l'on mesure des mW, soit des mJ / s,

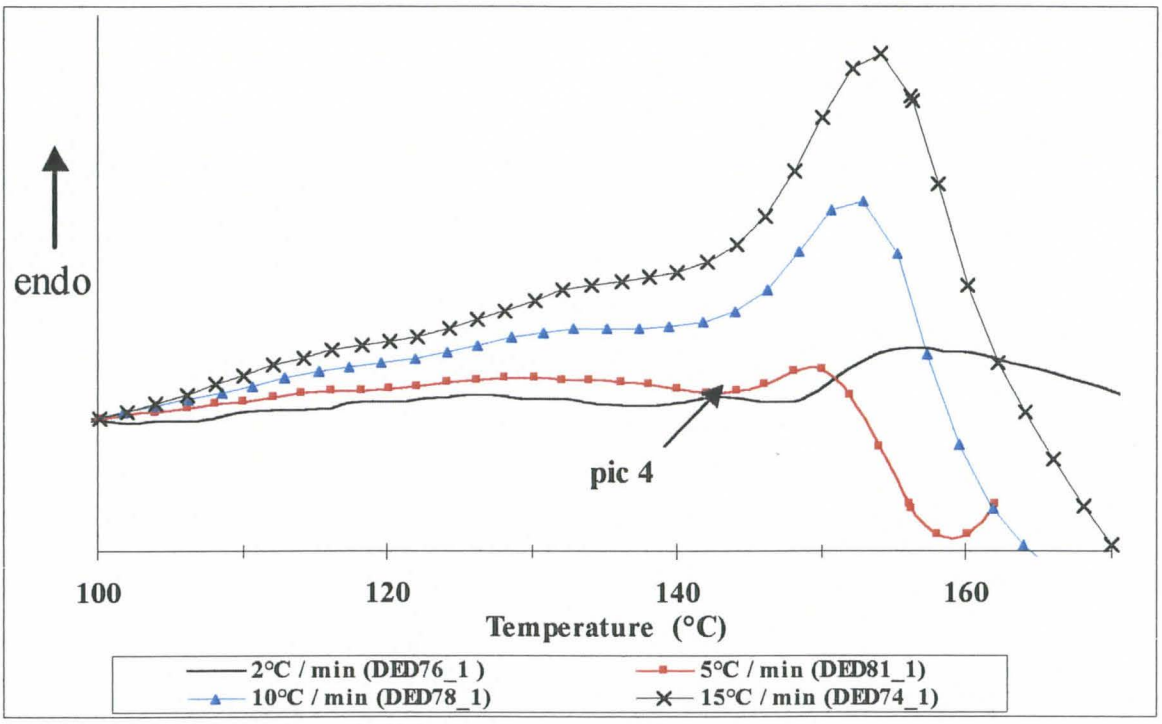

Figure 5 : Influence de la vitesse de chauffe sur le comportement thermique de farines glanded lipidées.

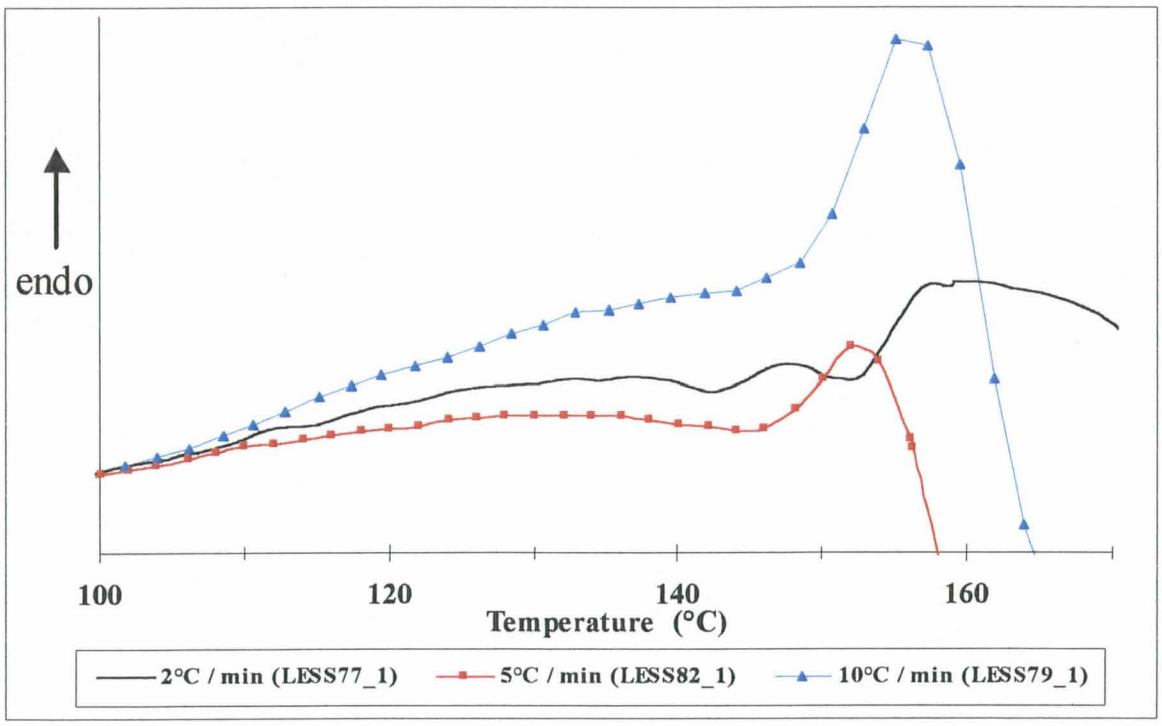

Figure 6 : Influence de la vitesse de chauffe sur le comportement thermique de farines glandless lipidées.

IV – CONCLUSION ET PERSPECTIVES.

Lors de l'étude de la réticulation sur des pâtes, on ne parvient pas à mettre en évidence de pic exothermique bien net relatif à la réaction du glyoxal avec les protéines. Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ceci.

- ☞ Le glyoxal a déjà réagit au cours de la phase de malaxage, il serait donc souhaitable de contrôler la température pendant cette phase.
- ☞ Il se produit une succession de réactions en chaîne entre le glyoxal et les protéines à partir de 70°C, et il n'y a donc pas de pic bien défini.

On notera que le point d'ébullition du glyoxal est de 50°C, on peut donc penser que le glutaraldéhyde (T_{eb} = 188°C) soit plus adapté pour continuer cette étude.

Les études de la réticulation réalisées sur films ont permis de montrer que la réticulation avait pour conséquence de stabiliser les protéines vis à vis de la dénaturation thermique.

En ce qui concerne l'influence de la vitesse de chauffe sur le comportement thermique, on confirme bien les résultats obtenus sur le gluten, à savoir qu'une montée en température de 10°C / min (préconisée par le fabricant de la DSC) donne un bon compromis entre sensibilité et résolution.

L'étude réalisée sur du tourteau industriel a permis de mettre en évidence la présence du pic supposé lié à la rupture des ponts di-sulfures dans du tourteau.

V - REFERENCES.

[1] S. H. Chough et D. H Chang, *J. Appl. Polym. Sci.* , 61, 449 (1996).

[2] D. W. Brazier et N. V. Schwartz, *Thermochimica Acta*, 39, 7 (1980).

[3] M. Ghaemy, M. H. Khandani, *Eur. Polym. J.* , 34, 477.

[4] BD Park, B Riedl, EW Hsu et J Shields, *Polymer*, 40, 1689 (1998).

[5] K. C. Cheng, K. C. Lia, W. Y. Chiu, *J. Appl. Polym. Sci.* , 71, 721 (1999).

[6] Norme ISO/DIS 11357-5, Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC). – Partie 5 (projet de norme).

[7] F. Bonfils, V. Vialettes, C. Marquié, Etude de la farine de coton par DSC : I - Influence de la teneur en eau et de la granulométrie, rapport interne CA (1999).

[8] F. Bonfils, V. Vialettes, C. Marquié, Etude de la farine de coton par DSC : II - Influence de la teneur en eau et de la quantité de lipides dans des pâtes, rapport interne CA (1999).

[9] F. Bonfils, V. Vialettes, C. Marquié, Etude de la farine de coton par DSC : III – Influence de la teneur en eau et des lipides sur des farines et des pâtes - Influence de la vitesse de chauffe, rapport interne CA (1999).

ANNEXE 1 : PREPARATION DES PATES.

Farine BA 550 lipidée

Le taux de lysine de la farine a été déterminé : 1,193 g / 100g de matière séche.

6 taux de glyoxal compris entre 0 et 7.5 de rapport molaire : Glyoxal / Lysine (G / L).

Préparation des pâtes.

1) Déterminer l'humidité de la farine avant de commencer la fabrication de la pâte,

2) Mettre la farine dans le malaxeur et ajouter la quantité d'eau souhaitée pour obtenir une pâte à 15 % d'humidité (tenir compte de la teneur en humidité initiale de la farine),

3) Malaxer la farine pendant 10 minutes précises puis prélever environ 2 g de cette pâte pour déterminer la teneur en humidité et pour préparer 3 capsules pour la DSC ;

4) Ajouter le volume de glyoxal souhaité et malaxer à nouveau la farine pendant 10 min, puis prélever 2 g de cette pâte pour préparer 3 capsules pour la DSC,

5) Recommencer ensuite la même opération **4)** jusqu'au rapport G / L de 7.5.

ANNEXE 2 : PROCEDURE UTILISEE EN DSC.

PROCDSC1 :

L'appareillage utilisé est la DSC-7 de Perkin Elmer.

1) Chaque matin la stabilité de la ligne de base est vérifiée.
2) On procède à un tirage aléatoire pour l'ordre de passage de chaque échantillon.
3) Peser précisément environ 15 mg de farine dans la capsule DSC, celle-ci est ensuite scellée.
4) Placer la capsule DSC dans la four échantillon, le four référence renferme une capsule vide, et réaliser une première rampe de 25°C à 100°C à raison de 10°C/min (indice "A" dans le nom de l'échantillon).On laisse le four revenir à 25°C et on réalise une deuxième rampe de 25°C à 190°C (ou 160°C) à raison de 10°C/min (indice "B" dans le nom de l'échantillon).
5) Le thermogramme est ensuite normalisé et on procède aux calculs des T_p, T_i et ΔH.

PROCDSC3 :

L'appareillage utilisé est la DSC-7 de Perkin Elmer.

1) Chaque matin la stabilité de la ligne de base est vérifiée.
2) On procède à un tirage aléatoire pour l'ordre de passage de chaque échantillon.
3) Peser précisément environ 15 mg de farine dans la capsule DSC, celle-ci est ensuite scellée.
4) Placer la capsule DSC dans la four échantillon, le four référence renferme une capsule vide, et réaliser une rampe de 25°C à 160°C à raison de 10°C/min.
5) Le thermogramme est ensuite normalisé et on procède aux calculs des T_p, T_i et ΔH.

ANNEXE 3 : ENSEMBLE DES RESULTATS OBTENUS POUR L'ETUDE REALISEE SUR LA RETICULATION PAR LE GLYOXAL DE PATES.

Echantillon	date analyse	masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{l1} (°C)	aire1 J / g	T_{p2} (°C)	T_{l2} (°C)	aire2 J / g	T_{p3} (°C)	T_{l3} (°C)
		farine lipidée : BA550								
DED88_1	05/10/99	10.37	63.57		0.199	139.05	128.91	5.909	**pas**	**de pic**
DED88_2	06/10/99	13.78	61.69		1.14	137.48	127.62	5.61	**pas**	**de pic**
DED88_3	06/10/99	13.36	63.65		0.875	139.553	130.23	5.41	**pas**	**de pic**
		moyenne	**63.0**		**0.74**	**138.7**	**128.9**	**5.64**		
		é. t.	**1.1**		**0.49**	**1.1**	**1.3**	**0.25**		
		C. V.	**1.8**		**65.7**	**0.8**	**1.0**	**4.5**		
DED89_1	05/10/99	12.39	59.05		0.273	133.16	124.02	3.961		
DED89_2	06/10/99	16.69	58.85		0.65	132.163	122.75	3.935		
DED89_3	06/10/99	13.17	61.55		0.72	134.751	125.445	4.373		
		moyenne	**59.8**		**0.55**	**133.4**	**124.1**	**4.09**		
		é. t.	**1.5**		**0.24**	**1.3**	**1.3**	**0.25**		
		C. V.	**2.5**		**43.9**	**1.0**	**1.1**	**6.0**		
DED90_1	05/10/99	11.04	55.44		0.205	128.11	117.57	4.021		
DED90_2	06/10/99	15.73	56.93		0.286	127.75	116.57	3.826		
DED90_3	06/10/99	11.74	55.1		0.314	126.14	116.43	4.104		
		moyenne	**55.8**		**0.27**	**127.3**	**116.9**	**3.98**		
		é. t.	**1.0**		**0.06**	**1.0**	**0.6**	**0.14**		
		C. V.	**1.7**		**21.1**	**0.8**	**0.5**	**3.6**		
DED91_1	05/10/99	11.69	**pas**	**de pic**		123.35	113.59	2.945		
DED91_2	06/10/99	15.65	**pas**	**de pic**		124.78	115.9	2.569		
DED91_3	06/10/99	10.35	**pas**	**de pic**		120.06	117.35	2.82		
		moyenne				**122.7**	**115.6**	**2.78**		
		é. t.				**2.4**	**1.9**	**0.19**		
		C. V.				**2.0**	**1.6**	**6.9**		
DED92_1	05/10/99	14	**pas**	**de pic**		118.34	111.06	1.838		
DED92_2	06/10/99	10.89	**pas**	**de pic**		118.87	112.24	1.659		
DED92_3	06/10/99	15.44	**pas**	**de pic**		121.16	113.38	1.48		
		moyenne				**119.5**	**112.2**	**1.66**		
		é. t.				**1.5**	**1.2**	**0.18**		
		C. V.				**1.3**	**1.0**	**10.8**		
DED93_1	05/10/99	12.37	**pas**	**de pic**		114.46	108.77	0.665		
DED93_2	06/10/99	17.83	**pas**	**de pic**		115.011	108.95	0.823		
DED93_3	06/10/99	15.18	**pas**	**de pic**		114.179	107.97	0.705		
		moyenne				**114.6**	**108.6**	**0.73**		
		é. t.				**0.4**	**0.5**	**0.08**		
		C. V.				**0.4**	**0.5**	**11.2**		

ANNEXE 4 : ENSEMBLE DES RESULTATS OBTENUS POUR L'ETUDE REALISEE SUR LA RETICULATION PAR LE GLYOXAL DE FILMS.

échantillon	conditionnt	G / L	masse (mg)	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	aire2 J / g	T_{p4} (°C)	T_{i4} (°C)	aire4 J / g
FILM43_1	P_2O_5	0	14.92	138.59	118.15	3.56			
FILM43_2			16.5	137.46	119.52	3.11			
FILM43_3			16.68	134.98	130.61	3.06			
			moyenne	**137.0**	**122.8**	**3.24**			
			é. t.	**1.8**	**6.8**	**0.28**			
			C. V.	**1.3**	**5.6**	**8.5**			
FILM44_1	P_2O_5	0.8	15.24	135.43	123.66	3.25			
FILM44_2			15.22	136.04	125.14	3.16			
FILM44_3			13.77	137.32	124.25	2.55			
			moyenne	**136.3**	**124.4**	**2.99**			
			é. t.	**1.0**	**0.7**	**0.38**			
			C. V.	**0.7**	**0.6**	**12.8**			
FILM45_1	P_2O_5	1.7	15.71	137.43	128.02	1.94	147.27	143.15	-0.69
FILM45_2			15	134.89	125.14	2.4	145.15	140.93	-0.78
FILM45_3			14.42	137.13	122.83	3.38	151.36	144.46	-0.46
			moyenne	**136.5**	**125.3**	**2.57**	**147.9**	**142.8**	**-0.64**
			é. t.	**1.4**	**2.6**	**0.74**	**3.2**	**1.8**	**0.17**
			C. V.	**1.0**	**2.1**	**28.6**	**2.1**	**1.2**	**-25.7**
FILM46_1	P_2O_5	3.4	14.7	135.95	127.14	1.62	146.19	142.48	-0.66
FILM46_2			14.75	135.2	128.75	1.41	146.58	142.46	-0.47
FILM46_3			14.58	137.49	129.54	1.12	150.19	148.46	-0.19
			moyenne	**136.2**	**128.5**	**1.38**	**147.7**	**144.5**	**-0.44**
			é. t.	**1.2**	**1.2**	**0.25**	**2.2**	**3.5**	**0.24**
			C. V.	**0.9**	**1.0**	**18.1**	**1.5**	**2.4**	**-53.7**
FILM47_1	P_2O_5	7	16.23	124.51	123.16	0.08	139.92	132.8	-2.29
FILM47_2			13.42						
FILM47_3			13.01				141.66	133.02	-1.58
			moyenne				**140.8**	**132.9**	**-1.94**
			é. t.				**1.2**	**0.2**	**0.50**
			C. V.				**0.9**	**0.1**	**-25.9**

FILM48_1	**HR : 65 %**	0	14.68	129	117.63	4.75			
FILM48_2			14.19	128.7	116.79	4.73			
FILM48_3			15.52	130.6	119.71	4.53			
			moyenne	**129.4**	**118.0**	**4.67**			
			é. t.	**1.0**	**1.5**	**0.12**			
			C. V.	**0.8**	**1.3**	**2.6**			
FILM49_1	**HR : 65 %**	0.8	15.33	129.06	117	4.16			
FILM49_2			15.77	129.62	117.83	4.06			
FILM49_3			15.78	129.63	118.75	3.93			
			moyenne	**129.4**	**117.9**	**4.05**			
			é. t.	**0.3**	**0.9**	**0.12**			
			C. V.	**0.3**	**0.7**	**2.8**			
FILM50_1	**HR : 65 %**	1.7	15.94	126.99	114.96	3.93			
FILM50_2			13.21	131.27	120.51	3.41	143.01	138.37	-0.91
FILM50_3			15.8	126.11	113.7	3.75	142.89	134.02	-1.28
			Moyenne	**128.1**	**116.4**	**3.70**	**143.0**	**136.2**	**-1.10**
			é. t.	**2.8**	**3.6**	**0.26**	**0.1**	**3.1**	**0.26**
			C. V.	**2.2**	**3.1**	**7.1**	**0.1**	**2.3**	**-23.9**
FILM51_1	**HR : 65 %**	3.4	15.01	129.58	120.47	1.87	141.43	136.01	-1.59
FILM51_2			15.14	128.24	117.78	2.29	141.27	134.96	-1.82
FILM51_3			16.96	130.52	117.91	3.1	145.45	137.5	-1.88
			Moyenne	**129.4**	**118.7**	**2.42**	**142.7**	**136.2**	**-1.76**
			é. t.	**1.1**	**1.5**	**0.63**	**2.4**	**1.3**	**0.15**
			C. V.	**0.9**	**1.3**	**25.8**	**1.7**	**0.9**	**-8.7**
FILM52_1	**HR : 65 %**	7					137.27	128.11	-3.35
FILM52_2			16.37	117.23	111.53	0.32	139.12	129.51	-3.13
FILM52_3			13.95	116.14	108.12	0.62	137.9	126.48	-4.48
			moyenne	**116.7**	**109.8**	**0.47**	**138.1**	**128.0**	**-3.65**
			é. t.	**0.8**	**2.4**	**0.21**	**0.9**	**1.5**	**0.72**
			C. V.	**0.7**	**2.2**	**45.1**	**0.7**	**1.2**	**-19.8**

ANNEXE 4 : ENSEMBLE DES RESULTATS OBTENUS POUR L'ETUDE SUR L'INFLUENCE DE LA VITESSE DE CHAUFFE.

25°C - 180°C à 2°C/min

Echantillon	Date Analyse	Masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{i1} (°C)	aire1 (J / g)	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	Aire2 (J / g)	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 (J / g)
HR = 8.35 %		**Farine lipidée : BA550**									
DED73_1	09/08/99	14.91	**Pas**	**de pic**		**pas**	**de pic**		**pas**	**de pic**	
DED76_1	10/08/99	13.9	**Pas**	**de pic**					**pas**	**de pic**	

25°C - 180°C à 5°C/min

Echantillon	Date Analyse	Masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{i1} (°C)	aire1 J / g	T_{p4} (°C)	T_{i4} (°C)	Aire4 J / g	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 J / g
DED81_1	11/08/99	14.81	**Pas**	**de pic**		142.91	140.64	-1.249	158.9	151.48	-9.124
DED81_2	11/08/99	14	**Pas**	**de pic**		143.21	136.66	-1.187	159.33	151.717	-9.635
		Moyenne				**143.1**	**138.7**	**-1.22**	**159.1**	**151.6**	**-9.38**
		é. t.				**0.2**	**2.8**	**0.04**	**0.3**	**0.2**	**0.36**
		C. V.				**0.1**	**2.0**	**-3.6**	**0.2**	**0.1**	**-3.9**

25°C - 180°C à 10°C/min

Echantillon	Date Analyse	Masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{i1} (°C)	aire1 J / g	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	Aire2 J / g	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 J / g
DED78_1	10/08/99	14.84	**Pas**	**de pic**		152.13	145.167	2.491	168.025	156.653	-10.004
DED78_2	11/08/99	15.08	**Pas**	**de pic**		151.895	145.199	2.29	167.241	156.651	-9.022
		Moyenne				**152.0**	**145.2**	**2.39**	**167.6**	**156.7**	**-9.51**
		é. t.				**0.2**	**0.0**	**0.14**	**0.6**	**0.0**	**0.69**
		C. V.				**0.1**	**0.0**	**5.9**	**0.3**	**0.0**	**-7.3**

25°C - 180°C à 15°C/min

Echantillon	Date Analyse	Masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{i1} (°C)	aire1 J / g	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	Aire2 J / g	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 J / g
DED74_1	09/08/99	14.35	**Pas**	**de pic**		153.7	144.9	3.972	175.12		
DED74_2	09/08/99	15.08	**Pas**	**de pic**		154.94	146.38	3.806	175.15		
		Moyenne				**154.3**	**145.6**	**3.89**	**175.1**		
		é. t.				**0.9**	**1.0**	**0.12**	**0.0**		
		C. V.				**0.6**	**0.7**	**3.0**	**0.0**		

25°C - 180°C à 2°C/min

Echantillon	Date Analyse	Masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{i1} (°C)	aire1 J / g	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	Aire2 J / g	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 J / g
HR = ?? %		**Farine lipidée : BA550**									
LESS77_1	10/08/99	16.66	**Pas de pics 1_2_3**								

25°C - 180°C à 5°C/min

Echantillon	date analyse	Masse (mg)	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	Aire2 J / g	T_{p4} (°C)	T_{i4} (°C)	Aire4 J / g	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 J / g
LESS82_1	11/08/99	14.71	152.61	147.65	1.343	146.33	140.82	-2.463	164.17	154.94	-11.013
LESS82_2	11/08/99	14.24	152.62	147.63	1.475	143.23	141.06	-2.248	164.21	154.79	-12.404
		Moyenn	**152.6**	**147.6**	**1.41**	**144.8**	**140.9**	**-2.36**	**164.2**	**154.9**	**-11.71**
		é. t.	**0.0**	**0.0**	**0.09**	**2.2**	**0.2**	**0.15**	**0.0**	**0.1**	**0.98**
		C. V.	**0.0**	**0.0**	**6.6**	**1.5**	**0.1**	**-6.5**	**0.0**	**0.1**	**-8.4**

25°C - 180°C à 10°C/min

Echantillon	Date Analyse	Masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{i1} (°C)	Aire1 J / g	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	Aire2 J / g	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 J / g
LESS79_1	10/08/99	15.26	**Pas**	**de pic**		156.179	149.606	2.528	174.069	165.155	-2.724
LESS79_2*	12/08/99	14.57	**Pas**	**de pic**		156.052	149.398	2.78			
		Moyenne				**156.1**	**149.5**	**2.65**	**174.1**	**165.2**	**-2.72**
		é. t.				**0.1**	**0.1**	**0.18**			
		C. V.				**0.1**	**0.1**	**6.7**			

25°C - 180°C à 15°C/min

Echantillon	Date Analyse	Masse (mg)	T_{p1} (°C)	T_{i1} (°C)	Aire1 J / g	T_{p2} (°C)	T_{i2} (°C)	Aire2 J / g	T_{p3} (°C)	T_{i3} (°C)	aire3 J / g
LESS75_1	09/09/99	15.54	**Pas**	**de pic**		158.823	151.368	2.928			
LESS75_2	12/08/99	15.25	**Pas**	**de pic**		160.109	152.648	3.189			
		Moyenne				**159.5**	**152.0**	**3.06**			
		é. t.				**0.9**	**0.9**	**0.18**			
		C. V.				**0.6**	**0.6**	**6.0**			