Master 2 domaine : Sciences et techniques

Spécialité « Science de l'Aliment et Nutrition Humaine »

Option « Sciences des Aliments »

2016-2017

Mémoire de stage présenté par :

Christine ALCHAMIEH

Propriétés fonctionnelles et mastication des extrudés de farine de pois.

Remerciements

Ce stage s'est déroulé sur deux lieux différents :
- Dans l'équipe MC2 de l'unité BIA (Biopolymères, Interactions, Assemblages) à l'INRA de Nantes du 1er au 28 Févier 2017 et du 1er Juin au 31 Juillet 2017.
- Dans l'équipe 1a perception de la flaveur du CSGA (centre des sciences de gout et de l'alimentation) à l'INRA de Dijon du 1er Mars au 31 Mai 2017.

Je tiens d'abord à remercier **Guy DELLA VALLE,** le responsable de l'équipe MC2 (Matériaux, Création, Comportement) de BIA, qui m'a accueillie au sein de son équipe.

Je remercie vivement mes maîtres de stage **Magdalena KRISTIAWAN** et **Christian SALLES,** pour leur temps et leur aide précieuse. Je les remercie pour la confiance qu'ils m'ont accordée, leur compréhension, et leurs conseils.

Je remercie également **Marc ANTON** pour m'avoir acceptée au sein de son unité BIA. Mes remerciements vont aussi à **Laurie BRARD** et **Maryse OWEN** pour m'avoir aidé dans les tâches administratives.

Je remercie particulièrement **Roselyne DESIREST,** technicienne à l'INRA de Nantes qui m'a conseillée dans mes manipulations à Nantes et qui m'a également aidée à devenir autonome dans mes expérimentations. Je ne saurais oublier de remercier **Karine CAHIER**, **Veronica NESSI** et **Melissa BUSTILLOS** pour m'avoir fait les formations nécessaires et avoir répondu à toutes mes questions.

Enfin, je remercie tous les stagiaires et les doctorants que j'ai rencontrés tout au long de mon stage, notamment **Elodie GILET**, **Pierre VUILLAUME** et **Thomas ALLARD**, qui ont participé à mon intégration et mon adaptation au sein des deux équipes, et pour leur bonne humeur qui m'a motivée dans mes journées de travail.

Table des matières

I. Introduction 4
1. Projet Protex : Contexte du projet : 5
2. Présentation de l'INRA : 7
II. Etude Bibliographique 8
1. Matière première : Farine de pois : 9
2. Procédé de cuisson-extrusion : 10
3. Effet de la cuisson-extrusion sur les extrudés : 11
   a) Effet sur les protéines : 11
   b) Effet sur l'amidon: 12
   c) Effet sur la farine de pois : 12
4. Mastication des extrudés : 13
5. Digestibilité des extrudés : 14
III. Matériel et méthodes 15
1. Préparation des échantillons : 16
2. Caractérisation des propriétés fonctionnelles des extrudés : 17
   a) Dosage de la teneur en eau à l'étuve Chopin : 17
   b) Mesure de la solubilité des solides et de l'amidon dans l'eau (« Water Solubility Index WSI » et « Water Absorption Index WAI » : 17
   c) Dosage calorimétrique des sucres par la méthode d'orcinol sulfurique : 18
   d) Mesures des propriétés mécaniques en compression: 19
   e) Sélection des échantillons pour l'étude de la mastication : 21
   f) Aptitude à la déstructuration orale (mastication par la bouche artificielle) : 21
3. Caractérisation des propriétés physiques et de digestibilité des bolus : 23
   a) Détermination de la rhéologie des bolus par rhéométrie capillaire : 23
   b) Mesure du taux d'hydratation des bolus: 25
   c) Granulométrie des bolus mastiques avec salive, par technique d'imagerie:
   -Préparation d'échantillon: 25
   d) Granulométrie des bolus issues de mastication à sec, par tamisage : 26
IV. Résultats et discussions 27
1. WSI et WAI : 28
2. Caractérisation des propriétés mécanique par compression: 31
3. Modélisation des produits extrudés par l'analyse ACP: 34
4. Rhéologie des bolus et hydratation : 35
5. Granulométrie : 38
   i. Par imagerie : 38
   ii. par tamisage : 38
v. Conclusion 41
VI. Liste des tableaux 43
VII. Liste des figures 43
VIII Liste des abréviations 45
IX. Références Bibliographiques: 46
X. Annexes 48

I.Introduction

1. Projet Protex : Contexte du projet :

Les technologies et procédés alimentaires évoluent de nos jours pour aboutir à une alimentation saine et légère. L'association Américaine de diététique déclare que « les protéines végétales peuvent à elles seules répondre aux besoins nutritionnels si une alimentation végétale variée est consommée et que les besoins en énergie sont satisfaits ».
C'est pourquoi le développement d'aliments à base de protéines végétales est nécessaire pour surmonter les défis de la transition protéique et constitue une alternative aux protéines d'origine animale contenues dans la viande, le poisson ou les œufs.

Il est évident que les protéagineux (pois, lentilles, lupin), comme leur nom l'indique, sont des sources essentiels de protéine nécessaires à l'alimentation humaine (20-30% de matière sèche de la graine), d'amidon (40-55% de la matière sèche), de vitamines et de minéraux. En plus, leur composition en acides aminés (en particulier leur teneur en lysine) en font un complément idéal des rations céréalières et permettent de remplacer ces derniers dans l'élaboration de produits extrudés de type snacks. Le projet **PROTEX** vise à développer des produits extrudés de type snack à haute teneur en protéines issues de protéagineux. La cuisson-extrusion est l'un des plus importants processus alimentaires. La structure des produits extrudés à base d'amidon et de protéines doit être conçue afin de trouver un compromis entre l'expansion (texture) et les propriétés fonctionnelles (comportement masticatoire, digestibilité). En effet, le procédé d'extrusion donne naissance à des structures avec des morphologies de composites amidon-protéine variées (puisque les protéines sont réactives sous l'effet du traitement thermomécanique), ce qui gouverne l'accessibilité de ces biopolymères aux enzymes digestives.

Les différentes objectives de ce projet sont :

1) Évaluer l'effet de l'enrichissement en protéines sur la structure, la texture et les propriétés masticatoires et nutritionnelles.
2) Elargir le modèle d'expansion phénoménologique de l'amidon à des aliments réels dans le but de prédire la structure macroscopique et cellulaire à partir des variables d'extrusion (température, énergie mécanique spécifique, teneur en eau ajoutée lors du traitement).
3) Optimiser la déstructuration orale des modèles de snacks en utilisant l'approche de modélisation.

Dans le cadre du projet Protex, mon stage de fin d'étude intitulé : «Propriétés

fonctionnelles et mastication des extrudés de farine de pois», est effectué dans l'unité Biopolymères Interactions Assemblages **BIA**, au sein de l'Institut National de la Recherche Agronomique **INRA**, avec l'équipe Matériaux, Création et Comportement **MC2**. L'objectif est d'étudier l'effet de la structure (multi-échelle) sur les propriétés fonctionnelles des aliments extrudés issues des protéagineux y compris le comportement masticatoire et la digestion d'amidon en phase buccale.

La matière première choisie était le pois jaune, puisqu'il est produit en grande quantité en France, (par rapport aux autres protéagineux) et car il possède un profil adéquat à l'expansion avec une teneur en amidon d'environ 40% à 50% de la matière sèche, et une teneur en protéines de 23% à 30% de la matière sèche.

Pour ce faire, ce stage s'est déroulé en trois parties :

1. La première étape comprend deux tâches principales. Premièrement, la caractérisation des propriétés fonctionnelles des extrudés notamment la solubilité des solides et de l'amidon dans l'eau (« Water Solubility Index WSI » et Water Absorption Index WAI ») et les propriétés mécaniques (texture). Deuxièmement, la sélection des échantillons par l'analyse en composante principale ACP pour l'étude de la déstructuration orale. Cette partie a été réalisée dans le premier mois dans l'unité **BIA** à Nantes.

2. Les essais de mastication des extrudés protéagineux seront réalisés en utilisant un masticateur artificiel au **CSGA** à Dijon, afin d'analyser des bolus formés pour déterminer les propriétés rhéologiques, ses interactions avec la salive et les propriétés physico-chimiques afin de donner suite à la troisième étape qui est présentée dans le paragraphe suivant.

3. Cette partie se déroule à l'unité **BIA** (Nantes) :
   - La granulométrie des fragments des bols alimentaires est étudiée par technique d'imagerie.
   - La détermination de la cinétique de dégradation enzymatique d'amidon des bolus dans le but de déterminer quelle serait la contribution des propriétés rhéologiques et physiques des bolus, ainsi que la structure des extrudés dans l'hydrolyse de l'amidon.

Le schéma de l'étude de déstructuration orale est présenté dans l'annexe (Fig. A1).

2. Présentation de l'INRA :

L'Institut national de la recherche agronomique **INRA** est un organisme français de recherche en agronomie créé en 1946, ayant le statut d'Établissement public à caractère scientifique et technologique (EPST). Il est placé sous la double tutelle du ministère chargé de la Recherche et du ministère chargé de l'Agriculture.

L'INRA est le premier institut de recherche agronomique en Europe et deuxième dans le monde en nombre de publications en sciences agricoles et en sciences de la plante et de l'animal. Il a pour but d'effectuer des recherches finalisées pour une alimentation saine et de qualité, pour une agriculture durable, et pour un environnement préservé et valorisé. Il est présent sur 17 centres régionaux, sur plus de 150 sites en métropole et outre-mer. Mon stage s'est déroulé dans deux de ces centres de recherche : Nantes et Dijon.

II. Etude Bibliographique

1. Matière première : Farine de pois :

Le pois appartient à la famille des Fabacées (ou légumineuses ou Papilionacées), une excellente source de protéines et de fibres alimentaires. Il possède aussi une valeur nutritionnelle élevée. Il diminue le risque de cancer, et contribue à la prévention des maladies cardiovasculaires. Le pois jaune peut avoir deux fonctions dans l'alimentation humaine : émulsifiant (teneur de 0,2 à 3 %) et enrichissement protéique (teneur de 5 à 20 %). Due à la prise de conscience croissante des bienfaits du pois, les consommateurs cherchent des produits riches en cet ingrédient. (Li *et al.* 2016)

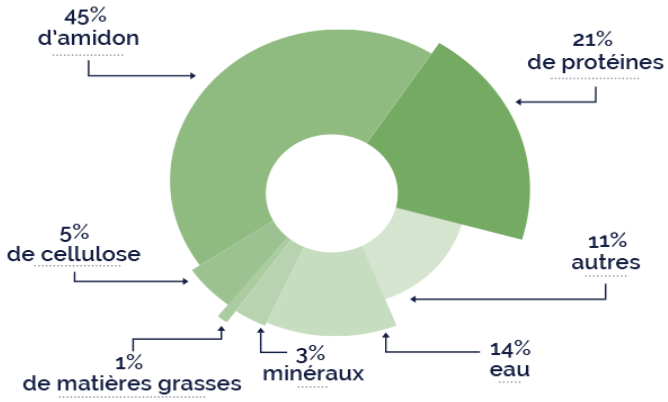


Fig. 1: Composition moyenne du pois sec entier en %MS (source: INRA AFZ 2004).

Le pois jaune est utilisé pour l'alimentation humaine sous forme de farine ou d'isolat de protéines. Sa valeur énergétique en fait un produit intéressant car il est riche en protéines et en amidon, comme évoqué dans la figure 1 ci-dessus. La teneur en amidon varie entre 40% et 50% MS et celle des protéines est entre 23% et 30% MS. C'est pourquoi ils sont de bons candidats pour compléter ou remplacer les céréales dans l'élaboration de produits extrudés de type snacks. (Dreyer *et al.* 2014)

Les protéines majoritaires du pois sont les globulines et les albumines. Le pois contient des acides aminées à haute teneur en lysine, par contre il est déficient en certains acides aminés essentiels comme la méthionine et le tryptophane. (Leterme *et al.* 1990). L'amidon dans le pois est un polysaccharide composé d'unités D-Glucose organisées en deux types d'α-1,4-glucanes : l'amylose et l'amylopectine. Ce polymère se caractérise par certaines propriétés : la gélatinisation et la réticulation. (Castell *et al.* 1996)

2. Procédé de cuisson-extrusion :

La cuisson-extrusion est un procédé continu utilisé dans les industries agroalimentaires entre autre pour la transformation des produits céréaliers en biscuits apéritifs, céréales du petit-déjeuner ou farines infantiles. Ce procédé est classé parmi les procédés HTST (« high temperature short time »).

La cuisson-extrusion applique des contraintes thermomécaniques élevées, à l'aide d'une ou deux vis tournant à grande vitesse dans un fourreau cylindrique étroit sur une matière première se présentant sous la forme de poudre ou farine. Cette poudre est ensuite poussée à travers une filière courte (fig. 2a). Les fortes pressions et le cisaillement intense appliqués entraînent un échauffement des matières premières qui atteignent en quelques secondes des températures de l'ordre de 120-160°C, ce qui entraine la cuisson de la farine. Une extrudeuse (fig. 2a) comporte : un moteur, un cylindre contenant une vis, une zone ou un petit réservoir pour mettre la poudre, un orifice pour l'eau, une filière et un collier chauffant, une filière longue de refroidissement et enfin un petit orifice. La sortie par un orifice de petit diamètre entraine un retour à la pression atmosphérique ce qui aboutit à l'expansion des extrudés (fig. 2b). Cela est dû à la vaporisation instantanée de l'eau contenue dans le produit. Les produits extrudés peuvent avoir la même densité mais différentes architectures cellulaires selon la formulation et les variables appliquées durant le processus (Babin *et al.* 2007), et cela a un impact sur la texture et les valeurs nutritionnelles et sensorielles des extrudés.

Des modifications biochimiques très importantes ont lieu suite à ce procédé, Ces changements ont des conséquences sur les plans nutritionnel et organoleptique. Une destruction de la flore microbienne, des parasites, des protéines et de l'amidon sont les conséquences les plus importantes.

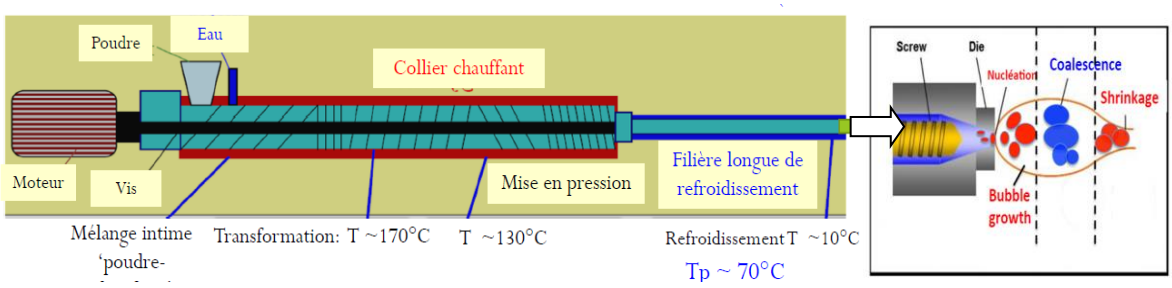


Fig. 2 : Cuisson-extrusion de la farine de pois. a) Schématique d'une extrudeuse ; b) Phénomène de l'expansion du fondu à la sortie de la filière d'une extrudeuse. (Source : présentation projet Protex).

3. Effet de la cuisson-extrusion sur les extrudés :

a) Effet sur les protéines :

L'extrusion entraine des modifications au niveau moléculaire. Parmi ces modifications on peut citer la dénaturation thermomécanique, l'agrégation et la formation de liaisons covalentes et non covalentes (fig. 3).

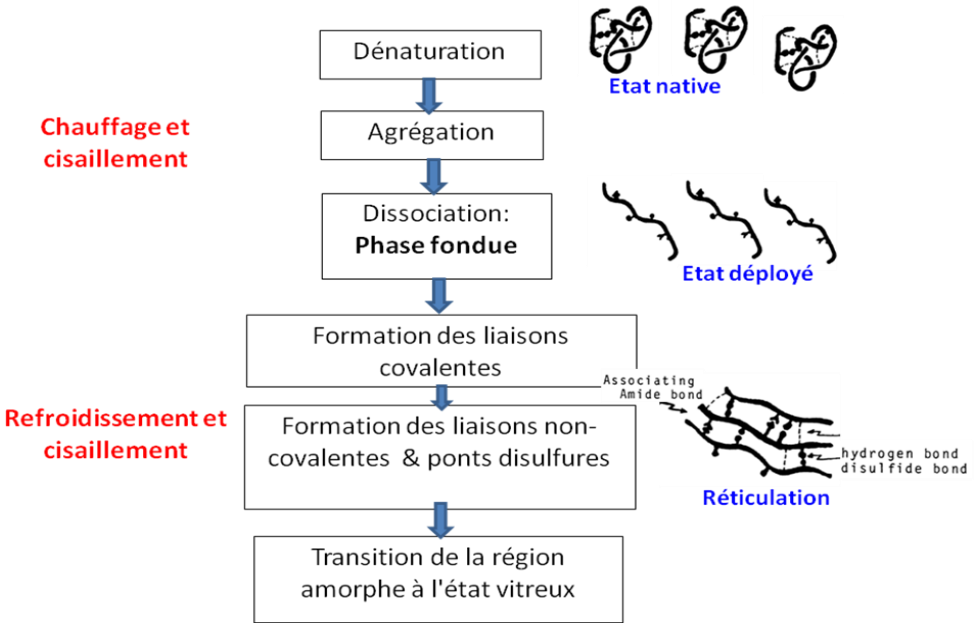


Fig. 3: Comportement des protéines lors de l'extrusion (source : présentation projet Protex).

Les liaisons importantes dans le processus de texturation lors de l'extrusion sont les ponts disulfures, les liaisons hydrophobiques et les interactions électrostatiques. La formation de ponts disulfures (S-S) influence fortement les caractéristiques physiques et chimiques du produit extrudé.

Différents mécanismes peuvent avoir lieu selon l'énergie mécanique appliquée, la température, et la teneur en eau du produit. Une énergie minimale implique une diminution de la solubilité des protéines dans des solvants due à formation des liaisons covalentes et de ponts disulfures, la force des liaisons dépend du niveau d'énergie. (Della Valle *et al.* 1994)

De même, l'agrégation des protéines est favorisée à des teneurs en eau faible. Par ailleurs, une élévation de l'humidité lors de l'extrusion a pour conséquence la production des extrudés plus denses et compactes. L'agrégation des protéines et la formation des ponts disulfures provoquent la diminution de la solubilité des protéines et l'obtention d'un produit extrudé stable. (Day et Swanson 2013)

b) Effet sur l'amidon:

L'amidon extrudé est un matériel thermoplastique obtenu par le processus thermomécanique : l'extrusion. L'amidon étant un polymère semi-cristallin, sa structure peut être alors modifiée par les traitements mécaniques et thermiques. L'application de l'énergie mécanique seulement induit la fragmentation des granules d'amidon, et le traitement thermique conduit à l'état fondu de l'amidon. On peut alors combiner les deux traitements dans un processus de cuisson-extrusion dans le but d'atteindre l'état fondu et dépolymérisé d'amidon dans l'extrudeuse, généralement avant la filière, et obtenir un état vitreux amorphe à la sortie de la filière, suivie d'un refroidissement dû à l'expansion.

Sur le plan moléculaire, l'extrusion cause la modification de la structure granulaire de l'amidon. Sous l'effet de la chaleur et de l'eau, les granules d'amidons vont d'abord gonfler puis se gélatiniser. C'est la première étape de transformation d'amidon dans la cuisson-extrusion avant la fusion en une masse fondue (Della Valle *et al.* 1997b). Dans la transition à l'état amorphe, l'amylopectine subit des dégradations et modifications plus importantes que l'amylose à cause de ses branchements qui rendent sa structure instable. L'eau est le paramètre le plus important dans ce processus. L'addition de l'eau est indispensable pour transformer l'amidon natif en matériel thermoplastique.

c) Effet sur la farine de pois :

Plusieurs auteurs : Della Valle *et al.* (1994), Maskus et Arntfield (2015), Li *et al*. (2017), ont montré que les caractéristiques physico-chimiques des extrudés varient avec les paramètres d'entrée appliqués lors de l'extrusion (la pression, la température, la teneur en eau, le cisaillement ou l'énergie mécanique spécifique). Les hautes températures et les pressions appliqués dans ce procédé impliquent un changement dans la viscosité de fondus, la structure à multi-échelle, la texture et la digestibilité de l'amidon et des protéines. C'est ce qui va être étudié de manière approfondie dans le projet Protex. La pression induit aussi un changement de la porosité du matériel obtenu. La vaporisation de l'eau durant la cuisson-extrusion induit l'expansion de la structure poreuse. Alors, la teneur en eau n'influence pas seulement la solubilité de l'amidon mais aussi le taux d'expansion, c'est pourquoi on peut obtenir des extrudés de densités et de textures différentes. Sous des conditions extrêmes de cisaillement, on remarque une perte de solubilité des protéines avec création de liaisons covalentes et une diminution de la formation de pont S-S.

Les recherches scientifiques sur les interactions entre l'amidon et les protéines (la réaction de Maillard) durant la cuisson-extrusion sont rares, d'où la nécessité de se focaliser plus dans ce domaine dans le futur prochain pour mieux comprendre les mécanismes et les changements intervenants lors de ce processus.

4. Mastication des extrudés :

La mastication est la première étape de la digestion. Elle aboutit à la rupture des aliments solides, de manière à en favoriser leur déglutition. La performance masticatoire est définie comme la distribution de la taille des particules après un nombre déterminé de cycles masticatoires. Elle dépend de plusieurs facteurs comme l'état des dents, la taille corporelle de l'individu, et les propriétés mécanique (la texture) de l'aliment. (Yven et *al.* 2010)

Hedjazi *et al*. (2013) ont déterminé que les céréales consommées au petit déjeuner ont une structure alvéolée et un comportement fragile. Cette étude a montré l'effet du comportement fragile des céréales sur les dynamiques de mastication humaine et la fragmentation engendrée. Les résultats obtenus montrent que les profils des mouvements de la mâchoire de l'individu sont similaires en variant les caractéristiques des produits ou l'angle de cisaillement. L'ouverture de la mâchoire n'est donc pas influencée par le degré de croustillance du produit. Par contre, le temps de mastication et le nombre de cycle montrent une différence significative selon la croustillance du produit. Enfin, les résultats montrent une corrélation positive entre la taille des particules avant la déglutition et la force maximale de mastication.

En raison du grand intérêt sensoriel et nutritionnel attribué à ce phénomène de mastication, les recherches scientifiques dans ce domaine sont en évolution permanente. Ces résultats peuvent fournir des données expérimentales très utiles pour la perspective de modélisation de la rupture des aliments solides sous l'effet de la mastication. Ces mécanismes ne sont pas encore compris. Cela est dû à la faible reproductibilité et à d'importantes variations interindividuelles ou encore au niveau d'acceptabilité de l'aliment. Pour éviter ces inconvénients il est important d'utiliser un système qui simule la mastication humaine en s'affranchissant de ces inconvénients. Cet appareil s'appelle la « Bouche artificielle », et a été utilisé dans ce stage. (Salles *et al.* 2007)

5. Digestibilité des extrudés :

La déstructuration des aliments en phase buccale implique une imprégnation par la salive mais aussi une hydrolyse par l'α-amylase salivaire. L'α-amylase hydrolyse la liaison glycosidique α (1-4) de l'amylose et l'amylopectine mais elle ne peut pas dégrader les liaisons α (1-6).

Le processus de l'hydrolyse commence par la diffusion de l'enzyme à l'interface solide–liquide et est poursuivi par son absorption puis la formation d'un complexe substrat-enzyme. Ces deux mécanismes de diffusion et d'absorption dépendent de la porosité du substrat issue de l'expansion et aussi de la morphologie du réseau amidon-protéine constituant les parois cellulaires des aliments solides (Russo *et al* 2009).

La réticulation des protéines issues de l'extrusion affecte la morphologie du matériel constitutif de la paroi cellulaire (composite amidon/protéine), et par conséquent l'accessibilité des différents composants à la dégradation enzymatique durant le processus de la digestion, de la mastication à la digestion gastro-intestinal. Comme évoqué par Colonna *et al.* (1990) et Fardet *et al.* (1998), l'index glycémique réduit des pâtes de blé peut être attribué à l'encapsulation des granules d'amidon par un réseau de protéines (gluten) et aussi à la tortuosité du réseau protéique qui gêne le chemin de l'amylase et ralentie l'hydrolyse de l'amidon.

En plus, plusieurs autres facteurs peuvent aussi affecter la dégradation de l'amidon extrudé, comme l'addition de l'eau, du glycérol pendant l'extrusion ou la durée de stockage. Le glycérol par exemple, augmente le taux de réticulation de l'amidon, ce qui stabilise la structure de l'amidon et le rend moins susceptible à la dégradation par l'amylase. L'hydrolyse *in vitro* des échantillons est efectuée par l'α –amylase à 37°C pour mieux comprendre la digestion des extrudés dans la bouche de l'être humain (Velasquez *et al*. 2015).

III. Matériel et méthodes

1. Préparation des échantillons :

Les extrudés ont été déjà préparés par une autre stagiaire. La matière première est les « Grits » de pois jaune décortiqués fournis par une entreprise française « Sotexpro ». Ils sont broyés par un moulin privé puis extrudés par une extrudeuse bi-vis à l'échelle pilote à Karlsruhe Institute of Technologie (Allemagne). Les échantillons obtenus (comme présenté dans la fig. 4) possèdent des structures (la densité, la structure cellulaire, la morphologie d'amidon-protéines de la paroi cellulaire), des textures, et des transformations d'amidon et protéines différentes qui sont issues des conditions d'extrusion différentes (température, pression, SME, teneur en eau…) (Tableau 1). Ces propriétés ont été déterminées par d'autres personnes de l'unitéBIA (INRA Nantes) et de l'UMR IATE (Sup Agro-INRA Montpellier). Dans le cadre du projet Protex, mon rôle est d'étudier les propriétés mécaniques, masticatoires et de digestibilité d'amidon des extrudés.



Fig. 4 : Des extrudés de la farine de pois.

Tableau 1 : Domaine des variables d'extrusion, de la structure et de la transformation des bio polymères des extrudés.

	Variables d'extrusion				Macro structure	
	MC	Tp (°C)	SME (kJ/kg)	Pdie (bar)	Densité (kg/m3)	VEI
Min	0.188	123	427	42	85	1.43
Max	0.258	166	1156	179	820	13.41

	Structure cellulaire		Couleur lié à la réaction Maillard entre amidon et protéines		
	MCS (mm)	MWT (µm)	L*	a*	b*
Min	0.69	131	57.92	3.00	33.41
Max	2.44	512	76.36	11.79	42.11

	Solubilité des protéines en buffers		
	en SDS	en DTE	in extractible
	non-covalent	pont disulfure	autre covalent
Min	36.71	17.55	-2.50
Max	84.95	47.03	23.09

Avec :

MC = teneur en eau (en base humide)

Tp = température des fondus dans la filière (en °C)

SME = énergie mécanique spécifique (en kJ/kg)

Pdie = pression à l'entrée de la filière (en bar)

VEI = indice d'expansion volumique

Structure cellulaire:

MCS = la taille moyenne des cellules (en mm) et MWT = l'épaisseur moyenne des parois cellulaires (en μm)

Espace de couleur des extrudés :

Axe L* (la clarté), de noir (0) à blanc (100).

Axe a* (indice de couleur) de vert (−128) à rouge (+127).

Axe b* (indice de couleur) de bleu (−128) à jaune (+127).

SDS = le dodécylsulfate de sodium

DTE = le dithioérythritol

2. Caractérisation des propriétés fonctionnelles des extrudés :

a) Dosage de la teneur en eau à l'étuve Chopin :

Le pourcentage de la matière sèche est mesuré pour 25 échantillons d'extrudés de farine de pois et la farine native, broyés et tamisés à 250 μm. La quantité d'eau éliminée est déterminée après dessiccation à l'étuve Chopin. A peu près 1g de poudre de chaque échantillon est pesé dans des capsules en inox de masse déjà connue. Les capsules sont mises dans une étuve à 130°C pendant 2 heures, puis refroidies dans un dessiccateur avant pesée.

Le résultat est exprimé en % d'eau en base humide :

% eau = (M-m)* 100/M (1)

Avec M : masse en gramme de la poudre après Chopin.

m : masse en gramme de la poudre sèche.

b) Mesure de la solubilité des solides et de l'amidon dans l'eau (« Water Solubility Index WSI » et « Water Absorption Index WAI » :

Alors que l'amidon natif est complètement insoluble à température ambiante, l'amidon traité physiquement ou thermiquement est partiellement soluble, donnant des solutions suspensions turbides. L'objectif est la détermination du taux de transformation d'amidon qui

se traduit par sa capacité de gonflement dans l'eau (WSI) et d'absorption de l'eau (WAI). La WSI (water solubility index) correspond au pourcentage de matière sèche solubilisée à partir d'une suspension de produit broyé, et mesurée dans le surnageant, après une étape de centrifugation. La WAI (water absorption index) est le taux d'hydratation du culot de centrifugation. Les WSI et WAI informent sur l'interaction du produit avec l'eau, et sont des indicateurs importants du degré de gélatinisation de l'amidon durant l'extrusion.

Les expérimentations sont faites sur la poudre de 25 échantillons et la farine native selon la méthode d'Anderson *et al*. (1969). Cette méthode consiste à dissoudre 2,5g de poudre dans 30ml d'eau à une température de 30°C et sous agitation maximale pendant exactement 60 minutes. Cette suspension est centrifugée directement pendant 10 minutes à 3000g à la température ambiante (20°C).

On laisse sécher le surnageant dans une étuve Chopin 105°C pendant toute la nuit. La masse du culot humide et solide sèche dans surnageant sont pesées. WAI est calculée en faisant le rapport de la masse du culot sur la celle de l'échantillon initial. WSI des solides totaux est déterminée comme le pourcentage de masse des solides sèches dans surnageant par rapport à la masse sèche de l'échantillon.

Pour déterminer le WSI de l'amidon (WSI_{starch}), les échantillons subissent d'abord la même procédure d'extraction et centrifugation comme décrit précédemment. Ensuite, le surnageant est chauffé à 90°C pour coaguler les petits agrégats de protéines, et centrifuger une dernière fois pour précipiter les protéines et les éliminer. Finalement, dans le but de quantifier l'amidon soluble, le surnageant est dilué d'un facteur 50 pour être dosé par l'orcinol dans « un autoanalyseur Skalar », selon la méthode de Tollier et Robin (1979) détaillée dans le paragraphe suivant.

c) Dosage calorimétrique des sucres par la méthode d'orcinol sulfurique :

Cette technique de dosage fait intervenir une réaction chimique dite colorimétrique. A chaud et en milieu acide, l'amidon dans l'échantillon va être hydrolysé en unités glucose qui formeront des unités furfurals. Celles-ci vont interagir avec l'orcinol pour former un complexe absorbant à 420 nm (Fig. 5).

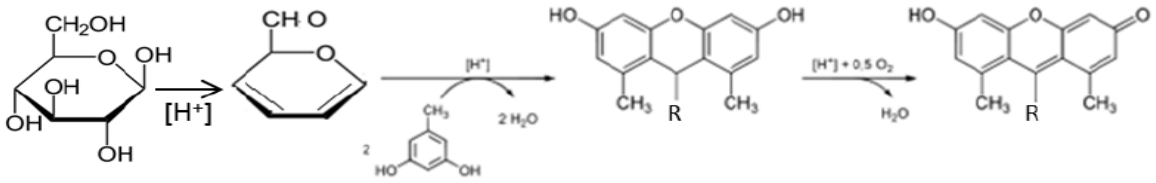


Fig. 5 : Réaction colorimétrique à l'orcinol sulfurique (Tollier et Robin, 1979).

Par la suite, l'échantillon est déversé dans le flux d'orcinol, le mélange est pompé dans une première bobine et traverse ensuite une deuxième bobine qui joue le rôle de réfrigérante. La coloration obtenue est lue au niveau du colorimètre. L'absorbance (A) du composé furfuralique est proportionnelle à sa concentration. Le signal est visualisé sur une table traçante. On utilise 5 gammes de glucose dans l'eau: 20µg/ml, 40µg/ml, 50µg/ml, 75µg/ml et 100µg/ml pour obtenir une courbe de calibration A= a F (concentration) avec une droite de régression linéaire avec la pente a, ce qui nous permet alors de déterminer la concentration de l'amidon soluble dans l'échantillon.

d) <u>Mesures des propriétés mécaniques en compression:</u>

Des extrudés ont été conditionnés dans un dessiccateur contenant la solution du sel (NaBr) saturée pendant une période de deux semaines, à une humidité relative de 59 %. L'objectif est d'obtenir des échantillons avec la teneur en eau de 10% lors de la manipulation, avec une marge d'erreur de 0,5 %. Passé ce délai, les échantillons ont été découpés en fragments cylindriques, dont la hauteur était à peu près égale au diamètre, puis placés verticalement (dans la direction de l'extrusion) dans un système appareillage de compression ADAMEL LHOMARGY DY 34B, pour mesurer la force nécessaire à leur écrasement respectif, ainsi que leurs déplacements. Un plateau de compression de diamètre de 38 mm a été utilisé à une vitesse de 20 mm/min pour comprimer les échantillons à 80% de leur hauteur d'origine.

Des informations (la courbe force en fonction du déplacement, Fig. 6) ont ensuite été récupérées et traitées pour obtenir des courbes de la contrainte en fonction de la déformation (Fig. 7) en utilisant des équations suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{A} \qquad (2)$$

$$A = \frac{\pi D^2}{4} \qquad (3)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \qquad (4)$$

où F est la force (en N), A est la surface de contact, perpendiculaire à la direction de compression (en mm^2), *D* est le diamètre de l'extrudé (en mm) σ est la contrainte (en MPa), ε est la déformation (en mm/mm), ΔL est le déplacement (en mm) et L_O est la longueur initiale de l'extrudé (en mm).

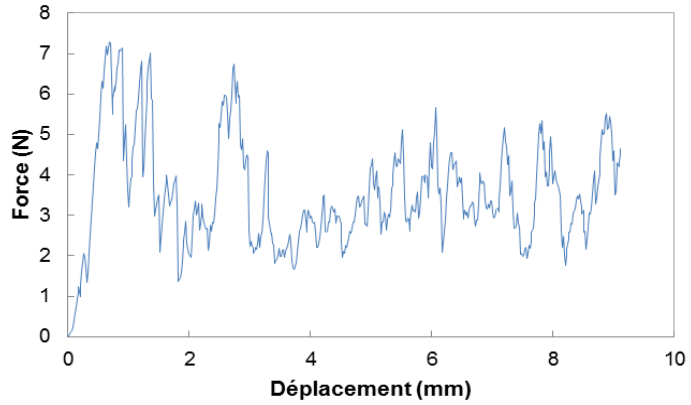


Fig.6 : la courbe de la force en fonction du déplacement pour l'échantillon D1.

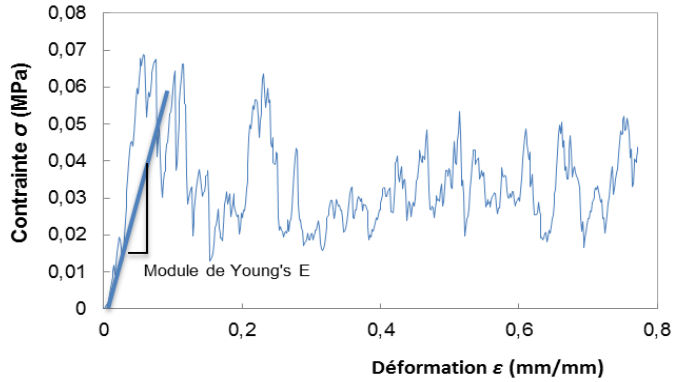


Fig.7 : la courbe de la contrainte en fonction de la déformation pour l'échantillon D1.

Des dizaines de répétitions de l'essai de compression ont été effectuées pour chaque produit. L'analyse des données nous permettra d'obtenir les valeurs moyennes et l'écart-type de grandeurs mécaniques telles que (1) la contrainte maximum σ_{max}(en N) et (2) le module de Young' E (en MPa), pour chaque produit. Le module de Young a été calculé comme la pente de la région linéaire (élastique) de la courbe contrainte en fonction de la déformation avant la première rupture (ou fracture). La contrainte maximum a été identifiée comme la valeur maximum des contraintes à la rupture avant le premier point de densification.

La comparaison des grandeurs mécaniques de chaque produit (ayant une densité et une caractéristique cellulaire spécifique) nous permettra de tirer des conclusions de l'expérience.

e) Sélection des échantillons pour l'étude de la mastication :

La sélection des produits extrudés ayant des larges différences de densité est réalisée en utilisant l'Analyse en Composante Principale ACP qui inclut les variables d'extrusion, la structure cellulaire, la transformation des biopolymères (amidon et protéines), la couleur et la texture.

En bref, des Analyses en Composantes Principales (par logiciel XLSTAT) sont réalisées pour analyser plusieurs variables simultanément en tenant compte de leurs corrélations (corrélation non-linéaire Pearson). Les résultats se présentent sous la forme de deux graphiques bidimensionnels : le plan factoriel de la projection de variables (avec un cercle de corrélations) et le plan factoriel représentant les coordonnées des individus dans l'espace. Cette représentation permet de visualiser facilement les corrélations entre les variables et d'avoir une explication sur la position des individus dans l'espace en fonction des variables. L'ACP porte sur les valeurs moyennes des variables discriminantes déterminées par ANOVA. Les variables de la matrice sont centrées et réduites, lorsqu'elles ne sont pas exprimées dans les mêmes unités, afin que chaque variable ait le même poids dans l'analyse.

Au moins un produit est sélectionné à partir de chaque groupe (carte de ressemblance) présents dans l'ACP. Des produits ayant la densité inférieure ou égal à 200 kg/m^3 (l'indice d'expansion volumique VEI >= 6) sont considérés comme masticables.

f) Aptitude à la déstructuration orale (mastication par la bouche artificielle) :

L'utilisation d'un appareil qui simule la mastication humaine : « la **bouche artificielle BA** », a pour objectif de réaliser la mastication des extrudés en évitant l'hétérogénéité individuelle, afin d'établir une base de données expérimentales pour la modélisation mécanique de la mastication. La base des données comprend l'interaction entre la salive et la rhéologie des bolus, la granulométrie des fragments et la propriété de digestibilité de l'amidon.

Préparation de la salive artificielle et du bolus :

La salive artificielle est préparée en dissolvant les produits suivants dans 1L d'eau déionisée et on mélange bien la solution avec un agitateur magnétique :

- 5.208 g de $NaHCO_3$
- 1.369 g de $K_2HPO_4 .3H_2O$

- 0.877 g de NaCl
- 0.477 g de KCl
- 0.421 g de $CaCl_2$.$2H_2O$
- 2.16 g de la mucine.

L'étude de mastication est réalisée sans l'incorporation de l'enzyme l'alpha-amylase dans la salive artificielle.



Fig.8 : 8a-8b : deux images montrant la bouche artificielle vide et remplie.
8c : pousse-seringue avec la seringue contenant la salive artificielle.

Pour la préparation des bolus, les extrudés sont coupés en petits morceaux et la quantité mise dans la bouche artificielle BA (Fig. 8b) est fixée entre 1.1g et 1.4g. Le schéma de BA est présent dans l'annexe (Fig. A2). La salive artificielle est transférée/injectée dans la bouche par un pousse seringue. Les expériences de mastication BA sont réalisées sur trois échantillons : D1, D8 et C2, en faisant varier pour chacun : le temps de mastication: 1/3 SP, 2/3 SP et SP cycles (SP = point de déglutition ou Swallow Point), et le flux salivaire (0 (sans salive), 2 et 4 ml/min). Le SP de chaque produit est déterminé expérimentalement par mastication humaine, avec la même quantité d'échantillon, en mesurant le temps nécessaire (par chronomètre) pour arriver au point de déglutition, donc D1 : 12 s ; D8 : 15 s ; C2 : 15 s.
Les paramètres de mastication BA sont fixés comme:

- Force maximale mâchoire = 35 daN
- Force maximale langue = 30 daN
- Angle de cisaillement = 1°
- Volume initial de la salive = 3 ml

Le plan de collection des bolus d'un type de l'extrudé, pour l'étude de déstructuration orale est présenté en annexe (tableau A2).

3. Caractérisation des propriétés physiques et de digestibilité des bolus :

a) Détermination de la rhéologie des bolus par rhéométrie capillaire :

Cette méthode concerne les bols mastiqués avec la salive artificielle. Elle est basée sur les travaux de Le Bleis *et al*. (2013). Cette méthode est appliquée dans le but d'évaluer la viscosité du bol. Les mesures de la rhéologie sur le bolus des extrudés de farine de pois sont réalisées avec un appareil de traction-compression : le « **Rhéotaxt2** », qui permet l'extrusion du bol à une vitesse contrôlée dans une filière dont le diamètre est variable.

Le Rhéotaxt comprend un cylindre vertical ($Ø_i$ = 10 mm, L= 60 mm), un piston central en inox (Ø = 10 mm, L = 100 mm) qui coulisse dans le cylindre, une filière capillaire (montée en bas du cylindre) à entrée conique dont la sortie est de type capillaire cylindrique (Ltotal = 60 mm, Lcapillaire = 10 mm, Øs variable : 2 ou 4 mm) et un capteur de force (gamme de 0 à 1 kN) fixé à une traverse. Le bolus est rempli délicatement dans la filière pour éviter de laisser des espaces vides et d'endommager sa structure. Puis le piston comprime ce bolus à l'intérieur du capillaire et l'extrude à travers de l'orifice capillaire de la filière à une vitesse de déplacement déterminée.

Les données sont enregistrées et exploitées avec le logiciel TestWorks. Chaque échantillon est extrudé à plusieurs vitesses de déformation apparente $\dot{\gamma}_{app}$ aussi appelée vitesse de cisaillement, selon la combinaison du diamètre de la filière ($Ø_s$ =2 ou 4 mm) et de la vitesse de déplacement du piston (v = 50, 100, 150 & 200 mm/min), selon l'équation:

$$\dot{\gamma}_{app} = 4.Qv/\pi(Ø_s/2)\text{^}3 \qquad (5)$$

Avec Q_v (débit d'écoulement volumétrique en mm^3/s) = $v\pi\ (Ø_i/2)^2$.

Tableau 2 : Vitesses de déformation testées selon le diamètre du capillaire et la vitesse de déplacement de la traverse.

v mm/min	50	200	50	100	150	200
$Ø_s$ mm	4	4	2	2	2	2
Qv mm^3/s	65	262	65	131	196	262
$\dot{\gamma}_{app}$ 1/s	10	42	83	167	250	333

La figure 9 ci-dessous et aussi la Figure A3 (en annexe) représente une allure typique de la courbe force en fonction du déplacement f(d) obtenue après extrusion. La courbe

représente deux phases distinctes : une phase de compression suivie d'une dépression entre 0 et 20 mm, qui correspond à la mise en place du bol dans le capillaire ; puis une deuxième phase entre 20 et 40 mm lorsque l'écoulement du bol dans le capillaire est établi. La détermination de la force moyenne se fait donc dans l'intervalle entre 20 et 40 mm.

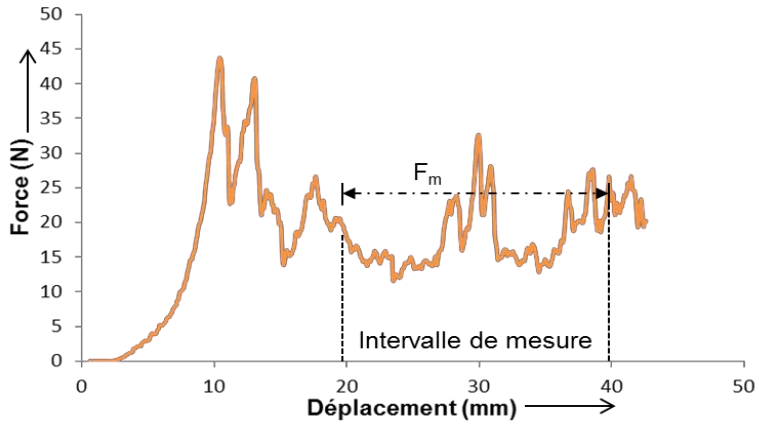


Fig. 9 : Courbe F(d) obtenue après extrusion d'un échantillon de pain mastiqué. Fm = force moyenne (en N). (Le Bleis 2014)

La pression d'extrusion (ΔP en Pa) est donnée par la formule:

$$\Delta P = 4F_m/(\pi.\varnothing_i^2) \quad (6)$$

La contrainte apparente à la paroi du capillaire (τ_w) de diamètre capillaire Øs est définie par :

$$\tau_w = \Delta P/4(L/\varnothing_s) \quad (7)$$

La vraie vitesse de cisaillement pour chacune des conditions expérimentales est déterminée d'après la correction de Rabinowitch selon l'équation :

$$\gamma w = \frac{3n+1}{4n}\gamma_{app} \quad (8)$$

où n est l'indice de consistance ou indice d'écoulement (0<n<1).

$$n = \frac{d(Log\tau_w)}{d\left(Log\gamma_{app}\right)} \quad (9)$$

La force appliquée à la surface du matériau dans une filière de diamètre connu provoque un écoulement de vitesse dépendante de la viscosité apparente de l'échantillon, c'est-à-dire de sa résistance interne. Le rapport $\tau_w / \dot{\gamma}_{app}$ permet alors de calculer la viscosité apparente à la paroi du capillaire (η_{app} en Pa.s).

La courbe $h_{app} = f(\dot{g}_w)$ est ajustée par une loi puissance, ou relation d'Ostwald de Waele :

$$h_{app} = K.\dot{g}_w^{n-1} \quad (10)$$

Où K est l'indice de consistance (Pa.s^n).

Deux répétitions sont réalisées pour chaque condition de mastication. La valeur moyenne de Fm est utilisée pour le calcul de loi de comportement.

b) Mesure du taux d'hydratation des bolus:

Le taux d'hydratation du bolus par la salive au cours de la mastication est analysée pour des bols issue de chaque ensemble de conditions masticatoires : le temps de mastication (1/3sp ; 2/3sp ; et sp) et le flux salivaire (2 ; 4 ml/min). La méthode, utilisée en une répétition, consiste en la dessiccation des bolus (l'élimination d'eau) dans une étuve CHOPIN à 130°C pendant 2 heures selon la norme AFNOR NF V18-109. La teneur en eau du bol est calculée en utilisant l'équation (1). Le taux d'hydratation par la salive (ΔWC) est mesuré par différence entre la teneur en eau des extrudés et celle du bolus.

c) Granulométrie des bolus mastiqués avec salive, par technique d'imagerie: -Préparation d'échantillon:

Pour chaque bolus, issue de chaque set de condition de mastication : 3 temps de mastication (1/3 SP, 2/3 SP et SP), combiné avec deux flux salivaires et des essais de mastication sans salive (bol sec), l'état des fragmentations sont étudiés. Le bolus obtenue est dilué dans 150 ml de glycérol pendant 80 min en agitant à température ambiante (20°C). Ce bolus est ensuite stocké dans des flacons étanches à 4°C. On a choisi le glycérol pour le stockage du bol en raison de sa haute viscosité et densité qui permettent de séparer les particules de l'échantillon et de les maintenir en suspension. L'analyse est faite avec une répétition.

-Acquisition des images des bolus:

L'appareil utilisé est le scanner Epson Perfection V370. Les bolus mis en suspension dans du glycérol devront être versés dans une boîte Pétri (de largeur 12 cm ou de diamètre 14 cm) puis posés au centre du scanner, toujours au même emplacement. Pour cela il existe des masques découpés dans des feuilles papier A4 blanc à poser sur le scanner de manière à cerner la région du scanner qui sera utilisée. Il faut donc commencer par choisir le masque adapté. La boîte de pétri est ensuite recouverte avec une boîte à fond noir, et les paramètres du scanner sont réglés :

24-bits couleurs

400 dpi (800 dpi si les particules sont très petites).

d) Granulométrie des bolus issues de mastication à sec, par tamisage :

L'analyse granulométrique est l'opération consistant à étudier la répartition des différents grains d'un échantillon en fonction de leurs caractéristiques (poids, taille).

L'appareil utilisé est la tamiseuse RETSCH type vibrio. 9 bolus issues de la mastication à sec (sans salive) et de 3 temps de mastication (1/3 SP, 2/3 SP et SP) ont été tamisés. On procède alors au classement des grains sur une série de tamis emboités les uns dans les autres, les dimensions des mailles des tamis sont décroissantes du haut vers le bas, de dimensions progressives : 2mm, 1mm, 500µm, 250µm, 125µm et 100µm. Le granulat est placé sur le tamis le plus haut et par vibration pendant 5 minutes et à une amplitude de 50%, on répartit les grains sur les différents tamis selon leur grosseur et chaque refus de tamis est récupéré dans un flacon et pesé.

IV. Résultats et discussions

1. WSI et WAI :

Dosage des sucres par la méthode d'orcinol sulfurique:

Alors que la méthode de Anderson *et al*.(1969) sert à déterminer le pourcentage de l'amidon et d'autres constituants solubles dans l'eau, la méthode de l'orcinol sulfurique s'intéresse à l'amidon soluble seulement.

La figure 10 ci-dessous montre la variation de la quantité d'amidon soluble en fonction des échantillons obtenue par l'appareil "autoloanalyseur Skalar" après la réalisation du dosage. En utilisant les cinqs gammes de glucose dans l'eau (dont la concentration est déjà connue: étalon standard) on peut tracer la droite de régression de la concentration des gammes en fonction de la hauteur du pic pour déduire la concentration d'orcinol dans chacun des échantillons puis la concentration d'amidon soluble (fig. 11).

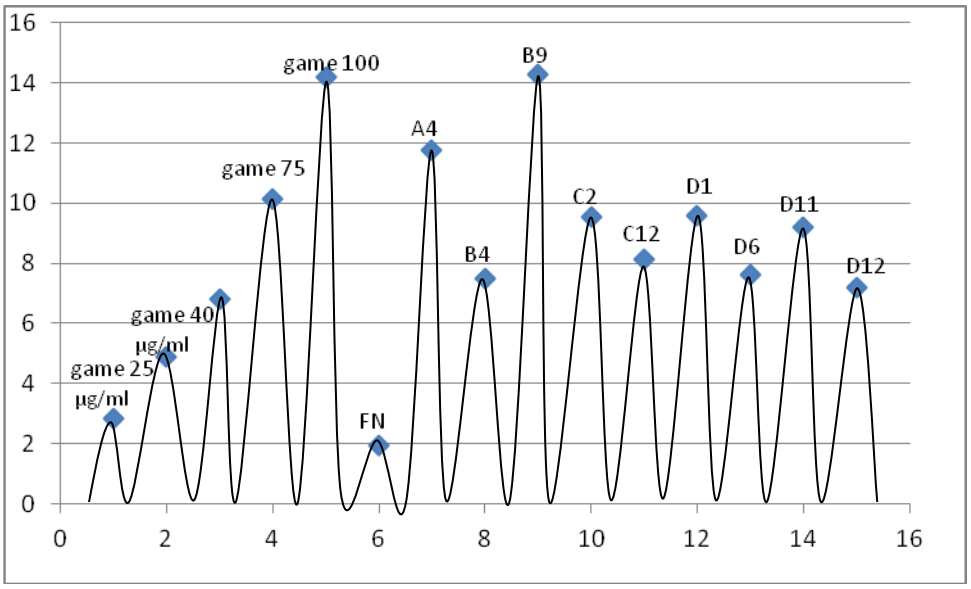


Fig.10: pics obtenues pour chaque échantillon par l'appareil autoanalyseur Skalar.

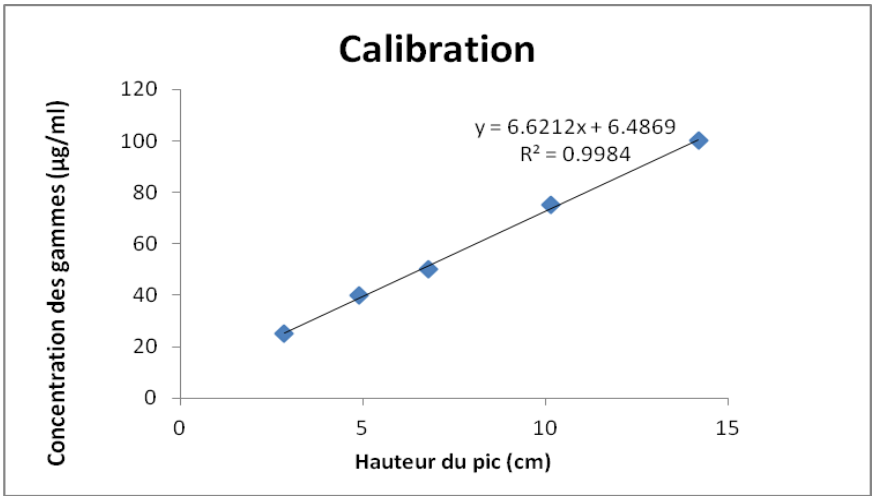


Fig. 11: Calibration de dosage à l'orcinol sulfurique. Graphe montrant la concentration des gammes de glucose en fonction de la hauteur du pic.

Le tableau 3 ci-dessous regroupe les conditions d'extrusion appliquées et les résultats des teneurs en eau, les WSI des solides totaux et les WAI obtenues pour les 14 échantillons les plus importants et la farine native. Un tableau plus complet est présenté dans l'annexe (tableau A1)

Tableau 3 : tableau regroupant les différentes paramètres et résultats obtenue lors de l'extrusion.

	conditions d'extrusion					propriétés physiques des mousses				
Echantillon	MC (w,b)	Tp (°C)	SME (kJ/kg)	P die (bar)	Tp-Tmelting	MC (w,b,)	WSI	WAI	densité (mg/mm3)	densité (kg/m3)
FN						0,091	45%	2,33		
A1	0,214	163	1005,29	47	38,6	0,086	46%	3,86	0,16891	168,91
A4	0,212	**166**	806,34	72	**41,6**	0,078	48%	3,57	0,17352	173,52
A5	0,212	157	700,07	78	32,6	0,0837	47%	3,44	0,15658	156,58
B4	0,213	162	855,61	73	37,6	0,0833	52%	3,56	0,10689	106,89
B9	0,258	152	664,78	58	33,7	898	50%	3,48	0,24561	245,61
C2	0,214	158	1001,66	58	33,6	0,0842	46%	3,43	0,11573	115,73
C7	0,256	127	448,32	100	8,7	0,0846	28%	4,12	0,65909	659,09
C12	0,214	136	549,12	**179**	11,6	0,081	45%	3,4	0,43885	438,85
D1	0,213	157	1106,91	**42**	32,6	0,0815	45%	4,03	0,08506	85,06
D3	0,213	136	754,4	76	11,6	0,0835	47%	3,28	0,45161	451,61
D6	0,257	**123**	**427,37**	80	4,7	0,0848	27%	4,56	0,81761	817,61
D10	0,188	159	882,6	63	30,8	0,0801	47%	3,61	0,10627	106,27
D11	0,188	140	721,17	86	11,8	0,0807	48%	3,47	0,10333	103,33
D12	0,188	130	567,2	124	**1,8**	0,0887	41%	4,09	0,32116	321,16

MC = teneur en eau
W.b. = wet basis ou base humide
Tp = température du produit fondu dans la filière
SME = énergie mécanique spécifique
Pdie = la pression à l'entrée de la filière
Tmelting = température de fusion de la farine native (correspond à celle de l'amidon native)
Rappel : Melting ou fusion : changement de l'état native (cristalline) à l'amorphe.

D'après le tableau 3 et la Fig.12, on remarque que :

1) WSI des solides totaux est plus élevé que WSI de l'amidon puisque dans le premier sont pris en compte les autres composants solubles non pas seulement l'amidon. (Les fibres, les protéines...) (Fig. 12a)

2) une corrélation négative entre WSI et WAI (Fig. 12b).

3) Une augmentation de la WSI et WAI des extrudés par rapport à ceux de la farine native, qui peut être due à la déstructuration et la dépolymérisation de l'amidon. Donc la solubilité d'amidon et des autres composants augmente durant la cuisson-extrusion (Fig. 12c, d).

En observant les graphes de WSI et WAI en fonction de la température du produit dans la filière, et l'énergie mécanique spécifique (SME) (Fig.12c,d), on remarque qu'il y a une

corrélation positive entre la WSI et la température de fondu et WSI et SME, par contre quand la température et la SME augmentent, WAI diminue. Des grandes intensités d'énergie thermique et énergie de cisaillement ont causé une augmentation de la rupture des granules et dépolymérisation de l'amidon et d'autres molécules et par conséquent un WSI plus élevé. A noter que les fibres insolubles du pois peuvent aussi devenir des fibres solubles suite au processus de l'extrusion.

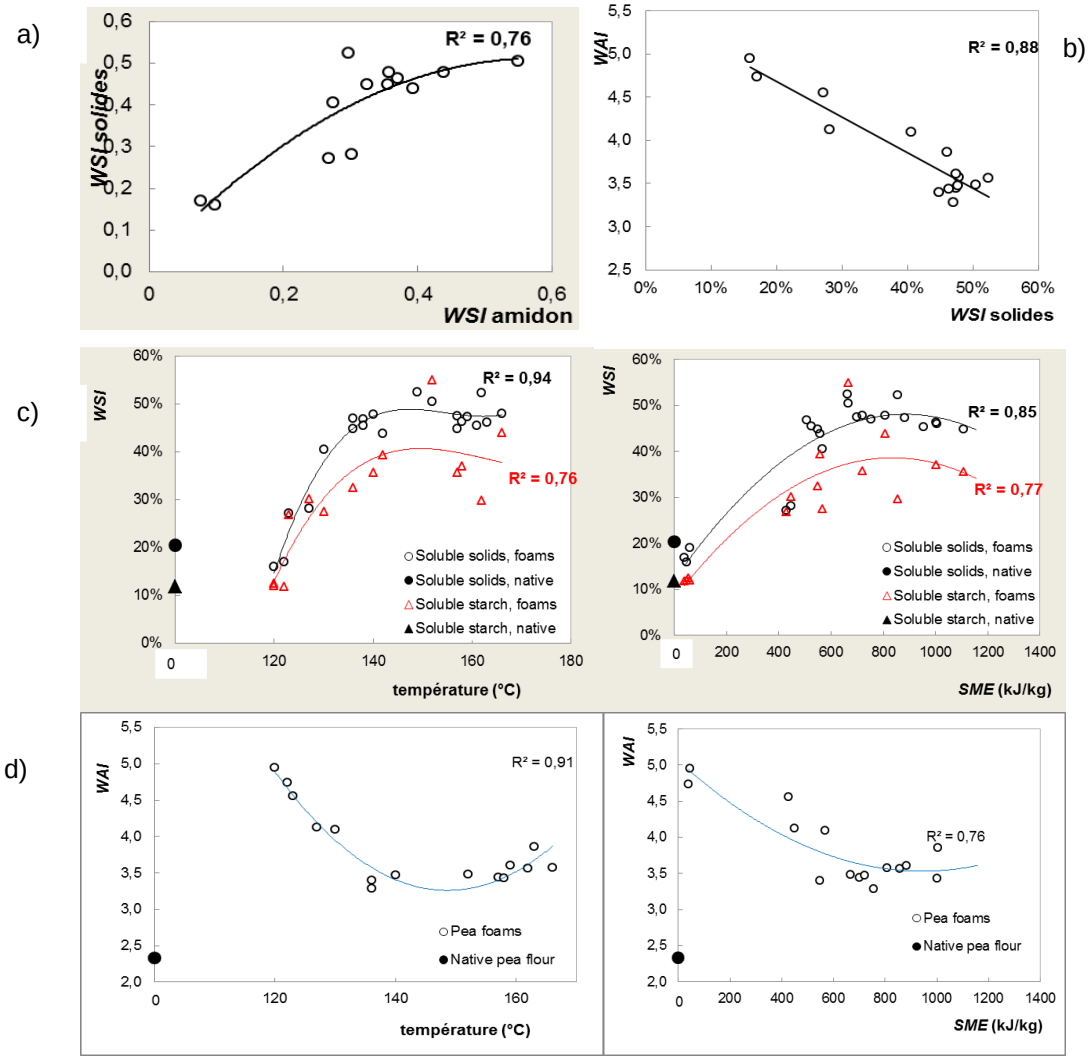


Fig.12 a) variation de WSI des solides totals en fonction des WSI de l'amidon
b) variation de WAI en fonction de WSI des solides.
c) variation de WSI en fonction de SME et température
d) variation de WAI en fonction de SME et température.

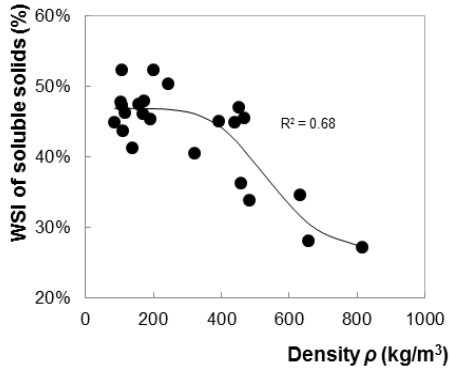


Fig.13: Variation de WSI des solides totaux en fonction de la densité des mousses.

Selon la fig. 13, plus la WSI est grande, plus la densité diminue et ainsi l'expansion est plus importante. Prenant par exemple l'échantillon le plus dense, D6, qui est extrudé à la température et SME les plus faibles (123°C ; 427.37 Kj/Kg), il a le plus faible WSI (27%) et le WAI le plus haut (4.56) par rapport aux autres extrudés.

Selon Li *et al.* (2017), WAI et WSI indiquent comment l'extrudé agit dans la bouche. Une WAI faible indique que le produit peut être consommé comme une ceréale parce qu'il peut rester croustillant pour une longue durée dans un liquide.

De même, les produits avec un WSI élevé se dissoudent rapidement, ce qui peut être apprecié dans les nourritures pour les enfants. Dans ce travail, WSI présente une corrélation négative avec WAI, ce qui nous amène à penser que les extrudés moins solubles dans l'eau ont une tendance à absorber plus d'eau.

2. Caractérisation des propriétés mécanique par compression:

Les résultats des essais de compression sont regroupés dans le tableau suivant:

Tableau 4: tableau regroupant la structure des mousses solides et les propriétés mécaniques.

	Structure des mousses solides			Propriétés mécaniques				
Echantillons	ρ* Densité	Structure cellulaire		Contrainte maximum (MPa)		Module de Young's (MPa)		ρ* / ρ fondu
	kg/m^3	MCS (mm)	MWT (µm)	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	
D1	85	1.54	131.7	0.071	0.01	1.68	1.4	0.06
D2	109	1.5	157	0.599	0.86	8.32	9.6	0.08
C2	116	2.12	225.5	0.148	0.05	9.01	3.6	0.09
C1	120	2.44	174.1	0.207	0.1	14.39	6.6	0.09
A2	172	2.14	263	0.409	0.15	23.9	8.3	0.13
A4	174	0.69	130.6	0.383	0.04	9.23	4.3	0.13
D8	200	1.18	169.8	0.528	0.24	20.08	11.5	0.15
B9	246	0.69	160.08	0.62	0.2	27.8	0.1	0.19
D12	321	0.95	255.2	1.115	0.32	33.37	12.9	0.24
C12	439	0.72	300.8	2.13	0.72	98.69	38.1	0.33
D3	452	1.1	477.9	1.831	0.68	74.89	26.7	0.34
D6	818	0.75	511.9	7.532	1.47	170.44	43.3	0.63

P fondu = densité de fondu. Des données sont obtenu par la formule de Colonna et Della Valle (1994)

La structure des mousses solides de la farine de pois a été déterminée par un autre stagiaire et des ingénieurs de BIA et de l'ONIRIS pour les valeurs de la densité dans l'intervalle [85, 820 kg/m3]. Leur taille moyenne des cellules (MCS) et des parois cellulaires (MWT) varient dans les gammes [2.44; 0.69 mm] et [131; 512 µm] respectivement (Tab. 4). Les mousses solides, à l'exception de C12, D3 et D5 sont considérées des vrais mousses solides (« true solide foam Agbisit et al. 2007) parce le rapport entre la densité de mousse ρ* et celle de fondu ρ

fondu est < 0.3. Ces mousses, à l'exception de D12, ayant ρ* / ρ fondu < 0,2 peuvent être considérés comme des mousses à cellules fermées (« closed-cell foams).

Pour des échantillons expansés (densité <= 200 kg/m^3), la contrainte augmente linéairement avec la déformation jusqu'à la première fracture, suivie d'une région écrasante à plusieurs pics (Fig. 14, échantillons D2 et D8). Pour des échantillons moins expansés donc plus denses (densité > 200 kg/m^3), ils ont éclaté en deux ou plusieurs morceaux après la 1ère rupture (Fig. 14, échantillon D6).

Tous les échantillons ont montré un comportement mécanique fragile avec la rupture dans le domaine élastique. C'est pourquoi nous nous concentrons sur 2 grandeurs mécaniques: le module de Young et la contrainte à la rupture maximum. A partir de la courbe contrainte= f (déformation) de chaque échantillon, nous avons calculé les valeurs moyennes de la contrainte maximum à la rupture et le module de Young. Ils sont résumés dans le tableau ci-dessus (Tab. 4), par ordre décroissant de la densité. La variation de l'écart-type représenté dans ce tableau est due premièrement à hétérogénéité de la matière première et deuxièmement à hétérogénéité de la structure alvéolaire de chaque produit.

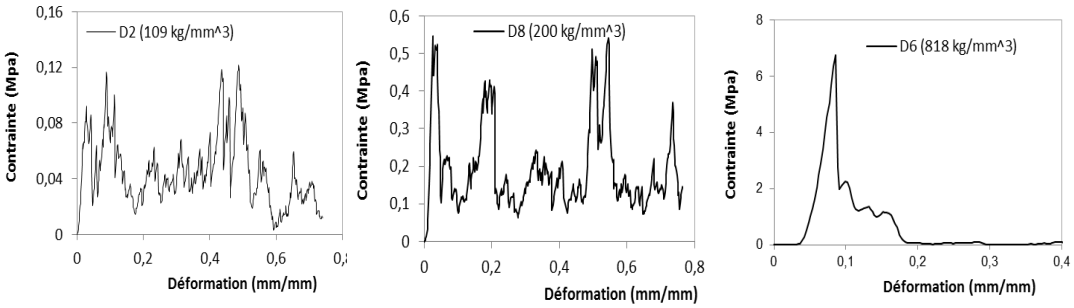


Fig.14: courbes représentants la contrainte en fonction du déplacement pour les extrudés de farine de pois. (La densité des mousses solides est donnée entre parenthèses).

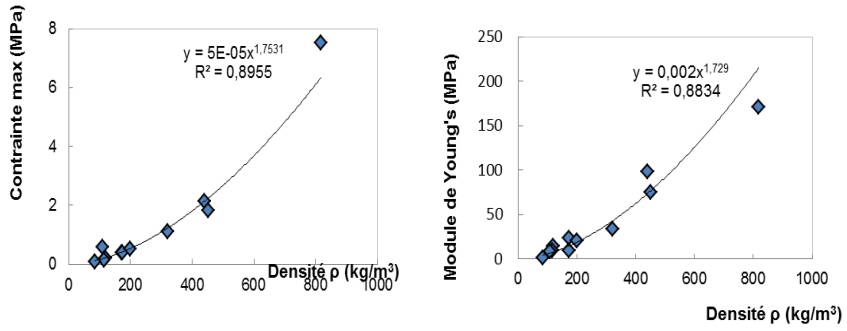


Fig. 15 : Variation de la contrainte maximum et le module de Young en fonction de la densité des extrudés.

A la rupture on a tracé les courbes: contrainte maximum= f (densité relative) et module de young= f (densité relative) (fig. 15). La relation entre les propriétés mécaniques et la densité suit les lois de puissance qui sont similaires à celle suggérée par Gibson et Ashby (Babin *et al*. 2007).

$$\frac{\sigma_{mousse}}{\sigma_{dense}} \propto \frac{\rho_{mousse}}{\rho_{dense}} \qquad (12)$$

Comme nous pouvons le voir ces deux courbes suivent une trajectoire ascendante. Cependant, nous pouvons également constater que le module de Young augmente graduellement par rapport à la contrainte, qui évolue bien plus lentement. Nous en déduisons donc que la déformation des extrudés de farine de pois est plus difficile au fur et à mesure que la densité augmente. Plus la densité est faible, moins le matériel oppose de résistance. Nous pouvons aussi constater que des échantillons de faible densité ayant des grandes alvéoles, produites lors de l'extrusion sont fragiles, rendant ainsi le matériel friable, tandis que les plus compacts ayant la structure cellulaire plus fine s'avéraient bien plus résistants à la rupture. D'après Fig. 16, la contrainte maximum à la rupture et le module de Young diminuent avec l'accroissement de la taille moyenne des cellules alvéolaires, par contre ils augmentent avec l'augmentation de l'épaisseur moyenne des parois cellulaires. La structure la plus fine D6 (MCS < 1mm et MWT> 500 µm) est la plus résistante à la rupture. Ceci semble confirmer que c'est la structure alvéolaire engendrée par l'extrusion qui définit aussi la résistance du matériau.

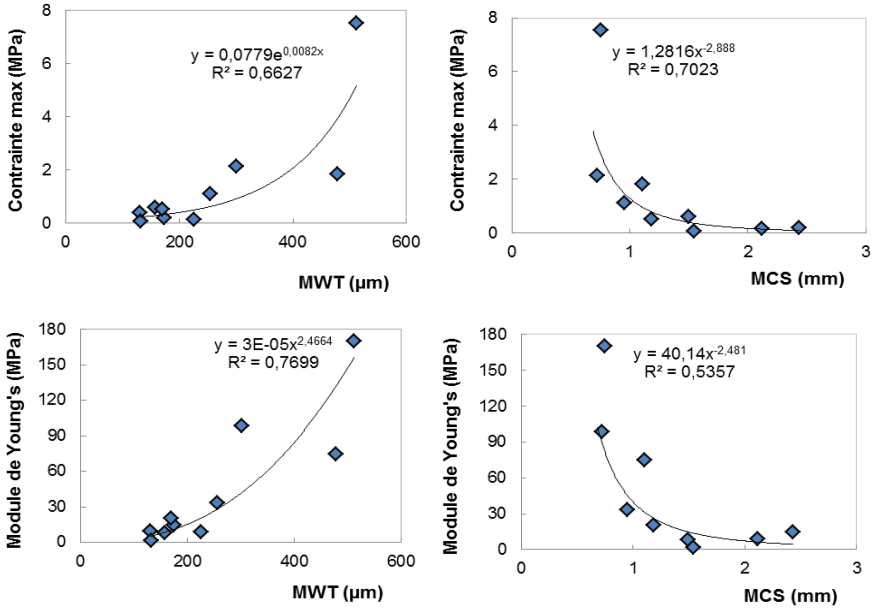


Fig. 16: Variation des propriétés mécaniques en fonction de la caractéristique cellulaire
MCS : Taille moyenne de cellules, MWT = épaisseur moyenne de parois cellulaires.

Pour l'étude de la déstructuration orale, on peut aussi d'après ces résultats éliminer les échantillons moins expansés qui ont les valeurs du module de Young et de contrainte maximum très élevées et par conséquent ils ne sont pas adaptés à la mastication, comme C12, D3 et D6.

3. Modélisation des produits extrudés par l'analyse ACP:

Les résultats des analyses statistiques et des corrélations sont regroupés dans une ACP (Fig. 17). Selon l'analyse ACP utilisant la corrélation non-linéiare Pearson, le module de Young E est corrélé négativement avec les variables de l'extrusion comme Tp (R= -0.753), SME (R=-0.657), WSI des solides totaux (R= -0.699) et solubilité des protéines dans le DTE (R = -0.511). Cette solubilité des protéines indique la formation des aggrégats protéiques liés par des liaisons disulfures, en raison des hautes températures et pressions durant l'extrusion. Par contre, le module de Young présente une corrélation positive avec la pression (R = 0.590), la couleur des extrudés comme la clarté et l'indice de jaune (brightness L* (R=0.523) et yellowness b* (R=0.750)), l'épaisseur moyenne de la parois cellulaire (mean cell wall thickness MWT, R=0.835), la densité des mousses solides (R =0.932) et la solubilité des protéines dans SDS (R=0.471). Cette solubilité concerne les aggrégats protéiques reliés par des liaisons non covanlentes. Une contrainte maximale est corrélée positivement avec le module de Young (R=0.972).

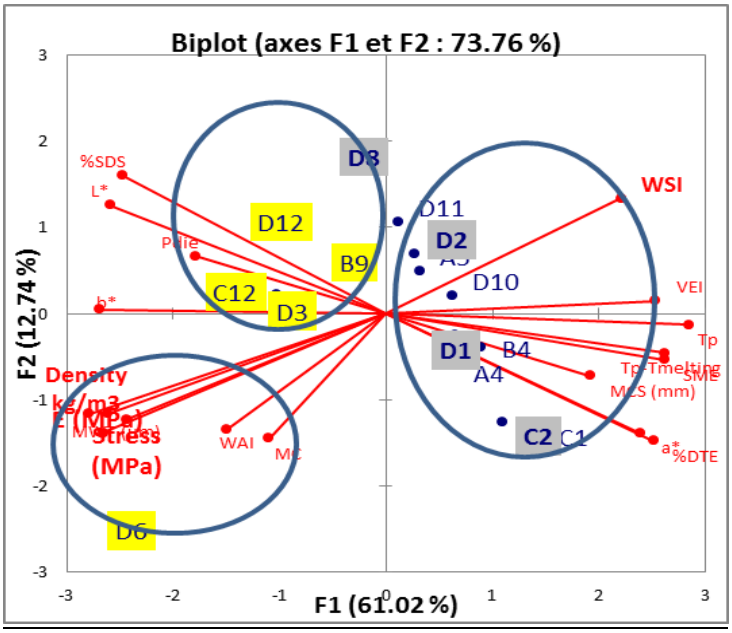


Fig.17: L'analyse statistique des produits extrudés ayant une grande variété de densité (85-850 kg/m3) selon l'ACP et en prenant en compte les variables d'extrusion, la structure et les résultats de solubilité pour l'amidon et les protéines.

Selon le ‘product mapping’ (Fig. 17); les mousses solides peuvent être classées dans trois groupes:

- Groupe 1: les mousses solides ayant des valeurs de contraintes et de module de Young élevés.
- Groupe 2: les mousses solides ayant une clarté et un indice de jaune forts et contenant des aggrégats protéiques reliés par des liaisons covalentes.
- Groupe 3: les mousses solides fragile (ayant une faible résistance à la compression) et se distinguent par leur couleur a* plus proche de la teinte rouge (high redness) , et contenant des aggrégats protéiques liés par des ponts disulfure.

Donc, pour l’étude de mastication, on peut sélectionner un ou deux échantillons représentatives de chaque groupe; en exception des échantillons classifiés comme mousses solides non-poreux (non categorisé comme ‘closed-cell foams’) qui, selon les résultats de compression, ont une grande résistance à la déformation et ne sont pas adaptés à la mastication humaine (B9, C12, D3, D6, D12). Les échantillons sélectionnés pour la mastication sont: D8 (groupe 2) et D1 et C2 (groupe 3).

4. Rhéologie des bolus et hydratation :

Le temps de déglutition (sp) obtenu par mastication humain : D1= 12s, D8= 15 s et C2 = 15 s. Donc on prend trois mesures pour simuler le temps de la mastication selon :
D1 1/3 sp = 4 s; 2/3 sp = 8 s et sp = 12 s. On fait la même chose pour D8 et C2.

Tableau 5 : Caractéristiques physico-chimiques et modification bio polymères des échantillons.

	Densité	Young	solubilité des protéines (%)		Solubilité de l’amidon	
	kg/m3	(MPa)	in SDS	in DTE	WSI (%)	WAI
C2	120	9.0	44.1	47.0	46	3.43
D1	85	1.7	61.2	30.6	45	4.03
D8	200	20.1	84.9	17.6	52	2.96

Les propriétés rhéologiques des bolus issues des trois temps masticatoires (1/3 sp, 2/3 sp et sp) sont évaluées par la méthode de rhéométrie capillaire. K et n sont présentés dans le tableau A3 de l’annexe. La réduction de la viscosité avec la vitesse de cisaillement et les faibles valeurs de l’indice d’écoulement n confirment que le bolus avait des propriétés de liquéfaction (‘shear thinning’) sous effet de cisaillement. Les valeurs de n sont assez similaires pour les différentes conditions masticatoires et les différents échantillons avec une

valeur moyenne de 0.1 et un écart-type de 0.03.

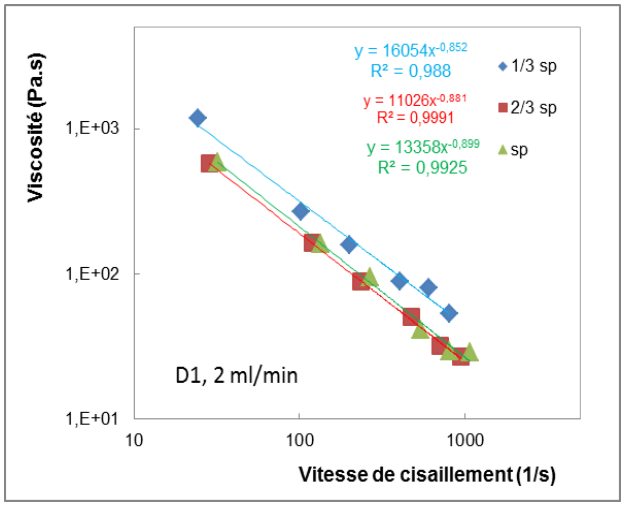


Fig. 18. Comportement rhéologique des bolus en cours de mastication pour l'échantillon D1 et pour un flux salivaire= 2 ml/min. Le temps de mastication : sp = « swallow point » = le temps de déglutition ; 2/3 sp ; 1/3 sp.

La figure 18 montre que la viscosité et l'indice de consistance K ont diminué avec les temps masticatoires (de 1/3 sp à 2/3 sp), avec une légère diminution de l'indice de consistance de 2/3 sp jusqu'au temps de déglutition sp. Probablement la fragmentation et la plastification du bol par la salive ont lieu surtout dans les deux premières étapes de la mastication (0→1/3 sp → 2/3 sp). La consistance des snacks extrudés mastiqués (2.10^4 Pa.s^n) est plus grande que celle du pain mastiqué mesurée par Le Bleis *et al.* (2016). (K= 1.1 ± 0.4 Pa.s^n)

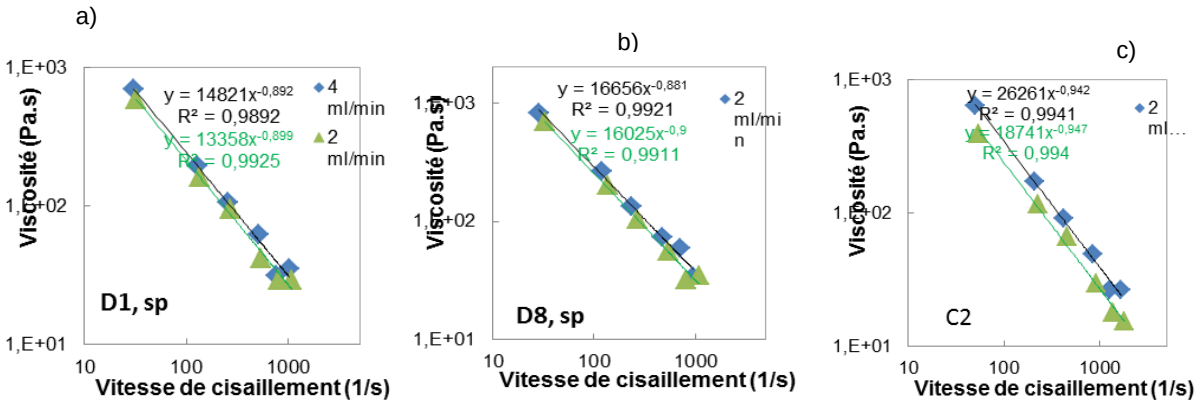
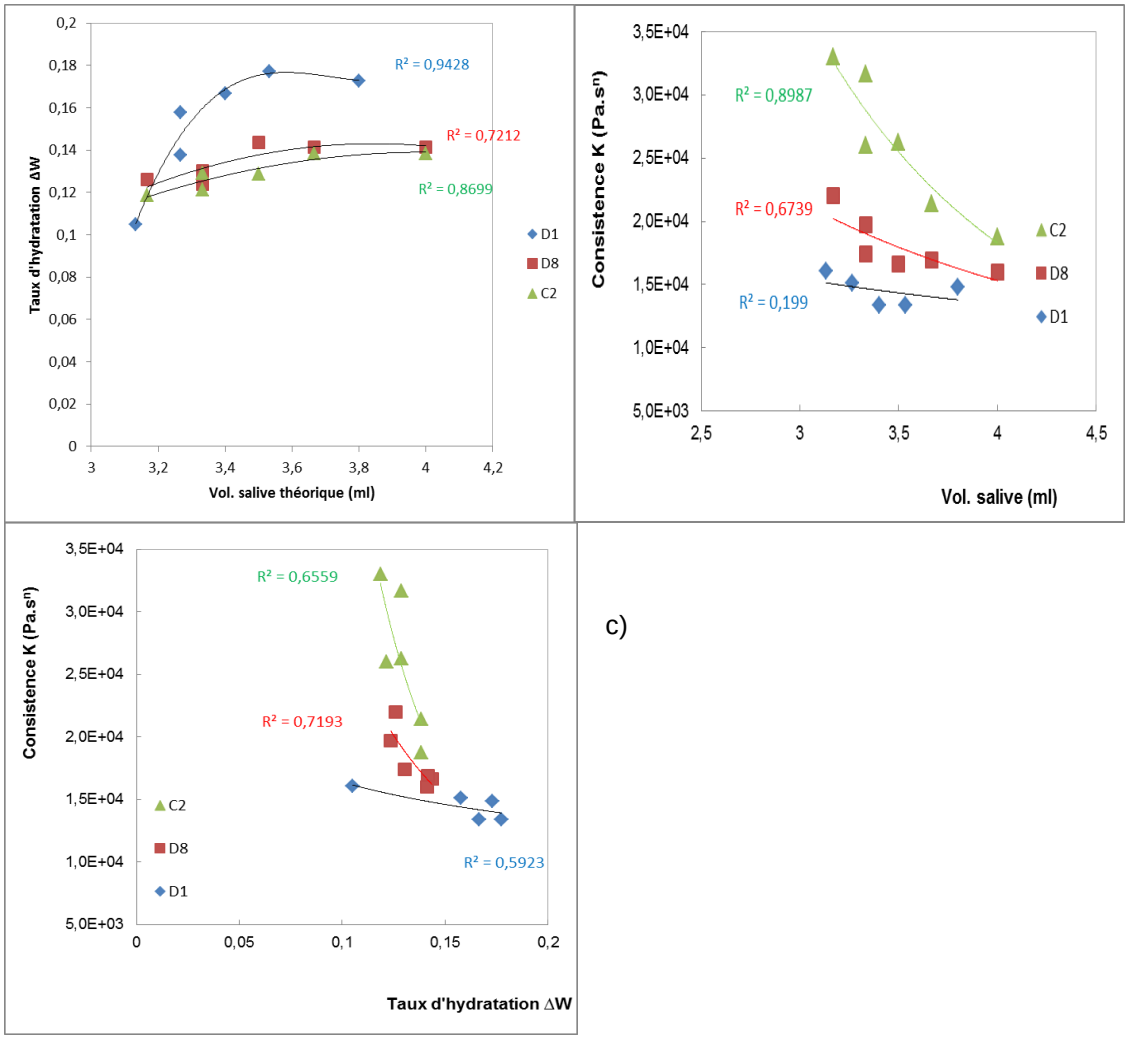


Fig. 19 : Effet de flux salivaire (2 vs 4 ml/min) sur le comportement rhéologique des bolus au moment de déglutition pour divers produits. a) D1 ; b) D8 ; c) C2.

Selon la figure 19, la viscosité et la consistance des bolus diminuent avec l'augmentation du flux salivaire, cela est dû essentiellement à la plastification de l'amidon par l'eau.

a) b)



c)

Fig. 20 : a) variation du taux d'hydratation en fonction du volume théorique de salive.
b) variation de la consistance en fonction du volume salivaire.
c) variation de la consistance en fonction du taux d'hydratation.

On remarque à partir de la figure 20 (a) que le taux d'hydratation augmente avec l'augmentation du volume salivaire théorique dans la bouche, et que ce taux est le plus important appartient à D1 (l'échantillon le moins dense et le plus expansé).

On peut déduire aussi que la consistance k diminue avec l'augmentation du volume salivaire et alors du taux d'hydratation (fig.20 (b,c)) et que l'échantillon D1 ayant la consistance minimale est celui qui est le moins dense.

Le taux d'hydratation des bols des extrudés de farine de pois dépend alors de la densité et de la transformation protéique (tab.5). Ces valeurs sont dans le même ordre avec ceux du pain obtenue par le stagiaire Meryl Simard (2015) (6 – 23%), et les valeurs de consistance (ordre 10,000 $Pa.s^{n)}$ sont très proche de celle obtenue pour la mastication humaine du pain (thèse de Fabien Le Bleis, 2014)

Cependant, la consistance du bolus de C2 est plus grande que celle de D8 (Fig. 20b, c). De même C2 présente un module de Young plus faible que D8 (C2= 9 MPa, D8= 20 MPa). Les mousses de C2 contiennent plus de protéines avec des ponts disulfures (solubles dans le tampon contenant DTE) que D1 et D8 (Tableau 1). Probablement la morphologie des phases amidon/protéines constituants de la paroi cellulaire influence la rhéologie du bolus. L'effet de la morphologie de ce composite sur la rhéologie du bolus va être étudié dans un futur projet.

5. Granulométrie :

i. Par imagerie :

Les différentes images obtenues par le scanner EPSON PERFECTION pour l'échantillon D1 mastiqués avec flux salivaire égale à 2ml/min et selon les deux temps de mastication 1/3 SP et 2/3 SP, sont représentés dans la figure 21.

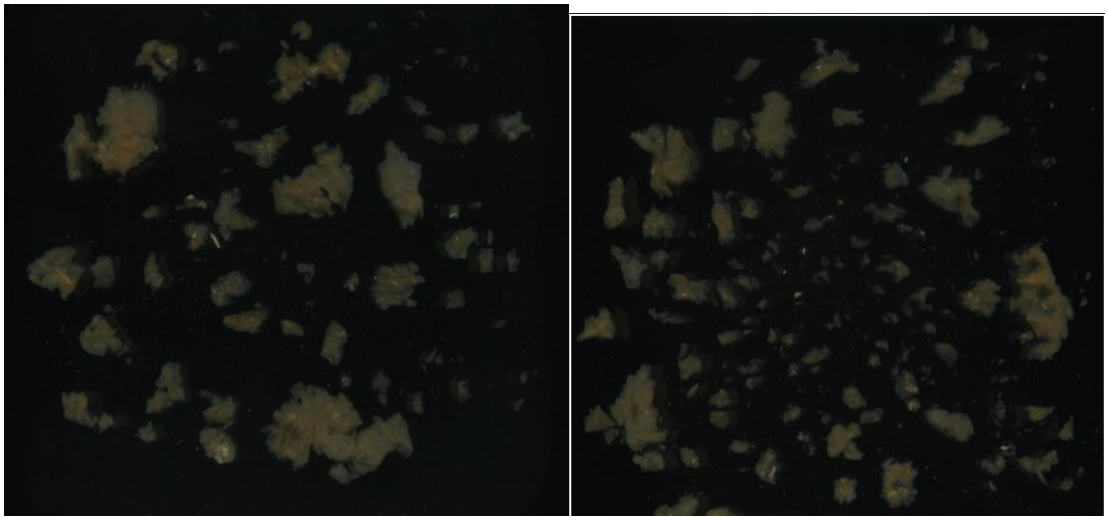


Fig.21 : Image des bolus de D1.

On remarque que les particules dans la deuxième figure (2/3 SP) sont plus petites que les particules du bol correspondant à 1/3 SP.

(A cause de la courte durée du stage l'analyse des images sera réalisée par Anne-Laurre Réguerre quand le stage sera terminé).

ii. par tamisage :

Les résultats de la répartition de la taille moyenne des particules pour des bols secs de trois échantillons D1, D8 et C2 (Fig.22) a montré que cette taille diminue avec l'augmentation du temps de mastication de 5 secondes à 15 secondes. En plus, les particules

du bol de C2 sont plus grande que celle de D1 et D8, ce qui peut être lié à la densité (le module de Young), et au taux protéines reticulés en pont disulfures. En observant les 2 figures (22 et 23), on constate que plus la consistance est importante, plus la taille des particules est grande.

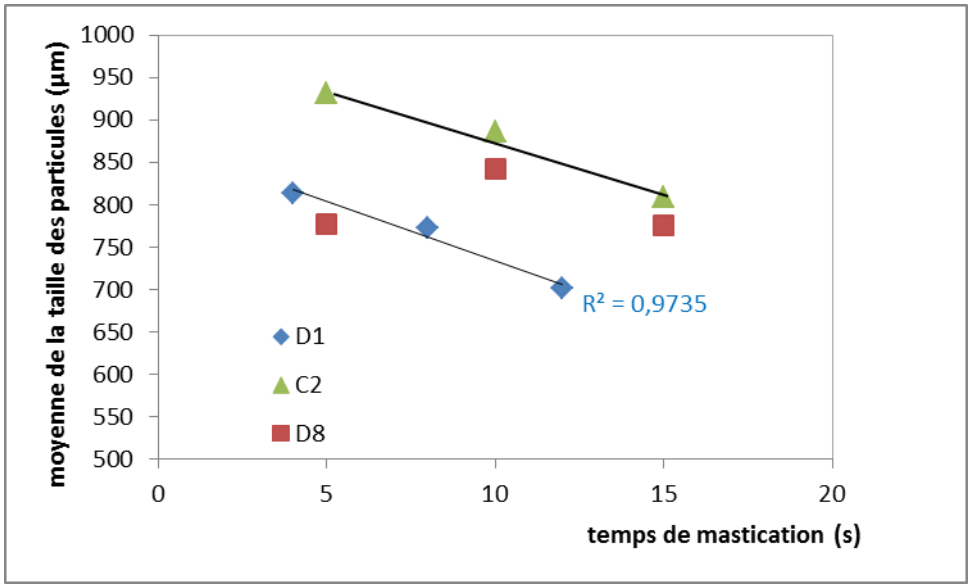


Fig.22 : Répartition de la taille moyenne des particules en fonction du temps de mastication pour D1 et C2.

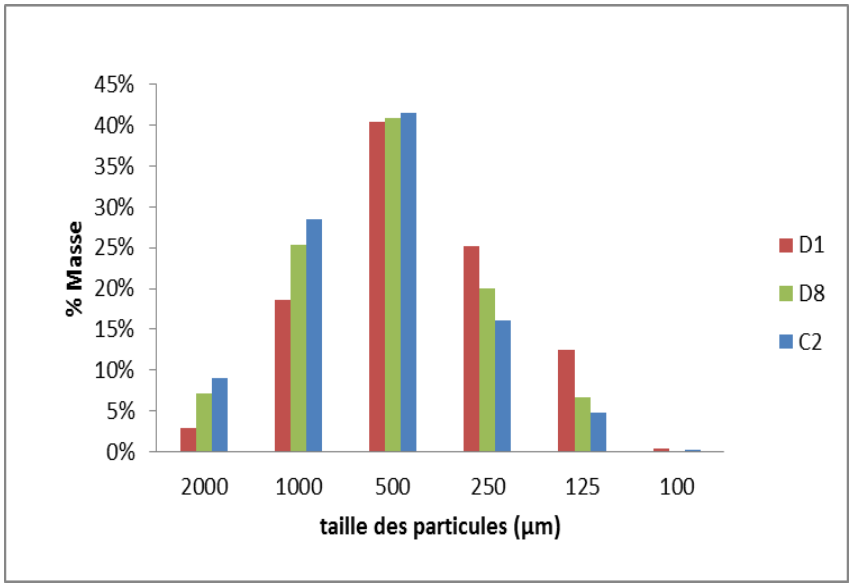


Fig.23 : Répartition du pourcentage en masse en fonction de la taille des particules pour D1, C2 et D8 pour le temps de mastication sp

La figure 23 montre que pour les trois échantillons la taille des particules qui domine toujours est de l'ordre de 500µm. De même, on remarque que C2 se caractérise par des particules de grosses taille (2000 et 1000 µm), tandis que D1 se caractérise plutôt par des particules de taille réduite (250 et 125 µm) (Fig. 24).

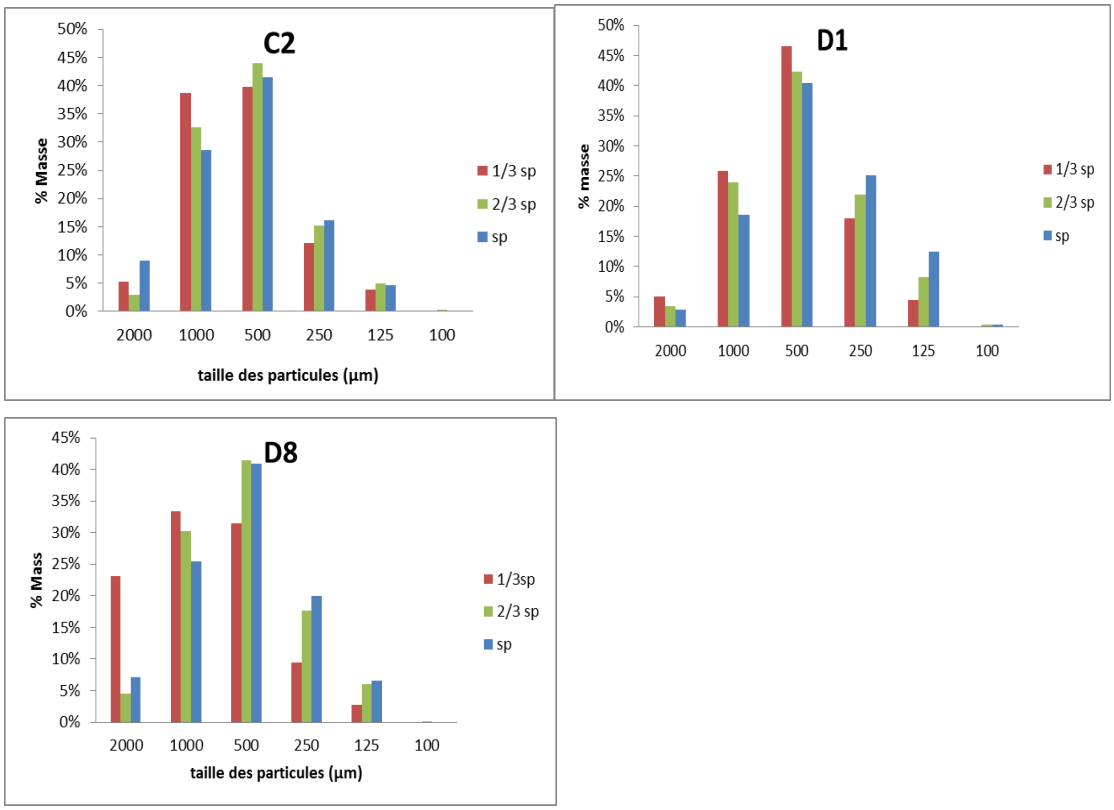


Fig.24 : Répartition du pourcentage en masse en fonction de la taille des particules.

Enfin, la figure 24 montre que pour les trois échantillon D1, C2 et D8, la taille des particules diminue avec le temps masticatoire, puisque les grosses particules (2000 et 1000 µm) sont plus nombreuses au temps masticatoire 1/3 SP, tandis que les particules de petites taille (250 et 125 µm) existent plutôt pour le temps masticatoire SP.

v. Conclusion

La valeur nutritionnelle très élevée des extrudés de farine de pois à cause de leur richesse en protéine et en amidon a motivé la présente étude. La cuisson-extrusion étant un processus complexe donnant lieu à une large gamme d'extrudés dont les propriétés fonctionnelles sont très variables, nous avons réalisé une série d'expérience pour mieux comprendre comment ces propriétés varient avec les paramètres d'extrusion et quelle est la relation entre ces derniers et le comportement des extrudés dans la bouche humaine.

Concernant, les propriétés fonctionnelles des extrudés, on a remarqué que la solubilité de l'amidon dans l'eau (WSI) et la capacité d'absorption de l'eau (WAI) sont supérieures à celle de la farine native. Les deux indices WAI et WSI indiquent comment l'extrudé agit dans la bouche. Ces deux derniers sont négativement corrélés. WSI augmente avec l'augmentation de SME et Tp, tandis qu'elle diminue avec l'augmentation de la densité. En plus, dans l'étude des propriétés mécaniques des extrudés, on peut dire que les échantillons les plus expansés ont une contrainte et un module de Young minimales. D'après l'Analyse en Composante Principale, en tenant compte des variables d'extrusion, de structure et de propriétés fonctionnelles d'extrudés, les différents échantillons ont été regroupés dans trois groupes afin de choisir un échantillon de chaque groupe pour l'étude de déstructuration orale. On a éliminé alors les échantillons qui ne sont pas adaptés à la mastication : c'est-à-dire ayant un module de compression important et une structure cellulaire en dehors de la catégorie « closed-cell foams ». On a choisi d'étudier les propriétés physiques et de digestibilité des bolus pour les échantillons D1, D8 et C2. L'étude de la rhéologie des bolus de ces extrudés issus de la mastication avec la bouche artificielle, a montré notamment que la viscosité et l'indice de consistance K diminuent avec le temps de mastication et du flux salivaire dans la bouche, et que la viscosité est corrélée négativement avec les WAI d'extrudés. Il est évident alors que la structure alvéolaire engendrée par l'extrusion définie la résistance du matériau et son comportement dans la bouche.

Cependant, on ne sait pas exactement la contribution des protéines dans la modification des propriétés de l'amidon et la relation entre les composites amidon-protéines denses du matériau pariétal et les propriétés physiques du bolus, c'est pourquoi ce sujet va être poursuivi prochainement par d'autres projets.

Pour conclure, on peut dire qu'on a validé le protocole de mastication artificielle et de rhéologie des bolus des extrudés de farine de pois, puisque les résultats étaient très proches de celles obtenues par mastication humaine pour le pain.

VI. Liste des tableaux

Tableau 1 : Domaine des variables d'extrusion, de la structure et de la transformation des bio polymères des extrudés**.**

Tableau 2 : Vitesses de déformation testées selon le diamètre du capillaire et la vitesse de déplacement de la traverse.

Tableau 3 : tableau regroupant les différentes paramètres et résultats obtenue lors de l'extrusion.

Tableau 4: tableau regroupant les propriétés des mousses solides et les propriétés mécaniques.

Tableau 5 : Caractéristiques physico-chimiques et modification bio polymères des échantillons.

VII. Liste des figures

Fig. 1: Composition moyenne du pois sec entier en %MS (source: INRA AFZ 2004).

Fig. 2 : Cuisson-extrusion de la farine de pois. a) Schématique d'une extrudeuse ; b) Phénomène de l'expansion du fondu à la sortie de la filière d'une extrudeuse. (Source : présentation projet Protex)

Fig. 3: Comportement des protéines lors de l'extrusion (source : présentation projet Protex).

Fig. 4 : Des extrudés de la farine de pois.

Fig. 5 : Réaction colorimétrique à l'orcinol sulfurique (Tollier et Robin, 1979).

Fig.6 : Courbe de la force en fonction du déplacement pour l'échantillon D1.

Fig.7 : Courbe de la contrainte en fonction de la déformation pour l'échantillon D1.

Fig.8 : Bouche artificielle vide (a) et remplie (b).
8c : pousse-seringue avec la seringue contenant la salive artificielle.

Fig. 9: Courbe F(d) obtenue après extrusion d'un échantillon de pain mastiqué. Fm = force moyenne (en N). (Le Bleis 2014)

Fig.10: Pics obtenues pour chaque échantillon par l'appareil autoanalyseur Skalar.

Fig. 11: Calibration de dosage à l'orcinol sulfurique. Graphe montrant la concentration des gammes de sucre
en fonction de la hauteur du pic.

Fig.12 a) variation de WSI des solides totals en fonction des WSI de l'amidon
b) variation de WAI en fonction de WSI des solides.
c) variation de WSI en fonction de SME et température
d) variation de WAI en fonction de SME et température.

Fig.13: Variation de WSI des solides totaux en fonction de la densité des mousses.

Fig.14: courbes représentants la contrainte en fonction du déplacement pour les extrudés de farine de pois. (La densité des mousses solides est donnée entre parenthèses).

Fig. 15 : Variation de la contrainte maximum et le module de Young en fonction de la densité des extrudés.

Fig. 16: Variation des propriétés mécaniques en fonction de la caractéristique cellulaire
MCS : Taille moyenne de cellules, MWT = épaisseur moyenne de parois cellulaires.

Fig.17: Modélisation des produits extrudés ayant une grande variété de densité (85-850 kg/m^3) selon l'ACP et en prenant en compte les variables d'extrusion, la structure et les résultats de solubilité pour l'amidon et les protéines.

Fig. 18 : Comportement rhéologique des bolus en cours de mastication pour l'échantillon D1 et pour un flux salivaire= 2 ml/min. Temps de mastication : sp = « swallow point » = Temps de déglutition ; 2/3 sp ; 1/3 sp.

Fig. 19 : Effet de flux salivaire (2 vs 4 ml/min) sur le comportement rhéologique des bolus au moment de déglutition pour divers produits. a) D1 ; b) D8 ; c) C2.

Fig. 20 : a) variation du taux d'hydratation en fonction du volume théorique de salive.
b) variation de la consistance en fonction du volume salivaire.
c) variation de la consistance en fonction du taux d'hydratation.

Fig.21 : Image des bolus de D1.

Fig.22 : Répartition de la taille moyenne des particules en fonction du temps de mastication pour D1 et C2.

Fig.23 : Répartition du pourcentage en masse en fonction de la taille des particules pour D1, C2 et D8.

Fig.24 : Répartition du pourcentage en masse en fonction de la taille des particules.

VIII. Liste des abréviations

- BIA: Biopolymères Interactions Assemblages.
- INRA: Institut National de Recherche agronomique.
- MC2: Matériaux Création et Comportement.
- CSGA: Centre des Sciences du Gout et de l'Alimentation.
- WSI: Water Solubility Index.
- WAI: Water Absorption Index.
- IATE: Ingénierie des Agro-polymères et Technologies Émergentes.
- ACP: Analyse en composante principale.
- MS: Matière sèche.
- SME: énergie mécanique spécifique. (en kJ/kg)
- MC= teneur en eau (en base humide).
- Tp = température des fondus dans la filière (en °C).
- Pdie = pression (en bar).
- VEI = indice d'expansion volumique.
- SDS = le dodécylsulfate de sodium.
- DTE = le dithioérythritol.
- BA : bouche artifielle.
- SP: Swallow Point.

IX. Références Bibliographiques:

Agbisit, R., Alavi, S., Cheng, E., Herald, T., & Trater, A., 2007. Relationships between microstructure and mechanical properties of cellular cornstarch extrudates. *Journal of Texture Studies*, Vol. 38, pp.199–219.

Anderson R.A., Conway H.F., Pfeifer V.F., Griffin E.L., 1969. Roll and extrusion cooking of grain sorghum grits. *Cereal Science Today*. Vol.14, pp. 3–4.

Babin P., Della Valle G., Dendievel R., Lourdin D., Salvo, L, 2007. X-ray tomography study of the cellular structure of extruded starches and its relations with expansion phenomenon and foam mechanical properties. Carbohydrate polymers. Vol. 68, n°2, pp. 329-340.

Castell A.G., Guenter W., Igbasan F.A., 1996. Nutritive value of peas for nonruminant diets. *Animal Feed Science and Technology*. Vol. 60, n° 3-4, pp. 209-227.

Colonna P., Barry J.L., Cloarec D., Bornet F., Gouilloud S., Galmiche J.P., 1990. Enzymic susceptibility of starch from pasta. *Journal of Cereal Science*. Vol.11, n°1, pp. 59–70.

Colonna, P., & Della Valle, G. (1994). La Cuisson-Extrusion. Ed. Lavoisier Tec&Doc, Paris, 545 p.

Day L., Swanson B.G., 2013. Functionality of protein-fortified extrudates.*Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. Vol. 12, n° 5, pp.546-564. Disponible sur: http://doi.org/10.1111/1541-4337.12023

Della Valle G., Quillien L., Gueguen J., 1994. Relationship between processing conditions and starch and protein modifications during extrusion-cooking of pea flour. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. Vol. 64, n° 4, pp. 509-517. Disponible sur : https://www.researchgate.net/publication/227742051

Della Valle G., Colonna P., Vergnes B., 1997b. Texturation par cuisson-extrusion. Le *Technoscope de Biofutur*. Vol. 168, pp. 11-12

Dreyer L., Astier C., Dano D., Hosotte M., Jarlot-Chevaux S., Sergeant P., Kanny G., 2014. Consumption of food containing peas: A new risk of allergy? *Revue Francais d'Allergologie*. Vol. 54, n°1, pp. 20-26. Disponible sur: www.sciencedirect.com.

Fardet A., Hoebler C., Baldwin P.M., Bouchet B., Gallant D.J., Barry J.L., 1998. Involvement of the protein network in the in vitro degradation of starch from spaghetti and lasagne: a microscopic and enzymic study. *Journal of Cereal Science*. Vol. 27, n°2, pp. 133–145.

Hedjazi L., Guessasma S., Yven C., Della Valle G., Salles C., 2013. Preliminary analysis of mastication dynamics and fragmentation during chewing of brittle cereal foods. *Food Research International*. Vol. 54, pp. 1455-1462.

Le Bleis F., L. Chaunier A., Della Valle G., Panouillé M., Réguerre A.L., 2013. Physical assessment of bread destructuration during chewing. *Food Research International*. Vol. 50, n°1, pp. 308-317.

Le Bleis F., 2014. Élaboration et déstructuration orale de pains enrichis en fibres alimentaires et à teneur réduite en sel. Nantes : Université de Nantes, Faculté des sciences et des techniques, École doctorale végétal, environnement, nutrition, agroalimentaire, mer. 289 p. (Doctorat en Biotechnologie Agroalimentaire, spécialité : Sciences des Aliments).

Le Bleis F., L. Chaunier A., Montigaud P., Della Valle G., 2016. Destructuration mechanisms of bread enriched with fibers during mastication. *Food Research International*.Vol. 80, pp. 1-11.

Leterme P., Beckers Y, Thewis A., 1990. Trypsin inhibitors in peas: Varietal effect on digestibility of crude protein by growing pigs. *Animal Feed Science and Technology.* Vol. 29, n° 1-2, pp. 45-55.

Li C., Kowalski R.J., Li L., Ganjyal G.M., 2016. Extrusion expansion characteristics of samples of select varieties of whole yellow and green dry pea flours. *Cereal Chemistry Journal*. Vol. 10, pp. 2-36.

Li C., Kowalski R.J., Li L., Ganjyal G.M., 2017. Extrusion characteristics of select varieties of dry whole yellow and green pea flours. *Cereal Chemistry.* Vol. 94, n°3, pp. 385-391.

Maskus H., Arntfield S., 2015. Extrusion processing and evaluation of an expanded, puffed pea snack product. Journal of Nutrition and Food Sciences. Vol. 5, n°4. Disponible sur : https://www.researchgate.net/publication/281537592_Extrusion_Processing_and_Evaluation_of_an_Expanded_Puffed_Pea_Snack_Product

Russo M.A.L., Truss R., Halley P.J., 2009.The enzymatic hydrolysis of starch-based PVOH and polyol plasticised blends. *Carbohydrate Polymers.* Vol. 77, n° 3, pp. 442–448.

Salles C., Tarrega A., Mielle P., Maratray J., Gorria P., Liaboeuf J., Liodenot J.-J, 2007. Journal of Food Engineering. Vol. 82, pp. 189-198.

Tollier M.T., Robin J.P., 1979. Adaptation de la méthode à l'orcinol sulfurique au dosage automatique des glucides neutres totaux: conditions d'application aux extraits d'origine végétale. *Annales de Technologie Agricole.* Vol. 28**,** pp**.** 1-15.

Velasquez D., Pavon-Djavid G., Chaunier L., Meddahi-Pellé A., Lourdin D., 2015. Effect of crystallinity and plasticizer on mechanical properties and tissue integration of starch basedc meterials from two botanical origins. *Carbohydrate Polymers.* Vol. 124, pp.180-187.

Yven C., Guessasma S., Chaunier L., Della Valle L., Salles C., 2010. The role of mechanical properties of brittle airy foods on the masticatory performance. *Journal of Food Engineering*. Vol. 101, pp. 85-91.

X. Annexes

Tableau A1. Récapitulatif des variables d'extrusion et des caractéristiques des produits extrudés.

	Extrusion conditions					Product properties											
						Color			pansion indic	Cellular structure		Mechanical prop		Protein transformation		Starch transform.		Density
Code	MC	Tp	SME	Pdie	Tp-Tmelting	L*	a*	b*	VEI	MCS (mm)	MWT (µm)	Stress (MPa)	E (MPa)	%SDS	%DTE	WSI	WAI	kg/m3
A4	0.21	166	806	72	41.6	62.4	8.62	35.2	6.6	0.69	131	0.38	9.2	44.12	34.84	48%	3.57	173.5
A5	0.21	157	700	78	32.6	69.2	5.02	34.3	7.4	1.23	153	0.29	7.2	70.18	31.93	47%	3.44	156.6
B4	0.21	162	856	73	37.6	64.0	8.12	35.8	10.8	1.21	146	0.15	5.1	47.32	40.40	52%	3.56	106.9
B9	0.26	152	665	58	33.7	72.4	4.08	38.6	4.4	0.69	160	0.62	27.8	75.86	24.20	50%	3.48	245.6
C1	0.21	162	1156	47	37.6	57.9	11.79	36.5	9.6	2.44	174	0.21	14.4	36.71	40.20	53%	2.99	120.3
C2	0.21	158	1002	58	33.6	61.8	8.76	33.4	10.0	2.12	226	0.15	9.0	44.09	47.03	46%	3.43	115.7
C12	0.21	136	549	179	11.6	73.4	4.77	40.7	2.7	0.72	301	2.13	98.7	81.22	19.32	45%	3.40	438.8
D1	0.21	157	1107	42	32.6	69.6	6.58	36.6	13.4	1.54	132	0.07	1.68	61.17	30.65	45%	4.03	85.1
D2	0.21	152	967	46	27.6	72.1	5.04	39.1	10.5	1.50	157	0.60	8.3	74.79	26.40	44%	3.08	109.2
D3	0.21	136	754	76	11.6	73.4	3.99	40.8	2.7	1.10	478	1.83	74.9	84.33	18.16	47%	3.28	451.6
D6	0.26	123	427	80	4.7	76.4	3.60	42.1	1.4	0.75	512	7.53	170.4	78.43	21.45	27%	4.56	817.6
D8	0.21	149	663	68	24.6	73.2	3.00	37.0	5.7	1.18	170	0.53	20.1	84.95	17.55	52%	2.96	199.6
D10	0.19	159	883	63	30.8	68.0	8.31	36.1	11.1	0.83	153	0.16	3.2	55.50	31.74	47%	3.61	106.3
D11	0.19	140	721	86	11.8	72.1	5.84	36.9	11.4	1.41	136	0.19	7.9	70.23	28.51	48%	3.47	103.3
D12	0.19	130	567	124	1.8	74.5	4.63	40.5	3.8	0.95	255	1.11	33.4	82.15	18.46	41%	4.09	321.2

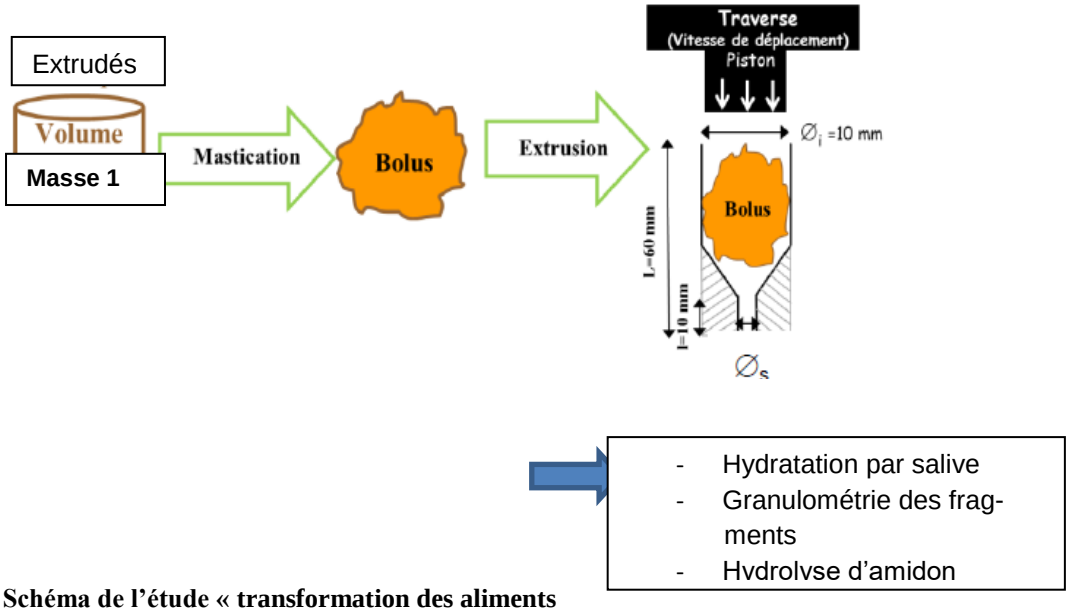
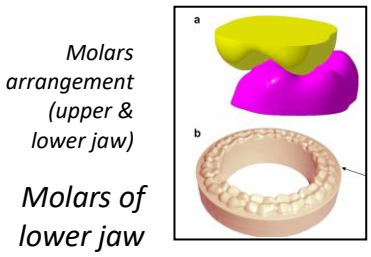


Fig. A1 : Schéma de l'étude « transformation des aliments dans la bouche».

Mastication artificielle :

La raison d'utilisation de la bouche artificielle :
Limiter les effets liés à la variabilité interindividuelle.



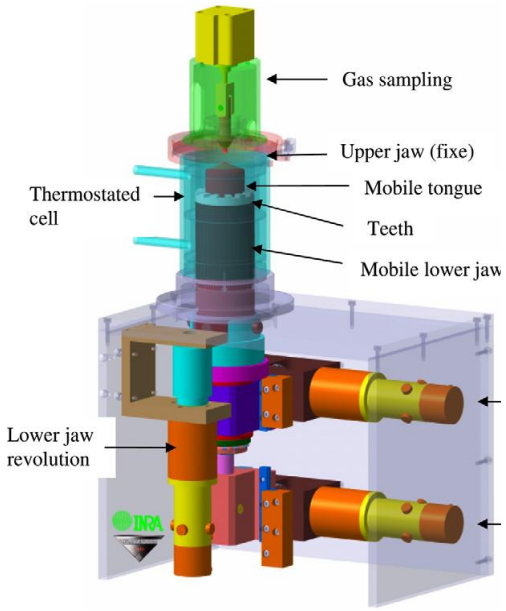


Fig. A2 : Schéma du BA (Salles *et al*

Tableau A2 : nombre d'expérience réalisés pour chaque échantillon. * correspond à un bolus.

	Rhéométrie capillaire $\dot{\gamma}_{app}$ obligatoire			$\dot{\gamma}_{app}$ **optionnelle**	Hydratation étuve 130°C	Acquisition d'image (Glycérol)	Hydrolyse d'amidon (congélation)
	$\dot{\gamma}1$ 10	$\dot{\gamma}2$ 42	$\dot{\gamma}3$ 333	**$\dot{\gamma}4$ $\dot{\gamma}5$ $\dot{\gamma}6$**			
1/3 SP	* *	* *	* *	* * *	*	*	*
2/3 SP	* *	* *	* *	* * *	*	*	*
SP	* *	* *	* *	* * *	*	*	*

Total = 27 bolus

Par exemple, pour le produit D1, le nombre de bolus à produire :

- Le flux salivaire de 2 et 4 ml/min → 54 bolus
- La mastication à sec (0 ml/min) → 3 bolus (glycérol) et 3 bolus (digestion d'amidon, sans congélation)

Le nombre total de bolus pour D1 = 60 bolus ; Alors Pour **3 produits → 180 bolus**
Pour l'analyse imagerie des bolus, la récupération complète des bolus est primordiale (par

exemple : récupérer aussi des petits fragments sur les dents en utilisant une brosse à dents).

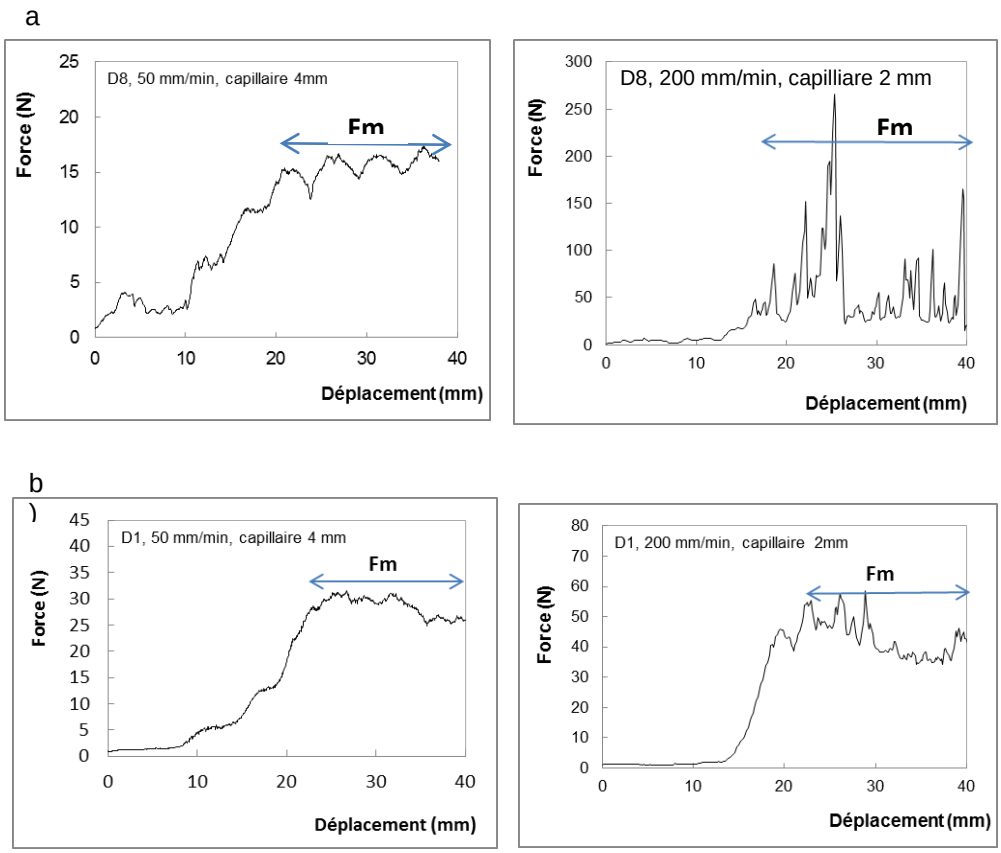


Fig. A3 : Courbe F= f (déplacement) obtenue par rhéométrie capillaire sur les bolus des extrudés. Fm = force moyenne en N.

a) Bolus D8, temps de mastication = sp, flux salivaire 4 ml/min
b) Bolus D1, temps de mastication = 1/3 sp, flux salivaire 4/ml/min

D'après Fig. A2. L'écoulement du bol dans le capillaire est établi entre 20 et 40 min. Alors, la force moyenne (Fm en N) est extraite à partir de cette courbe sur l'intervalle de déplacement 20-40 mm.

La présence de pics importants, particulièrement pour les échantillons les moins expansés D8 (fig. A2 a : v= 200mm/min, diamètre capillaire est 2mm), indique que les grosses particules de l'aliment sont encore en suspension dans un capillaire de petite dimension. Par contre, pour l'échantillon le plus expansé D1, on observe des pics plus petits même négligeables, ce qui indique que D1 est déstructuré par mastication en des fragments plus petits que D8.

Tableau A3 : Des paramètres du modèle de puissance de la loi de comportement des bolus.

Produit	Temps de mastication	Flux salivaire			
		2 ml/min		4 ml/min	
		K (Pa.s^n)	n	K (Pa.s^n)	N
D1	1/3 sp	16054	0.148	15091	0.132
	2/3 sp	11026	0.119	13384	0.129
	sp	13358	0.101	14820	0.108
D8	1/3 sp	22006	0.117	19713	0.118
	2/3 sp	17422	0.105	16917	0.110
	sp	16656	0.119	16025	0.100
C2	1/3 sp	32995	0.114	26010	0.0437
	2/3 sp	31648	0.076	21415	0.0439
	sp	26261	0.058	18741	0.0534

Hydrolyse enzymatique de l'amidon par l'α-amylase:

L'effet de l'α-amylase salivaire sur le bol a été étudié par une technique d'hydrolyse prolongée. Pour chaque hydrolyse enzymatique, 10mg d'une solution d'α-amylase pancréatique de porc (PPA) solubilisé dans 20ml de tampon phosphate est préparée. La solution enzymatique est dialysée dans une membrane de dialyse (Spectra/Por, MWCO: 6-8,000) un jour avant l'hydrolyse enzymatique pour l'élimination du lactose contenu dans la solution enzymatique.

L'activité de l'enzyme est déterminée avant chaque hydrolyse par mesure de l'absorbance à 405nm pour savoir le volume d'enzyme nécessaire pour l'hydrolyse afin d'avoir toujours le même rapport enzyme/substrat.

$$Activité\ enzymatique = (DO - DO\ calibration)/P * 1/t * v/Ve * V/m * F \quad (11)$$

Avec DO: absorbance à 405nm

DO calibration: absorbance de calibration à 405nm

P: pente de la courbe d'étalonnage

t: temps de réaction à 405nm (min)

v: volume final (ml)

Ve: volume d'enzyme (ml)

V: volume d'extrait enzymatique total (ml)

m: masse de la farine ou de l'enzyme

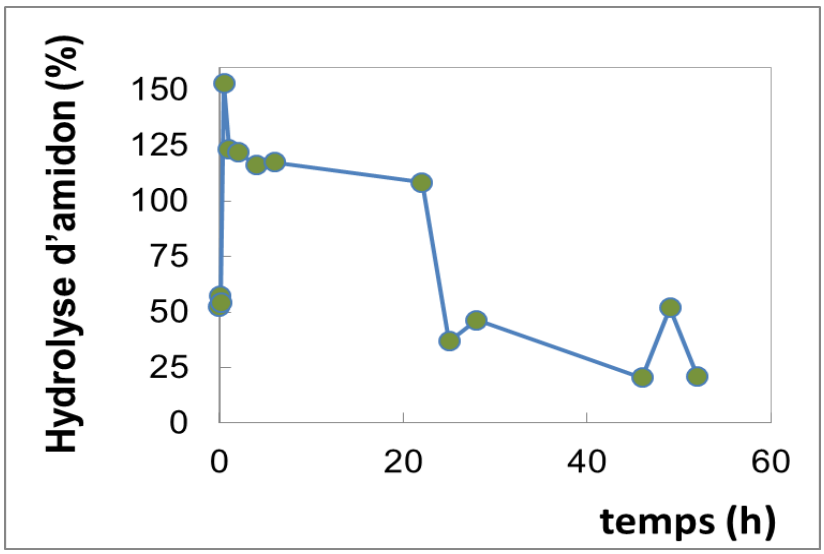
F: facteur de dilution de l'extrait enzymatique.

L'hydrolyse enzymatique est réalisée sur 40mg d'échantillon dispersé dans 40ml de tampon phosphate en agitant à 37°C et aussi 80mg d'échantillon dispersé dans 40ml de tampon. Chaque essaie d'hydrolyse est accompagnée par des témoins (sans enzyme) pour

s'assurer que le substrat ne se dégrade pas tout seul, et que le tampon ne dégrade pas le substrat. Un prélèvement de 2ml de ce mélange est effectué à chacun des temps suivants: 0min, 5min, 10min, 30min, 1h, 2h, 4h, 6h, 22h, 25h, 28h, 46h, 49 et 52h, et ils sont transportés directement dans un bain de glace pour bloquer la réaction d'hydrolyse.

Le prélèvement est ensuite centrifugé deux fois pendant 5 min à 4630G pour éliminer les composants insolubles, le surnageant est ensuite récupéré et bouillie à 90°C pendant 5 min afin d'agréger les protéines solubles et par suite les éliminer par une dernière centrifugation. Les échantillons sont congelés à -20°C en attendant le dernier temps de prélèvement, et enfin la quantité des sucres totaux soit dosée par la méthode d'orcinol sulfurique.

Les sucres totaux sont un indice indirect de la susceptibilité de l'amidon à la digestion enzymatique, ils sont dosés par la méthode à l'orcinol sulfurique. Les résultats permettent de tracer la courbe de la quantité de sucres solubles en fonction du temps d'hydrolyse. Cette courbe est de la forme y= ax+b. On peut déduire la vitesse de dégradation de l'amidon de la pente a.



Substrat: Extrudé D2 (Extrusion: 21% Eau, 150°C, Energie Mécanique 970 kJ/kg)

ρ 110 kg/m^3 ; Broyé et tamisé à 250µm

- Activité de l'enzyme: 2527 U/g farine (Megazyme kit, Et-PNPG7)
- Réaction: - 37°C,- 40 mg substrat / 40 ml de sol. PPA
- 57% d'amidon hydrolysé au début d'hydrolyse → solubilité instantané d'amidon → WSI amidon élevé
- Structure → ↗ disponibilité de glucose (taux d'hydrolyse > 100%) Hypothèse : hydrolyse d'amidon et de polysaccharide non amidon

Granulométrie par imagerie:

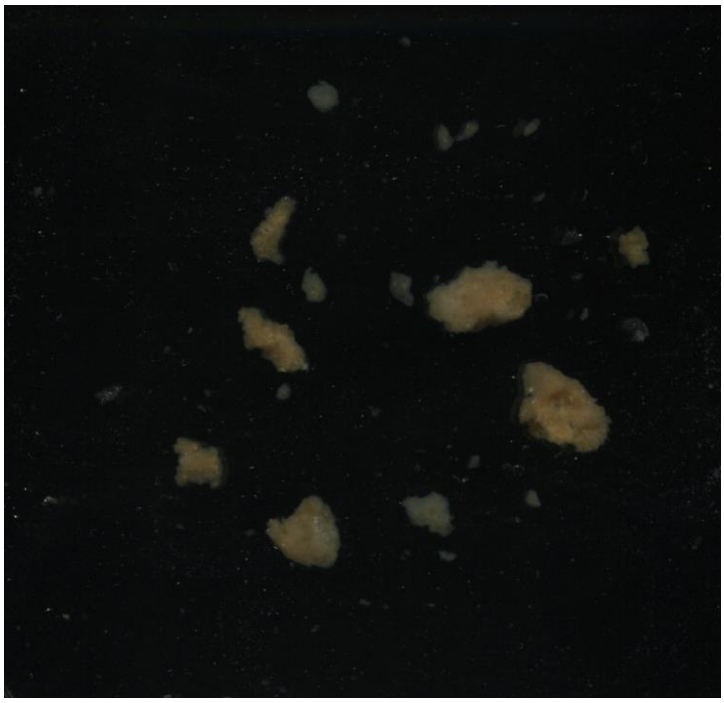


Fig. A4: image obtenue par le scanner EPSON PERFECTION pour D11 avec 1/3 SP et mastication humaine en granulo cumulative.