

Filière Life Technologies  
Orientation Technologie alimentaire

# Diplôme 2006

*Rainer Oggier*

*Etude de conception d'une unité  
d'extraction d'amidon d'igname*

Professeur

Laurence Nicolay

Expert

Marianne Sindic, Carine Massaux

**Hes·so** VALAIS  
WALLIS  
Rte du Rawyl 47 - 1950 Sion 2

HES-HEVS-T (Sion)



EM000005224981

# Table de matière

1. Introduction.....	2
1.1. Le contexte .....	2
1.2. Revue bibliographique .....	3
1.2.1. L'igname .....	3
1.2.2. L'amidon .....	6
1.2.3. Extraction d'amidon .....	11
1.2.4. Caractérisation d'amidon .....	18
2. Matériel et Méthodes .....	22
2.1. Produits .....	22
2.1.1. Produits alimentaires .....	22
2.1.2. Produits chimiques.....	23
2.2. Matériel et appareils .....	23
2.2.1. Extraction d'amidon .....	23
2.2.2. Caractérisation d'amidon .....	24
2.3. Méthodes.....	25
2.3.1. Production de la farine .....	25
2.3.2. Extraction d'amidon à l'échelle laboratoire .....	25
2.3.3. Extraction d'amidon à l'échelle pilote .....	26
2.3.4. Caractérisation d'amidon .....	28
3. Résultats .....	33
3.1. Caractérisation des tubercules .....	35
3.2. Extraction d'amidon à l'échelle laboratoire .....	37
3.3. Extraction d'amidon à l'échelle pilote.....	39
3.4. Caractérisation d'amidon.....	41
4. Discussion .....	51
4.1. Caractérisation des tubercules .....	51
4.2. Extraction d'amidon à l'échelle laboratoire .....	53
4.3. Extraction d'amidon à l'échelle pilote.....	55
4.4. Caractérisation d'amidon.....	62
4.5. Etude de conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname .....	66
5. Conclusion et Perspectives .....	72
6. Bibliographie.....	74
7. Annexe .....	76

# 1. Introduction

## 1.1. Le contexte

Les ignames (*Dioscorea*) sont des plantes grimpantes annuelles cultivées dans toutes les régions tropicales du monde. Elles possèdent un tubercule souterrain comestible constituant un des aliments de base (riche en énergie) préférés en Afrique de l'Ouest. Ce tubercule présente une teneur élevée en amidon, de 20 à 30 % par rapport à la matière fraîche. La production d'amidon d'igname n'est cependant pas encore bien connue.

L'objectif final de ce travail réside dans la conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname en Côte d'Ivoire. Ce travail est proposé par le Prof. Georges Amani de l'Université d'Abo-Adjamé à Abidjan. Les objectifs spécifiques de ce travail, selon le cahier des charges (voir échéancier), sont résumés dans les points suivants:

Premièrement, une revue bibliographique doit être rédigée en comparant les procédés artisanaux et industriels d'extraction d'amidon existants pour des produits plus courants comme: la pomme de terre, le manioc, le maïs et le blé. Ceci va permettre d'établir des liens entre les différents produits de base et l'igname, qui doit ainsi être décrite.

Deuxièmement, des essais d'extraction d'amidon d'igname doivent être réalisés, dans un premier temps à l'échelle laboratoire, et ensuite à l'échelle pilote. Le procédé est à optimiser par rapport au rendement, à la pureté et à la dépense des coûts (temps, eau, électricité, etc.) afin d'effectuer une étude complète d'extraction d'amidon d'igname.

Troisièmement, quelques méthodes analytiques simples doivent être sélectionnées et testées afin de caractériser les amidons d'igname extraits et de les comparer aux amidons commerciaux pour mieux cibler ses utilisations potentielles dans le domaine alimentaire.

La motivation personnelle de ce travail est d'effectuer un travail de réflexion et utile. En été 2006, j'étais au Nigeria pour analyser la situation actuelle d'un de ces pays tropicaux. Le Nigeria est le producteur principal d'igname, mais possède également d'autres produits alimentaires cultivés. Idéalement, la valorisation de l'igname pourrait être réalisée par les indigènes grâce à une optimisation des procédés de transformation de ce produit, par exemple l'extraction de son amidon.

## 1.2. Revue bibliographique

L'objectif de la revue bibliographique est de comparer les procédés industriels d'extraction d'amidon de diverses origines. Cette recherche est menée à partir des nombreux procédés d'extraction existants. Les revues scientifiques donnent en effet une meilleure connaissance de la diversité des amidons et des différents principes de base utilisés pour leur extraction.

Les réponses aux questions suivantes ont été recherchées: Quelle est la structure de l'amidon? Quelles sont les différentes origines de l'amidon? Comment extraire l'amidon? Quelles sont les conditions et spécificités de chaque extraction? Les capacités maximales? Les dépenses des coûts? La qualité du produit obtenu et ses applications alimentaires? Dans un premier temps, le tubercule d'igname est présenté.

### 1.2.1. L'igname

#### Taxonomie et zones de production

Les ignames sont représentées par un ensemble d'espèces du genre *Dioscorea*, qui font partie de la famille Dioscoreaceae. Il existe plus de 600 espèces, mais les plus cultivées sont les *D. rotundata* (blanc), *D. cayenensis* (jaune) et *D. alata* (ailée) qui représentent 95 % de la production mondiale, évaluée actuellement à 35 millions de tonnes. Elles sont cultivées dans plus de 40 pays, et les principaux pays producteurs sont situés en Afrique de l'Ouest, comme le Nigeria (67%), le Ghana (9%), le Bénin (7%) et la Côte d'Ivoire (7%) (selon FAOSTAT 2004). C'est en Côte d'Ivoire que l'espèce *D. alata* est la plus cultivée. En terme de rentabilité pour les paysans, l'igname (9 tonnes/ha) se situe au deuxième rang après la pomme de terre (30 tonnes/ha). [1] [2] [3]



Figure 1: Moitié d'un tubercule d'igname (igname blanche) [4]

La figure 1 présente un tubercule d'igname; la partie externe est brune tandis que la chair est blanche. La chair peut également être de couleur jaune, rosée ou grise selon l'espèce.

### Morphologie et exigences

L'igname est une plante grimpante annuelle avec en partie aérienne des feuilles, et en partie souterraine un tubercule comestible. Ce tubercule constitue un des aliments de base préférés en Afrique de l'Ouest et joue un rôle socioculturel pour ce peuple. La plus grande partie de la production d'igname est destinée à la consommation locale car elle représente une source importante d'hydrates de carbone. [4]

Les exigences climatiques de l'igname sont des zones tropicales avec une température de 25 à 30 °C et une pluviométrie d'environ 1500 mm. La culture de l'igname nécessite beaucoup de soleil et un sol bien drainé. Il est également préférable de cultiver l'igname dans des sols profonds, relativement légers, et en zones humides ou subhumides. La période de culture dure entre 6 et 9 mois pour chaque tubercule. Celui-ci peut atteindre une longueur maximale de 2 m et un poids maximal de 50 kg. En général, il a une longueur de 30 à 50 cm et pèse 3 à 5 kg. En Afrique de l'Ouest, environ 20 espèces différentes co-existent dont la *D. cayenensis-rotundata* complexe, qui est l'espèce la plus cultivée de nos jours. [4] [5]

Certains paysans plantent des tubercules d'igname sauvages, qui se transforment en quelques années en ignames cultivées. Lors de ce processus de domestication, les changements suivants se produisent: augmentation de la taille de tubercule, augmentation de la teneur en amidon et diminution de la teneur en fibre. Après la récolte, les tubercules sont conservés en butte afin de protéger la récolte contre les ravageurs, d'éviter la contamination par des spores et ainsi de limiter les pertes physiologiques. [4]

### Utilisation alimentaire

Les tubercules d'igname se consomment traditionnellement en Afrique, cuits à l'eau ou frits. En Côte d'Ivoire, l'igname cuite est soit pilée pour en obtenir une pâte dénommée « foutou », soit séchée pour en produire des cossettes. Selon les espèces, la préparation et le goût sont très différents. Il peut être tendre et sucré ou dans certains cas un peu amer (*D. rotundata*). [6] [7]

### Composition chimique et nutritionnelle

La composition de l'igname est similaire à celle des pommes de terre: 50 à 80 % d'eau et principalement des glucides (~90 % de la matière sèche) dont l'amidon est le constituant principal. L'igname possède une teneur plus élevée en amidon, de 20 à 30 % (par rapport à la matière fraîche) comparée à une valeur de 15 à 20 % pour les pommes de terre, alors que la racine de manioc peut renfermer jusqu'à environ 35 % d'amidon. L'igname contient cependant davantage de protéines que le manioc. [6]

La composition nutritionnelle des principaux r&t (racines et tubercules) cultivés en Afrique, comparée à la référence de la FAO concernant les besoins journaliers en nutriments, est présentée dans le tableau suivant:

**Tableau 1: Composition nutritionnelle des r&t (indiquée pour 100 g de produit frais) [4]**

	<b>Manioc</b>	<b>Igname</b>	<b>Pomme de terre</b>	<b>Références FAO</b>
Eau (g)	49 à 74	54 à 84	60 à 80	60 à 83
Energie (kcal)	153	104	75	---
Glucides (g)	37	24	17	---
Lipides (g)	0.2	0.2	Traces	---
Protéines (g)	0.7	2.0	2.0	50
Fibres (g)	1.0	0.5	0.4	---
Ca (mg)	25	10	10	800
Fe (mg)	1.0	1.2	0.7	14
Vitamine A (U.I.)	Traces	0 à 200	Traces	800
Vitamine B <sub>1</sub> (mg)	0.07	0.1	0.1	1.4
Vitamine B <sub>2</sub> (mg)	0.03	0.03	0.03	1.6
Vitamine C (mg)	30	10	5 à 50	60
Acide nicotique (mg)	0.7	0.4	1.5	0

Les r&t sont riches en amidon (voir glucides), présentent de faibles teneurs en protéines, vitamines et sels minéraux et ne contiennent pratiquement pas de lipides. Pour obtenir un plat équilibré à base de r&t, il faut donc lui ajouter des protéines (poissons, viande), un peu d'huile (huile de palme) et quelques légumes riches en vitamines (tomates, poivrons). L'igname contient plus de vitamine A que les autres r&t mentionnés dans ce tableau. [4]

### 1.2.2. L'amidon

#### Marché de l'amidon

L'amidon de blé était déjà utilisé 3500 ans avant Jésus-Christ pour la production du papier et la coloration des vêtements. Sa production s'effectuait artisanalement par gonflement des granules, pressage à travers des draps, sédimentation et séchage au soleil. La grande expansion de l'amidonnerie a eu lieu en 1811 grâce à la découverte de la saccharification de l'amidon. [8]

Aujourd'hui, l'amidon est devenu une source d'alimentation essentielle pour les animaux, ainsi que pour les êtres humains. La production mondiale d'amidon est d'environ  $50 \times 10^6$  tonnes par an, dont l'Europe et les Etats-Unis sont les leaders (plus de la moitié). Au niveau mondial, l'amidon provient essentiellement du maïs (80%), du blé (9%), de la pomme de terre (5%) et du tapioca (manioc) (5%). En Europe, la production se base surtout sur le blé ( $2.8 \times 10^6$  tonnes/an), le maïs ( $3.9 \times 10^6$  tonnes/an) et la pomme de terre ( $1.8 \times 10^6$  tonnes/an). Il existe 75 sites d'amidonnerie, qui sont principalement situés dans le nord de l'Europe. [9]

Plus de 600 produits différents sont issus de l'amidonnerie de céréales. Environ 60% de l'amidon est utilisé en industrie alimentaire pour ses propriétés épaississantes et gélifiantes ; 40% sont utilisés dans l'industrie textile, pharmaceutique ou de la colle. [9]

#### Structure de l'amidon

L'amidon, aussi appelé fleur de farine, est la substance la plus répandue chez les plantes végétales qui l'utilisent pour stocker de l'énergie dans les organes de réserves. L'amidon est synthétisé à partir du D-glucose, sucre simple produit pendant la photosynthèse des plantes par des réactions enzymatiques. [10] Il se forme un polysaccharide de formule chimique  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , composé de deux fractions principales (98 - 99 % sur base sèche): l'amylose et l'amylopectine. La répartition de ces deux constituants principaux dépend de l'origine, mais en général, elle est d'environ 1 : 4. Les impuretés restantes sont des protéines (0.2 - 0.3 %), des enzymes liées à la surface des granules et des lipides, principalement des phospholipides (0.5 – 1.1 %). Les structures générales de l'amylose et de l'amylopectine sont présentées ci-dessous:

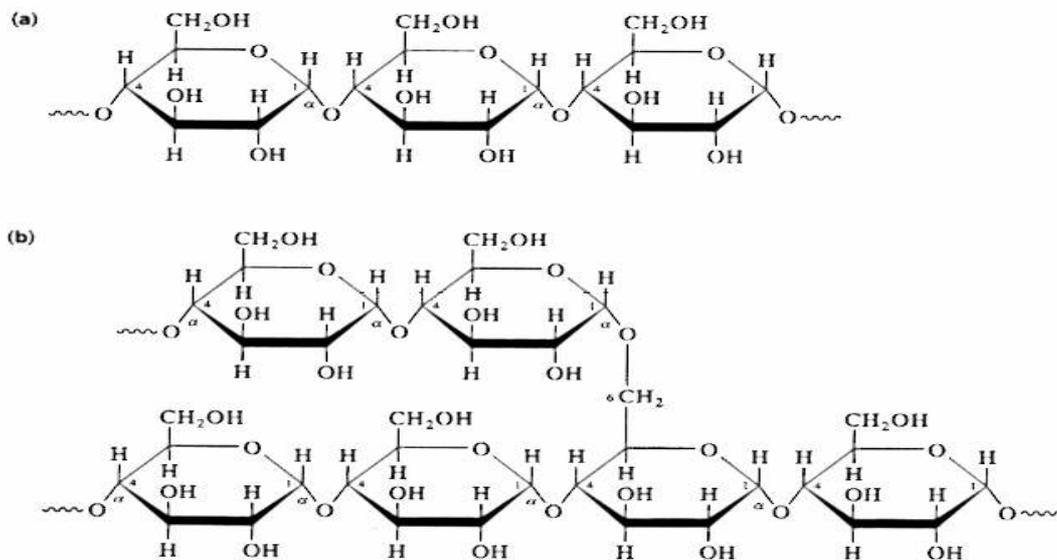


Figure 2: Structures des molécules d'amylose (a) et d'amylopectine (b) [11]

L'amylose (14 - 27%) est composée de chaînes de glucoses linéaires, liées par des liaisons  $\alpha$ -(1,4). Son poids moléculaire varie de 100 à 1000 kDa. Elle prend la forme d'une hélice gauche, constituée par 500 à 600 unités de glucose. Chaque hélice compte 6 résidus de glucose par tour. L'une des extrémités de la chaîne est réductrice, l'autre non. Les chaînes d'amylose peuvent ainsi former une double hélice, qui peut contenir des inclusions lipidiques. Les structures secondaires et tertiaires de la molécule sont stabilisées par des ponts hydrogènes et par des forces de Van der Waals. [8] [12] [13]

L'amylopectine (73 - 86%) est composée de chaînes de glucoses linéaires, reliées par des liaisons  $\alpha$ -(1,4) avec des branchements entre les molécules (toutes les 5 à 20 unités de glucose) par des liaisons de type  $\alpha$ -(1,6). Son poids moléculaire varie entre 10 000 et 100 000 kDa en fonction des conditions physiologiques rencontrées lors de la synthèse. La base de l'organisation de la molécule repose sur 3 types de chaînes (défini par le degré de polymérisation): l'amidon des céréales est surtout constitué par des chaînes de type A tandis que l'amidon des racines et tubercules (r&t) présente davantage de chaînes de type B ainsi que des mélanges (A & B) appelés alors de type C. Certains amidons, provenant d'espèces spécifiques, sont constitués de teneurs particulières en amylose et amylopectine, comme l'amidon de maïs ciré qui présente une teneur en amylopectine d'environ 99 %, ou les amidons de certaines légumineuses, qui atteignent une teneur maximale en amylose de 85 %. [8] [12] [13]

### Structure du granule

A l'échelle microscopique, l'amidon se présente sous forme de granules (structure semi-cristalline) de différentes formes (ronde, ovale, ellipsoïde ou aplatie) qui définissent l'origine de l'amidon. La taille de ces granules peut varier de 2 à 200  $\mu\text{m}$  (voir tableau 2). En lumière polarisée, la biréfringence permet de détecter la croix de polarisation, signe de l'intégrité des structures cristallines de l'amidon. La stratification en lignes est également visible. [8] [10]

La structure cristalline de l'amidon est essentiellement due aux molécules d'amylopectine tandis que les zones amorphes du granule sont constituées d'amylose. Ces différences de structure peuvent être caractérisées par diffraction aux rayons X ou par ACD (Analyse Calorimétrique Différentielle). [14] [15]

Le tableau ci-dessous présente les propriétés spécifiques de différents amidons [16]. L'amidon d'igname a été ajouté dans ce tableau [1]. Ces valeurs indicatives sont d'une aide précieuse pour les essais à mener au laboratoire (extraction d'amidon d'igname et caractérisation de l'amidon). Par exemple, la taille des granules permet de sélectionner le type de tamis à utiliser pour la séparation de la pulpe.

**Tableau 2: Aperçu des propriétés de différents amidons**

Espèce d'amidon	Pomme de terre	Manioc	Blé *	Maïs	Igname
Taille de granule [ $\mu\text{m}$ ]	< 100	< 35	< 45	< 60	<70
Diamètre moyen [ $\mu\text{m}$ ]	27	15	8	10	30
Amylose [%]	21	17	28	28	26
Amylopectine [%]	79	83	72	72	74
Teneur en eau [%]	19	13	13	13	13

(\*) L'amidon de blé possède deux populations de granules de tailles différentes: les plus petits sont de forme sphérique avec un diamètre inférieur à 10  $\mu\text{m}$  (voir tableau 2) et les plus grands sont de forme lenticulaire avec un diamètre compris entre 15 et 45  $\mu\text{m}$ . [15]

Le comportement de la pâte d'amidon dépend de ses propriétés physiques et chimiques, telles que la taille et la distribution des granules, le rapport amylose/amylopectine et la teneur en sels minéraux. Le phosphore est par exemple un constituant qui influence très fortement ses propriétés. Il peut apparaître sous forme de monoester de phosphates qui forment des liaisons covalentes et augmentent la transparence et la viscosité de la pâte d'amidon. C'est le cas pour les gels formés à base d'amidon des pommes de terre, qui présente une teneur en phosphore de l'ordre de 0.09 %. Le phosphore peut également apparaître sous forme de phospholipides, qui forment des complexes avec l'amylose et les longues chaînes de l'amylopectine. Par exemple, l'amidon de blé contient environ 1 % de phospholipides, qui limitent le pouvoir de gonflement des granules. [15]

### Propriétés hydrothermiques

En général, à température ambiante et mis en suspension dans l'eau, l'amidon natif, insoluble, peut fixer 40 % de son poids d'eau (base matière sèche). La gélatinisation correspond au gonflement irréversible des granules et à leur stabilisation pendant le chauffage. Si la température du milieu est élevée, la quantité d'eau fixée augmente. Cette absorption d'eau se manifeste par un gonflement réversible de la phase amorphe et par la formation de nouvelles liaisons hydrogènes entre les chaînes. La gélatinisation est un changement irréversible. Au cours du refroidissement, l'amylose et l'amylopectine se réorganisent et l'empois d'amidon se transforme en gel. Ce phénomène de rétrogradation (partiellement réversible) correspond au passage de l'amidon d'un état amorphe à un état cristallin, associé à une augmentation de la viscosité. [12] [14]

De nombreuses techniques sont utilisées pour déterminer ces propriétés hydrothermiques, comme l'ACD (Analyse Calorimétrique Différentielle), la diffraction aux rayons X, le RVA (*Rapid Visco Analyser*), la microscopie chauffante (*hot stage*) et le Brabender (micro visco-amylographe), qui est utilisé dans ce travail.

### Propriétés spécifiques et applications

L'amidon peut lier, étendre, densifier, clarifier un aliment et permet d'induire différentes textures. Les désavantages de certains amidons natifs sont parfois une hydratation facile, un gonflement rapide, des pertes de viscosité, des déchirements ou une formation de pâtes très visqueuses. [1]

Chaque amidon a ses propriétés spécifiques. Les avantages liés à l'utilisation de l'amidon de pomme de terre natif pour les applications alimentaires sont par exemple: une grande consistance du gel, un pouvoir liant élevé, une température de gélification basse (56 – 66 °C) et un gel transparent. Il a cependant le désavantage de présenter une grande sensibilité au cisaillement et à la chaleur (stérilisation), ce qui entraîne alors des problèmes pendant la rétrogradation. Les applications alimentaires de l'amidon de pomme de terre sont multiples, par exemple comme agent épaississant et liant pour des soupes et sauces, produits de viande, de poisson et de lait. [17]

L'amidon de manioc natif est le seul exploité commercialement dans les pays de la zone tropicale. Il présente une viscosité élevée comparée aux autres amidons, qui de plus varie en fonction des différentes espèces de manioc. L'amidon, qui provient essentiellement des maniocs amers, a un domaine d'applications très large. Il peut être utilisé en industrie papetière, comme adhésif ou en industrie alimentaire, comme gélifiant ou stabilisant dans des soupes, puddings, pain et sauces. [17]

Pour des utilisations plus spécifiques (pH acide, cisaillement mécanique, congélation ou traitement à chaleur), l'amidon natif peut être modifié par des procédés physiques, chimiques ou enzymatiques. L'amidon devient ainsi plus réticulé, avec une viscosité plus stable, résistant mieux à des traitements poussés. Cependant, à l'heure actuelle, le consommateur demande des produits plus « naturels » et plus « sains », sans modification chimique. Les travaux effectués par le groupe du Prof. M. Amani [1] montrent que l'amidon d'igname est résistant à la stérilisation. Ceci sera traité plus loin dans ce travail.

Les plus grands producteurs actuels d'amidon (natif et/ou modifié) sont: *Cargill-Cerestar*, *Avebe*, *National Starch Food Innovation (NSFI)*, *Roquette*, *Tate&Lyle*, *Rémy* et *Tipiak*. *Cerestar-Cargill* produit par exemple, un amidon modifié (C\*Delitex) spécialement élaboré pour les applications UHT: potages, sauces, crèmes etc. Sa particularité est de conserver une faible viscosité pendant le traitement UHT, d'où un transfert optimal de la chaleur. Il développe ensuite une pleine viscosité dans le produit final. La société *Avebe* a récemment développé un amidon de pomme de terre contenant 99 % d'amylopectine. Ses atouts résident dans sa clarté et sa haute viscosité. Il est également bien adapté aux

produits semi-liquides, tels que sauces ou desserts. NSFI met l'accent sur deux gammes (Novation Prima et Ultra) d'amidon à l'origine de maïs cireux. Les amidons de Novation résistent aux cycles de congélation/décongélation et sont utilisés dans des plats cuisinés, soupes, etc. La gamme Ultra produit des textures lisses, crémeuses et brillantes. *Roquette* propose des produits dérivés de blé, maïs et pomme de terre. Les principales gammes sont Clearam (amidons à cuire), Pregeflo (prégélatinisés) et Cleargum, qui conviennent à diverses applications. *Tate&Lyle* travaille surtout avec des amidons de maïs (ThinGum) ou maïs cireux (Merigloss). Le premier amidon est destiné à la confiserie et le second aux préparations de fruits. *Rémy* est spécialisé sur les produits à base de riz pour apporter du crémeux dans les yaourts et le fromage blanc. Son gel d'amidon se caractérise ainsi par son goût neutre. *Tipiak* propose divers texturants à base de manioc: des amidons modifiés avec un pouvoir épaississant à froid et de la tapioca qui améliore la texture. [18]

### **1.2.3. Extraction d'amidon**

Afin d'isoler une quantité maximale d'amidon, le principe de l'extraction consiste généralement en un lessivage à l'eau. En fonction de leur origine (graines ou r&t), les procédés d'extraction de l'amidon sont sensiblement différents. En général, l'application d'un prétraitement représente la plus grande différence entre les amidons issus des graines et des r&t. Une extraction artisanale d'amidon de pomme de terre est présentée dans le paragraphe suivant. Les technologies actuelles (r&t) sont ensuite décrites en détail. [8] [16]

Dans un procédé d'extraction artisanal, les pommes de terre sont pelées et râpées à la main dans une bassine. Après ajout d'eau, la chair est bien lavée. L'eau de lavage est recueillie et laissée reposer après ajout de jus de citron afin de blanchir la préparation. Peu à peu l'amidon se dépose au fond du récipient. La majorité de l'eau est ensuite éliminée en prenant soin de conserver l'amidon. L'opération est répétée jusqu'à obtention d'un amidon bien blanc: ajout d'eau et de jus de citron, mélange et décantation, élimination du surnageant. L'amidon est ensuite déposé sur un tissu propre et séché au soleil. L'amidon séché est broyé jusqu'à obtention d'une poudre puis conservé en bocaux à l'abri de l'humidité. [19]

### Procédés d'extraction d'amidon à partir de graines

Pour débiter l'extraction de l'amidon de maïs, les grains de maïs sont immergés dans de l'eau (trempage à 48 - 50 °C, 30 - 50 h). Pendant ce trempage, une solution de SO<sub>2</sub> est ajoutée pour inhiber l'activité des enzymes et microorganismes. Après gonflement des grains de maïs dans l'eau, ils sont broyés grossièrement et la séparation des germes gras est réalisée. Un broyage plus fin est ensuite effectué pour séparer les pellicules et fibres qui produisent le fourrage. Enfin, les protéines sont séparées par tamisage. L'eau est enlevée par centrifugation et l'amidon est concentré, raffiné et séché. Les capacités d'une production industrielle peuvent atteindre 125 t/h. [8] [16]

Concernant l'extraction de l'amidon de blé, plusieurs procédés existent. Ils sont toujours effectués à partir de la farine et se différencient par les quantités d'eau ajoutées en début de procédé. La farine est d'abord fortement malaxée avec de l'eau dans des pétrins-mélangeurs. Un lessivage par tamisage est ensuite effectué. La séparation donne, selon les mailles des tamis, du gluten et de l'amidon. La séparation du gluten et de l'amidon peut également s'effectuer dans un décanteur triphasé. L'amidon obtenu est encore raffiné et drainé avant le séchage. Deux populations d'amidon présentant des tailles différentes de granules sont extraites: les petits (< 10 µm, type B) et les grandes (15 - 45 µm, type A). [12] [16]

Les différents rendements obtenus (sur 100 kg de matière de base) dans des amidonneries de blé et de maïs sont présentés dans le tableau ci-dessous:

**Tableau 3: Rendements comparés des amidonneries de blé et de maïs en kg [12]**

<b>Blé</b> 100 kg	Fibres (sons) 20-23	Prot. solubles 10	Gluten 8	Amidon A 47	Amidon B 8
<b>Maïs</b> 100 kg	Fibres 20	Germes 7	Prot. insolubles 5	Amidon 63	----

### Procédés d'extraction d'amidon à partir de pommes de terre

Les pommes de terre sélectionnées pour la production d'amidon présentent en général une teneur de 17 à 19 % d'amidon par rapport à la matière fraîche. Cette valeur est déterminée à l'aide d'une balance *Rieman* (comme pour les racines de manioc avec un

échantillon de 5 kg). La densité apparente du poids du tubercule dans l'air et dans l'eau détermine sa teneur en amidon (il faut une table de conversation). Le prix des pommes de terre est défini par cette teneur en amidon. [19]

Les premiers procédés d'extraction datent de 1758 en Angleterre ; ils sont plutôt simples et appliqués dans de petites entreprises. Le principe est artisanal et décrit auparavant. Après une seconde décantation, le sédiment est drainé et séché.

A l'heure actuelle, les pommes de terre réceptionnées en entreprise sont pesées. Des analyses comme la teneur en amidon et la mesure d'impuretés (pierres, bois, terre, etc.) sont ensuite effectuées sur quelques échantillons. La qualité est ainsi définie par la quantité de pommes de terre pourries, creusées et verdoyées. Le stockage dure au maximum 2 à 3 jours. Ces impuretés sont enlevées à sec, puis les pommes de terre sont lavées. Elles sont ensuite broyées à l'aide d'une râpe munie de lames à scie jusqu'à obtention d'une pâte. Pendant le râpage, une solution de  $\text{SO}_2$  est ajoutée pour éviter des dégradations enzymatiques. Le râpage se passe dans des broyeurs provenant des entreprises *Nivoba* et *Hovex* avec des débits de 20 à 30 t/h. L'eau de fruit est directement enlevée par un décanteur biphasé (*Westfalia*) qui fonctionne comme une centrifugeuse horizontale. Par ce système, le taux de séparation est supérieur (90 %) comparé à un système monophasé (65 %), mais les coûts d'investissement et de maintenance sont beaucoup plus élevés. Une autre méthode de séparation de l'eau de fruit peut également être réalisée selon le système de Larsson. Une filtration successive sous vide permet d'obtenir un taux de séparation de  $\pm 87$  %. C'est à partir de cet eau de fruit que sont extraites les protéines. Après l'ajout d'eau fraîche, l'amidon est séparé des fibres à l'aide de tamis centrifuges. Il s'agit d'un système comprenant des unités de quatre à cinq phases de tamis (diamètre de panier: 850 mm) avec des mailles de 125  $\mu\text{m}$  pour les fibres grossières et de 60 à 80  $\mu\text{m}$  pour les fibres plus fines. Le débit pour un tamis centrifuge à quatre phases est de 30 t/h. La pâte d'amidon sortante contient encore des impuretés, comme des protéines ou des fibres non solubles. Celles-ci sont enlevées dans une centrifugeuse à buse. Ensuite, l'amidon est lessivé avec de l'eau distillée dans un séparateur à cyclone ou à buse. Toutes les impuretés restantes comme les fibres, protéines et minéraux sont enlevées au cours de cette étape et forment le fourrage. L'amidon est ensuite séché dans un séchoir « flash » jusqu'à humidité restante de 20 %, puis broyé afin d'obtenir une poudre homogène. [16] [19]

Comme mentionné auparavant, l'extraction d'amidon donne comme sous-produits des fibres et des protéines. Les rendements sont pour l'amidon au minimum de 95 %, pour les fibres autour de 98 % et pour les protéines autour de 90 %. Le succès économique qui est principalement lié aux rendements en amidon, dépend très fortement de l'efficacité de rupture des tissus de la pomme de terre afin de libérer un maximum d'amidon des cellules végétales. Le râpage des pommes de terre est plus facile que celui du maïs ou du blé; il nécessite en effet moins de force mécanique car l'amidon a une meilleure accessibilité, et les cellules végétales ne sont pas remplies de matière aussi dense. [19]

### Procédés d'extraction d'amidon à partir de manioc

L'extraction de l'amidon à partir du manioc est plutôt récente. La technologie industrialisée est très similaire à celle utilisée pour les pommes de terre. En 1999, la production d'amidon de manioc en Thaïlande était d'environ  $35 \times 10^6$  tonnes, ce qui représentait 5 % de la production mondiale. Initialement, le temps nécessaire à l'extraction était de 10 jours alors qu'il est seulement de 30 min à l'heure actuelle. [20] [21]

Les racines du manioc, qui supportent bien la sécheresse, sont plantées de novembre à janvier ou de février à avril. La récolte manuelle s'effectue 10 à 12 mois après la plantation. Elles sont ensuite directement transportées à l'entreprise ; la moitié des racines est prévue pour la production d'amidon et l'autre pour la production de farine. Ensuite, les racines sont transportées jusqu'à une trémie et transférées sur une chaîne convoyeuse, ayant une capacité de 15 – 20 t/h. Avec la même capacité, les impuretés telles que des résidus de terre, du sable, ainsi que quelques écorces, sont enlevées dans un tamis rotatif (1.2 x 1.5 x 40 m) tournant à 10 - 15 tours/min. Le lavage s'effectue dans un bassin d'eau où les racines sont avancées par des bras tournant à 10 tours/min. L'eau provient en général de la dernière étape de production (drainage). Les racines propres sont ensuite placées dans une râpe munie de lames à scie (comme les pommes de terre). L'appareil est constitué d'un tambour (diamètre: 77.5 cm) muni de 144 lames et tournant à 1000 tours/min. Sa capacité est d'environ 5 à 6 t/h. Les machines les plus efficaces proviennent de l'entreprise *Hovex*. Environ 50 % des entreprises existantes en Thaïlande effectuent une séparation de l'eau de fruit avant le tamisage. Le manioc contient moins de protéines ( $\pm 0.7$  % sur base sèche) que les pommes de terre ou l'igname ( $\pm 2.0$  % sur base sèche). Les appareils utilisés pour la séparation de l'eau proviennent par exemple

des entreprises *Alfa Laval*, *Westfalia - Separator* et *Flottweg*. Comme la teneur en protéines est faible, l'eau de fruit est généralement utilisée pour le lavage des racines ou jeté. La séparation des fibres se déroule par tamisage. La pâte de manioc est pompée sur une série d'extracteurs composés de mailles grossières à plus fines. En général, ce sont des tamis centrifuges (*Hovex*) tournant à 800 tours/min, avec une capacité de 0.75 à 1.50 t MS par heure. Les mailles grossières sont de 355 à 425  $\mu\text{m}$ . Le diamètre de l'amidon de manioc est d'environ 15  $\mu\text{m}$ . Plusieurs passages sont nécessaires pour minimiser la teneur en amidon dans la pulpe. La pulpe récupérée est passée sur un tamis de filtration (125 – 150  $\mu\text{m}$ ) pour enlever les fibres fines. Cette étape est ensuite répétée sur un tamis plus fin (76 – 100  $\mu\text{m}$ ). La pulpe finale est pressée et sert comme fourrage. Pendant le tamisage, une solution de  $\text{SO}_2$  est ajoutée pour contrôler les conditions microbiologiques. Une méthode alternative au tamisage fin résiderait dans l'utilisation de tamis vibratoires *Sweco* (63 - 103  $\mu\text{m}$ ). Pour concentrer et laver le lait d'amidon, des séparateurs *Westfalia-Separator* ou *Alfa Laval* sont utilisés. Ce sont des systèmes biphasés ou triphasés ; le dernier présentant l'avantage de consommer moins d'eau suite au nombre inférieur d'étapes de lavage. Le drainage s'effectue dans une centrifugeuse horizontale avec un panier (diamètre: 1.2 m ; longueur: 0.65 m) tournant à 900 tours/min. Sa capacité est 1.5 t MS par heure et un cycle (environ 10 min) de drainage décharge environ 240 kg de gâteau d'amidon avec une humidité de 35 à 40 %. Une autre méthode efficace réside dans la filtration sous haute-pression, mais celle-ci n'est pas encore souvent appliquée. Le séchage s'effectue ensuite dans un séchoir « flash » (p.ex. de *Barr-Rosin*) à l'air chaud ou à l'huile thermique. Environ 100 t d'air chaud (170 – 200 °C) par heure sont soufflées dans le tube du séchoir « flash ». L'humidité descend de 38 % à 12 % en 6 sec. La capacité du séchoir est 8 – 10 t MS par heure. Le plus grand problème réside dans la fluctuation de la température qui doit être contrôlée continuellement. Le stockage de l'amidon se fait dans des sacs de 30 à 50 kg à 20 - 30 °C à l'abri. [20]

La consommation énergétique est principalement liée à deux sources: énergie électrique à 25 % et énergie thermique à 75 %. La consommation d'énergie totale pour la production d'un kilo d'amidon de manioc est de 2.125 MJ. La consommation en énergie électrique (CEE) de chaque étape de production est présentée dans le tableau suivant:

**Tableau 4: Consommation en énergie électrique par étape d'extraction d'amidon de manioc [20]**

Étape	Lavage/ Râpage	Séchage	Tamisage	Séparation & Drainage	Pressage Pulpe & Décantation	Traitement de l'eau
<b>Consommation électrique</b>	27 %	16 %	15 %	15 % Chacune	5 % chacune	4 %

La consommation en eau représente un véritable problème pour les amidonneries thaïlandaises. Les usines doivent donc être construites près d'une source d'eau. Il s'agit principalement d'eau de surface ou provenant de la nappe phréatique, traitée auparavant par filtration. La production d'une tonne d'amidon nécessite environ 10 m<sup>3</sup> d'eau, ce qui se situe en-dessous de la valeur moyenne de 20 m<sup>3</sup>. Les coûts de productions dépendent de la technologie utilisée. Les coûts principaux proviennent essentiellement de la matière fraîche, ce qui est équivalent à 80 %. Les 20 % restants sont surtout liés à l'énergie et au matériel utilisé. Les coûts dépendent également de la qualité requise de l'amidon. Un amidon de manioc pour un usage alimentaire doit être pur, avec une viscosité maximale. La consommation des ressources se base surtout sur la quantité d'eaux usées produites. L'eau doit en effet être traitée avant de passer dans l'environnement. Les quantités de carbonates présentes sont caractérisées par des mesures de DCO (demande chimique en oxygène) et de DBO (demande biologique en oxygène). L'eau est d'abord traitée dans un bassin anaérobie et puis dans un bassin d'oxydation. Les pertes en amidon pendant la production sont inévitables. La plupart des râpes n'arrivent pas à détruire toute la matrice fibreuse pour libérer l'entièreté de l'amidon ; plus de 20 % restent ainsi dans la masse. D'autres pertes importantes (environ 15 %) en amidon se produisent pendant la séparation dans les centrifugeuses. La pulpe sortante de l'entreprise contient encore environ 50 % d'amidon (sur base sèche). Ces pertes seront à minimiser. [20] [21]

#### Procédés d'extractions d'amidon d'igname: essais existants

La composition de l'igname est identique à celle des pommes de terre, et le procédé d'extraction de l'amidon est par conséquent très semblable. Le principe s'effectue par lessivage. Plusieurs essais à l'échelle du laboratoire ont déjà été effectués dans différents laboratoires. Deux principes d'extraction co-existent: le premier s'effectue à partir du tubercule [1] [22] [23] et le second à partir de la farine d'igname [24]. Les étapes générales d'extraction de l'amidon d'igname sont présentées dans la figure suivante:

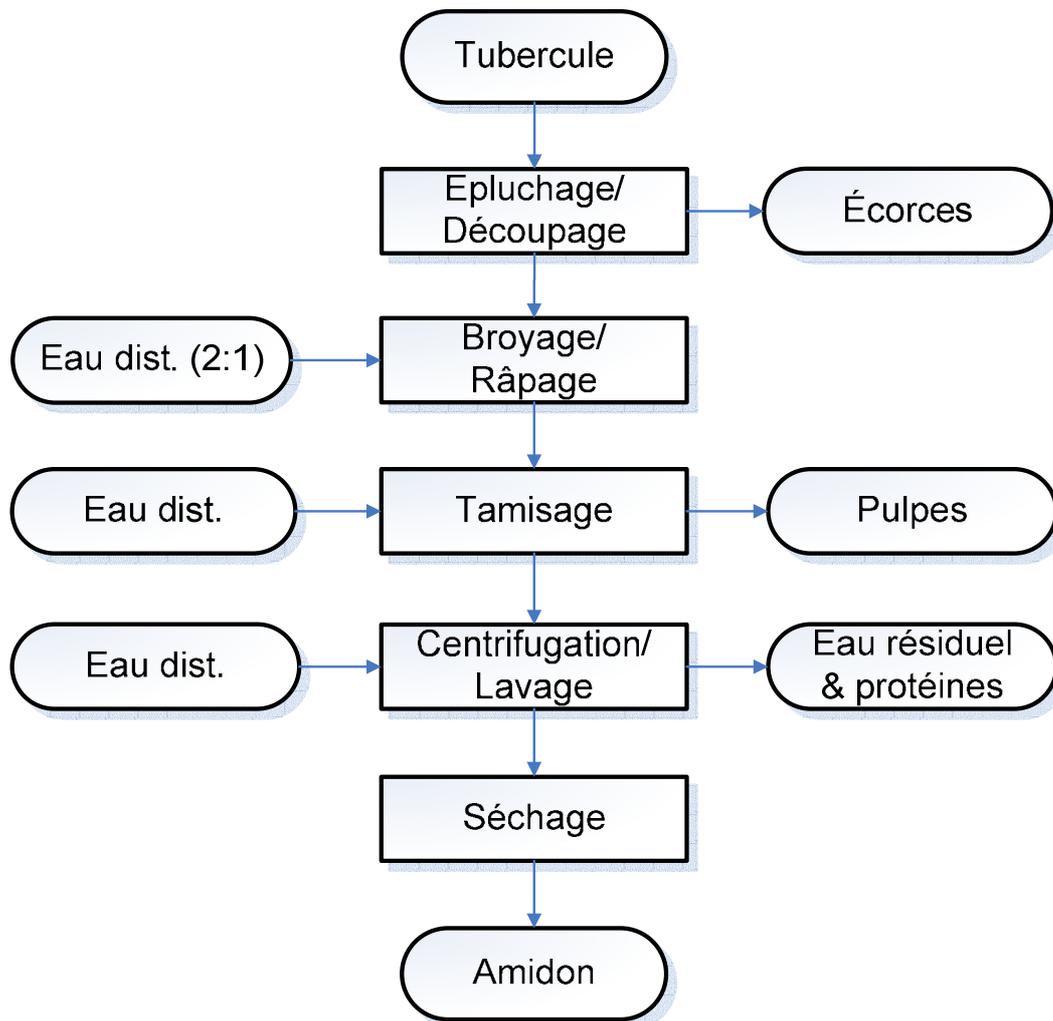


Figure 3: Etapes générales d'extraction d'amidon d'igname

La méthode d'extraction établie selon le travail de Mme Brunnschweiler [22] s'effectue à l'échelle semi-pilote. Les ignames (1 – 5 kg) sont épluchées à la main, puis découpées en petits morceaux avec une machine à découper (*Anliker*). Après incubation dans un excès de NaOH, un moulin colloïdal (*Fryma*) muni de disques à Corinthe est utilisé pour produire une pâte très fine. La pâte est ensuite incubée pendant 20 h à 17 °C. Le surnageant est jeté, et le dépôt est filtré sur une série de tamis (0.5 - 0.25 - 0.1 mm) pour en séparer la pulpe. Une décantation simple est effectuée avant le séchage à l'étuve à 30 °C jusqu'à humidité restante à 12 %. Les rendements d'extraction en amidon pour différentes espèces d'ignames se situent entre 8 et 15 % par rapport à la matière fraîche avec une pureté comprise entre 97 et 100 %.

D'autres essais d'extraction de l'amidon à l'échelle du laboratoire ont été réalisés par le groupe de Daiuto et al [23]. Ils ont testé des extractions avec quatre solvants différents: l'eau, le NaOH, une solution de pectinase et un mélange d'acide oxalique / ammoniac oxalique (ao/ao). Si l'extraction avec l'un des trois premiers solvants donne un rendement proche de 10 %, le rendement avec le dernier mélange (ao/ao) augmente à 18 % par rapport à la matière fraîche. Les étapes d'extraction sont les mêmes que cité auparavant. Ils ont énoncé que la formation de mucilage induit une augmentation de la viscosité, ce qui peut gêner les étapes de tamisage et prolonger le temps de décantation. Le mucilage est une substance constituée de polysaccharides, qui gonfle au contact de l'eau et produit une substance visqueuse. Ceci sera décrit plus tard dans ce travail. [17]

M. Shujun [24] a testé une autre méthode d'extraction en partant de la farine. Les ignames coupées sont mises en étuve à 70 °C pendant environ 20 h puis broyées à sec. Afin d'obtenir une farine homogène, celle-ci est ensuite tamisée. Les étapes suivantes sont semblables aux méthodes citées auparavant, la seule différence réside dans l'ajout de HgCl<sub>2</sub> pour le trempage. Les rendements d'extraction ne sont pas indiqués.

#### **1.2.4. Caractérisation d'amidon**

L'identification de l'amidon natif permet de cibler ses applications spécifiques dans l'alimentation. Les différentes techniques pour déterminer les propriétés hydrothermiques sont déjà mentionnées (1.2.2.). Les principes des analyses effectuées lors de ce travail sont décrits ci-dessous. Des analyses chimiques (matière sèche et dosage d'amidon) et techno fonctionnelles (viscosité, granulométrie, microscopie et blancheur) ont été effectuées pour caractériser les amidons natifs. Les manipulations et les calculs éventuels sont expliqués dans les méthodes (2.3.).

##### **Détermination de la matière sèche de l'amidon**

En général, l'amidon de blé, de maïs ou de riz contient entre 13 à 15 % d'eau. L'amidon de pomme de terre en contient autour de 20 %. L'amidon d'igname va être séché jusqu'à une humidité constante comprise entre 10 à 15 %. L'échantillon est mis à sécher à 121 °C pendant 2 h 45, temps nécessaire pour la remontée de la température à l'intérieur de

l'étuve et la stabilisation de l'échantillon. Les valeurs de matière sèche de l'amidon doivent être connues pour l'expression de la teneur en amidon par rapport à la matière sèche (méthode d'Ewers).

### Dosage de l'amidon par polarimétrie selon Ewers

La méthode comprend deux étapes avant la mesure de la rotation spécifique sur le polarimètre:

- Une hydrolyse de l'échantillon (15 min dans l'eau bouillante) par de l'acide chlorhydrique dilué. Après une clarification (précipitation des matières azotées par de l'acétate ferrique), la solution est filtrée.
- Une extraction des substances solubles dans l'éthanol à 40 % (v:v). Après acidification du filtrat par l'acide chlorhydrique, les mêmes étapes que précédemment sont effectuées.

La différence entre les deux mesures est multipliée par un facteur connu et donne la teneur en amidon qui est égale à la pureté de l'amidon dans l'échantillon. Le bon usage et la calibration correcte du polarimètre sont très importants. Le principe de mesure du polarimètre est décrit dans la figure suivante:

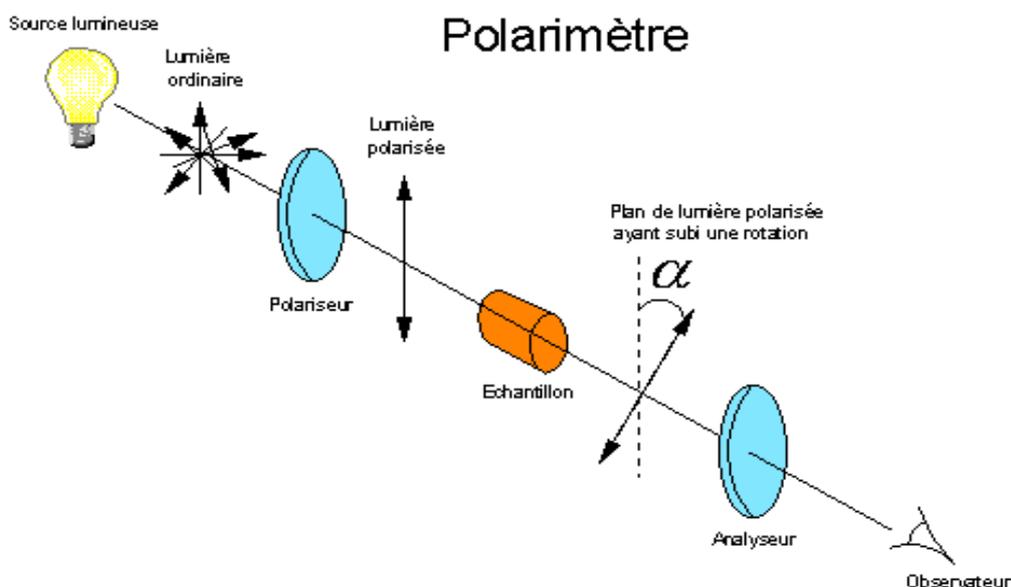


Figure 4: Mesure du pouvoir rotatoire de l'échantillon

### Détermination de la granulométrie

L'objectif de la granulométrie est de déterminer la taille des particules élémentaires qui constituent diverses substances. La technique de la granulométrie laser se base sur le principe de diffraction et de diffusion d'un faisceau de lumière. L'échantillon à analyser est convoyé par l'eau et passe dans le faisceau de lumière (laser).

Le faisceau de lumière est donc dévié par les particules rencontrées. Cette déviation dépend de la dimension et de la forme des particules. Le programme de traitement des résultats fournit le diamètre moyen des particules et le diamètre en-dessous duquel se situent 10, 50 et 90 % des granules. Toutes les particules sont considérées comme étant de formes opaques et sphériques. Les résultats obtenus correspondent à des sphères équivalentes en volume. Un alignement du rayon laser et une détermination des bruits parasites (*background*) et du bruit de fond (*background blue light*) sont effectués avant la mesure. L'obscurcissement du faisceau lumineux doit se situer entre 10 et 20 %. Afin de bien solubiliser l'amidon, une agitation continue est appliquée. Des ultrasons permettent de bien dissocier les éventuels amas de granules d'amidon.

### Mesure de la viscosité des empois d'amidon

Les propriétés épaississantes et de gélatinisation de l'amidon sont étudiées à l'aide du micro visco - amylographe de *Brabender*. La suspension d'amidon est chauffée de 30 à 95 °C, suivi d'un maintien pendant 10 min à cette température, puis d'un refroidissement à 50 °C. La vitesse de rotation du bol est de 75 tours/min. Les granules d'amidon dans la solution commencent à gonfler, ils absorbent de l'eau et perdent leur structure cristalline. Quand la température de gélatinisation (dépend du type d'amidon) est atteinte, les couches superficielles se rompent: l'amidon gélifie. Au cours du refroidissement, l'empois d'amidon se transforme en gel. Les paramètres enregistrés lors du suivi de ce profil sont la température et la viscosité en unité *Brabender* (UB). Les valeurs caractéristiques de viscosité (UB) sont le pic de viscosité, la rupture de viscosité (*breakdown*), la reprise de viscosité (*setback*) et la viscosité finale à 50 °C après 5 min. La température de gélatinisation est également notée.

### Microscopie

La microscopie permet d'examiner la structure semi-cristalline, les différentes formes (ronde, ovale, ellipsoïde ou aplatie) et la dimension des granules d'amidon. Des dégâts éventuels (comme des fissures) peuvent ainsi être observés. La microscopie en lumière polarisée permet de détecter la croix de polarisation, signe de l'intégrité des structures cristallines de l'amidon.

### Mesure de la blancheur d'amidon

La blancheur est un critère d'achat de l'amidon et est notamment liée à sa pureté. Un spectro-colorimètre MiniScan est utilisé pour cette mesure. La valeur  $L^*$  représente la clarté de l'échantillon ; une valeur de 0 correspond à la couleur noire tandis qu'une valeur de 100 correspond à la couleur blanche.  $a^*$  et  $b^*$  (soit négatif ou positif) sont des déviations dans d'autres couleurs (+a = rouge, -a = vert, +b = jaune, -b = bleu). Ces dernières valeurs doivent être proches de zéro pour l'amidon.

## 2. Matériel et Méthodes

### 2.1. Produits

#### 2.1.1. Produits alimentaires

##### Matière première

Un premier tubercule d'igname (essai laboratoire) est acheté chez un grand distributeur (*Apna Atta*) à Bruxelles. Environ 50 kg d'ignames (essai pilote) de la même variété sont également achetés deux mois plus tard chez le même distributeur, pour un prix de 1.40 Euro/kg. C'est de l'igname Puna (nom) en provenance du Ghana qui appartient à l'espèce *D. cayenensis-rotundata*. Ils sont stockés au frigo à 10 °C pendant 4 mois (max.) jusqu'à la dernière extraction. Un deuxième tubercule d'igname (essai laboratoire) est acheté dans un petit magasin africain à Gembloux. Celui-ci se différencie par sa forme plus grande ( $\pm 3$  kg comparé à  $\pm 2$  kg). Il s'agit probablement aussi d'une *D. cayenensis-rotundata*. Au même magasin, une racine de manioc (*Manihot esculenta* Crantz) est achetée.

##### Amidons natifs

Les amidons commerciaux utilisés pour la caractérisation des propriétés physico-chimiques et techno - fonctionnelles sont présentés dans le tableau ci-dessous:

**Tableau 5: Aperçu des amidons commerciaux utilisés pendant ce travail**

Origine d'amidon	Producteur	No. produit
Pomme de terre	Avebe, NL	----
Pomme de terre	Merck, DE	1.01359
Manioc	Cargill, NL	70001
Manioc (artisanal)	Félicité N., CA	----
Maïs	Vel, BE	5052
Maïs	Fluka, DE	85652
Riz	Fluka, DE	85654
Blé (Corvus)	Aveve, BE	FH 05-03-06
Blé (Folio)	Clovis Matton, BE	FH 05-03-24

### 2.1.2. Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés pour l'extraction et la caractérisation des amidons sont indiqués dans le tableau suivant:

**Tableau 6: Aperçu des produits chimiques utilisés pendant ce travail**

Produit	Producteur	Toxicité
Acide chlorhydrique 37 %	VWR Prolabo	Corrosif, irritant
Acétate de zinc	VWR Prolabo	----
Acide acétique glacial	Merck	corrosif, inflammable
Hexacyanoferrate de potassium	VWR Prolabo	----
Disulphite de sodium	Merck	nocif, irritant
Nitrate d'argent	VWR Prolabo	dangereux pour l'environnement

## 2.2. Matériel et appareils

### 2.2.1. Extraction d'amidon

#### Production de la farine

- Etuve: Memmert, Schwabach, DE
- Moulin à marteau: SR2, Retsch GmbH, Haan, DE

#### Extraction d'amidon à l'échelle laboratoire

- Petits matériels: couteau, planche à découper, mortier, pinceau, béciers
- Balance analytique: PG2002-S, Mettler-Toledo, Zaventem, BE
- Mixeur: Waring Blender, Waring Labority Science, BE
- Tamis d'analyse: ( $\emptyset$  mailles 0.5 - 0.25 - 0.088 mm) Endecotts LTD, GB
- Tamiseur Rotachoc: Cereal Tester, Chopin SA, Villeneuve-La-Garenne, FR
- Centrifugeuse: Beckman J2-21, Beckman Coulter Inc., Fullerton, EU
- Etuve: Bekso, Bruxelles, BE

### Extraction d'amidon à l'échelle pilote

- Petits matériels: couteau, pinceau, cuillère, entonnoir, seau
- Balance: Berkel, Van Berkel, Bruxelles, BE
- Eplucheur: Robotcoupe EP15, De Vry B.V.B.A., Mechelen, BE
- Mélangeur - Cuiseur: Stephan, Stephan Machinery GmbH, Hameln, DE
- Moulin colloïdal: Stephan Microcut, Stephan Machinery GmbH, Hameln, DE
- Tamiseur: Sweco 450, Sweco Europe S.A., Nivelles, BE
- Tamis d'analyse: ( $\emptyset$  mailles 0.40 / 0.09 mm), Sweco Europe S.A., Nivelles, BE
- Centrifugeuse: Sorvall, Kendro Laboratory Products GmbH, Langenselbold, DE
- Etuve: Bekso, Bruxelles, BE
- Moulin à marteau: SR2, Retsch GmbH, Haan, DE
- Séparateur - centrifuge: LWA 205, Westfalia Separator AG, Oelde, DE
- Eplucheur: De Bruyne Jos N.V, Oudenaarde, BE
- Séparateur - centrifuge: SA7-06-076, Westfalia Separator AG, Oelde, DE
- Pompe à vide: Speedivac ED 75, Edwards High Vacuum Ltd., Crawley, UK
- Filtre: ( $\emptyset$  32 cm), Whatman N° 1, Whatman, USA

### **2.2.2. Caractérisation d'amidon**

#### Analyses chimiques (matière sèche et dosage d'amidon)

- Balance analytique: Mettler AE200, Mettler-Toledo, Zaventem, BE
- Etuve: IT-10-2, Memmert, Schwabach, DE
- Polarimètre: ADP220, Bellington & Stanley Ltd., Kent, UK
- Filtre (597  $^{1/2}$ ): Schleicher & Schüll, Whatman, USA
- Bain marie avec bec bunsen; Dessiccateur et sable (pour les tubercules)

#### Analyses techno fonctionnelles (granulométrie, viscosité, microscopie et blancheur)

- Balance analytique: PG2002-S, Mettler-Toledo, Zaventem, BE
- Granulomètre: Mastermizer, Hydro 2000, Malvern Instruments, Worcestershire, UK
- Micro-Visco-Amylograph: Brabender OHG, Duisburg, DE
- Microscope: Nikon Eclipse E400, Nikon Belux, Bruxelles, BE
- Spectro-colorimètre: MiniScan XE, HunterLab, Virginia, USA

## 2.3. Méthodes

### 2.3.1. Production de la farine

La production de la farine des r&t se base sur le travail de Mme Brunnschweiler [22]. Une certaine quantité (~100 g) d'igname (ou de manioc) est prélevée après découpage du tubercule en petits cubes d'environ 1 cm<sup>3</sup>. Celle-ci est séchée (sur un papier buvard) dans une étuve à 72 °C pendant 22 h. Les cubes séchés sont ensuite broyés dans un mortier et tamisés afin d'obtenir une poudre homogène. Lors d'un essai complémentaire, une plus grande quantité de farine d'igname (~1 kg) est produite. Le tubercule est découpé en frites. Au lieu d'un mortier, un moulin à marteau (*Retsch*) est utilisé.

### 2.3.2. Extraction d'amidon à l'échelle laboratoire

Deux méthodes d'extraction (Brunnschweiler & Amani) ont été testées. Les méthodes d'extraction sont présentées sous forme de diagramme en annexe A. Les différents principes d'extraction sont déjà mentionnés dans l'introduction (1.2.3).

#### Premier essai (lg1.1, lg1.2 & lg1.3)

Le premier essai d'extraction s'effectue selon le travail de Mme Brunnschweiler [22]. L'objectif de cet essai est de vérifier la répétabilité du procédé d'extraction sélectionné. La méthode est appliquée au même tubercule d'igname divisé en trois parties (proximal, central et distal). Un tubercule d'igname est donc découpé en trois morceaux (~500 g). Chaque morceau est lui-même découpé en petits cubes d'environ 1 cm<sup>2</sup>. Une petite partie (~100 g) est prélevée pour mesurer la matière sèche et la teneur en d'amidon de la farine). Le poids précis de l'igname est noté ( $M_1$ ). Les cubes sont mélangés (2 : 1) avec de l'eau (au lieu de NaOH) et puis broyés dans un mixer *Waring-Blender* (2x 30 sec low & high) pour libérer l'amidon des cellules végétales. Ensuite, les fibres sont séparées sur une série de tamis (0.50 - 0.25 - 0.09 mm), posés sur le tamiseur *Rotachoc* (3x 1 min). Les tamis sont rincés 3 fois avec de l'eau distillée (~500 ml). Les fibres restantes sont placées dans un bécher et gardées au frigo. Le lait d'amidon est centrifugé (*Beckman*) pendant 15 min à 2650 x g et à 5 °C. Le surnageant est ensuite jeté et les protéines non solubles

sont grattées et mises dans un bécher. L'amidon est encore lavé 2 fois avec de l'eau distillée et centrifugé. Les protéines sont enlevées le plus possible. L'eau résiduelle est éliminée par séchage dans une étuve à ~40 °C jusqu'à une humidité constante de 10 à 15 %. L'amidon récupéré est mis dans un récipient et la quantité exacte est notée ( $M_2$ ). L'amidon est broyé à l'aide d'un mortier afin d'obtenir une poudre homogène.

### Deuxième essai (lg2.1, lg2.2 & Ma2)

Le deuxième essai d'extraction est appliqué sur un tubercule d'igname (~2.2 kg) et sur une racine de manioc (~0.8 kg) selon le travail de M. Amani [1]. Dans ce cas, il s'agit d'une autre variété (nom inconnu) de *D. cayenensis-rotundata*. Les étapes d'extraction sont globalement identiques auparavant. Les différences entre les deux méthodes testées sont mentionnées dans les points suivants:

- Le manioc reste entier tandis que l'igname est divisée en deux morceaux (~1 kg)
- Une solution de  $SO_2$  (0.1 %) est ajoutée pour éviter des réactions enzymatiques
- Le trempage (avant le tamisage) dure environ 4 heures à 15 °C
- Le deuxième tamis (0.25 mm) n'est pas utilisé
- Les fibres restantes sur le tamis sont mélangées avec l'eau et tamisées de nouveau (2 x); Les fibres de la seconde partie d'igname subissent 2 broyages
- La décantation dure environ 20 heures à 2 °C (le surnageant est siphonné et jeté)

### **2.3.3. Extraction d'amidon à l'échelle pilote**

L'extraction à l'échelle pilote est effectuée selon le travail de M. Amani [1]. Les deux premiers essais (~10 kg) et le troisième (~20 kg) sont réalisés avec l'igname Puna. Les appareils de l'atelier pilote de l'Unité de la Technologie des IAA (FUSAGx) sont utilisés.

### Premier essai (lg3.1)

Un éplucheur *Robotcoupe*, appartenant à la Filière wallonne de la pomme de terre (FIWAP), est utilisé. Il est équipé d'un disque muni de couteaux et tournant dans la partie inférieure du récipient. Sa capacité maximale est de 15 kg par batch. Après 5 min d'épluchage, les écorces restantes et les extrémités sont éliminées avec le couteau. Le poids précis des ignames épluchées est noté.

Les morceaux d'igname sont ensuite découpés dans le mélangeur - cuiseur *Stephan* pendant 10 min (5 min non incliné et 5 min incliné à 45°) jusqu'à obtention d'une pâte grossière. Le *Stephan* est équipé dans la partie inférieure de la cuve de couteaux tournants à une vitesse maximale de 2880 tours/min, et d'un mélangeur tournant à 30 tours/min. La capacité maximale est de 40 kg par batch.

Ensuite, la pâte est broyée pendant 10 min au moulin colloïdal *Stephan* jusqu'à obtention d'une pâte plus fine. Pendant ce broyage, la solution de SO<sub>2</sub> (2:1) est ajoutée. Le moulin colloïdal est équipé d'une couronne échangeable qui définit l'écartement du passage de la pâte. La couronne de 1 mm est utilisée. La vitesse maximale du moulin est de 2900 tours/min et la capacité maximale est ± 30 L.

Le mélange est ensuite tamisé sur le tamiseur *Sweco* avec des tamis de 400 et 90 µm. Les fibres restantes sont mélangées avec de l'eau et tamisées de nouveau. Cette étape est répétée trois fois. Le tamiseur vibre constamment à 1500 tours/min. Les tamis sont fixés par des raccords et la sortie du premier tamis est obturée par du scotch. Afin d'obtenir un mouvement rotatif optimal du produit sur la toile du premier tamis (400 µm), le contrepoids inférieur est réglé à 60° et le contrepoids supérieur est monté avec quatre plaques (au maximum).

Les étapes suivantes sont identiques à celles décrites dans le paragraphe précédent (extraction à l'échelle laboratoire). Une centrifugeuse *Sorvall*, permettant de traiter un volume plus élevé, est cependant utilisée. L'amidon séché à 40 °C, est broyé à l'aide d'un moulin *Retsch* afin d'obtenir une poudre homogène.

### Deuxième essai (lg3.2)

Les étapes d'extraction sont toujours globalement identiques. Les différences entre les deux méthodes testées sont mentionnées dans les points suivants:

- Un disque plus fin (écartement de 0.1 mm) est placé dans le moulin colloïdal
- Des essais sur le petit séparateur - centrifuge de *Westfalia* (avec bol à assiette et sans débouillage) pour la séparation de l'eau de fruit et après pour le lavage d'amidon sont effectués. La machine tourne à une vitesse de 1400 tours/min.

### Troisième essai (lg3.3)

Les étapes d'extraction sont toujours les mêmes qu'auparavant. Les différences entre les deux méthodes testées sont mentionnées dans les points suivants:

- Un éplucheur de pomme de terre (*De Bruyne*), d'une capacité de 5 tonnes/heure (longueur: 2 m), est utilisé chez un producteur de frites à Spy. L'éplucheur est équipé de 5 rouleaux abrasifs et d'une grande vis qui fait avancer le produit. Le traitement de 20 kg d'igname dure  $\pm$  5 min. Les tubercules sont contrôlés à la main.
- Le mélangeur – cuiseur *Stephan* est incliné à 45° pendant 10 min. La pâte sortante est assez fine, donc le moulin colloïdal n'est pas utilisé
- Un essai de filtration sous vide (système Buchner) de la pâte est testé mais arrêté parce qu'il se forme trop de mousse dans l'erlenmeyer
- Le raffinage (lavage) de l'amidon s'effectue avec un grand séparateur - centrifuge de *Westfalia* (en continu et avec débouillage toutes les 5 min). Le débit de la machine est fixé entre 200 et 300 l/h (selon la concentration du produit)
- Une filtration sous vide est réalisée avant le séchage

#### **2.3.4. Caractérisation d'amidon**

##### Détermination de la matière sèche de l'amidon et du tubercule

La matière sèche est déterminée pour les produits en poudre (amidons, farines, fibres et protéines) selon la norme [25] et respectivement pour les produits humides comme r&t et déchets de production (mettre du sable et des tiges) selon les points opératoires suivants:

- Sortir des conserves séchées de l'étuve (à 90 °C resp. 105 °C)
- Les refroidir dans le dessiccateur pendant 30 à 50 min
- Peser et noter la tare de chaque conserve (avec couvercle)
- Peser ~5 g d'échantillon et noter la valeur exacte (précision: 0.0001)
- Mettre les conserves dans l'étuve (130 °C) pendant 2h45 (couvercle ouvert)  
Resp. mettre les conserves (bien mélangées) dans l'étuve (75 °C) pendant 22 h
- Les refroidir dans le dessiccateur pendant 30 à 50 min
- Repeser les conserves et calculer la matière sèche
- Jeter l'échantillon à la poubelle, rincer les conserves et les sécher dans l'étuve

La matière sèche (MS) est calculée selon la formule suivante:

$$MS(\%) = \frac{M_2 - M_0}{M_1} * 100$$

où  $M_0$  = Poids de la conserve (si tubercule, c'est avec sable et tige) [g]

$M_1$  = Poids de l'échantillon avant séchage [g]

$M_2$  = Poids de la conserve avec l'échantillon après séchage [g]

La matière sèche de l'amidon est nécessaire pour la formule d'Ewers, pour la mesure au micro visco - amylographe et pour les bilans de matière.

#### Dosage d'amidon par polarimétrie selon Ewers

La pureté de l'amidon extrait est déterminée par polarimétrie selon la norme [26] avec les changements suivants:

- Ajout de 25 ml d'eau distillée (au lieu de 30 ml) après l'hydrolyse
- Ajout de 10 ml de solution Carrez I & II (au lieu de 5 ml) pour la clarification
- Une centrifugation (5000 tours/min à 5 min) s'effectue avant la filtration pour les substances solubles dans l'éthanol

Les manipulations sur le polarimètre sont mentionnées dans les points ci-dessous:

- Allumer le polarimètre ~30 min avant la mesure du pouvoir rotatoire
- Mettre un tube vide (20 cm) au milieu du polarimètre et appuyer sur « ZERO »
- Calibrer le polarimètre avec un tube spécifique (à 25.05)
- Appuyer sur « SETUP - 1,3,5 - CALIB - SPAN - ENTER - SPAN »
- Le polarimètre est prêt à l'utilisation
- Rincer le tube de mesure deux fois avec l'échantillon (filtrat)
- Remplir le tube plein avec le filtrat (sans bulle)
- Mettre le tube dans le polarimètre (toujours dans le même sens)
- Noter quand la valeur est stable
- Répéter cette mesure une seconde fois avec le même échantillon
- Eteindre le polarimètre et rincer le tube avec l'eau distillé

La mesure est réalisée en double dans le polarimètre qui est réglé à une longueur d'onde de 589.3 nm et qui est équipé avec des tubes de 200 mm.

*Méthode du calcul:*

Les résultats sont calculés à partir de la loi de Biot: 
$$[\alpha]_D^{20} = \frac{100 * a}{c * l}$$

où  $[\alpha]_D^{20}$  = Pouvoir rotatoire spécifique à 20 °C [°]

a = Angle de déviation ou pouvoir rotatoire mesuré [° P]

c = Concentration [g/100 ml]

l = Longueur du tube [dm]

Le pouvoir rotatoire spécifique  $[\alpha]_D^{20}$  est connu pour des amidons purs : riz: +185.9° ; maïs: +184.6° ; blé: +182.7 ; r&t (pomme de terre, manioc et igname): + 185.7°. Les degrés polarimétriques [°P] vont être convertis en degrés saccharimétriques [°S] à l'aide de la formule: °S = °P \* 2.889. La formule de Biot est ensuite modifiée pour obtenir le % d'amidon par rapport au poids sec de la prise d'essai. Selon la formule suivante:

$$\%Amidon = F * \frac{S}{M_1 * MS} - \frac{S'}{M_2 / 2 * MS}$$

où F = Facteur spécif. d'amidon (riz: 9.3007, maïs: 9.3662, blé: 9.4646, r&t: 9.3107)

S = Pouvoir rotatoire totale, mesuré en degré saccharimétrique [°S]

S' = Pouvoir rotatoire des substances solubles dans l'éthanol à 40 % [°S]

M<sub>1</sub> = Poids de l'échantillon de la première détermination [g]

M<sub>2</sub> = Poids de l'échantillon de la deuxième détermination [g]

MS = Matière sèche de l'échantillon [%]

La limite de répétabilité (r) est de 1 % (pour r&t) et 2.2 % (pour graines).

La limite de reproductibilité (R) est de 3.5 % (blé), 4.8 % (maïs) et 7.7 % (r&t).

### Mesure de la granulométrie

Les manipulations sur le granulomètre sont mentionnées dans les points suivants:

- Préchauffer le granulomètre ~30 min avant l'utilisation (mettre les prises)
- Mettre la cellule HYDRO 2000 (bleu) et brancher les deux tuyaux d'eau
- Allumer l'ordinateur et ouvrir le programme « Mastermizer »
- Choisir la mesure « Manuel » (ouverture de la fenêtre « Measurement Display »)
- Choisir « STARCH » (sample) et « WATER » (dispersant) dans Option - Material
- Entrer le nom d'échantillon dans Documentation
- Choisir pour la première fois « FILL » dans Accessory, qui reste toujours ouvert
- Rincer 2 à 3 fois en appuyant sur « CLEAN » dans Accessory
- Appuyer sur « START » (mesure du bruit de fond)
- Ajouter de l'amidon en suspension jusqu'à une valeur comprise entre 10 et 20 %
- Si OK, appuyer sur « START » (si trop haut, diluer avec l'eau distillé)
- Rincer 2 à 3 fois en appuyant sur « CLEAN »
- Refaire des analyses en triple et superposer les courbes de distribution
- Pour le nettoyage, vider le bac à échantillon en appuyant sur « EMPTY »
- Débrancher les tuyaux d'eau et remettre de l'eau dans la cellule avec la seringue

### Mesure de la gélatinisation et de la viscosité

Les manipulations sur le *Brabender* sont mentionnées dans les points ci-dessous:

- Allumer le Brabender et l'ordinateur (entrer 2x « brabender »)
- Monter la sonde de mesure (spindel) et mettre de l'eau (~15 l/h)
- Ouvrir le programme « Viscographe » (nouveau modèle)
- Entrer les paramètres suivants : nom, n° échantillon, humidité relative
- Peser dans le bol spécifique la quantité d'amidon (~10 g) et l'eau distillé (~100 g)
- Mélanger une fois et fixer le bol dans la partie chauffante du Brabender
- Appuyer sur le bouton « Vert » dans le programme pour tarer le bol
- Descendre la sonde de mesure (avec capteur de température et avec refroidisseur)
- Le programme commence (chauffage de 30 à 95 °C en 10 min, maintien 10 min à 95 °C, refroidissement à 50 °C en 10 min et maintien 5 min à 50 °C)
- Nettoyage du bol et de la sonde de mesure (éteindre le Brabender)
- La mesure est effectuée en double

### Microscopie

Les manipulations sur le microscope sont mentionnées dans les points suivants:

- Allumer l'ordinateur et le microscope *Nikon*
- Entrer le mot de passe « nikon » (2 x)
- Ouvrir le programme « Lucia » (Driver Sel.: Digital Camer; Version: Lucia G)
- Préparer l'échantillon sur une lame de microscope (couvre d'objet)
- Observer l'échantillon au microscope avec un agrandissement de 40 x
- Transférer l'image sur l'ordinateur

### Mesure de la couleur (blancheur)

Les manipulations sur le colorimètre sont mentionnées dans les points suivants:

- Brancher le colorimètre MiniScan
- Appuyer sur l'éclair pour allumer le colorimètre
- Vérifier que le format n° 9 soit sélectionné (visuel: absolu;  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ )
- Etalonner la machine avec une plaque noire et une plaque blanche (bien propre)
- Les valeurs moyennes de la plaque blanche sont à contrôler (voir plaque)
- L'échantillon, placé dans un bécher, est prêt à être mesuré
- Noter les valeurs moyennes et les écarts types ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ )
- Nettoyer entre chaque mesure la cellule

### 3. Résultats

#### Stratégie

En pratique, la stratégie du travail se divise en trois parties. Premièrement, les propriétés des amidons de différentes origines (pomme de terre, manioc, blé, maïs et riz) sont caractérisées en vue d'une comparaison de celles-ci avec les caractéristiques de l'amidon d'igname. Des analyses chimiques (matière sèche et dosage d'amidon) et techno fonctionnelles (granulométrie, viscosité, microscopie et blancheur) sont réalisées. Les principes des méthodes sont mentionnés dans l'introduction (1.2.2.). Les résultats de ces analyses sont présentés simultanément avec les caractéristiques mesurées sur l'amidon d'igname afin de faciliter la comparaison.

Deuxièmement, des essais d'extraction d'amidon d'igname et de manioc sont effectués selon les travaux de Mme Brunnschweiler [22] et M. Amani [1]. La méthode la plus efficace en laboratoire est ensuite testée à l'échelle pilote. L'objectif est d'optimiser ce procédé pilote par rapport au rendement et à la pureté d'amidon, en tenant également compte des coûts engendrés par le procédé (temps, eau). Tous les amidons extraits (igname et manioc) sont caractérisés et comparés avec des amidons de différentes origines, décrits dans la littérature.

Après avoir comparé tous les résultats, une étude de conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname, soit en Afrique (Côte d'Ivoire) ou soit dans un pays industrialisé est réalisée. Celle-ci présente une comparaison des procédés d'extraction et mentionne tous les facteurs susceptibles d'influencer les caractéristiques de l'amidon obtenu (rendement, pureté, consommation en eau, etc).

#### Validation des mesures effectuées avec l'amidon de blé

Avant de commencer les extractions d'amidon d'igname, les analyses chimiques et techno fonctionnelles sont à maîtriser. Pour cela, des amidons de blé sont analysés et les valeurs obtenues sont comparées aux mesures déjà effectuées au préalable sur ces amidons à l'Unité de la Technologie des IAA (FUSAGx). Les variétés *Corvus* et *Folio* sont sélectionnés car elles présentent des amidons aux propriétés différentes. Tous les calculs

sont présentés en annexe B. Les mesures sont effectuées en double (matière sèche, dosage et Brabender) ou en triple (granulométrie). Les deux tableaux suivants présentent les résultats des mesures effectuées (avec écarts types) et les valeurs de référence.

**Tableau 7: Aperçu des analyses des amidon natifs de blé effectués**

Amidon	Matière sèche [%]		Dosage d'amidon [%]		Granulométrie moyenne [um]	
	Echantillon	Référence	Echantillon	Référence	Echantillon	Référence
Corvus	96.4 ± 0.09	96.6	98.8 ± 0.1	100	20.19 ± 0.16	19.04
Folio	98.3 ± 0.01	98.7	98.8 ± 0.4	100	17.79 ± 0.06	18.70

**Tableau 8: Valeurs importantes lors de la mesure au Brabender**

Amidon	Point *	Temps [s]	Temp.[°C]	Couple [UB]	Référence [UB]
Corvus	A	315	67.2 ± 1.6	0	
	B	600	95.1 ± 0.2	270 ± 2	292.5
	E	1800	52.1 ± 0.1	418 ± 6	438.5
	G			73 ± 1	77
	H			221 ± 5	223
Folio	A	370	69.2 ± 0.6	0	
	B	600	95.4 ± 0.3	295 ± 0	300.3
	E	1800	51.8 ± 0.1	427 ± 5	430
	G			97 ± 4	88.7
	H			230 ± 2	218.3

**Légende\*:** A = Début de gélatinisation, B = Pic de viscosité, E = Fin de refroidissement, G = Rupture de viscosité, H = Reprise de viscosité

Les résultats obtenus montrent qu'une bonne répétabilité (r) est atteinte pour l'ensemble des mesures. Par exemple, les écarts du dosage d'amidon:  $r_{\text{Corvus}} = 0.1 \%$  &  $r_{\text{Folio}} = 0.7 \%$  se situent bien en-dessous des valeurs référentielles de la norme ISO [26] ( $r_{\text{limite}} = 2.2 \%$ ). Une bonne reproductibilité (R) est également obtenue ; Dans le cas du dosage d'amidon:  $R_{\text{Corvus}} = 1.2 \%$  &  $R_{\text{Folio}} = 1.1 \%$  sont inférieurs à  $R_{\text{limite}} = 3.3 \%$ . Pour la caractérisation de la taille des granules, une reproductibilité d'environ 1 µm est mesurée. Pour la mesure de la température au Brabender, il n'existe pas de valeurs de référence. Les mesures du couple en unité Brabender [UB] sont bien répétables et reproductibles (écart max. = 20 UB). Globalement, toutes les valeurs correspondent donc bien à celles des références.

### Simplification de la méthode de dosage de l'amidon par polarimétrie selon Ewers

Dans le cas de la mesure de la pureté de l'échantillon, seule la détermination du pouvoir rotatoire total est réalisée. Le second terme de la différence dans la formule de calcul est considéré comme nul. Cette simplification est réalisée après différentes mesures effectuées sur amidons et sur farines. Les calculs sont présentés en annexe B. Les valeurs de mesure du pouvoir rotatoire des substances solubles dans l'éthanol à 40 % varient en effet entre 0.0 % (pomme de terre, riz, igname et farine d'igname) et 0.7 % (maïs prégélatinisé) et influencent très peu la teneur en amidon totale.

### **3.1. Caractérisation des tubercules**

#### Matière sèche

Avant de réaliser des extractions, il faut vérifier si le procédé d'extraction est répétable et s'il existe des différences entre les trois différentes parties d'un même tubercule d'igname (proximal, central et distal) par rapport à la matière sèche. Le premier tubercule d'igname Puna est donc découpé en trois parties et la matière sèche est déterminée:

**Tableau 9: Détermination de la matière sèche des trois parties du tubercule**

Igname1	Proximal (1.1)	Central (1.2)	Distal (1.3)	Moyenne
Matière sèche [%]	34.3 ± 0.1	34.6 ± 0.2	34.5 ± 0.1	34.5 ± 0.2

Un écart très faible de 0.2 % est observé, indiquant qu'il n'existe probablement pas de différences de MS entre les trois parties du tubercule. Mme Brunnschweiler [22] décrit pourtant des différences: en général, la partie distale contient moins de matière sèche (4 – 8 %). Pour l'extraction d'amidon d'igname, le tubercule complet sera utilisé et les éventuelles différences de MS présentes dans un même tubercule seront négligées.

#### Influence du stockage

La maturité des tubercules achetés n'est pas connue. Comme mentionné en matériel et méthode (2.1.1.), les tubercules d'igname Puna destinés à l'extraction à l'échelle pilote sont stockés au frigo à 10 °C. Le premier essai d'extraction est réalisé après 1.5 mois de

conservation, le second essai 3 mois et le troisième après 3.5 mois environ. Le tableau suivant présente les matières sèches associées à chacune des extractions:

**Tableau 10: Matière sèche de tous les r&t utilisé lors de ce travail**

Echantillon	Igname2	Manioc2	Igname3.1 (1.5 mois)	Igname3.3 (3.5 mois)	Pomme de terre
Matière sèche [%]	34.2 ± 0.1	32.7 ± 0.1	30.6 ± 0.1	32.7 ± 0.1	19.0 ± 0.1

La durée de stockage influence la teneur en matière sèche: une différence de MS de 2.1 % est mesurée entre l'igname3.1 et Igname3.3. Une augmentation de ± 1 % en MS est donc observée par mois au cours du stockage en frigo. L'exemple du travail de Mme Brunnschweiler [5] (voir discussion) montre également que les tubercules se dessèchent avec le temps. Il semble donc que l'igname3.1 était probablement plus âgée à l'achat que l'igname2. Mais il s'agit de deux variétés différentes. Par ailleurs, la pomme de terre analysée possède une teneur en matière sèche de 19.0 %, ce qui peut influencer le procédé d'extraction et sera traité plus loin dans ce travail.

### Dosage d'amidon

A partir d'une farine homogène (voir production de la farine), la pureté de l'amidon peut être définie par la méthode « dosage d'amidon par polarimétrie selon Ewers ». Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant:

**Tableau 11: Dosage de la farine des tubercules**

Echantillon	Dosage [% MS]	Amidon-Tub. [%]
Igname1	84.0 ± 0.5	29.0
Igname2	82.3 ± 0.1	28.1
Manioc2	80.9 ± 0.2	26.5
Igname3	81.6 ± 0.3	25.8

Le dosage de l'amidon dans la farine d'igname3 n'a été effectué qu'une seule fois, en début de stockage. En cours de conservation, cette valeur, à l'opposé de la MS, est en effet supposée à rester constante. Ayant déterminé la matière sèche des r&t, la teneur réelle en amidon peut être exprimée en g amidon par 100 g de matière fraîche et par

100 g de MS. Ces valeurs varient entre 25 à 30 % et correspondent bien avec celles mentionnées en introduction de 20 à 30 %. Les valeurs par rapport à la matière sèche (80 – 84 %) correspondent à celles trouvées par le groupe de M. Daiuto (80 %) [23]. Ces valeurs de pureté sont également nécessaires pour calculer les rendements d'extraction associés à chaque essai.

### 3.2. Extraction d'amidon à l'échelle laboratoire

#### Synthèse des essais d'extraction à l'échelle laboratoire

La première extraction est effectuée à partir d'échantillons d'environ 300 g et la deuxième avec environ 1 kg. Le tableau suivant présente tous les résultats obtenus lors de ces extractions à l'échelle du laboratoire:

**Tableau 12: Matière sèche, dosage et rendement d'extraction d'amidon**

Méthodes	Echantillon	MS-Amidon [%]	Dosage [%]	Rendement [%]
Valeurs attendues	----	83 – 90	> 99	> 60
Brunnschweiler	Igname1.1	84.9 ± 0.0	96.9 ± 0.3	41.5
	Igname1.2	77.5 ± 0.0	98.8 ± 0.1	54.4
	Igname1.3	82.0 ± 0.0	99.3 ± 0.4	44.6
Amani	Igname2.1	87.4 ± 0.0	100	59.3
	Igname2.2	88.0 ± 0.0	100	59.7
	Manioc2	85.5 ± 0.0	99.3 ± 0.8	80.6

Le calcul du rendement d'extraction (par rapport à l'amidon de départ) est effectué suivant la formule suivante (A = Amidon; T = Tubercule):

$$RENDEMENT[\%] = \frac{Masse_A * MS_A * Dosage_A}{Masse_T * MS_T * Dosage_T} * 100$$

Tous les calculs de rendement d'extraction sont mis en annexe B. Les premiers essais d'extractions donnent des rendements de 41 à 55 % (moyenne = 46.8 %), équivalent à un

rendement de 15 à 20 % par rapport à la matière fraîche et correspondant bien au rendement trouvé par l'équipe de Mme Brunnschweiler (15 – 20 %). Les différences entre les deux parties extrêmes d'un même tubercule (proximal et distal) sont faibles, mais il existe une différence importante avec la partie centrale (10 à 15 % de plus, pour le rendement réel). Cette partie (igname1.2) semble en effet contenir davantage d'eau (77.5 % MS) et probablement plus d'amidon (voir discussion).

Les amidons obtenus lors de la deuxième extraction (selon la méthode d'Amani) n'étaient pas assez secs après 48 h (~70 % MS), ce qui peut fausser les analyses de caractérisation. Les rendements par rapport à la matière fraîche sont de l'ordre de 23 % pour 70 % de MS (voir annexe B). Les rendements diminuent à 19 % après un deuxième séchage jusqu'à l'obtention d'une matière sèche de 88 %. Un deuxième broyage (lg2.2) n'influence pas le rendement d'extraction, ce qui semble indiquer que l'amidon reste lié dans les fibres. L'extraction d'amidon du manioc sous les mêmes conditions, donne un rendement de 80.5 % (explication voir bilans). Les rendements de cet essai sont plus hauts comparés aux autres extractions. La solution d'oxyde de sulfure (0.1 %) ajoutée à la pâte, influence probablement le rendement d'extraction.

#### Bilans des amidons des différentes fractions

Les bilans des matières sèches et des amidons dans les différentes fractions (fibres, protéines et amidon) sont réalisés à partir du deuxième essai d'extraction (lg2). Les écorces sont exclues des bilans des amidons. Les bilans des matières sèches qui sont mis en annexe C, indiquent des pertes en écorces (avec couteau) de 9.1 % pour les ignames et de 17.6 % pour le manioc. Une matière sèche totale comprise entre 70 et 80 % est obtenue pour les trois cas. Les 20 à 30 % restant sont des pertes dans l'eau. Les bilans des amidons (lg2.1, lg2.2 & Ma2) sont présentés dans le tableau suivant:

**Tableau 13: Bilans des amidons dans les différentes fractions en [%]**

Echantillon	A. attendu	A. obtenu	Fibres	Protéines	Somme	Pertes inc.
Igname2.1	100	59.3	16.3	1.7	<b>77.3</b>	<b>22.7</b>
Igname2.2	100	59.7	26.1	1.7	<b>87.5</b>	<b>12.5</b>
Manioc2	100	80.6	14.0	0.00	<b>94.6</b>	<b>5.43</b>

Ces bilans montrent des pertes importantes dans les fibres (14 – 26 %) et, pour l'igname, dans l'eau résiduelle (pertes inconnues: 5 – 23 %). L'amidon restant dans les protéines est négligeable. Pour le manioc, l'étape de grattage de la croûte protéique après la centrifugation n'était pas nécessaire car il contient moins de protéines à l'origine (voir tableau 1) et parmi celles-ci davantage de protéines solubles dans l'eau. La teneur en amidon dans les fibres de l'igname2.2 est plus élevée (26.1 %) que dans les autres fibres. Ceci est étonnant parce qu'un deuxième broyage a été effectué lors de cet essai. Le temps de tamisage influence le taux de la matière sèche des fibres restantes et donc ainsi la teneur en amidon. Ceci varie énormément avec chaque tamisage. Les fibres étaient un peu plus sèches (11.4 % pour Ig2.2 comparé à 7.5 % pour Ig2.1). Quelques pertes sont survenues lors du tamisage dans le tamiseur *Rotachoc*. Le dernier bac n'a pas de sortie et le lait d'amidon déborde facilement de ce bac. Pour une optimisation du procédé, ces pertes sont donc à éviter.

### Consommation en temps et en eau

Les premiers essais d'extraction (Brunnschweiler) sont réalisés en une journée (8 heures). Ensuite, le séchage dépend lui-même énormément du volume qui est placé sur une plaque. Le temps minimal est de 48 heures. La consommation en eau est estimée à 2 litres pour cet échantillon (~300 g), donc environ 7 litres pour 1 kg.

Le deuxième essai d'extraction (selon Amani) dure beaucoup plus longtemps car des étapes de trempage et de décantation sont réalisées. Le temps nécessaire à l'extraction sans le séchage est d'environ 1.5 jours. La durée du séchage a dû être prolongée (60 heures) à cause du séchage inhomogène (formation d'une croûte sèche en dessus). La consommation en eau est estimée à 6 litres pour 1 kg de produit.

### **3.3. Extraction d'amidon à l'échelle pilote**

Les deux premières extractions à l'échelle pilote sont effectuées à partir de ~10 kg d'échantillons, la troisième avec ~20 kg. La méthode d'extraction se base sur le travail de M. Amani. Le tableau suivant présente les résultats obtenus lors de ces extractions:

**Tableau 14: Matière sèche, dosage et rendement d'extraction d'amidon**

Méthodes	Echantillon	MS-Amidon [%]	Dosage [%]	Rendement [%]
Valeurs attendues	----	83 – 90	> 99	> 80
Amani	lgname3.1	89.0 ± 0.1	100	78.2
	lgname3.2	86.8 ± 0.0	100	81.0
	lgname3.3	93.4 ± 0.0	97.6 ± 0.2	64.4

Les deux premières extractions apportent une pureté de 100 % et la troisième une pureté de 97.6 %. Ceci est expliqué par le fait qu'un séparateur - centrifuge (*Westfalia*) en continu a été utilisé lors de la raffinage de l'amidon. Les protéines non solubles ne sont pas enlevées avec une telle machine (voir bilans). Les deux premières extractions apportent des rendements supérieurs (~80 %) comparés aux rendements des extractions à l'échelle laboratoire (~60 %) et ainsi à la troisième extraction à l'échelle pilote (64.4 %). Ce dernier rendement provient également du séparateur - centrifuge, parce que des pertes dans l'eau ne peuvent être évitées pendant le débouillage de l'amidon. Avec la centrifugeuse *Sorvall* et le grattage manuel de la couche protéique supérieure, ces pertes sont minimisées mais il ne s'agit pas d'un procédé transposable à l'échelle industrielle. Les deux premiers rendements d'extraction de l'amidon sont très satisfaisants ; ils sont supérieurs à ceux de la littérature (23 % comparé à 15 à 20 % par rapport à la matière fraîche). La matière sèche de l'lgname3.3 est plus élevée (93.4 %) car le temps de séchage a été prolongé (>72 heures). Les amidons sont séchés à 40 °C à l'étuve, ce qui prend beaucoup de temps. De plus, il ne faut pas mettre une couche trop épaisse d'amidon humide à sécher, sinon une croûte sèche se forme au-dessus, empêchant la poursuite du séchage homogène du reste de l'amidon.

#### *Bilans des amidons des différentes fractions*

Les bilans des matières sèches et des amidons dans les différentes fractions sont mis en annexe C. Ils indiquent des pertes en écorces (*Robotcoupe / De Bruyne* et contrôle avec couteau) autour de 24 % (avec couteau: 9 %). Une matière sèche totale comprise entre 76 et 82 % est atteinte dans les trois cas. Les bilans des amidons (lg3.1, lg3.2 & lg3.3) sont présentés dans le tableau suivant:

**Tableau 15: Bilans des amidons des différentes fractions en [%]**

Echantillon	A. attendu	A. obtenu	Fibres	Protéines	Somme	Pertes inc.
lgname3.1	100	78.2	19.0	0.6	<b>97.9</b>	<b>2.2</b>
lgname3.2	100	81.1	15.1	0.9	<b>97.0</b>	<b>3.1</b>
lgname3.3	100	64.4	24.0	0.0	<b>88.4</b>	<b>11.6</b>

Les deux premiers bilans des amidons montrent qu'il n'y a que 2 à 3 % de pertes inconnues. Ceci est acceptable. Les pertes de 11.6 % (pour lg3.3), proviennent également de l'usage du séparateur – centrifuge (*Westfalia*) en continu. Un versement plus lent et plus régulier de la pâte (lg) sur les tamis influencent peu le rendement d'extraction. Pendant la deuxième extraction, une couronne plus fine (écartement de 0.1 mm comparé à 1 mm) a été testée au moulin colloïdal. Le rendement d'extraction est peu influencé par ce changement ; seule une différence de 4 % d'amidon dans les fibres est notée. La troisième extraction est effectuée en utilisant uniquement le mélangeur – cuiseur *Stephan* (incliné à 45° pendant 10 min), ce qui induit une teneur en amidon restant dans les fibres plus élevée.

#### Consommation en eau et en temps

La durée nécessaire aux trois extractions à l'échelle pilote est d'environ 1.5 jours jusqu'à l'étape de séchage. Le temps de séchage est prolongé à 72 heures. La consommation en eau est estimée pour les deux premières extractions à 50 - 60 litres pour 10 kg de produit et pour la troisième à environ 350 - 400 litres d'eau pour 20 kg d'igname. Il faut en effet un volume minimal de 100 litres pour démarrer le séparateur – centrifuge de *Westfalia*.

### **3.4. Caractérisation d'amidon**

Les caractéristiques de différents amidons sont présentés en même temps que celles des amidons d'igname extraits. La validation préalable des analyses effectuées sur le blé montre que les résultats sont fiables. Des analyses chimiques (matière sèche et dosage d'amidon) et techno fonctionnelles (granulométrie, viscosité, microscopie et blancheur) sont réalisées.

### Analyses chimiques des amidons

Les résultats de la mesure de la matière sèche et du dosage d'amidon des amidons extraits (igname et manioc) sont déjà présentés dans le tableau 12 resp. 14. Les autres amidons sont présentés dans le tableau suivant:

**Tableau 16: Matière sèche et dosage d'amidon**

Origine	Echantillon	Matière sèche [%]	Dosage [%]
Blé	Corvus	96.4 ± 0.1	98.8 ± 0.1
	Folio	98.3 ± 0.0	98.9 ± 0.4
Pomme de terre	Avebe	83.7 ± 0.0	100
	Merck	88.6 ± 0.0	100
Manioc	Cargill	87.5 ± 0.0	97.3 ± 0.2
	Félicité	83.5 ± 0.0	99.4 ± 0.5
Maïs	Vel	88.2 ± 0.0	94.4 ± 0.2
	Fluka1	90.3 ± 0.0	97.1 ± 0.1
Riz	Fluka2	87.9 ± 0.0	97.9 ± 0.0

Excepté l'amidon de maïs de *Fluka* (voir granulométrie), il s'agit d'amidons natifs. Les valeurs de matière sèche de ces amidons commerciaux se situent entre 83 à 90 %, sauf les amidons de blé qui ont été séchés par lyophilisation. Les autres amidons commerciaux ont probablement été séchés par un séchoir « flash ». Les amidons d'igname extraits devraient donc se situer aussi dans ce domaine (83 – 90 %). Le dosage des amidons montre une pureté de tous les amidons supérieure à 97 %, à l'exception de d'amidon de maïs (*Vel*). Les deux amidons de pomme de terre sont purs à 100 %. Donc, la valeur optimale de pureté est établie à 99 % pour les extractions d'amidon d'igname. Cette limite n'est pas atteinte lors des premières extractions ; mais avec l'ajout de la solution de SO<sub>2</sub> (méthode selon Amani), cet objectif est atteint.

### Mesure de la granulométrie

L'objectif de cette mesure est d'évaluer la taille des particules. Deux amidons différents (igname1 et blé) sont d'abord présentés dans les figures suivantes. Les autres graphes sont mis en annexe D. La valeur caractéristique de la granulométrie est le diamètre moyen de l'amidon. Cette valeur, déterminée en triple est présentée dans le tableau suivant:

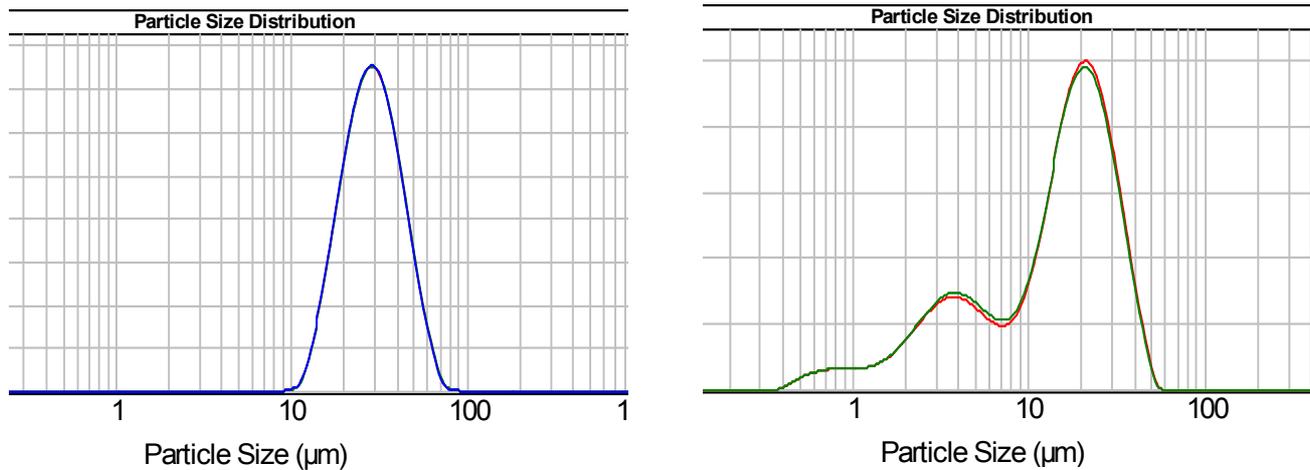


Figure 5: Granulométrie de l'amidon d'igname (à gauche, a) et de blé (à droite, b)

Tableau 17: Diamètres moyens des différents granules d'amidon

Origine	Amidon	dmoy [µm]
Blé	Corvus	20.19 ± 0.16
	Folio	17.80 ± 0.06
Pomme de terre	Avebe	46.77 ± 0.49
	Merck	47.13 ± 0.67
Manioc	Cargill	15.19 ± 0.06
	Félicité	14.19 ± 0.46
Maïs	Vel	16.27 ± 0.33
	Fluka1	93.78 ± 0.53
Riz	Fluka2	9.55 ± 0.32
Extraction en labo (Brunnschweiler)	Igname1.1	27.05 ± 0.30
	Igname1.2	31.10 ± 0.10
	Igname1.3	29.40 ± 0.04
Extraction en labo (Amani)	Igname2.1	34.06 ± 0.12
	Igname2.2	34.58 ± 0.18
	Manioc2	13.10 ± 0.15
Extraction en pilote (Amani)	Igname3.1	29.95 ± 0.04
	Igname3.2	28.27 ± 0.06
	Igname3.3	30.35 ± 0.09

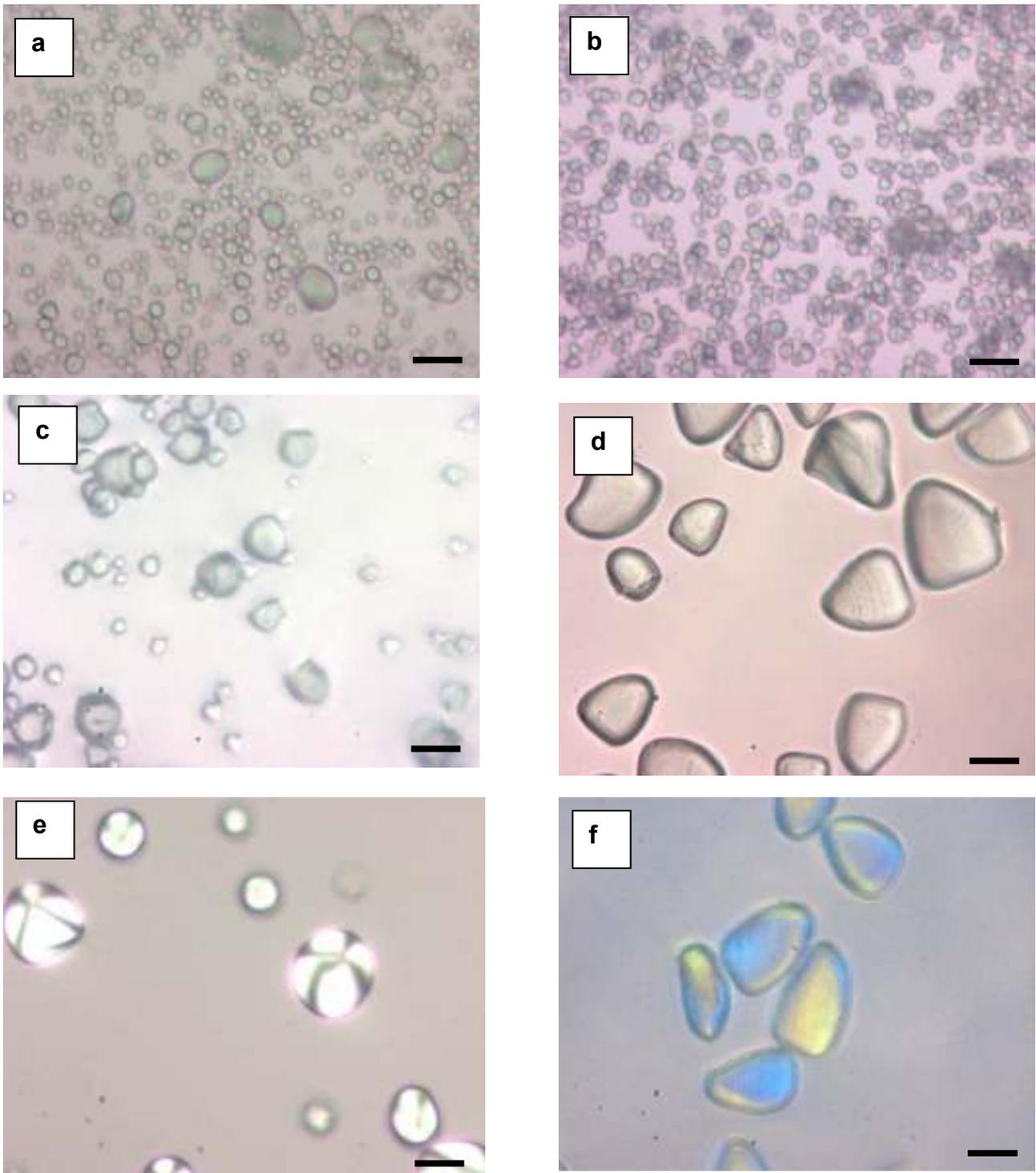
La figure 5a de gauche présente une granulométrie bien homogène de l'amidon d'igname. Il est constitué d'une seule population de granules d'amidon, de taille comprise entre 10 et 70  $\mu\text{m}$ . A l'opposé, la figure 5b de droite présente les deux populations constitutives de l'amidon de blé : les petits granules avec un diamètre inférieur à 10  $\mu\text{m}$  et les plus grands granules avec un diamètre entre 15 et 45  $\mu\text{m}$ .

Le tableau 17 présente les diamètres moyennes des granules d'amidon: à l'exception de l'amidon de blé, tous les autres amidons présentés ne sont constitués que d'une seule population de granules. Les diamètres moyens mesurés correspondent globalement aux valeurs théoriques décrites dans le tableau 2 (voir introduction). Seules les mesures associées à l'amidon de pomme de terre et à celui de maïs (*Fluka*) diffèrent: le diamètre des granules d'amidon de pommes de terre est légèrement plus grand (47  $\mu\text{m}$  comparé à 27  $\mu\text{m}$ ) ainsi que celui des granules d'amidon de maïs (*Fluka*), mais ce dernier n'est pas sous sa forme native. Son diamètre moyen de 94  $\mu\text{m}$  indique qu'il est probablement pré-gélatinisé. L'autre amidon de maïs (*Vel*), avec un diamètre moyen de 16  $\mu\text{m}$  correspond mieux à la valeur attendue ( $\pm 10 \mu\text{m}$ ). Les granules d'amidon de riz présentent le plus petit diamètre (9  $\mu\text{m}$ ). Le diamètre des granules de l'amidon de manioc extrait (13  $\mu\text{m}$ ), qui est également petit, indique une valeur proche comparée aux autres amidons de manioc (*Cargill* et *Félicité*).

Tous les diamètres moyens mesurés pour l'igname1 et l'igname3 se situent autour de ceux cités dans la littérature ( $\pm 30 \mu\text{m}$ ) [1]. Par contre, de petites différences entre les différents essais d'extraction sont clairement visibles. A l'échelle laboratoire, la méthode selon Brunnschweiler permet d'extraire davantage de petits granules ( $\pm 30 \mu\text{m}$ ) par rapport à la méthode d'Amani ( $\pm 34 \mu\text{m}$ ). Par ailleurs, selon Amani, la méthode pilote permet de conserver davantage de petits granules par rapport à la méthode à l'échelle du laboratoire. Il semble donc qu'une perte de petits granules plus importante soit induite par la méthode selon Amani à l'échelle du laboratoire.

### Microscopie

Les différents amidons ont été observés à l'échelle microscopique (40 x) et sont présentés dans les figures suivantes:



**Figure 6: Microscopie en lumière optique de l'amidon (a = blé, b = riz, c = manioc, d = igname)  
Microscopie en lumière polarisée (e = pomme de terre, f = igname) ; barre noire = 20  $\mu$ m**

La première figure présente bien les deux populations de granules d'amidon de blé (a): les petits de forme sphérique et les grands de forme lenticulaire. La forme des granules d'amidon de riz (b) et de manioc (c) est plutôt ronde. La forme des granules des amidons d'igname extraits apparaît comme triangulaire (d & f). L'utilisation de la lumière polarisée permet de bien visualiser la croix de polarisation: excentrique pour l'igname (f) et ainsi centrale pour la pomme de terre avec une forme de granule ronde (e).

Comme le décrit le travail de Mme Brunnschweiler [22], la forme du granule ne dépend pas de l'espèce d'igname. Elle peut ainsi être ovale et elliptique. La taille des granules a également été mesurée et correspond aux valeurs trouvées par granulométrie laser. Des lignes de stratification bien visibles présentent la forme semi - cristalline de l'amidon.

### Mesure de la blancheur

Le tableau suivant présente les mesures de couleur (blancheur) effectuées sur les amidons et comparés avec une référence (plaque blanche):

**Tableau 18: Mesures des valeurs caractéristiques de couleur**

Origine	Echantillon	L*	a*	b*
Origine	Référence	93.50	-0.61	0.12
	Crovus	99.77	0.30	0.88
Blé	Folio	100.09	-0.80	0.86
	Merck	98.52	-0.80	0.96
Pomme de terre	Avebe	98.86	0.60	2.54
	Cargill	98.34	0.34	2.78
Manioc	Félicité	97.40	0.39	3.98
	Vel	99.84	-0.36	4.75
Maïs	Fluka1	100.06	-0.31	2.64
	Fluka2	99.74	0.03	1.50
Extraction en labo (Amani)	Igname2.1	96.09	0.36	1.79
	Igname2.2	97.45	0.60	2.35
	Manioc2	98.09	-0.05	1.66
Extraction en pilote (Amani)	Igname3.1	94.63	0.81	5.48
	Igname3.2	90.81	2.24	10.16
	Igname3.3	92.31	1.45	7.44

La plaque blanche utilisée comme référence confirme que les valeurs de  $a^*$  et  $b^*$  devraient être proches de zéro pour un amidon. Tous les amidons commerciaux et les extraits obtenus à l'échelle laboratoire se situent bien à des valeurs proches de la référence pour les valeurs de  $L^*$  et  $a^*$ . Les amidons de manioc, de maïs, de riz et d'igname présentent des colorations légèrement plus jaunes que les autres amidons. Concernant l'amidon d'igname3.2, il a été séché sur des plaques en acier qui ont légèrement rouillées, ce qui explique les valeurs de  $a^*$  et  $b^*$  un peu plus élevées ( $+a = 2.24$  &  $+b = 10.16$ ).

### Mesure de la viscosité

Les propriétés épaississantes et de gélification de l'amidon sont étudiées à l'aide du micro visco - amylographe de *Brabender*. Les valeurs caractéristiques de viscosité en Unité Brabender (UB) sont le pic de viscosité (B), la rupture de viscosité (G), la reprise de viscosité (H) et la viscosité finale (E) à 50 °C après 5 min. La température de gélification ( $T_g$ ), également importante (A), est présentée pour tous les amidons dans le graphique suivant (avec écart type). Ce début gélification est déterminé automatiquement par un logiciel de *Brabender*, lorsque le couple de rotation monte rapidement de 5 UB.

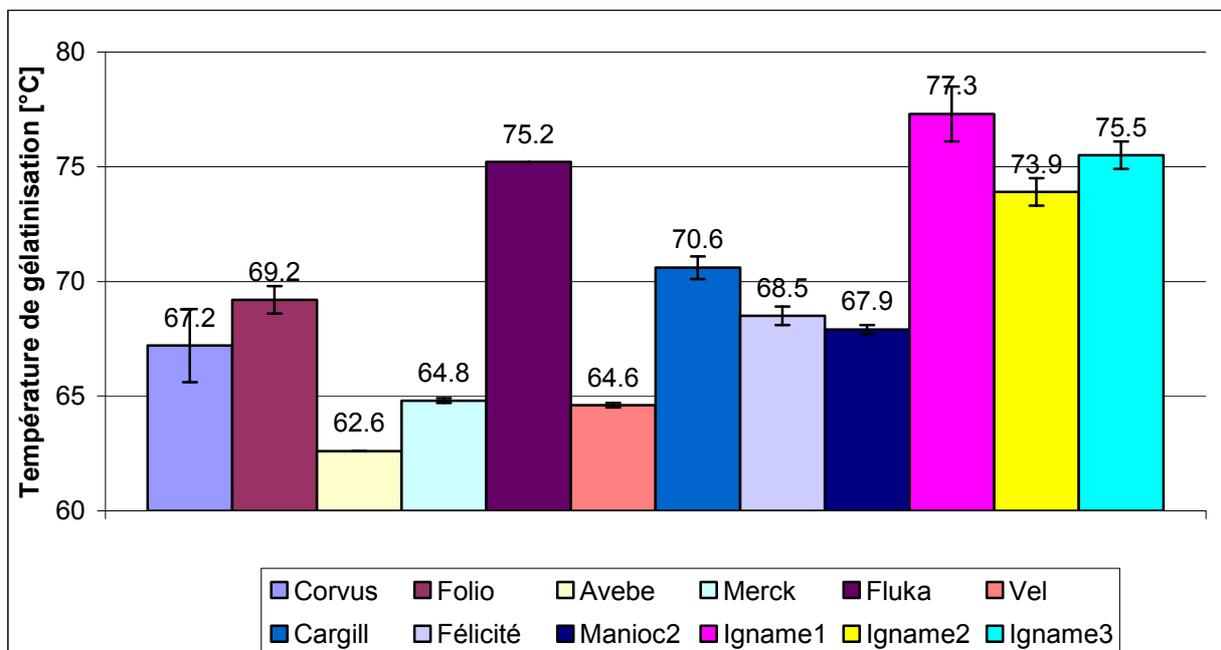
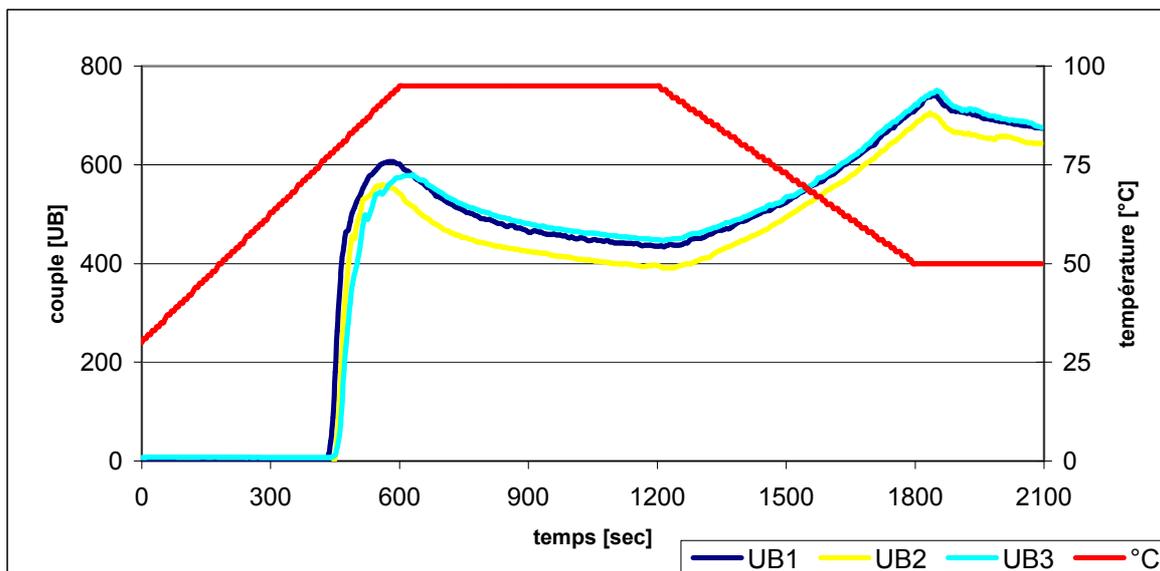


Figure 7: Température de gélification ( $T_g$ ) des différents suspension d'amidon

Les trois amidons d'igname et l'amidon de riz (*Fluka*) présentent les plus hautes Tg. Par contre, les amidons de pomme de terre (*Avebe* et *Merck*) présentent avec l'amidon de maïs (*Vel*) les plus faibles Tg. Les amidons de blé (*Corvus* et *Folio*) et de manioc (*Cargill* et *Félicité*) indiquent des Tg intermédiaires. L'amidon extrait de manioc2 correspond bien à ces deux valeurs. Les trois dernières mesures sur l'igname indiquent une petite différence de 3.4 °C pour la Tg qui semble être très haute (> 74 °C).

Le profil de viscosité développé par l'amidon d'igname en fonction du temps et de la température est présenté dans la figure ci-dessous. Tous les autres profils des amidons analysés sont mis en annexe E:



**Figure 8: Courbe caractéristique de viscosité (en UB) d'une suspension d'amidon d'igname soumise à un cycle de chauffage - refroidissement en fonction du temps (en minutes)**

Les cinq valeurs caractéristiques sont bien visibles sur la figure 8 et elles sont encore présentées pour tous les amidons en détail dans le tableau suivant. Ces trois courbes sont associées aux amidons provenant des différentes parties (proximal = UB1, central = UB2 et distal = UB3) du tubercule. Les amidons d'ignames commencent à gélifier très fortement après 450 min (A). Le pic de viscosité est rapidement atteint à environ 580 UB à 92 °C (B). Lors du maintien à 95 °C, une rupture de viscosité de 150 UB apparaît (G); lors du refroidissement à 50 °C, une reprise de viscosité de 270 UB se manifeste (H). La viscosité finale à 50 °C après 5 min est à 700 UB (E).

**Tableau 19 Aperçu des valeurs caractéristiques de la mesure de viscosité en UB**

Origine	Echantillon	Pic de viscosité	Fin de refroidissement	Rupture de viscosité	Reprise de viscosité
Blé	Corvus	270 ± 2 (95.0)	418 ± 6	73 ± 1	221 ± 5
	Folio	295 ± 0 (95.0)	427 ± 5	97 ± 4	230 ± 2
Pdt	Avebe	653 (66.2)	493	445	285
	Merck	751 ± 3 (69.2)	564 ± 4	476 ± 6	290 ± 0
Manioc	Cargill	539 ± 8 (76.1)	598 ± 7	301 ± 0	360 ± 1
	Félicité	449 ± 3 (71.3)	362 ± 4	260 ± 2	173 ± 9
Mais	Vel	336 ± 2 (94.1)	377 ± 5	139 ± 3	180 ± 0
Riz	Fluka	313 (92.7)	320	119	150
Brunnschweiler	Igname1	582 ± 22 (92.3)	706 ± 14	153 ± 25	277 ± 10
Amani (labo)	Manioc2	528 ± 9 (73.3)	395 ± 12	362 ± 2	229 ± 3
	Igname2.1	581 ± 18 (81.3)	513 ± 18	293 ± 11	225 ± 11
	Igname2.2	641 ± 19 (82.3)	670 ± 7	278 ± 18	306 ± 2
Amani (pilote)	Igname3.1	442 ± 1 (84.2)	515 ± 7	251 ± 0	244 ± 6
	Igname3.2	482 ± 1 (85.1)	483 ± 4	198 ± 10	197 ± 4
	Igname3.3	568 ± 16 (84.2)	633 ± 7	239 ± 8	299 ± 4

Tous les échantillons ont été analysés en double, excepté l'amidon d'igname1 (ainsi *Avebe* et *Fluka*) qui a été mesuré une seule fois pour chaque partie du tubercule, induisant un écart type plus grand (voir figure 8). Les amidons de blé présentent la plus faible viscosité (270 – 295 UB) atteinte à 95 °C. Seuls les amidons de blé, maïs et riz atteignent le maximum de viscosité à 95°C tandis que les autres amidons testés développent leur viscosité maximale à une température inférieure, appelée la température de gélatinisation maximale au pic de viscosité (indiquée entre parenthèse). Ainsi les amidons de blé, riz et maïs nécessitent d'être chauffés davantage pour atteindre des viscosités relativement faibles (de 270 à 336 UB) comparées aux autres échantillons. Parmi ceux-ci, les amidons de pommes de terre présentent les pics de viscosité les plus élevés: de 653 UB (*Avebe*) à 751 UB (*Merck*), suivis des amidons d'igname: entre 442 et 641 UB et des amidons de manioc: de 449 UB (*Félicité*) à 539 UB (*Cargill*).

Concernant les viscosités maximales associées aux amidons d'igname, des différences importantes sont notées entre les échantillons soumis à des procédés d'extraction différents mais également entre les répétitions extraites selon une même méthode. L'amidon d'igname2 présente la plus grande viscosité comparée aux autres amidons.

La viscosité finale des amidons de graines (blé, maïs et riz) comparée aux r&t est toujours supérieure à celle mesurée au pic de viscosité. Ceci est induit par une reprise de viscosité plus importante que la rupture de viscosité ; cette dernière valeur variant entre 73 et 139 UB. Les amidons issus des tubercules (pomme de terre et igname) présentent les viscosités finales les plus élevées, surtout l'igname1 à 706 UB. Mais il apparaît également des écarts importants entre les échantillons provenant d'une même variété d'igname, par exemple l'igname3 avec un écart max. de 150 UB. Au vu de ces résultats, l'amidon d'igname présente des propriétés de viscosité intéressantes qui pourraient être valorisées, par exemple une bonne stabilité aux traitements thermiques (produits à stériliser).

## 4. Discussion

L'espèce *D. cayenensis-rotundata* complexe est la plus répandue au monde (91 %). Initialement séparées, ces deux espèces (*D. cayenensis* et *D. rotundata*) ont été regroupées à la suite d'analyses réalisées sur l'ADN du tissu végétal et ne montrant pas de différences entre celles-ci. L'igname Puna, achetée dans un magasin à Bruxelles, fait partie de cette espèce. Des ignames de cette variété sont cultivées en Côte d'Ivoire, telles que Kponan, Lokpa et Krenglè. Ces trois variétés d'igname sont décrites dans les travaux de Mme Brunnschweiler [22] et de M. Amani [1] et sont utilisées comme valeurs de référence pour ce travail. Une racine de manioc est également utilisée pour étudier l'extraction de son amidon car des entreprises transformatrices de manioc existent déjà en Afrique. Une entreprise à Abidjan produit par exemple des cossettes et de l'amidon de manioc. Ceci sera traité en détail plus loin dans ce travail. Les résultats obtenus sont comparés avec ceux de la littérature. Des prévisions sont ensuite effectuées en vue de réaliser une étude de conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname. L'ensemble des facteurs influençant cette étude est pris en considération.

### 4.1. Caractérisation des tubercules

#### Composition

La détermination de la matière sèche est réalisée selon le travail de Mme Brunnschweiler: séchage à 72 °C pendant 22 h. L'échantillon d'igname<sup>1</sup> présente de petites différences (0.15 %) dans les trois parties du tubercule (proximal, central, distal). En théorie, cette différence peut être beaucoup plus grande. Les valeurs moyennes de matière sèche (lg1 à 34.46 %, lg2 à 34.17 % et lg3 à 30.64 %) correspondent bien avec celles du travail de Mme Brunnschweiler, qui trouve pour la variété Krenglè: 32.5 à 38.2 % (prox, cent, dist) en 2000, 31.4 à 36.9 % (prox, dist) en 2001 et 31.0 à 33.4 en 2002 (prox, cent, dist). La variété Kponan présente une matière sèche comprise entre 31.7 et 38.1 % en 2002. En général, la teneur en matière sèche est plus élevée dans la partie proximale tandis que la partie centrale présente des valeurs intermédiaires entre les deux parties externes. Une matière sèche supérieure est également trouvée dans la variété *D. cayenensis-rotundata* comparée à la variété *D. alata* (20 à 30 %).

La composition des tubercules évolue pendant le stockage. Ces modifications se caractérisent principalement par une diminution de la teneur en amidon, une augmentation de la teneur en sucres réducteurs et des pertes en protéines. Mme Brunnschweiler étudie l'influence de différents traitements des tubercules avant le stockage: Quelques tubercules sont traités avec l'acide gibbérellique (ag) tandis que d'autres ne sont pas traités (nt) et servent de témoins. L'acide gibbérellique permet de prolonger la durée de stockage et prévient les attaques de microorganismes, tels que les moisissures. La durée de stockage influence fortement la teneur en matière sèche, qui augmente en cours de stockage pour tous les échantillons, traités ou non traités. Un exemple est présenté pour la récolte de 2000: Après 4 mois de stockage, les tubercules présentent des matières sèches de 42.2 à 47.2 % (nt) et de 32.8 à 40.2 % (ag); après 7 mois de stockage de 42.1 à 43.6 % (nt) et 47.9 à 49.0 % (ag). Ceci correspond à un taux d'augmentation en matière sèche de 1.5 % par mois. L'exemple de l'igname3 (tableau 10) présente un taux d'augmentation de 1 % par mois. Les tubercules se dessèchent donc rapidement avec le temps et perdent en amidon ; la durée de stockage doit être réduite au maximum. A cette fin, les tubercules doivent être soit vite consommés, soit directement transportés après récolte à l'entreprise pour leur transformation. En introduction, une durée maximale de 2 à 3 jours de stockage des pommes de terre dans l'entreprise est mentionnée.

Comme indiqué dans les résultats, le dosage de l'amidon dans le tubercule n'a été effectué qu'une seule fois par farine. Les valeurs obtenues par rapport à la matière sèche (lg1 = 84.02 %, lg2 = 82.25 %, lg3 = 81.59 %) correspondent à celles trouvées par le groupe de M. Daiuto (80 % dans *D. alata*) [23]. Hoover [14] présente une teneur en amidon de 87.5 % pour *D. cayenensis*, 86.1 % pour *D. rotundata* et 84.6 % pour *D. alata* mais ne décrit pas l'influence de la durée du stockage sur ce paramètre.

Avant d'effectuer les extractions d'amidon, la composition globale des tubercules (et de la racine) est estimée. Les deux composés principaux (eau et amidon) sont connus. Par exemple, le tubercule d'igname1 contient 65.55 % d'eau et 28.95 % d'amidon, par extrapolation, il reste donc 5.5 % d'autres composés (voir tableau 1): des protéines à 2 – 2.5 %, des fibres à 0.4 – 0.6 %, des lipides à 0.2 %, des minéraux à 0.5 – 1.0 % et d'autres sucres. La teneur totale en eau et en amidon de l'igname2 s'élève à 93.9 %, celle du manioc à 93.7 % et celle de l'igname3 à 94.4 %.

## **4.2. Extraction d'amidon à l'échelle laboratoire**

Les méthodes de Mme Brunnschweiler et de M. Amani sont toutes deux testées. Les extractions sont réalisées avec le matériel disponible dans les laboratoires de l'Unité de la Technologie des IAA (FUSAGx). L'objectif est de trouver une méthode fiable et de l'adapter à l'échelle pilote. Un rendement d'extraction supérieur à 60 % et une pureté supérieure à 99 % sont souhaités. Les deux extractions étudiées sont détaillées dans les paragraphes suivants. Les éventuelles modifications effectuées au niveau des paramètres de chacun des 2 procédés d'extraction sont précisées. Le texte décrit essentiellement le tubercule d'igname, mais la racine de manioc y est également évoquée (pour le deuxième essai d'extraction). Il faut ajouter que, lors du premier essai d'extraction, les paramètres spécifiques (surtout la durée d'utilisation) aux différentes appareils utilisés ont dû être définis, et dans le cas où ceux-ci conviennent, n'ont plus été modifiés pour les extractions suivantes.

### **Epluchage**

Les tubercules d'igname sont épluchés à l'aide d'un couteau, jusqu'à enlèvement complet de l'écorce. L'épluchage induit des pertes d'environ 9 % en matière sèche pour tous les essais tandis que les pertes en écorces de manioc s'élèvent à 17.3 %. Le manioc présente une écorce plus dure à éplucher, surtout la partie proximale qui semble être plus dense. Certaines pertes en amidon ne peuvent donc pas être évitées lors de la séparation des écorces. Aucun dosage d'amidon n'a été réalisé sur les écorces et ces valeurs sont par conséquent exclues des bilans de matières sèches (voir annexe C) et des bilans d'amidons (voir tableau 13).

### **Découpage/Broyage/Trempage**

Le découpage des morceaux d'igname en petits cubes d'environ 1 cm<sup>3</sup> est nécessaire avant le broyage au mixer *Waring-Blender*, sinon les fins couteaux situés au fond du récipient du mixer n'arrivent pas à broyer les grands morceaux. Le temps de broyage choisi, fixé à 2 min (2x 30 sec low & 2x 30 sec high), permet de former une pâte assez fine mais pourrait éventuellement être prolongé si nécessaire. Les deux vitesses de rotation du mixer ne sont pas précisées. A la fin de son utilisation, le mixer est rincé avec de l'eau distillée pour éviter les pertes. Un trempage (4h à 15 °C) dans une solution de SO<sub>2</sub> est

effectué à partir de la deuxième extraction. Celui-ci permet d'une part d'empêcher le développement microbien et d'autre part de rompre les éventuelles liaisons entre les protéines et l'amidon.

### Tamisage

Le tamisage (séparation des fibres) est effectué après le broyage sur le tamiseur *Rotachoc*. Les mailles des tamis sélectionnés (0.50 - 0.25 - 0.09 mm) correspondent à celles utilisées dans le travail de Mme Brunnschweiler. En cours de manipulation, il s'est avéré que le deuxième tamis (0.25 mm) n'était pas utile car aucune fibre n'était retenue par ce tamis. Celui-ci n'est donc plus employé pour les extractions suivantes. Les paramètres à définir sur le *Rotachoc* sont: la durée d'utilisation de la machine (1 à 2 min par lavage) et la vitesse de rotation. Cette dernière est réglée à une vitesse moyenne, dont la conversion en g n'est pas connue. Si l'on programme une vitesse de rotation trop élevée, le lait d'amidon du dernier bac (volume d'un litre) peut facilement déborder et il faut alors travailler par batch. Le temps de tamisage choisi influence le taux de matière sèche dans les fibres restantes (voir tableau 13). Cette valeur varie en effet en fonction de chaque tamisage alors qu'une durée identique est appliquée. A partir de la deuxième extraction, les fibres restantes sur les tamis sont mélangées avec l'eau et tamisées de nouveau (2x). Ce changement (et l'ajout de SO<sub>2</sub>) permet d'augmenter le rendement d'extraction en amidon à 60 %; un exemple bien détaillé sera présenté pour les essais à l'échelle pilote. Les fibres de la seconde partie de l'igname (lg2.2) subissent encore un deuxième broyage au mixer *Waring-Blender*. Le rendement d'extraction n'est cependant pas influencé et l'amidon reste lié dans les fibres, indiquant que le mixer *Waring-Blender* n'est probablement pas l'appareil idéal pour casser toutes les cellules végétales du tubercule d'igname.

### Lavage/Raffinage

Afin que le volume total à traiter par centrifugation ne soit pas trop important, une décantation d'environ 20 heures à 2 °C est réalisée. Le surnageant est siphonné et éliminé en prenant soin de ne pas jeter d'amidon. La centrifugeuse *Beckman* permet de traiter simultanément six flacons (volume max.: 210 ml) et donc un volume total de 1.26 litres par batch. Après les 15 min de centrifugation à 2650 g, la couche supérieure de protéines est immédiatement grattée à l'aide d'une spatule, en faisant attention de ne pas enlever

d'amidon. Lors des premiers essais, les protéines ont été jetées tandis qu'après, cette couche a été conservée pour y doser l'amidon restant (après un séchage à 72 °C). Ce sont des protéines solubles et non solubles, excepté pour le manioc où toutes les protéines sont solubles. Le temps nécessaire pour gratter la couche protéique et mélanger à nouveau (2 x) avec l'eau est très important. La centrifugeuse *Beckman* n'est pas un appareil industriel. C'est pourquoi, il est important de trouver une autre méthode pour raffiner l'amidon.

### Séchage

L'eau résiduelle est éliminée par séchage dans une étuve à ~40 °C jusqu'à humidité constante de 10 à 15 %. Un verre d'eau sert à maintenir une certaine humidité dans l'étuve afin que l'amidon ne se dessèche pas trop. Un contrôle régulier de l'amidon est néanmoins nécessaire. L'amidon est placé dans des cristallisoirs. Cependant, après 48 h de séchage, l'amidon d'igname<sup>2</sup> présentait toujours une humidité restante de 30 % car des couches trop épaisses d'amidon ont été mises simultanément à l'étuve, induisant un séchage inhomogène. La résolution du problème va être présentée lors du séchage à l'échelle pilote.

### **4.3. Extraction d'amidon à l'échelle pilote**

La méthode de M. Amani, associée à des rendements d'extraction de 60 % à l'échelle du laboratoire, est à adapter à l'échelle pilote. L'objectif est de réaliser une petite chaîne d'extraction d'amidon en continu. Le premier essai d'extraction est effectué en batch à partir de 10 kg d'igname. Celui-ci est répété une seconde fois pour vérifier les rendements obtenus. Un rendement d'extraction d'amidon élevé (> 80 %) avec une même pureté (> 99 %) est attendu. En théorie, les extractions d'amidon devaient être réalisées avec 50 kg/batch, mais les appareils disponibles à l'atelier pilote de l'Unité de Technologie des IAA (FUSAGx) ne sont pas prévus pour traiter de telles quantités, ni pour réaliser une extraction en continu, comme en industrie. Différents appareils ont été testés pour optimiser l'extraction.

### Epluchage

Le premier éplucheur testé (*Robotcoupe*, capacité maximale de 15 kg/batch) se trouve dans les locaux de la Filière wallonne de la pomme de terre (FIWAP). Il est prévu pour traiter des pommes de terre de forme plus ou moins ronde. Les tubercules d'igname sont ainsi découpés en 4 à 5 morceaux (avec un couteau) avant de les placer dans l'appareil. L'éplucheur est équipé d'un disque muni de couteaux tournant dans la partie inférieure du récipient. Les morceaux sont épluchés pendant 5 min à vitesse maximale (chiffre inconnu) en ajoutant de l'eau fraîche. Le second éplucheur de pomme de terre testé (*De Bruyne*, capacité de 5 t/h) appartient à un producteur de frites de Spy. Cette machine industrielle est équipée de 5 rouleaux abrasifs et d'une grande vis qui fait avancer le produit sur une longueur de 2 m. Les paramètres réglables, vitesse de rotation des 5 rouleaux (35 tours/min) et de la grande vis (20 tours/min) sont fixés par le responsable. L'appareil a permis d'éplucher 20 kg de tubercules entiers d'igname en  $\pm 5$  min, mais quelques tubercules tournant perpendiculaire au sens d'avancement du produit n'ont pas été bien épluchés.

Les écorces restantes et les extrémités des tubercules sont éliminées à l'aide d'un couteau ou d'un petit éplucheur à la main. Presque tous les morceaux d'igname ont dû être contrôlés avec le couteau, ce qui prend énormément de temps. L'épluchage représente donc déjà une première étape importante du procès qui peut influencer le rendement d'extraction en amidon. Des pertes d'environ 24 % en matière sèche ont été engendrées par les deux éplucheurs avec le contrôle des couteaux ; ces valeurs sont élevées par rapport à l'épluchage réalisé au couteau à l'échelle du laboratoire qui induit des pertes d'environ 9 %. Afin de minimiser ces pertes à l'échelle pilote, il faudrait soit utiliser l'éplucheur *Robotcoupe* (modèle EP 25) munis de ses parois abrasives, soit mieux régler les paramètres de l'éplucheur *De Bruyne* (qui étaient programmés pour traiter des pommes de terre) afin de faire avancer les tubercules dans le sens d'avancement du produit, soit utiliser un autre appareil (voir comparaison). Actuellement, l'éplucheur *De Bruyne* est préféré parce qu'il fonctionne en continu.

### Découpage/Broyage

Mis à part l'utilisation du mixer *Waring-Blender* pour l'extraction à l'échelle laboratoire, c'est toujours le mélangeur - cuiseur *Stephan* (capacité maximale de 40 kg/batch) qui est

employé à l'échelle pilote pour cette étape de broyage. Le principe des deux appareils est identique. L'appareil est équipé dans sa partie inférieure d'une cuve munie de couteaux, et d'un mélangeur dans sa partie supérieure. Il peut également être incliné suivant différents angles afin d'améliorer le taux de broyage. Les tubercules, soit en morceau ou soit entier (essai 3), sont découpés/broyés à la vitesse maximale de 2880 tours/min pendant 10 min jusqu'à obtention d'une pâte. Les deux premiers essais d'extraction sont réalisés avec un broyage de 5 min en position non inclinée suivi de 5 min en position inclinée à 45°. Lors du troisième essai, la position est fixée à 45° pendant 10 min. La pâte sortante est visiblement assez fine, ce qui indique que l'utilisation supplémentaire du moulin colloïdal n'est pas absolument nécessaire.

La pâte sortante obtenue lors des deux premiers essais d'extraction est aussi traitée dans le moulin colloïdal *Stephan* (capacité maximale  $\pm 30$  litres/batch). Le moulin est équipé d'une couronne échangeable qui définit l'écartement du passage de la pâte (couronne 1 mm pour l'igname3.1 et couronne 0.1 mm pour l'igname3.2). Une seule vitesse de rotation peut être programmée: 2900 tours/min. La pâte est broyée pendant 10 min au moulin jusqu'à obtention d'une pâte plus fine. Pendant ce broyage, une solution de SO<sub>2</sub> (2 : 1) est ajoutée. Les rendements d'extraction obtenus sont presque identiques dans les deux cas (~80 %). De plus, par observation au microscope (voir figure 6d), il a été vérifié que les granules d'amidon d'igname3.2 n'ont pas été endommagés par leur passage dans la plus fine couronne (0.1 mm).

Le broyage représente une des étapes les plus importantes de l'extraction d'amidon. Comme décrit en introduction, son objectif est de libérer tout l'amidon des cellules végétales. Au cours de nos essais avec les deux appareils décrits, le broyage ne semble pas être assez efficace car l'amidon reste partiellement lié dans les fibres. Afin d'optimiser cette étape, il faudrait soit continuer à broyer en position à 45° au *Stephan* et observer la pâte par microscopie, soit continuer à broyer au moulin colloïdal avec la plus fine couronne en vue d'optimiser le rendement d'extraction. Une râpe HRD 300 de *Hovex* qui semble être très efficace, va également être présentée (voir comparaison).

### Séparation de l'eau de fruit

C'est une étape primordiale destinée à enlever un maximum de protéines. Cette étape de séparation de l'eau de fruit (avant tamisage) est menée en adaptant la méthode par décantation appliquée en industrie d'extraction de l'amidon de pomme de terre ou de manioc. Un premier essai sur le petit séparateur centrifuge de *Westfalia* (1400 tours/min, avec bol à assiette et sans débourbage) a échoué pour l'igname<sup>3.2</sup>. Les assiettes se colmatent immédiatement après l'alimentation de la pâte et seul un peu d'eau sort de l'appareil. La pulpe est récupérée par un bon rinçage à l'eau et l'étape suivante (tamisage) est réalisée. Un autre essai de séparation de l'eau de fruit n'a également pas bien fonctionné, par filtration sous vide (système de *Larrison*, voir introduction). En industrie, des filtres rotatifs sous vide sont utilisés, ou des décanteurs fonctionnant en continu. Dans notre cas, le système *Buchner* est utilisé pour l'igname<sup>3.3</sup>. Une pompe produit le vide sous le filtre *Whatman* ( $\varnothing$  de 32 cm). A la première tentative, de la mousse s'est très rapidement formée dans le col de l'erlenmeyer et l'essai a dû être arrêté. La pulpe est récupérée par un bon rinçage à l'eau et l'étape suivante (tamisage) est réalisée. Afin d'améliorer le procès, une autre solution comme l'utilisation de filtres rotatifs pourrait être testée ; ceux-ci présentent l'avantage d'être beaucoup moins coûteux qu'un décanteur.

### Tamisage

Le tamisage sert à séparer l'amidon libre des fibres. Le mélange (amidon et fibres) est lessivé sur le tamiseur *Sweco*. Ce tamiseur vibre constamment à 1500 tours/min. Afin d'amortir les vibrations et de réduire le bruit, l'appareil est posé sur un tapis en plastique. Les deux tamis (400  $\mu$ m et 90  $\mu$ m), fixés par des raccords, correspondent à ceux utilisés à l'échelle du laboratoire. Le premier tamis de 400  $\mu$ m laisse passer l'amidon, certaines protéines et ainsi que les fibres qui contiennent encore de l'amidon. Le deuxième laisse uniquement passer les granules d'amidon. La mousse, provoquée par des protéines, sort après le premier tamis et est récupérée, comme le lait d'amidon, dans des seaux. Lors du premier essai d'extraction, la pâte est versée telle quelle et en une seule fois sur le premier tamis. A partir du deuxième essai, la pâte est d'abord homogénéisée à l'aide d'un mélangeur, puis versée en continu au milieu du premier tamis. Dès que le tamis est complètement rempli par la pâte, le procès est arrêté et les fibres restantes sont récupérées. Le volume maximal est défini à environ 5 litres de pâte. La deuxième partie de la pâte (5 litres) est ensuite tamisée. Toutes les fibres récupérées sur le tamis sont à

nouveau mélangées avec de l'eau (20 litres sur 10 kg de pâte) et tamisées. Cette étape est répétée deux fois. Lors de ces trois lavages successifs des fibres, un contrôle de sédimentation (dans des pieds gradués de 100 ml) du lait d'amidon sortant est réalisé. Le premier prélèvement présente après 30 min de sédimentation un volume de 20 ml en amidon, le deuxième de 5 ml et le troisième de 1 ml. Ces trois valeurs indiquent que les deux premiers lavages des fibres permettent de récupérer encore une quantité importante d'amidon mais que le troisième lavage peut être supprimé, permettant ainsi d'économiser de l'eau de rinçage et du temps.

Lors du nettoyage complet du tamiseur *Sweco* après son dernier usage (igname3.3), les paramètres réglables sont identifiés à l'intérieur de celui-ci: le contrepoids inférieur (CI), s'inclinant avec des angles de 0 à 90°, et le contrepoids supérieur (CS) avec des plaques. Les vibrations sont obtenues au moyen de ces contrepoids. La rotation du CS crée les vibrations sur le plan horizontal, ce qui déplace la pâte dans la périphérie du tamis. Le CI fait osciller la machine, ce qui produit des vibrations sur les plans vertical et tangentiel. L'angle d'inclinaison donné au CI par rapport au CS permet de contrôler le mouvement spiral du tamisage. Afin d'obtenir un mouvement rotatif optimal d'un produit humide sur la toile du premier tamis (400 µm), le CI devrait être réglé à 60° et le CS devrait être monté avec quatre plaques. En pratique, le CS était monté avec trois plaques (acceptable) et l'angle d'inclinaison du CI était réglé à 20°, ce qui est prévu pour des produits secs. Afin d'optimiser cette étape de tamisage, un angle d'inclinaison de 60° devrait être positionné. Un autre appareil industriel potentiellement utilisable est le tamis - centrifuge de *Hovex* (voir comparaison) ; il existe également des tamis plus grands de *Sweco* pour l'industrie.

### Lavage/Raffinage

Une décantation préalable d'environ 20 heures à 2 °C est nécessaire pour les essais où la centrifugeuse *Sorvall* est utilisée. Le surnageant est siphonné et jeté comme pour la méthode à l'échelle laboratoire. Cette machine appartient à l'Unité de Bio-industries de la FUSAGx. Les deux premiers essais d'extraction à l'échelle pilote sont effectués avec cette centrifugeuse, fonctionnant comme la centrifugeuse *Beckman*, mais permettant de traiter un volume plus élevé (6 flacons de centrifugation, 13.6 litres au maximum). Après 15 min de centrifugation à 2650 g, la couche supérieure de protéines est immédiatement grattée à l'aide d'une spatule en prenant soin de ne pas enlever de l'amidon. Les amidons sont

remis en suspension dans l'eau et centrifuger à nouveau (2 x). Le nombre de flacons à centrifuger est ainsi diminué de six à quatre puis à trois. L'utilisation de la centrifugeuse *Sorvall* est loin d'être idéale pour un procès industriel car la manipulation se déroule par batch et l'étape de grattage des protéines nécessite beaucoup de temps.

Un premier essai de lavage de l'amidon en continu est ensuite réalisé sur le petit séparateur - centrifuge de *Westfalia* pour l'igname3.2. Celui n'est pas concluant ; le même problème de colmatage, déjà observé auparavant lors de la séparation de l'eau de fruit, se produit. L'amidon est alors récupéré par rinçage à l'eau et la centrifugeuse *Sorvall* est utilisée. Un second essai de lavage de l'amidon est mené sur l'igname3.3 avec un grand séparateur - centrifuge de *Westfalia* en continu, tournant à 1415 tours/min. Cette machine, de l'Unité de Bio-industrie (FUSAGx), est habituellement utilisée pour le lavage des *Bacillus subtilis*, qui ne font pas partie des pathogènes. L'amidon récupéré sera donc très probablement contaminé par ce bacillus, mais ceci n'influencera pas ses propriétés. Une odeur particulière est cependant ressentie lors du séchage. Le principe du séparateur - centrifuge repose sur la différence de densité entre les différentes phases du lait d'amidon à séparer ; les particules les plus lourdes (amidon) sont éliminées par débouillage alors que l'eau remonte par les côtés. La séparation proprement dite a lieu dans un jeu d'assiettes coniques au travers desquelles remonte l'eau. Des vannes de sortie réglables permettent l'ajustement du taux de débouillage (durée:  $\pm 1$  sec). La pression fait monter les assiettes et permet d'éjecter l'amidon. Le débouillage s'effectue toutes les 5 min avec un volume d'environ 3 litres d'amidon. Il faut préciser que des pertes en amidon ne peuvent pas être évitées avec l'utilisation de cette machine, juste avant et après le débouillage. L'amidon est alors éliminé avec l'eau dans les égouts. Le débit d'alimentation de l'appareil est fixé entre 200 et 300 l/h selon la concentration du produit. Un volume total de 140 litres du lait d'amidon est versé dans un bac mélangeur. Environ 20 litres sont encore ajoutés en rinçant les quatre seaux (3 x 30 litres et 2 x 25 litres) du tamisage. La centrifugeuse est alimentée par gravité (la centrifugeuse est située un étage plus bas). Après 30 min de séparation, l'amidon concentré et mélangé avec de l'eau ( $\pm 100$  litres) est séparé de nouveau. Cette étape est encore répétée une fois. Lors de la troisième séparation, un problème de débouillage s'est présenté. Les assiettes ne se sont pas renfermées tout de suite après le débouillage, provoquant la perte d'une certaine quantité d'amidon. Ceci explique donc le rendement d'extraction assez faible comparé aux autres

essais à l'échelle pilote. Afin d'optimiser cette étape de séparation, l'utilisation du séparateur – centrifuge pourrait être poursuivie et optimisée, notamment en récupérant tout l'eau avant et après le débouillage pour minimiser les pertes en amidon. D'autres machines industrielles qui pourraient aussi être employées sont un hydrocyclone ou un bac de sédimentation (avec système à labyrinthe) en continu (voir comparaison).

### Drainage/Séchage/Broyage

L'amidon récupéré lors des deux premiers essais (Ig3.1 & Ig3.2) est immédiatement placé en étuve. L'amidon d'igname3.2 est séché sur des plaques en acier qui ont légèrement rouillées. Ceci n'influence cependant pas les analyses de caractérisation, excepté la mesure de la blancheur. Une solution est donc d'utiliser des plaques en inox. L'amidon d'igname3.3 sortant du séparateur – centrifuge de *Westfalia* est trop humide que pour le mettre tout de suite à l'étuve. Une filtration sous vide est donc réalisée avant le séchage. En industrie, des filtres rotatifs sous vide sont utilisés, ainsi que des décanteurs fonctionnant en continu. Pour notre essai, le système *Buchner* testé lors de la séparation de l'eau de fruit, est utilisé. Des gâteaux compacts (épaisseur  $\pm 5$  cm) sur le filtre *Whatman* ( $\varnothing 32$  cm) sont obtenus. L'amidon récupéré est mis à l'étuve à 40 °C. Le temps de séchage a cependant dû être prolongé afin d'arriver à une humidité restante de 10 à 15 %. En outre, le dernier igname est laissé trop longtemps (> 72 h) à l'étuve (MS = 93.4 %), induisant le même problème que celui observé au cours de l'extraction à l'échelle du laboratoire: formation d'une croûte plus sèche et séchage inhomogène. Afin d'optimiser cette étape, le séchage d'une couche plus fine d'amidon (< 0.5 cm) et l'augmentation de la température de séchage à 50 °C peuvent être proposés. Cette température ne doit cependant pas être trop élevée (> 100 °C) afin d'éviter des réactions de *Maillard* (sucres réducteurs et protéines) ou une éventuelle gélatinisation avec l'eau restante. Un séchoir « flash » de *Barr-Rosin*, machine industrielle à air chaud (voir comparaison) pourrait également être utilisé. L'amidon séché à 40 °C, est ensuite broyé à l'aide d'un moulin *Retsch* afin d'obtenir une poudre d'amidon homogène. Le moulin est équipé d'un marteau tournant à une vitesse de 2780 tours/min et d'une grille abrasive fixée. Deux kilos d'amidon d'igname sont broyés en 5 min. L'amidon est gardé dans des seaux bien fermés.

#### 4.4. Caractérisation d'amidon

Les propriétés spécifiques de l'amidon d'igname ont déjà été bien étudiées dans différents pays africains: le Ghana, le Cameroun et le Nigeria. M. Amani a examiné les propriétés de 21 variétés d'amidon d'igname natif en Côte d'Ivoire. La composition spécifique de l'amidon d'igname n'a pas été analysée en laboratoire, par contre elle est présentée dans les paragraphes suivants. Les travaux de M. Amani [1] et de Mme Brunnschweiler [22] se concentrent sur l'amidon d'igname ; le travail de M. Hoover [14] se base sur une palette d'amidon de r&t comme référence. Les plus importants résultats de la caractérisation des amidons vont être comparés avec ces valeurs de référence.

##### Analyses chimiques

Le travail de M. Amani [1] présente une pureté supérieure à 99 % dans tous les amidons extraits de l'igname: *D. alata*, *D. cayenensis-rotundata*, *D. dumoterum* et *D. esculenta*. Une telle pureté est attendue lors de nos extractions et est obtenue à chaque essai (voir tableaux 12 & 14), excepté pour l'amidon d'igname 3.3 qui contient encore des protéines (lavage avec séparateur – centrifuge de *Westfalia*). Les amidons provenant de graines présentent en général une pureté plus basse ( $\pm 98$  %) que les amidons des r&t (100 %), excepté l'amidon de manioc de *Cargil* (97.3 %). Cette dernière valeur peut être expliquée par le fait qu'une séparation de l'eau de fruit n'a probablement pas eu lieu. Cette différence de pureté provient également des plus petits granules d'amidon (voir granulométrie) qui sont plus difficiles à extraire. Comme indiqué en introduction, le râpage des pommes de terre est plus facile que celui du maïs ou du blé; il nécessite en effet moins de force mécanique car l'amidon présente une meilleure accessibilité, et les cellules végétales ne sont pas remplies de matière aussi dense.

La détermination de la teneur en amylose par ACD n'est pas réalisée lors de ce travail. La teneur moyenne en amylose selon le travail de M. Amani est égale pour *D. alata* et *D. cayenensis-rotundata* à  $\pm 26$  % ; pour *D. dumoterum* et *D. esculenta* à  $\pm 16$  %. Ce sont donc deux groupes différents d'amidon. Le rapport amylose/amylopectine influence le comportement spécifique de la pâte d'amidon lors du chauffage (voir viscosité). Pour *D. cayenensis-rotundata*, le rapport en ces deux constituants correspond bien à la

moyenne de 1 : 4. Hoover [14] présente encore une teneur en amylose de 25.4 % dans un amidon de pomme de terre et de 18.6 à 23.6 % dans un amidon de manioc.

Des mesures sur la cristallinité par rayons X ne sont pas réalisées lors de ce travail. La base de l'organisation d'amylopectine repose sur 3 types de chaînes (type A, B et C). Amani [1] indique dans son travail que seul un échantillon comprend 100 % de type A (*D. dumetorum*). Les amidons de *D. cayenensis-rotundata* présente en moyenne une mixture de deux types de cristallinité avec 70 % de type B. *D. alata* présente une valeur moyenne de 93 % de type B. Le degré de cristallisation se situe entre 26 à 45 % avec une valeur moyenne de 36 %. Il n'existe pas une corrélation entre ces deux mesures

### Mesure de la granulométrie et de la forme des granules

Le diamètre moyen des granules d'amidon d'igname se situe autour de  $\pm 30 \mu\text{m}$  (voir tableau 17), avec une forme triangulaire. La différence de  $\pm 4 \mu\text{m}$  observée pour le deuxième essai d'extraction à l'échelle laboratoire provient probablement de la variété d'igname étudiée (qui est différente pour cet essai) ou de la méthode utilisée ; les plus petits granules pourraient être moins bien extraits par la méthode selon Amani. Hoover [14] définit des domaines importants de variation pour les diamètres mesurés : *D. alata* = 6 –100  $\mu\text{m}$ , *D. cayenensis-rotundata* & *D. dumetorum* = 28.5 - 30.6  $\mu\text{m}$ , *D. esculenta* = 1 - 5  $\mu\text{m}$ . Par contre, Amani [1] décrit trois groupes différents de taille de granules pour les variétés de la Côte d'Ivoire avec des diamètres moyens: *D. cayenensis-rotundata* = 26.4  $\mu\text{m}$ , *D. alata* = 21.5  $\mu\text{m}$ , *D. esculenta* et *D. dumetorum* < 7  $\mu\text{m}$ . Cette dernière valeur est différente de celle de Hoover. Amani indique également de grandes différences en granulométrie tel que celles des amidons extraits de la variété Puna (10 à 70  $\mu\text{m}$ ). La forme des petits granules d'amidon (*D. dumetorum*) est plutôt polygonale comme celle des granules d'amidon de manioc. La diversité de taille des granules d'amidon est un critère important pour l'industrie car elle peut influencer la viscosité intrinsèque des amidons. Les petits granules d'amidon, qui sont plus difficiles à extraire, sont par exemple plus résistants aux influences externes et aux transformations physico-chimiques.

### Mesure de la viscosité

Les propriétés épaississantes et de gélatinisation de l'amidon, déterminées à l'aide du micro visco – amylographe de *Brabender*, sont présentées en Unité Brabender (UB). La

suspension d'amidon est soumise à un cycle de chauffage et de refroidissement (méthode standardisée). La gélatinisation correspond au gonflement irréversible des granules et à leur stabilisation pendant le chauffage. Au cours du refroidissement, l'amylose se réorganise et l'empois d'amidon se transforme en gel (rétrogradation), donc la viscosité augmente. Cette dernière valeur correspond à la reprise de viscosité. Dans cet appareil, la pâte d'amidon est soumise simultanément à deux contraintes: un traitement thermique et un traitement mécanique (effet de cisaillement). Il est donc difficile d'attribuer les changements de viscosité mesurés à l'une de ces deux contraintes en particulier. Le comportement de la pâte d'amidon dépend de la taille, de la distribution et de la cristallinité des granules, du rapport amylose/amylopectine et de la teneur en sels minéraux. La composition de l'amidon d'igname est déjà décrite dans les paragraphes précédents. Ainsi avec des granules d'amidon de taille différente, mais la même proportion d'amylose/amylopectine, des variations dans le comportement à la gélatinisation peuvent apparaître ; et ceci dans le même échantillon (voir igname1). L'amylose représente la partie soluble de l'amidon tandis que l'amylopectine, avec ses nombreuses ramifications, est non soluble dans l'eau. Les différences observées pour l'amidon d'igname peuvent provenir des différences de cristallinité existant entre la périphérie et le centre du granule d'amidon. L'amylopectine, molécule repliée et dense, laisse peu entrer l'eau, donc un amidon riche en amylopectine gonfle et gélifie beaucoup plus lentement [14]. Au contraire de l'amylose, molécule linéaire, permettant à l'eau de pénétrer plus facilement les granules. Par exemple, les petits granules d'amidon du riz ( $\pm 9 \mu\text{m}$ ) avec une forme polygonale homogène (grande surface), gélifient simultanément et développent donc une viscosité assez basse (313 UB) ; par contre les plus grands granules d'amidon d'igname avec une forme triangulaire inhomogène (petite surface), ne gélifient pas en même temps et développent donc une viscosité plus élevée (440 à 640 UB). C'est ce rapport surface/masse qui définit le degré d'entrée de l'eau et donc son pouvoir gélifiant. [14] Le temps et la température du séchage peuvent aussi influencer les propriétés de la pâte d'amidon.

Les valeurs caractéristiques de viscosité ainsi que les deux températures sont présentées dans les résultats (voir figures 7 & 8 ; tableau 19). Il existe peu de valeurs de référence dans la littérature (surtout pour les r&t). Hoover [14] présente quelques valeurs caractéristiques de viscosité, réalisées avec différentes concentrations d'amidon (4.5 ou 10 %, base sèche) et une vitesse de rotation du bol est 75 tours/min. Amani [1] (et

beaucoup d'autres scientifiques) utilise un RVA (*Rapid Visco Analyser*) pour déterminer les propriétés de gélatinisation. Dans cet appareil, la suspension d'amidon (4 %, b.s.) est soumise à un cycle de chauffage - refroidissement plus rapide (23 min), tournant à 160 tours/min. Les mêmes valeurs caractéristiques sont mesurées mais celles-ci ne correspondent pas à celles mesurées avec le *Brabender* car le profil de température appliqué n'est pas identique. [28] Il s'agit donc seulement d'une comparaison relative. Amani présente également d'autres propriétés fonctionnelles sous conditions spécifiques (paragraphe suivant), mesurées au RVA. Les amidons d'igname présentent un pic de viscosité bien différent entre les répétitions extraites selon une même méthode. Il apparaît cependant clairement que l'amidon d'igname présente une viscosité à 95 et à 50°C élevée comparée aux autres amidons et intéressantes à valoriser.

Dans la littérature de Singh [15], des valeurs de référence sont citées pour la température de gélatinisation ( $T_g$ ) mais celles-ci sont mesurées par ACD (Analyse Calorimétrique Différentielle). La température au pic à 95°C ( $T_p$ ) mesurée avec un mélange minimale de 1 : 4 (amidon : eau) correspond plus ou moins à la  $T_g$  (température de gélatinisation) du *Brabender*. Mais les principes de mesure au visco-amylographe et à l'ACD sont très différents. A l'ACD, l'échantillon est scellé sous vide (soumis à une certaine pression) et n'est pas mélangé; par contre au *Brabender*, l'échantillon reste à pression atmosphérique et est mélangé constamment. Les mesures effectuées sont également différentes: le visco-amylographe évalue la viscosité par une mesure de résistance tandis que l'ACD mesure des variations d'enthalpie et des températures. En outre, plus de l'eau est ajoutée à l'échantillon, plus l'amidon gélifie complètement. L'amidon de riz (*Fluka*) présente la plus haute  $T_g$  (75.2 °C), avec en théorie une  $T_p$  de 76 °C (1 : 9). L'amidon de maïs (Vel) présente une faible  $T_g$  (64.6 °C), avec une  $T_p$  de 71 °C (1 : 9). Les amidons de blé (*Corvus* et *Folio*) associés à des  $T_g$  intermédiaires (67.2 et 69.2 °C), se situent au dessus de la  $T_p$  théorique de 61 °C (1 : 3). Les valeurs de Hoover [14] sont également reprises pour les amidons des r&t: la  $T_g$  des amidons de pomme de terre et de manioc est de  $\pm 62$  °C (6 %, b.s.) ; cette valeur correspond aux valeurs obtenues avec le *Brabender* de 62.6 et 64.8 °C (*Avebe* et *Merck*). La  $t_g$  des trois amidons de manioc est plus élevée (68 - 70 °C) tandis que les amidons d'igname présentent encore une  $T_g$  plus élevée (74 - 77 °C), comme le décrit Hoover avec une  $T_g$  de 68 °C (10 %, b.s.) pour *D. rotundata*.

### Propriétés spécifiques de l'amidon d'igname

Les industries d'ingrédients et d'additifs sont toujours à la recherche de nouveaux produits « naturels », adaptés aux contraintes de production économique et technique. Amani [27] présente quelques utilisations de l'amidon natif d'igname en tant qu'ingrédient dans l'alimentation. L'objectif est d'évaluer le potentiel industriel de l'amidon d'igname et de le comparer à d'autres amidons de différentes origines. Des propriétés fonctionnelles sous des conditions spécifiques (température élevée, réfrigération, traitement à l'acide et cisaillement) sont présentées. Le RVA (*Rapid Visco Analyser*) est généralement employé pour caractériser ces propriétés. Les valeurs de référence citées proviennent de mesures réalisées sur d'autres amidons natifs (maïs, manioc, pomme de terre, etc.) ou modifiés (Coflo 67, Novation, etc.). Un amidon natif de la variété Kangba (*D. cayenensis-rotundata*) développe des propriétés similaires aux amidons modifiés. Il pourrait être utilisé comme composant naturel dans des sauces émulsifiantes car il tolère bien le cisaillement et les conditions acides. De plus, il présente une stabilité aux hautes températures ou à un traitement UHT, notamment appliqué au cours de la production de la nourriture pour bébé. D'autres amidons provenant des variétés *D. domutrum* et *D. esculanta*, également stables sous conditions acides et produisant une viscosité faible, pourraient se substituer aux amidons modifiés en tant qu'ingrédient fonctionnel dans des sauces ou des dressing pour salades. Il serait intéressant d'analyser l'amidon Puna par rapport à ces traitements spécifiques pour en définir ses applications éventuelles dans l'alimentation.

#### **4.5. Etude de conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname**

Les paramètres les plus pertinents qui influencent le rendement d'extraction d'amidon sont discutés. Les étapes d'extraction effectuées à l'échelle laboratoire et pilote sont comparés avec ceux des extractions industrielles. Une étude de conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname est effectuée sur base de tous les résultats obtenus, des valeurs de référence et des procédés existants. Deux schémas différents sont proposés pour une telle unité d'extraction d'amidon: une industrie de style européen ou thaïlandaise (pomme de terre, manioc); et une industrie de type semi-mécanisé (voir annexe G) de style africain, similaire à une entreprise existant en Côte d'Ivoire qui extrait l'amidon de manioc.

Au cours de ce travail, différents appareils ont été testés à l'échelle pilote pour optimiser l'extraction d'amidon d'igname. L'objectif est de suivre les mêmes étapes qu'en industrie: épluchage, râpage, séparation d'eau de fruit, séparation des fibres, lavage/raffinage, drainage et séchage. Les machines à disposition n'étant pas prévues pour des extractions en continu, les essais ont été menés en batch. Les seules machines travaillant en continu sont l'éplucheur *De Bruyne*, le tamiseur *Sweco*, le séparateur – centrifuge *Westfalia* et le moulin *Retsch*. Le dernier essai d'extraction mené à l'échelle pilote (ig3.3), qui semble le plus adapté à l'échelle industrielle, présente cependant une pureté moins élevée (97.6 %) induite par l'utilisation du séparateur – centrifuge de *Westfalia*. La centrifugeuse *Sorvall*, utilisée pour les autres essais (ig3.1 et ig3.2), est loin d'être idéale pour un processus industriel car sa manipulation se déroule par batch et l'étape de grattage des protéines nécessite beaucoup de temps. La séparation de l'eau de fruit par filtration a toujours échoué et pourrait probablement être améliorée par ajout d'un anti-mousse alimentaire dans la pâte avant filtration avec le système *Buchner*. Si cette eau de fruit pouvait être enlevée par filtration, l'étape de tamisage serait probablement plus facile à réaliser car la mousse des protéines colmate le second tamis (90 µm) et retient les granules d'amidon.

Les principales étapes de l'extraction d'amidon qui influencent le plus le rendement, sont le broyage et le tamisage. L'objectif du broyage est de libérer le plus possible d'amidon des cellules végétales. Le mélangeur – cuiseur *Stephan* et le moulin colloïdal *Stephan* ne permettent pas de désintégrer complètement les tubercules d'igname et d'obtenir une suspension constituée de granules d'amidon libres, de fibres, d'amidon lié et d'eau de fruit contenant des protéines, des sucres et des minéraux. Ceci est confirmé par la teneur en amidon mesurée dans les fibres retenues au tamisage (> 15 %) et pourrait être également vérifié par observation au microscope de la pulpe restant sur les tamis. Le contre-poids inférieur du tamiseur *Sweco* devrait de plus être réglé à 60° (pour des produits humides) afin de garantir une séparation parfaite de l'amidon et des fibres.

### Comparaison des extractions existantes

Les principes d'extraction des amidonneries de pomme de terre et de manioc sont déjà mentionnés dans l'introduction. Dans le tableau suivant, les appareils utilisés en industrie pour l'extraction d'amidon sont détaillés par étape. Des machines semi-mécanisées, employées dans une ligne de production d'amidon de manioc de la société ivoirienne de

technologies tropicales (I2T) à Abidjan, y sont présentées. Celles-ci ont été décrites par M. Amani et M. Nindjin à la suite de leur visite dans cette entreprise.

**Tableau 20: Comparaison d'une industrie moderne à une semi-industrie**

Machine / Etape	Industrie (pdt et/ou manioc)	Semi-Industrie (manioc, Abidjan)
<b>Epluchage</b>	Tamis rotatif à sec (semi épluchage)	Eplucheur (par frottement, avec eau)
<b>Lavage</b>	Bassin d'eau	----
<b>Râpage</b>	Râpe Ultra	Broyeur à marteau
<b>Séparation d'eau de fruit</b>	Décanteur biphasé	----
<b>Séparation des fibres</b>	Tamis centrifuge / Tamiseur	Ecoulage sur tamis
<b>Lavage / Raffinage</b>	Hydrocyclone / séparateur-centrifuge	Bac Tampon
<b>Drainage</b>	Filtre rotatif sous vide / décanteur	Décantation (bac labyrinthe)
<b>Séchage</b>	Séchoir "Flash"	Au soleil
<b>Rendement d'extraction</b>	> 95 %	± 65 %

Il faut mentionner que dans l'industrie, aucun épluchage spécifique n'est réalisé. Un tamis rotatif (1.2 x 1.5 x 40 m), tournant à 10 à 15 tours/min, est utilisé en Thaïlande pour les racines de manioc afin d'enlever les résidus de terre, le sable ainsi que quelques écorces. Les racines sont légèrement épluchées par frottement. Les écorces restantes sont ensuite facilement séparées lors du tamisage. En annexe H, se trouve un exemple d'offre de prix de *Hovex* pour une ligne de production d'amidon de manioc d'un rendement de 95 % (débit: 5 t/h). Le schéma proposé pour la future unité d'extraction industrielle d'amidon d'igname se base sur ce document.

Le rendement d'extraction actuellement obtenu par la ligne de production d'amidon de manioc (I2T) à Abidjan est nettement plus bas. Cette unité d'extraction d'amidon de manioc doit encore être adaptée aux tubercules d'igname pour un débit de 1.5 à 2 t/h (paragraphe suivant). Le procès doit par conséquent être amélioré au niveau du rendement et de la pureté de l'amidon obtenu (voir *commentaires*). Les paramètres spécifiques associés aux différents appareils utilisés ne sont pas indiqués dans le document rédigé par Mrs Amani et Nindjin à la suite de leur visite dans l'entreprise. En complément, un travail de M. Muchnik [21] (transformation du manioc) est pris comme

référence pour certaines étapes. Il se base sur de nombreux autres produits artisanaux également issus du manioc tels que le gari au Nigeria, l'attiéké en Côte d'Ivoire et la farinha au Brésil. Il s'agit principalement de produits autochtones faits à la main ou avec des machines semi-mécanisées. Le schéma d'une unité de production de gari au Nigeria (*Newell-Dunford*) est présenté en annexe G. Le gari est un produit fermenté, gélifié et séché à l'aide d'appareils similaires à ceux utilisés pour la production d'amidon de manioc. Une comparaison de ces deux travaux permet de proposer un modèle de conception pour une future unité d'extraction d'amidon d'igname, de type semi-mécanisé.

### Proposition pour une ligne semi-mécanisée de production d'amidon d'igname (I2T)

Les tubercules d'igname sont alimentés en continu dans un éplucheur muni d'un grand toboggan. Le déchargement du tambour se fait par gravité, et l'eau qui est pompée dans le tambour permet simultanément de faire avancer les ignames et de les rincer. L'épluchage des tubercules s'effectue au moyen d'un jet d'eau (~2 bar de pression) et par frottements entre tubercules. Ceux-ci tombent ensuite sur un treillis d'inspection où les écorces restantes, les morceaux avariés et les extrémités des tubercules sont éliminés à la main à l'aide d'un couteau ou d'un petit éplucheur. L'alimentation de l'éplucheur et le contrôle des tubercules devraient occuper 3 - 4 ouvriers.

L'étape suivante consiste en un râpage des tubercules. Un broyeur à marteau permet de réduire la pulpe de manioc en pâte. Le broyeur fonctionne comme le moulin *Retsch*, mais est mieux adapté aux produits humides. Le broyeur peut être actionné par un moteur soit diesel, soit électrique. Il faut compter au minimum un ouvrier pour s'occuper du broyeur.

*Commentaire:* la séparation de l'eau de fruit n'existe pas encore dans la ligne I2T à Abidjan. Celle-ci pourrait par exemple être effectuée à l'aide d'un filtre rotatif sous vide de *Hovex* (explication détaillée en annexe H). Une telle machine vaut globalement le même prix qu'un décanteur, mais est moins coûteuse en consommation énergétique et présente un maniement plus facile. Elle nécessiterait un seul ouvrier.

L'étape suivante est différente pour la production du gari et de l'amidon. La pâte fermentée pour le gari passe sous une presse hydraulique avant tamisage. Par contre, la pâte pour l'amidon est transportée mécaniquement jusqu'à un tambour où elle est mélangée avec de

l'eau afin de liquéfier la pâte avant tamisage. *Commentaire:* Une solution de SO<sub>2</sub> (0.1 %) devrait être ajoutée à ce mélange pour contrôler les conditions microbiologiques. Un ouvrier devrait suffire pour le contrôle de cette étape.

Le tamisage s'effectue ensuite par écoulement de la pâte sur un tamis au travers duquel le lait d'amidon est recueilli dans une bassine. *Commentaire:* Le lait d'amidon devrait subir au minimum un second tamisage avec les mêmes mailles de tamis (125 µm), comme pour l'amidon de pomme de terre. L'amidon de manioc nécessite par contre des mailles d'environ 70 µm car il est constitué de plus petits granules. Lors d'un tel tamisage, plusieurs ouvriers (3 à 4) sont nécessaires: ils doivent en effet rincer et broser au fur et à mesure les deux tamis. Le gari est ensuite séché tandis que l'amidon est lavé.

Le lait d'amidon est ensuite propulsé à l'aide d'un moteur dans un grand bac tampon où l'amidon est lavé. Ce moteur règle la vitesse de recueillement du lait d'amidon et son évacuation vers un système de séparation de l'amidon de la phase liquide. Cette séparation se réalise dans un système de labyrinthe avec une pente faible, mais variant progressivement et conduisant à un dépôt d'amidon et une élimination de la phase liquide en haut du bassin. C'est un système de décantation en continu ; le labyrinthe sert à une sédimentation intense de l'amidon. Le décanteur possède dans sa partie de fond un tube de sortie et dans sa partie supérieure, un collecteur à goulotte. L'amidon est donc récupéré au fur et à mesure, un filtre rotatif serait alors nécessaire pour drainer l'amidon. *Commentaire:* Ce principe du lavage est beaucoup moins coûteux qu'un séparateur - centrifuge; par contre le système de labyrinthe nécessite plus de temps et davantage d'eau ; celui dépend de la taille du bassin.

*Commentaire:* Le dépôt d'amidon est ensuite séché au soleil. La durée nécessaire dépendra alors du climat du pays. Pendant la saison des pluies, des incubateurs devront être utilisés pour sécher à 40 - 50 °C des couches fines (< 0.5 cm) d'amidon jusqu'à une humidité de 10 - 15 %. L'amidon sera ensuite emballé dans des sacs. 2 à 3 personnes devraient s'occuper du séchage et du conditionnement de l'amidon.

Idéalement, ce nouveau schéma de production devrait être testé en pratique afin d'évaluer son rendement d'extraction. Suivant les résultats obtenus dans ce travail, il devrait bien

fonctionner puisqu'une séparation de l'eau de fruit est prévue. Le procès devra de plus être continuellement optimisé afin de réduire le temps nécessaire, augmenter le rendement et la pureté de l'amidon extrait et diminuer la consommation en énergie, etc.

### Ligne industrialisée de production d'amidon d'igname (Hovex)

Les machines suivantes de *Hovex*: râpe, tamis centrifuge, unité d'hydrocyclone et filtre rotatif sous vide, présentent une bonne base pour extraire l'amidon d'igname. L'épluchage à sec, le lavage des tubercules ainsi que le séchage ne font pas partie des machines proposées par *Hovex*. Les séchoirs « flash » les plus courants proviennent de chez *Barr-Rosin*. Une description bien détaillée des machines *Hovex* utilisées pour chaque étape de production est présentée en annexe H. Les principes des machines employées pour l'extraction d'amidon de manioc (version thaïlandaise) sont pratiquement tous décrits en introduction. Un grand avantage présenté par ce procès réside dans la consommation minimale en eau fraîche. L'efficacité de la râpe semble être la meilleure pour libérer l'amidon des cellules végétales, induisant un rendement d'extraction plus élevé. Une pompe anti-mousse adaptée a été spécialement conçue pour la séparation du lait d'amidon et des fibres par les tamis - centrifuges (125  $\mu\text{m}$ ). La pulpe est ensuite drainée à l'aide d'un tamis - centrifuge d'un diamètre inférieur (63  $\mu\text{m}$ ). L'unité hydrocyclone est utilisée pour le raffinage et le lavage du lait d'amidon, de manière similaire à un séparateur – centrifuge à contre - courant. Elle est constituée de 15 sous - unités constituées de nylon. Le drainage de l'eau est réalisé à l'aide d'un filtre rotatif sous vide. Comme décrit auparavant, ce système peut également être utilisé pour la séparation de l'eau de fruit avant le tamisage. Le gâteau d'amidon est enlevé continuellement par un racleur fixe. La dernière version de *Hovex* semble donner des gâteaux plus secs, et par conséquent un temps de séchage plus court. Le tambour étant complètement perforé et l'intérieur de celui-ci n'étant constitué d'aucun raccord et tuyaux, l'eau peut pénétrer plus rapidement dans le tambour de filtration. Le vide est créé au moyen d'une pompe à vide (max. 200 mbar). L'offre de prix obtenue comprend toutes les machines citées (en inox), les moteurs électroniques, les pompes, les raccords et tuyaux, les plate-formes et les outils spéciaux pour chaque unité ainsi que les conditions et frais de livraison. Le montant total s'élève à 1.100.000 €. Il est à noter que le prix d'un filtre rotatif (nécessaire pour la ligne de production I2T) représente déjà un quart de ce montant : 275.000 € (estimation). De plus, les coûts de production d'un bassin de lavage sont d'environ 25.000 €.

## 5. Conclusion et Perspectives

L'objectif final de ce travail est de réaliser une étude de conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname. A cette fin, de nombreux travaux ont été menés. Dans un premier temps, une revue bibliographique bien détaillée sur l'extraction d'amidon des racines et tubercules (r&t) a permis d'établir des liens entre ces produits et l'igname, et d'évaluer les diverses possibilités d'application de l'amidon d'igname dans l'alimentation par comparaison avec d'autres amidons commerciaux.

La forme du tubercule d'igname (plutôt allongée) ainsi que la nature de l'écorce (ligneuse) se rapprochent davantage de celles des racines de manioc. Le tubercule d'igname présente également une composition assez similaire à celle des maniocs comparée à celle des pommes de terre: 65 à 70 % d'eau dans les ignames et les maniocs, par contre  $\pm$  80 % dans les pommes de terre. La teneur en amidon dans les ignames et les maniocs varie de 26 à 29 % (80 à 84 %, base sèche), par contre celle des pommes de terre est d'environ 17 à 19 %. L'influence du stockage indique que les tubercules d'igname doivent être traités le plus rapidement possible après la récolte, sinon des modifications telles qu'une diminution en amidon et une augmentation en sucres réducteurs se manifestent. Idéalement, les champs où sont cultivées les ignames doivent donc être proches de l'unité d'extraction d'amidon d'igname. La teneur en amidon peut être facilement déterminée à l'aide d'une balance *Rieman* ; celle-ci permet d'évaluer de la densité apparente tubercule par mesure de son poids dans l'air et dans l'eau.

Ces caractéristiques spécifiques au tubercule sont prises en compte pour les essais d'extraction menés à l'échelle laboratoire et à l'échelle pilote. Les principes des extractions testées dans ce travail se basent sur les méthodes en laboratoire de Mme Brunnschweiler et M Amani (igname), ainsi que sur les méthodes industrielles (pomme de terre et manioc). Afin d'augmenter les rendements d'extraction, un maximum d'amidon doit d'abord être libéré des cellules végétales en râpant les tubercules. La majorité de l'amidon non extrait se retrouve dans les fibres (14 – 26 % sur base sèche). Par conséquent, les opérations de broyage effectuées à l'échelle pilote ainsi qu'à l'échelle laboratoire doivent encore être optimisées. Les premiers essais d'extraction selon Brunnschweiler (ig1) donnent des rendements (41 – 55 % pour l'igname) nettement plus faibles que les

deuxièmes essais d'extraction selon Amani ( $\pm 60\%$  pour l'igname et  $\pm 80\%$  pour le manioc). Le deuxième et le troisième tamisage appliqués, ainsi que l'ajout de  $\text{SO}_2$  permettent d'augmenter le rendement de  $\pm 10\%$  pour l'igname. Le passage de l'extraction à l'échelle laboratoire (1 kg) à une échelle pilote (10 kg) avec la même méthode induit également une augmentation du rendement d'extraction pour l'igname à  $\pm 80\%$  (ig3). Le maniement de grandes quantités semble donc être mieux adapté à cette méthode. Les pertes en amidon lors du dernier essai d'extraction (plus industrialisé, avec un rendement de  $\pm 65\%$ ) proviennent de l'usage du séparateur – centrifuge où un problème de fermeture des assiettes après le débourbage est survenu.

Plusieurs voies de recherche peuvent être approfondies pour augmenter le rendement d'extraction avec les appareils disponibles à la FUSAGx : éplucher les tubercules à sec (comme manioc) ; augmenter le temps de broyage au moulin colloïdal *Stephan* (couronne 0.1 mm) ; effectuer une filtration sous vide en ajoutant un antimousse ; régler le contrepoids inférieur du tamiseur *Sweco* sur un angle de  $60^\circ$  ; garder l'eau lors du raffinage au séparateur – centrifuge. En parallèle, de nouveaux appareils peuvent également être testés. La râpe de *Hovex* semble par exemple être efficace pour séparer l'amidon des cellules végétales ; une mesure de la teneur en amidon restant dans les fibres devra cependant être effectuée pour vérifier l'efficacité de l'opération. Une stratégie générale peut être de réaliser une extraction complète d'amidon d'igname en utilisant uniquement des machines de *Hovex*, en vue de vérifier l'influence de la râpe et de l'ajout d'une étape de séparation de l'eau de fruit. Idéalement, le rendement d'extraction attendu doit être supérieur à  $90\%$ , comme c'est le cas en industrie d'extraction d'amidon de pomme de terre et de manioc. Ensuite, les étapes d'extraction peuvent être adaptées à celles de la ligne I2T à Abidjan afin de vérifier si un tel rendement est obtenu. Le procès doit cependant être optimisé par rapport au rendement et à la pureté de l'amidon, en tenant également compte des coûts engendrés par le procédé (temps, eau, etc.).

Après avoir comparé tous les résultats, une étude de conception d'une unité d'extraction d'amidon d'igname, soit en Afrique (Côte d'Ivoire) ou soit dans un pays industrialisé est finalement réalisée. De nombreux autres facteurs devront cependant être pris en considération et adaptés sur le terrain.

## **Bibliographie**

- [1] Amani N.-G., Buléon A., Kamenan A., Colonna P., « Variability in starch physicochemical properties of yam (*Dioscorea* sp) cultivated in Ivory Coast », *Journal of Science and Agriculture*, 84 (15), 2085-2096 (2004)
- [2] Dumont R., « L'igname dans l'agriculture traditionnelle ouest africaine », In: « L'igname, plante séculaire et culture d'avenir », Acte du séminaire international 3-6, juin 1997, Montpellier, France, Ed. CIRAD
- [3] Food and Agriculture Organization, « Production, Core Production Data », [en ligne], <http://faostat.fao.org/site/340/default.aspx> (consulté le mars 2006)
- [4] Bell A., Mück O., Schuler B., « Les richesses du sol, Les plantes à racines et tubercules en Afrique: une contribution au développement des technologies de récolte et d'après récolte », In: Site de la FAO [en ligne], modifié l'octobre 2000, [www.fao.org/wairdocs/x5695f/x5695f00.htm](http://www.fao.org/wairdocs/x5695f/x5695f00.htm) (consulté le mars 2006)
- [5] Brunnschweiler J., « Structure and Texture of Yam (*Dioscorea* spp.) and processed Yam Products », Diss. ETH No.15418, Zurich (2004)
- [6] Attaie H., Zakhia N., Bricas N., « Etat des connaissances et de la recherche sur la transformation et les utilisations alimentaires de l'igname », In: « L'igname, plante séculaire et culture d'avenir », Acte du séminaire international 3-6, juin 1997, Montpellier, France, Ed. CIRAD
- [7] Nindjin C., Otokoré D., Hauser S., Tschannen A., Farah Z., Girardin O., « Determination of relevant sensory properties of pounded yams (*Dioscorea* spp.) using in locally based descriptive analysis methodology », *Food Quality and Preference*, 18, 450-459 (2007)
- [8] Tegge G., « Stärke », In: Osteroth D., « Taschenbuch für Lebensmittelchemiker und -technologien, Band 2 », Springer, Berlin, 199-204 (1993)
- [9] LMC International Ltd., « Evaluation of the Community Policy for Starch and Starch Products », [en ligne], <http://ec.europa.eu/agriculture/eval/reports/amidon/full.pdf> (consulté l'octobre 2006)
- [10] Lévêque E., Haye B., Belarbi A., « L'amidon & ses dérivés, Applications industriels », Elsevier Ltd., Paris, 1-14 (2000)
- [11] Université d'Angers, « Amylose et amylopectine: dérivés de l'amidon », Site de l'université, <http://ead.univ-angers.fr/.../1OsesSUITE.htm> (consulté l'octobre 2006)

- [12] Feillet P., « Le grain de blé. Composition et Utilisation », INRA, Paris, 89-109 (2000)
- [13] Tester R.-F., Karkalas J., Qi X., « Starch - Composition, fine structure and architecture », *Journal of Cereal Science*, 39, 151-165 (2004)
- [14] Hoover R., « Composition, molecular structure, and physicochemical properties of tuber and root starches: a review », *Carbohydrate Polymers*, 45, 253-267 (2001)
- [15] Singh N., Singh J., Kaur L., Sodhi N., Gill B., « Morphological, thermal & rheological properties of starches from different botanical sources », *Food Chemistry*, 81, 219-231 (2003)
- [16] Tscheuscher H.-D., « Grundzüge der Lebensmitteltechnik », Behr's Verlag (3. Auflage), Hamburg, 395-405 (2004)
- [17] Moorthy S.-N., « Tropical Sources of Starch », In: Eliasson A.-C., « Starch in food structure, function and applications », Woodhead Publishing in Food Science and Technology, 321-359 (2004)
- [18] Rousselin F., « Amidons et farines fonctionnelles: l'épaississement sur-mesure », [en ligne], [www.process-magazine.com/aff\\_media.php?id=18331](http://www.process-magazine.com/aff_media.php?id=18331), (consulté le février 07)
- [19] Bergthaller W., Witt W., Goldau H.-P., « Potato Starch Technology », *Starch/Stärke*, 51 (7), 235-242 (1999)
- [20] Sriroth K., Piyachomkwan K., Wanlapatit, S., Oates C.-G., « Cassava Starch Technology: The Thai Experience », *Starch/Stärke*, 52, 439-449 (2000)
- [21] Muchnik J., Vinck D., « La transformation du manioc, technologies autochtones », GREY – ALTERSIAL – ENDA, Paris (1984)
- [22] Brunnschweiler J., Luethi D., HanACD (Analyse Calorimétrique Différentielle)hin S., Farah Z., Escher F., Conde-Petit B., « Isolation, Physicochemical Characterization & Application of Yam (*Dioscorea* spp.), Starch as Thickening and Gelling Agent », *Starch/Stärke*, 57 (3-4), 107-117 (2005)
- [23] Daiuto E., Cereda M., Sarmiento., Vilpoux O., « Effects of Extraction Methods on Yam (*Dioscorea alata*), Starch Characteristics », *Starch/Stärke*, 57 (3-4), 153-160 (2005)
- [24] Shujun W., Hongyan L., Wenyuan G., Haixia C., Jiugao Y., Peigen X., « Characterization of new starches separated from different Chinese yam (*Dioscorea opposita* Thunb.) cultivars », *Food Chemistry*, 99, 30-37 (2006)
- [25] Organisation internationale de normalisation, « Céréales et produits céréaliers - Détermination de la teneur en eau - Méthode de référence pratique », Troisième édition, Genève, Norme internationale ISO 712 (1998)

- [26] Organisation internationale de normalisation, « Amidons et féculés natifs - Dosage de l'amidon - Méthode polarimétrique de Ewers », Première édition, Genève, Norme internationale ISO 10520 (1987)
- [27] Amani N.-G., Kamenan A., Rolland-Sabaté A., Colonna P., « Stability of yam starch gels during processing », *African Journal of Biotechnology*, 4 (1), 94-101 (2005)
- [28] Deffenbaugh L.-B., Walker C.-E., « Comparison of starch pasting properties in the Brabender Viscoamylograph and the Rapid Visco-Analyser », *Cereal Chemistry*, 66 (6), 493-499 (1989)

## 7. Annexe

- A. Diagrammes du flux (Brunnschweiler, Amani, Shujun)
- B. Calculs (matière sèche, dosage, granulométrie, rendement)
- C. Bilans des masses et des amidons
- D. Graphes de la granulométrie
- E. Diagramme du *Brabender* avec calculs
- F. Coûts tubercules (Côte d'Ivoire)
- G. Ligne de production du gari
- H. Offre de prix de *Hovex*
- I. Photos de l'igname (Cameroun et Nigeria)