

Caractérisation du mouillage de la semoule de blé dur par l'eau par ascension capillaire et goutte posée

Laurence Galet, David Fernandez, Driss Oulahna, Jacques Fages

► To cite this version:

Laurence Galet, David Fernandez, Driss Oulahna, Jacques Fages. Caractérisation du mouillage de la semoule de blé dur par l'eau par ascension capillaire et goutte posée. Matériaux divisés et poudres en industries alimentaires, Joseph Boudrant et Pierre Guigon, Jun 1999, Compiègne, France. pp.69-74. hal-01686719

HAL Id: hal-01686719

<https://hal-mines-albi.archives-ouvertes.fr/hal-01686719>

Submitted on 17 Jan 2018

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

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

CARACTERISATION DU MOUILLAGE DE LA SEMOULE DE BLÉ DUR PAR L'EAU PAR ASCENSION CAPILLAIRE ET GOUTTE POSÉE

L. GALET, D. FERNANDEZ, D. OULAHNA, J. FAGES

◇ CENTRE POUDRES ET PROCEDES
Ecole des Mines d'Albi
Campus Jarlard,- Route de Teillet
81013 ALBI, France

Résumé

Dans cet article, nous présentons nos premiers résultats concernant la caractérisation du mouillage de la semoule de blé dur par l'eau. Les deux méthodes expérimentales appliquées à la semoule sont décrites successivement : l'ascension capillaire et la méthode de la goutte posée. Les résultats obtenus mettent en évidence que le contact de la semoule de blé et l'eau s'accompagne d'une absorption rapide sans réel étalement de surface. Ces travaux montrent également les limites de ces méthodes pour l'étude des poudres qui absorbent le liquide de mouillage. Si ce phénomène d'absorption (par sa cinétique) est important, il génère une difficulté d'analyse dans les deux cas de figure.

I. INTRODUCTION

Le phénomène de mouillage d'une poudre par un liquide intervient dans de nombreux procédés des secteurs alimentaires et pharmaceutiques. De façon générale, la compréhension des mécanismes d'action du mouillage est complexe.

À l'heure actuelle, peu de travaux sont effectués dans cette thématique dans le secteur alimentaire. Pourtant, les produits alimentaires pulvérulents tels que la farine, la poudre de cacao, par exemple, sont impliqués dans des procédés d'enrobage, de granulation et de dissolution dont l'efficacité est grandement dépendante des caractéristiques du couple poudre-liquide mouillant.

C'est dans ce contexte général que nous nous sommes intéressés aux aspects physico-chimiques du mouillage des produits amylicés par l'eau. Notre première étude, consacrée à la semoule de blé, a été guidée par un souci de comprendre les mécanismes de mouillage de la semoule lors du procédé de granulation humide pour la fabrication de couscous. Notre objectif initial était de caractériser le couple semoule de blé/eau. En particulier, nous avons souhaité évaluer la facilité de l'eau à s'étaler autour des grains de semoule et sa capacité à pénétrer à travers une masse de semoule.

Il nous a semblé intéressant d'appliquer les techniques classiques de mesure des propriétés de surface des solides et des interactions solides/liquides à la semoule de blé.

En pratique, la donnée physico-chimique caractérisant le mieux le contact entre un liquide et une surface solide est l'angle de contact θ . Dans le cas de poudres, les mesures d'angle de contact font appel à des techniques indirectes (1, 2). En ce qui nous concerne, nous avons appliqué deux techniques expérimentales pour caractériser le mouillage de la semoule de blé par l'eau : ascension capillaire à travers un lit de poudre et goutte posée sur un disque de poudre compactée. Cet article présente les premiers résultats obtenus et porte sur la pertinence de la mesure réelle de l'angle de contact semoule-eau et ce, avant d'utiliser les théories classiques prenant en compte les composantes de surface de la semoule.

II. PRODUITS ET REACTIFS

Les caractéristiques biochimiques de la semoule utilisée sont les suivantes : taux de cendres 1,1%, matières azotées 12%MS, teneur en eau 14,5%. La semoule a été tamisée pour isoler certaines classes granulométriques (tamiseuse vibrante – Retsch – 20 minutes, amplitude 60%). Des analyses complémentaires de densité vraie (pycnomètre à hélium AccuPyp 1330 -Micromeritics) ont révélé une densité constante en fonction de la classe granulométrique : $1,47 \pm 0,02$.

L'eau utilisée est purifiée (résistivité de $18 M\Omega \cdot cm$). L'hexane, utilisé pour les expériences de montée capillaire, est d'une pureté $>99\%$ (Prolabo-SDS).

III. ASCENSION CAPILLAIRE A TRAVERS UN LIT DE POUDRE

III.1. Principe et théorie de la méthode

Cette méthode est basée sur la mesure en continu du poids de liquide pompé par un échantillon de poudre par capillarité. L'équation de Washburn (3) décrit l'ascension d'un liquide dans un capillaire. Dans le cas d'un lit de poudre, la poudre est assimilée à une multitude de capillaires. Une équation de Washburn modifiée permet alors d'avoir accès à l'angle de contact entre la poudre et le liquide :

$$\frac{m^2}{t} = \frac{\bar{C} \rho^2 \gamma_L \cos \theta}{2\eta}$$

m : gain de masse de liquide (g) ; t : temps (s) ; ρ : densité du liquide (g/cm^3) ;

γ_L : tension de surface du liquide (mN/m) et \bar{C} : constante représentant la géométrie des capillaires.

Dans un premier temps, la constante \bar{C} est déterminée grâce à un liquide parfaitement mouillant : l'hexane (angle de contact supposé nul). Ensuite, les expériences sont renouvelées avec le liquide à étudier et l'angle de contact est alors déterminé.

Nos expériences ont été réalisées avec un tensiomètre (K12 - Krüss). La cellule porte-échantillon de poudre est en verre (référence PL12 - Krüss). Le schéma du dispositif expérimental est présenté dans la figure 1. A chaque essai, 2,25 g de semoule sont placés dans la cellule. Un léger tassement est effectué avant les expériences de mouillage par tapotement manuel.

Les résultats expérimentaux concernant différentes classes granulométriques de semoule sont présentés ci-dessous en deux temps : tout d'abord les résultats de montée capillaire à l'hexane, puis les résultats obtenus avec l'eau.

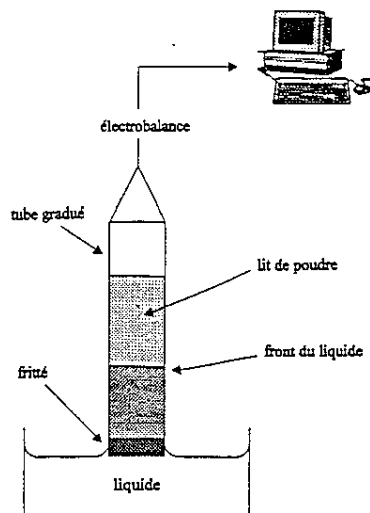


Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental.

III.2. Mouillage à l'hexane : un mouillage parfait

Les cinétiques de prise de masse d'hexane pour trois classes granulométriques de semoule (200-250 μm , 315-400 μm et 400-500 μm) sont présentées dans la figure 2.

Le tableau 1 présente la masse maximale d'hexane, la vitesse de montée ainsi que la constante \bar{C} pour les trois classes granulométriques (moyennes pour quatre essais). L'angle de mouillage est déterminé par la pente de la courbe de montée capillaire.

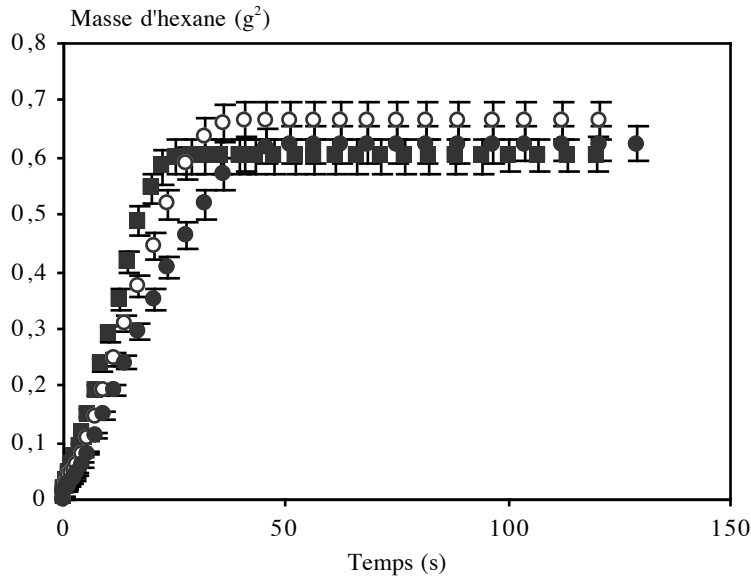


Figure 2 : Cinétique de prise de masse d'hexane par la semoule de blé dur.

■ : 200-250 μm , ○ : 315-400 μm et ● : 400-500 μm .

Taille (μm)	Masse d'hexane (g^2)	Vitesse $\times 10^2$ (g^2/s)	Constante $\bar{C} \times 10^5$ (cm^5)
200-250	$0,62 \pm 0,03$	$2,4 \pm 0,1$	$12,2 \pm 0,2$
315-400	$0,69 \pm 0,03$	$1,8 \pm 0,1$	$9,7 \pm 0,2$
400-500	$0,62 \pm 0,03$	$1,3 \pm 0,1$	$7,3 \pm 0,2$

Tableau 1 : Résultats de cinétique de mouillage de la semoule par l'hexane

Nous remarquons une très bonne reproductibilité des cinétiques de mouillage de l'hexane pour chaque classe granulométrique. Ceci révèle un état structural du lit de semoule reproductible d'un essai à l'autre.

Il est important de préciser qu'à l'arrêt des expériences, le lit de semoule est totalement mouillé par l'hexane. La masse maximale pompée par chaque échantillon ne change pas de façon significative en fonction de la taille des particules. L'espace interparticulaire global semble donc identique pour les trois tailles de particules.

Nous pouvons remarquer que la vitesse de prise de masse d'hexane diminue de façon significative quand la taille des particules augmente. En fait, lorsque la taille des particules de semoule augmente, la distance interparticulaire augmente également et la vitesse de montée d'hexane par capillarité diminue. Ceci est en accord avec le fait que la montée de liquide dans un capillaire est inversement proportionnelle au diamètre du capillaire (3).

La constante de tortuosité \bar{C} est proportionnelle à la fois au nombre de capillaires et à leur diamètre équivalent. Dans notre cas, cette constante diminue légèrement avec la taille des particules. En raison des observations précédentes sur l'espace interparticulaire et le rayon équivalent de capillaire, ce résultat est en accord avec une diminution du nombre de capillaires lorsque la taille des particules augmente.

III.3. Mouillage à l'eau : une absorption prédominante

La figure 3 présente les cinétiques de mouillage avec l'eau. Les résultats principaux (masse d'eau maximale, vitesse et angle de contact) sont regroupés dans le tableau 2 (moyennes de quatre essais).

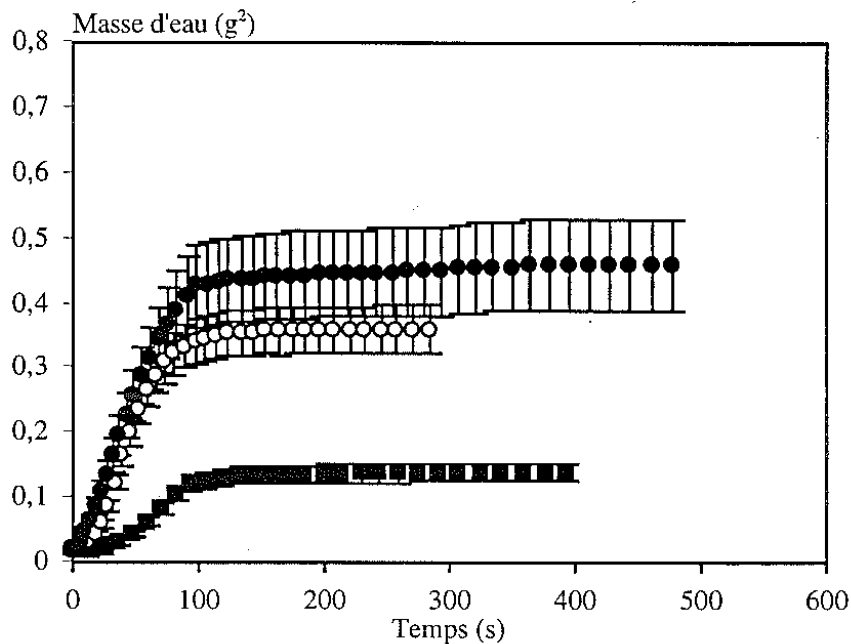


Figure 3 : Cinétique de prise de masse d'eau par la semoule de blé dur.

■ : 200-250 µm, ○ : 315-400 µm et ● : 400-500 µm.

Taille (µm)	Masse d'eau (g ²)	Vitesse x 10 ³ (g ² /s)	Angle de contact calculé (°)
200-250	0,15±0,02	1,1±0,1	89±2
315-400	0,36±0,03	3,5±0,3	86±2
400-500	0,44±0,08	2,8±0,4	87±2

Tableau 2 : Résultats de cinétique de mouillage de la semoule par l'eau.

La reproductibilité des résultats est très inférieure à celle obtenue avec l'hexane, en particulier pour la classe 400-500 µm. On remarque cependant des différences significatives concernant la masse d'eau prise par la semoule et la vitesse entre les petites particules (200-250 µm) et les autres tailles (315-400 µm et 400-500 µm).

Il est important de préciser que pour les trois classes granulométriques étudiées, le mouillage de la semoule par l'eau n'est pas total. La montée capillaire de l'eau s'arrête rapidement laissant le reste de l'échantillon de semoule non mouillé. Ceci s'explique aisément par le phénomène d'absorption d'eau par la semoule. En fait, le mouillage de la semoule s'accompagne d'un gonflement rendant difficile une véritable montée capillaire.

Pour les fines particules, l'absorption d'eau s'accompagne rapidement de la formation d'un véritable bouchon rendant ensuite impossible la progression de l'eau à travers l'échantillon de semoule. Ceci explique la faible quantité d'eau pompée par la classe 200-250 µm. Pour les tailles de particules supérieures, la masse d'eau absorbée est plus importante. Nous pensons que les espaces interparticulaires étant plus importants, les effets capillaires subsistent avant la réduction totale des espaces suite au gonflement de la semoule mouillée.

Les angles de contact semoule/eau déterminés par les cinétiques de mouillage ne dépendent donc pas d'un effet capillaire, mais résultent surtout d'un phénomène d'absorption. Nous voyons donc ici les limites de la méthode d'ascension capillaire pour l'étude des particules qui absorbent le liquide de mouillage.

Nous avons donc appliqué à la semoule une autre technique de mesure d'angle de contact.

IV. GOUTTE POSEE SUR UN COMPACT DE POWDRE

IV.1. Principe et théorie de la méthode

La notion d'angle de contact, attribuée à Young (4), est basée sur un équilibre des forces interfaciales mises en jeu au point de contact liquide/solide/vapeur. Ainsi, l'angle de contact que fait une goutte de liquide déposée sur un solide permet d'appréhender les facilités de mouillage du liquide sur le solide.

La technique utilisée consiste à déposer une goutte de liquide sur la surface solide et de déterminer l'angle pris à l'intérieur de la goutte (voir le schéma de la figure 4). Il est possible de caractériser le couple liquide/solide en fonction de la valeur de l'angle de contact : si l'angle est élevé (compris entre 90° et 180°), le liquide est plus ou moins non mouillant pour le solide, si l'angle de contact est faible (entre 0 et 90°), le liquide est plus ou moins mouillant.

Dans le cas d'une poudre, il est nécessaire de procéder à un compactage pour former des tablettes solides et permettre le dépôt d'une goutte d'eau en surface. A travers cette technique, nous nous intéressons aux propriétés d'étalement de l'eau sur la semoule.

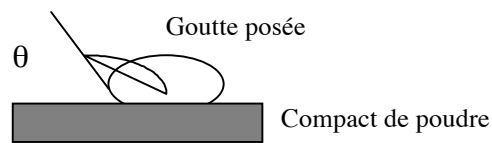


Figure 4 : Détermination d'angle de contact entre un liquide et un solide.

Pour nos expériences, la semoule est compactée pour former des disques de 1,3 cm de diamètre. La force appliquée sur la semoule pour le compactage est de 15 kN (presse Graseby Specac).

La goutte déposée est de $10 \mu\text{l}$. Il a été établi par différents auteurs (1,5) que cette taille était optimale et que l'angle de contact mesuré sur des compacts de poudre n'était pas influencé par le volume de la goutte déposée, pour des volumes de $10 \mu\text{l}$ à $50 \mu\text{l}$.

La mesure d'angle de contact est réalisée avec un goniomètre muni d'une caméra (goniomètre Krüss).

IV.2. Contact eau/semoule de blé dur : une énergie importante

Les mesures d'angle de contact en fonction du temps sont regroupées dans la figure 5.

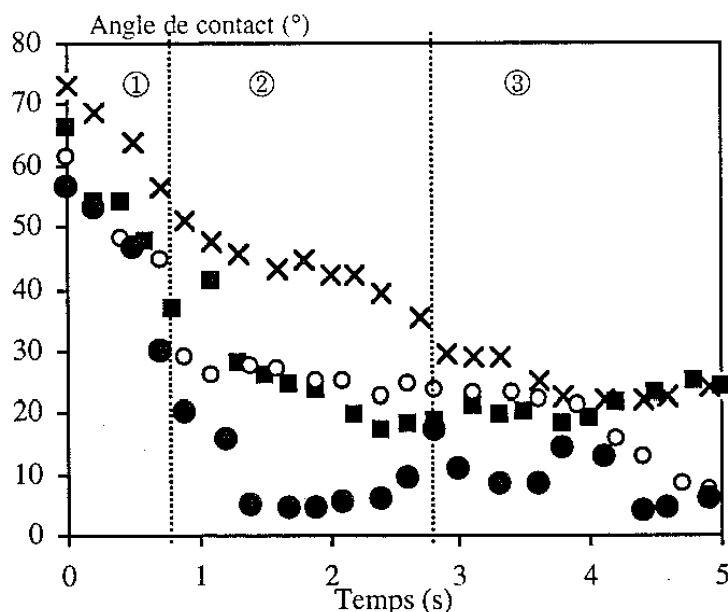


Figure 5 : Angles de contact en fonction du temps.

x : 80-100 μm , ■ : 200-250 μm , ○ : 315-400 μm et ● : 400-500 μm .

Pour toutes les classes granulométriques étudiées, nous voyons nettement une diminution des angles de contact en fonction du temps. Cette diminution correspond en fait à une disparition progressive de la goutte formée. En effet, les gouttes déposées disparaissent rapidement par pénétration dans le compact de semoule.

Nous remarquons des différences de vitesse de décroissance en fonction de la taille des particules de semoule : plus la taille est importante, plus la disparition de la goutte d'eau est rapide. Ce phénomène est à relier avec la variation de porosité des compacts en fonction de la taille des particules. Nous avons déjà mis en évidence des espaces interparticulaires plus gros lorsque la taille des particules augmente. Ceci reste vrai dans les compacts et la pénétration de liquide doit être supérieure dans les compacts de grosses particules. Des résultats similaires ont déjà été observés sur des compacts de billes de verre (6). Sur les courbes d'angle de contact, nous pouvons définir trois zones : ① à t_0 , mesure d'angle de contact avant absorption, ② phénomène d'absorption de la goutte d'eau dans le compact de semoule et ③ disparition totale de la goutte d'eau.

Il est difficile de mettre en évidence une variation de l'angle de contact initial en fonction de la taille des particules de semoule. Nous pouvons simplement dire que l'angle de contact est élevé : 60-70°. Ceci révèle que le mouillage de la semoule par l'eau met en œuvre une énergie importante. L'eau ne s'étale pas réellement.

V. CONCLUSION - PERSPECTIVES

A travers cette étude, nous avons mis en œuvre deux techniques différentes pour caractériser l'interaction de la semoule de blé dur avec l'eau. Nous avons montré que lors du mouillage de la semoule par l'eau, il n'y avait aucun étalement mais uniquement un phénomène d'absorption avec déformation. La mise en contact de la semoule et de l'eau s'accompagne surtout d'un gonflement des grains qui entrave ensuite toute pénétration de l'eau à travers les grains de semoule déjà hydratés.

Concernant les mesures d'angle de contact par goutte posée, les valeurs mesurées sont à prendre avec précaution. Certains auteurs (5) ont mis en évidence, par des observations en microscopie électronique à balayage, des modifications de surface lors de la compression des poudres. Un phénomène de plastification de surface des compacts peut entraîner des différences d'angle de contact. Il est alors parfois nécessaire de faire varier la force de compression pour avoir accès à un angle de contact représentatif de la poudre initiale (5). Un compromis est alors à trouver entre la porosité des compacts et les modifications de surface. Toutefois, les valeurs élevées d'angle de contact mesurées mettent en évidence que le mouillage de la semoule par l'eau met en jeu des énergies importantes.

Les difficultés rencontrées au cours de notre étude nous ont permis de mettre en évidence les limites des méthodes classiques d'étude des interactions solides/liquides dans leur application aux poudres alimentaires. Nous souhaitons maintenant poursuivre ces travaux en corrélant les résultats avec des analyses complémentaires de surface spécifique et de porosité en fonction de la taille des particules. Nous envisageons en particulier d'étudier l'influence du compactage de la semoule sur le mouillage. Concernant l'ascension capillaire, il serait intéressant de poursuivre les expériences avec d'autres liquides (purs ou en mélange) de polarités variables et non absorbés par la semoule. Ceci nous permettrait de différencier les effets capillaires des effets d'absorption.

REFERENCES

- (1) Buckton G., Contact angle, adsorption and wettability – A review with respect to powders, Powder Technology, 61, 237-249 (1990)
- (2) Pépin X., Blanchon S., Couarraze G., Powder dynamic contact angle measurements: Young contact angles and effectively wet perimeters, Powder Technology, 99, 264-271 (1998)
- (3) Washburn E.W., Phys. Rev., 17, 374 (1921)
- (4) Young T., Phil. Trans. Soc., 95, 65 (1805)
- (5) Buckton G., Newton J.M., Assessment of the wettability of powders by use of compressed powder discs, Powder Technology, 46, 201-208 (1986)
- (6) Link K.C., Schlünder E.U., A new method for the characterisation of the wettability of powders, Chem. Eng. Technol., 19, 432-437 (1996)