

INFLUENCE DES CONDITIONS DE GRANULATION DU MAÏS SUR LES CARACTÉRISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE SON AMIDON (1)

Christiane MERCIER et A. GUILBOT

*Station de Biochimie et Physico-chimie des céréales, I. N. R. A., C. E. R. D. I. A.,
91305 Massy*

RÉSUMÉ

L'influence respective des différents traitements intervenant au cours de la granulation du maïs-grain sur l'amidon de la céréale a été étudiée. Le broyage du maïs à travers une grille de 2 ou 7,5 mm n'altère que très faiblement le grain d'amidon et n'a que peu d'effet sur sa sensibilité aux amylases. De même, l'action de la vapeur d'eau pendant des durées de 1 à 3 minutes ne modifie pas sensiblement la structure du grain d'amidon. Par contre, après un traitement à la vapeur d'eau de 10 minutes, des grains d'amidon gonflent, se gélifient partiellement entraînant une augmentation du taux d'amidon endommagé mesuré par action de l' α -amylase. Par ailleurs, au cours de ce traitement hydro-thermique relativement long (10 mn), les enzymes amylolytiques propres au grain de maïs sont inhibées et l'amidon devient très facilement attaquable par l' α -amylase bactérienne.

L'effet dû à la pression reste cependant le plus important, durant la granulation, sur les modifications de l'amidon. L'influence de la vapeur d'eau pendant un temps très court ajoutée à celle de la pression accentue encore les altérations du grain d'amidon qui devient très sensible à l'amylolyse enzymatique.

Ces modifications de l'état physico-chimique de l'amidon peuvent expliquer l'amélioration de l'efficacité alimentaire du maïs granulé chez certains animaux.

INTRODUCTION

La granulation des céréales améliore généralement l'efficacité de l'aliment chez la volaille. Différentes hypothèses ont été émises pour expliquer cette amélioration (CALET, 1965). En particulier, plusieurs auteurs font intervenir l'influence du traitement sur la composition chimique des céréales et plus spécialement sur la

(1) Communication présentée au Symposium « Céréales et Amylacées » du Comité de Nutrition animale et humaine de la D. G. R. S. T., le 14-11-1962 à Paris.

fraction amylacée. C'est ainsi que d'après ALLRED, JENSEN et MCGINNIS (1956), la granulation altérerait et transformerait la composition chimique de certains éléments de la ration puisque des granulés préparés à partir de farine de maïs et rebroyés à la même granulométrie que cette dernière, possède une efficacité supérieure à celle de la farine de maïs non traitée.

Des expériences effectuées avec différentes céréales soumises à la granulation ont conduit ces mêmes auteurs (ALLRED *et al.*, 1957) et ARSCOTT, McCLUSKEY et PARKER (1958) à observer un effet plus efficace du traitement sur le maïs que sur l'orge et le blé. Or, GUILBOT et MERCIER (1962) ont confirmé *in vitro* la différence de sensibilité aux amylases des amidons selon l'origine botanique.

Par ailleurs, MERCIER, CHARBONNIÈRE et GUILBOT (1968), MERCIER (1971) ont montré l'influence de traitements technologiques sur les caractéristiques physico-chimiques du grain d'amidon et sur sa « digestibilité *in vitro* ».

C'est pourquoi, pour tenter d'expliquer les différences observées par BOLTON (1960) et CALET (1962) sur l'efficacité des maïs granulés chez la volaille, nous avons été conduits à préparer des échantillons de maïs ayant subi tout ou partie des traitements intervenant dans la granulation. Ces échantillons ont été examinés *in vitro* pour déterminer l'influence de ces traitements sur l'état de structure du grain d'amidon et sur sa sensibilité aux amylases.

MATÉRIEL, ET MÉTHODES

Matériel

Les essais ont porté sur un lot de maïs INRA 200 de la récolte 1960, dont l'analyse fourragère est indiquée dans le tableau 1.

TABLEAU I

Composition globale du maïs
(résultats exprimés en p. 100 de matière humide)

Eau	14,1
Matières minérales	1,42
Cellulose	1,98
Protéines (N \times 6,25)	9,3
Matières grasses	4,1
Extractif non azoté	69,2

Traitements

La préparation des échantillons par action des différents traitements est schématisée dans la figure 1.

Le broyage a été effectué au broyeur Forplex de façon à obtenir un produit traversant soit une grille d'ouverture 2 mm, soit une grille d'ouverture 7,5 mm. Les dimensions des particules, dans les 2 cas, se répartissent de la façon suivante (tabl. 2).

Les produits broyés ont été :

— soit granulés tels quels, à la presse de la Fabrique des Mélanges Alimentaires Expérimentaux de la Minière, en utilisant des filières de 2,5 et 10 mm ;

— soit traités à la vapeur pendant des temps respectifs de 1, 3 et 10 minutes, puis le cas échéant granulés avec les mêmes filières que celles précédemment décrites.

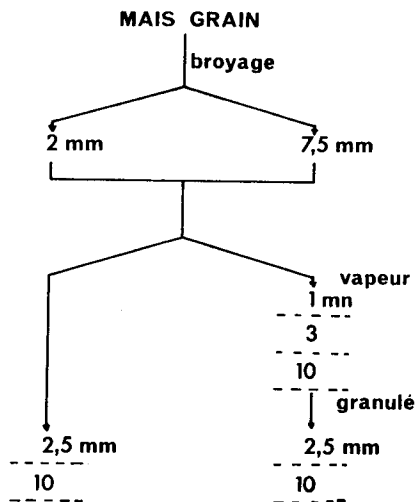


FIG. 1. — Technique de préparation des échantillons de maïs : broyage, temps de passage à la vapeur et granulation

TABLÉAU 2

Répartition des particules du maïs broyé
(résultats exprimés en p. 100 du maïs humide)

Dimension des particules en mm	Grille de 2 mm	Grille de 7,5 mm
> 0,8	9,3	56,5
0,8 > 0,5	22,9	20,5
< 0,5	67,0	20,0

Méthodes

— Examen au microscope optique Wild M-20 des produits en suspension dans l'eau pour apprécier l'état d'endommagement des grains d'amidon.

— Essais de solubilité en milieu aqueux et éthanolique.

a) Solubilité en milieux aqueux : agiter une quantité de produit correspondant à 2 g de substance sèche dans 40 ml d'une solution d'acide acétique à 0,5 p. 100 (pH = 2,8-3) pendant 150 minutes vers 20°C. Centrifuger à 0°C et déterminer sur une partie aliquote du liquide surnageant,

d'une part la substance sèche et d'autre part les glucides extraits par la méthode à l'antrone (TOLLIER, 1965).

b) *Solubilité en milieu éthanolique* : disperser une quantité de produit correspondant à 0,125 g de substance sèche dans 30 ml d'éthanol à 80 p. 100 contenant 1,25 p. 100 d'acide acétique ; maintenir en contact une nuit vers 0°C ; centrifuger à 0°C et déterminer, sur une partie aliquote la quantité de glucides extraits par la méthode à l'antrone.

— *Détermination du pourcentage d'amidon endommagé* par mesure de la proportion d'amidon attaquant par la β -amylase, sans empesage préalable. L'hydrolyse est effectuée dans les conditions suivantes : une suspension de produit à 2,5 p. 100, en milieu tampon acide acétique-acétate 50 mM (pH = 4,6), est placée en présence de β -amylase (NBC) (5 p. 100 par rapport au substrat) à 37°C et de toluène. Le glucose et les oligosides obtenus par hydrolyse sont déterminés après blocage en milieu éthanol 80 p. 100, acide acétique 2 p. 100, par la méthode à l'antrone.

— *Sensibilité à l' α -amylase de l'amidon des différents échantillons à l'état cru.*

La dégradation est effectuée à 37°C en milieu tampon phosphate 5 mM (pH = 6,9, optimum pour l' α -amylase bactérienne), en présence de merthiolate de Na à la dose de 1/10 000, afin d'éviter tout développement de micro-organismes. La concentration du substrat est de 2,5 p. 100 et celle de la préparation d' α -amylase bactérienne (MANN Research Laboratories à 2 500 U. SKB/g) de 3 p. 100 par rapport au substrat. Sur les prélèvements effectués en fonction du temps, l'activité est bloquée en milieu éthanol 80 p. 100, acide acétique 1,25 p. 100 et les glucides alcoolosolubles obtenus sont déterminés par la méthode à l'antrone.

— *Séparation chromatographique des produits d'hydrolyse.*

Dans certains cas, les oses et oligosides des extraits aqueux et alcooliques ont été séparés sur papier Whatman n° 1, en chromatographie descendante par développement pendant 48 h à 26°C, avec le solvant butanol, pyridine, eau (1. 1. 1.). Les différents oligosides ont été révélés par le réactif à la diphénylamine-aniline par chauffage à 80°C pendant 5 minutes (GIRI et NIGAM, 1953).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

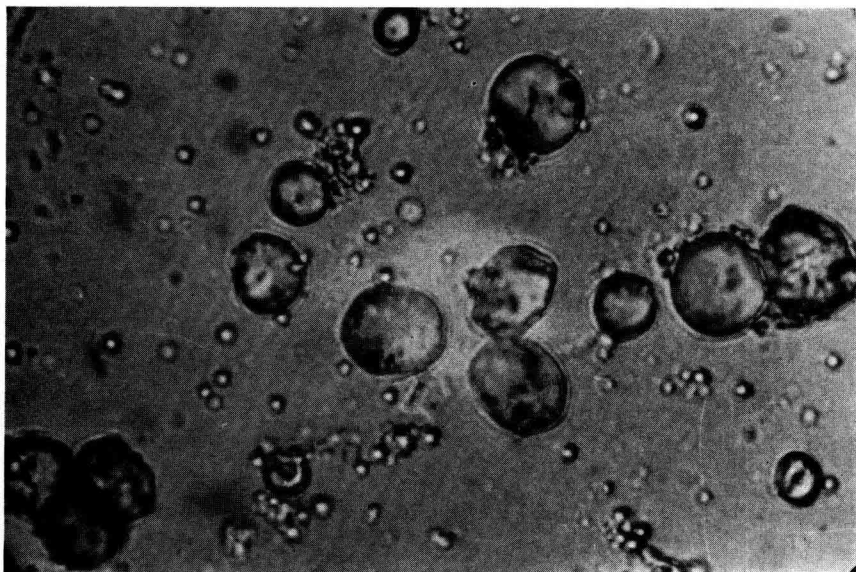
Examen microscopique

A l'examen microscopique (fig. 2), on observe que le broyage n'altère pas sensiblement la majorité des grains d'amidon., alors qu'après passage à la presse, certains grains sont fissurés et présentent un début de gonflement. Nous n'avons pas observé de différence lorsque le maïs broyé est soumis à la vapeur pendant 1 à 3 minutes ; par contre, après action de la vapeur pendant 10 minutes, les grains d'amidon gonflent très nettement dans l'eau et l'on conçoit facilement que le produit ainsi traité puisse se présenter sous forme d'une pâte épaisse et collante qui empêche la granulation.

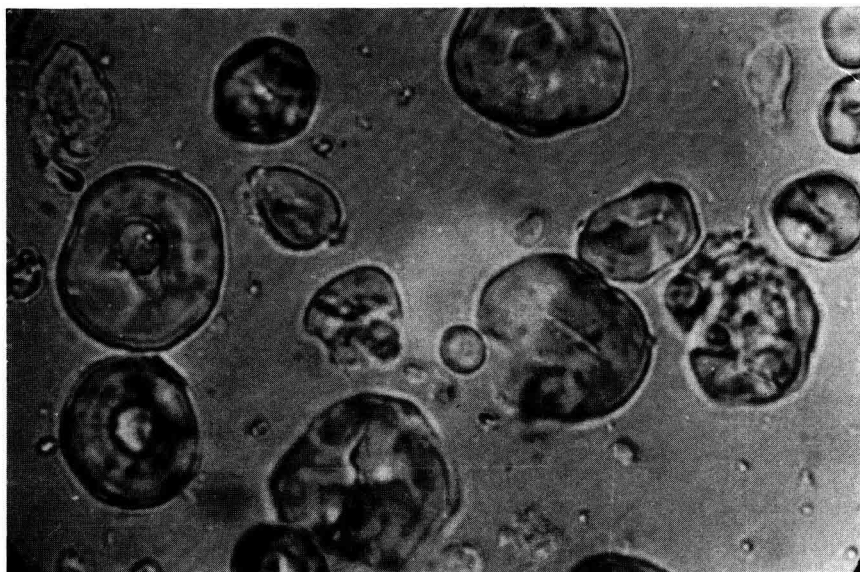
Essais de solubilité

La quantité de fraction hydrosoluble (tabl. 3) obtenue sur les produits traités est très comparable entre les différents échantillons et de l'ordre de 4,5 à 5 p. 100. La fraction glucidique hydrosoluble dosée à l'antrone est voisine de 2 p. 100, elle est légèrement supérieure pour les échantillons ayant subi les traitements « granulation » et « vapeur + granulation » et quantitativement voisine de la fraction glucidique éthanolosoluble.

Cependant l'examen chromatographique des produits d'hydrolyse permet de

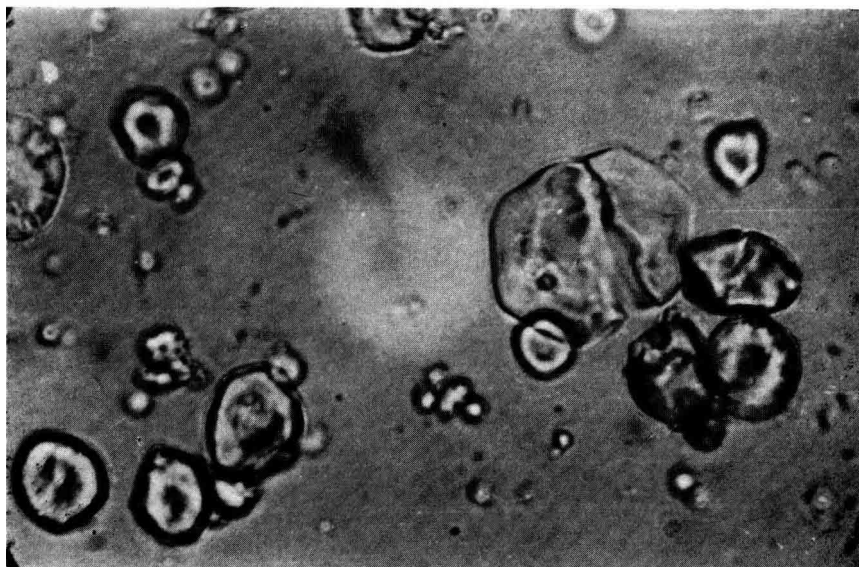


Maïs broyé 2 mm



Maïs broyé 2 mm et traité à la vapeur 10 mn

FIG. 2. — Observations au microscope optique des suspensions aqueuses des maïs traités
(agrandissement : $\times 300$)



Maïs broyé 2 mm et granulé 2,5 mm

Fig. 2. — Observations au microscope optique des suspensions aqueuses des maïs traités
(agrandissement : $\times 300$)

mettre en évidence des différences qualitatives entre les divers échantillons. On observe la présence des glucides préexistants dans le maïs témoin fructose, glucose, saccharose et raffinose — pour les échantillons étudiés : maïs broyé 2 mm, maïs broyé + granulé, maïs broyé + vapeur 10 minutes et maïs broyé + vapeur + granulé. Les échantillons ayant subi les traitements « granulation » et « vapeur + granulation » contiennent en plus, du maltose, du maltotriose et des oligosides supérieurs allant jusqu'à 9 unités glucose en chaînes, qui témoignent d'une dégradation de l'amidon.

TABLEAU 3

Influence du temps de traitement à la vapeur et de la pression du maïs broyé sur les fractions glucidiques hydro- et éthanolosolubles

(Résultats exprimés en g p. 100 de maïs sec)

Échantillons	Maïs broyé 2 mm	Maïs broyé 2 mm et granulé 2,5 mm	Maïs broyé 2 mm et traité vapeur 10 mn	Maïs broyé 2 mm, traité vapeur 1 mn et granulé 2,5 mm
Fraction hydrosoluble :				
totale	4,3	4,9	4,7	5,1
glucidique	1,9	2,4	2,2	2,6
Fraction éthanolosoluble :	2,3	3,6	1,8	2,8

Détermination du pourcentage d'amidon endommagé

Dans le cas des maïs broyés, le pourcentage d'amidon attaquable à la β -amylase (tabl. 4) est de l'ordre de 2 à 3,4 p. 100 ; il s'élève à 12,5 et 15,4 p. 100 après action de la granulation et à 24 et 28,3 p. 100 lorsqu'on fait agir la vapeur pendant 1 minute avant la granulation. Par contre, pour une raison que nous n'avons pas encore complètement élucidée, l'action de la vapeur pendant 10 minutes n'augmente que faiblement le pourcentage d'amidon endommagé mesuré par cette méthode (4,4 p. 100) ; ceci est dû soit au fait que les grains ne présentent pas de fissurations importantes, soit à un phénomène de rétrogradation, se produisant après action de la vapeur et qui gênerait l'attaque par la β -amylase.

TABLEAU 4

Comparaison des pourcentages d'amidon endommagé des maïs traités obtenus par deux méthodes enzymatiques

(Résultats exprimés p. 100 du maïs sec)

Échantillons	Maïs broyé		Maïs broyé granulé 2,5 mm		Maïs broyé traité vapeur 1 mn granulé 2,5 mm	
	2 mm	7,5 mm	Broyage 2 mm	Broyage 7,5 mm	Broyage 2 mm	Broyage 7,5 mm
β -amylolyse (48 h d'attaque)	3,4	2,05	15,4	12,5	24,3	28,3
β -amylolyse (1) $\times \frac{100}{60}$	5,7	3,4	25,7	20,8	40,5	47,2
α -amylolyse bactérienne (extrapolation au temps zéro)	5,0	2,0	30,0	23,5	37,0	43,5

(1) Compte tenu que la β -amylase ne transforme qu'environ 60 p. 100 de l'amidon en maltose, il convient de multiplier les chiffres obtenus par $\frac{100}{60}$ pour obtenir la quantité d'amidon lésé correspondant à l'extrapolation au temps zéro de la seconde partie de la courbe d' α -amylolyse.

Sensibilité à l' α -amylase

Le test de sensibilité des amidons à l' α -amylolyse montre que la finesse de broyage a peu d'influence sur l'état de dégradation de l'amidon (fig. 3 a). En effet, on n'obtient qu'une différence de 3 p. 100 selon que le maïs a été broyé à la grille de 2 ou de 7,5 mm et dès le début de l'amylolyse, l'attaque s'effectuant ensuite à la même vitesse. Ceci indique que, dans ces échantillons, les différences de sensibilité des amidons à l'action de l' α -amylase proviennent de la proportion d'amidon endommagé par le traitement ; le reste de l'amidon ayant une vitesse d'attaque très comparable dans tous les cas.

Si l'on étudie l'action du seul traitement à la vapeur sur le produit broyé (fig. 3 *b*), ce n'est qu'après 10 minutes de traitement qu'on observe une nette différence.

Par contre (fig. 3 *c*) plus le diamètre des granulés obtenus est petit, plus grande est la sensibilité à l'amyolyse, sans doute en raison de la pression nécessaire pour faire passer le produit à travers la filière et aussi de l'échauffement qui en résulte.

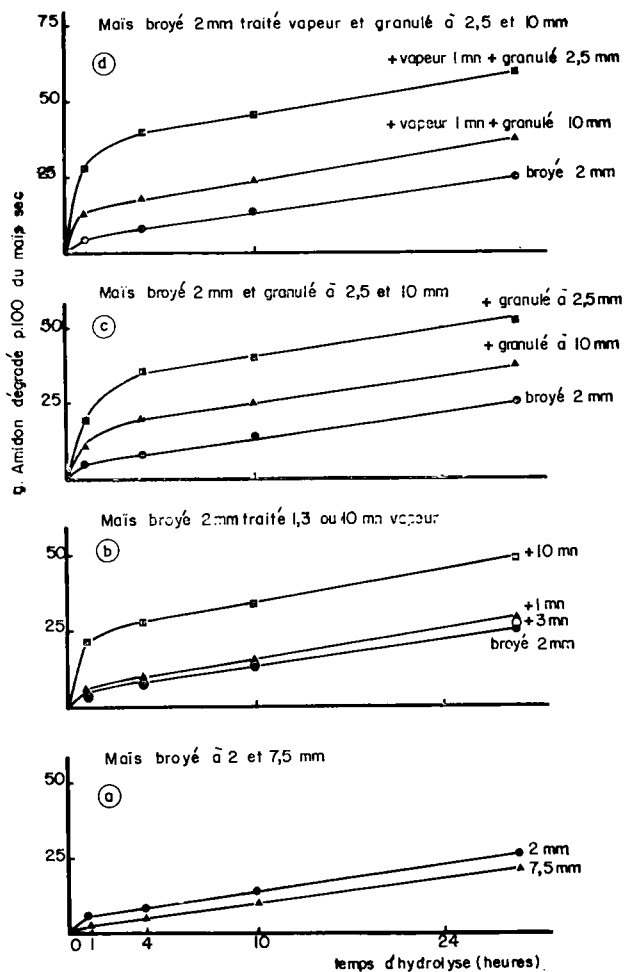


FIG. 3. — α -amyolyses des maïs traités

a : broyage 2 et 7,5 mm ;

b : temps de passage à la vapeur (1,3 et 10 mn) ;

c : granulation 2,5 et 10 mm ;

d : passage à la vapeur 1 minute puis granulation à 2,5 et 10 mm.

Lorsqu'on examine la résultante de ces différentes actions (fig. 3 *d*), on retrouve les mêmes observations : c'est de loin l'action de la pression qui est la plus importante, que l'on opère avec ou sans traitement à la vapeur dans les limites précisées.

Remarquons en outre, que dans la limite des erreurs expérimentales possibles, l'estimation du pourcentage d'amidon endommagé effectuée par action à la β -amylase ou par celle de l' α -amylase extrapolée au temps zéro, aboutit sensiblement aux mêmes résultats (tabl. 4).

Dans les expériences d' α -amylolyse ainsi effectuées, il convient de remarquer qu'au cours de l'hydrolyse, il y a à la fois possibilité d'action de l'amylase ajoutée au milieu et des enzymes amylolytiques existant préalablement dans le grain. Nous avons examiné quelle pouvait être l'importance de l'action de ces dernières en effectuant une hydrolyse dans les mêmes conditions, mais sans addition d'amylase bactérienne.

On observe ainsi que l'action des enzymes amylolytiques du grain (tabl. 5) reste faible par rapport à celle de l' α -amylase ajoutée, mais il est intéressant de noter que l'on retrouve pour le maïs broyé, le maïs granulé et le maïs granulé après action de la vapeur pendant 1 minute, le même classement vis-à-vis de la sensibilité à l'amylolyse que celui précédemment obtenu.

Par contre, après action de la vapeur pendant 10 minutes, on n'obtient qu'une très faible dégradation amylolytique, l'activité des enzymes ayant été en grande partie détruite, ainsi que nous l'avons vérifié par la détermination de l'activité amylosique dans les échantillons.

TABLEAU 5

Détermination de l'activité amylolytique initiale des maïs traités
(Résultats exprimés en g amidon dégradé p. 100 maïs sec)

Échantillons	Maïs broyé 2 mm	Maïs broyé 2 mm et granulé 2,5 mm	Maïs broyé 2 mm et traité vapeur 10 mn	Maïs broyé 2 mm traité vapeur 1 mn et granulé 2,5 mm
Après 24 heures d'hydrolyse	0,9	5,2	1,0	6,8

CONCLUSION

L'examen des échantillons de maïs ayant subi tout ou partie des traitements intervenant au cours de la granulation a permis de montrer que le broyage ne modifie pas sensiblement la structure et les caractéristiques physico-chimiques de la majorité des grains d'amidon.

Par contre, l'action de la pression et son accentuation par un traitement préalable du produit à la vapeur, correspondent à ce qui a déjà été observé sur des amidons extraits soumis à l'effet de la seule pression (MERCIER, CHARBONNIÈRE et GUILBOT, 1968). Les grains d'amidon, ainsi altérés, sont plus rapidement attaqués à l'état cru par l' α -amylase bactérienne ; une fraction importante de l'amidon

(40 à 45 p. 100) est même dégradée par la β -amylase. Ces faits témoignent d'une plus grande sensibilité à l'hydrolyse enzymatique, de l'amidon du maïs granulé, sans qu'il soit actuellement possible de faire la part de l'action mécanique et d'une action thermique résultant de ce traitement ; le traitement par pression nécessaire à la granulation a un effet plus important que celui du seul traitement à la vapeur.

Dans certains cas, un début d'amylolyse peut même s'effectuer dans le maïs granulé sous l'action des amylases du grain.

Il serait cependant prématuré de généraliser les résultats obtenus à tous les produits amylicés, du fait de la présence des lipides du maïs (4 p. 100) qui sont susceptibles de faciliter son passage à travers la presse.

De toute façon, on conçoit que les modifications de l'état physico-chimique de l'amidon puissent avoir des répercussions sur l'utilisation des produits granulés par les animaux.

Reçu pour publication en avril 1974.

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier M. C. CALET de l'I. N. R. A. pour sa collaboration dans ce travail, ainsi que le personnel de la Fabrique de Mélanges Alimentaires Expérimentaux de La Minière (I. N. R. A.) pour leur participation à la préparation des maïs granulés.

Ce travail a été réalisé grâce à une subvention de la Délégation Générale à la Recherche Scientifiques et Technique, Convention 61 FR 198.

SUMMARY

EFFECT OF PELLETING PROCESSING OF MAIZE ON THE PHYSICO-CHEMICAL CHARACTERISTICS OF STARCH

The effect of the different steps during pelleting of maize on starch has been studied. The grinding of maize with 2 or 7.5 mm screens only slightly alters the starch granule and does not significantly affect its susceptibility to amylases. Similarly, the water-steam action for 1 and 3 minutes does not modify the starch granule structure. Conversely, after 10 minutes, the starch granules swell, partly gelatinize leading to a marked increase of the damaged starch fraction. Furthermore, during the 10 minutes hydrothermic treatment, the amylolytic enzymes from maize are inactivated and starch becomes very easily degradable by bacterial α -amylase.

During pelleting, the pressure has the most important effect on starch modification. The influence of water-steam during a short time added to pressure increases the alteration of the starch granule which becomes very susceptible to enzymes.

These physicochemical alterations of starch, observed during pelleting of maize, can explain the nutritive improvement of the cereal for animal feeding.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ALLRED J. B., FRY R. E., JENSEN L. S., MCGINNIS J., 1957. Studies with chicks on improvement in nutritive value of feed ingredients by pelleting. *Poultry Sci.*, **36**, 1284-1289.
- ALLRED J. B., JENSEN L. S., MCGINNIS J., 1956. Studies on the growth promoting effect induced by pelleting feed. *Poultry Sci.*, **35** (Abst.) 1130-30.

- ARSCOTT G. H., McCLUSKEY W. H., PARKER J. E., 1958. The use of barley in high-efficiency broiler rations. II. Effect of stabilized animal fat and pelleting on efficiency of feed utilization and water consumption. *Poultry Sci.*, **37**, 117-123.
- BOLTON W., 1960. The digestibility of mash and pellets by chicks. *J. Agric. Sci.*, **55**, 141-142.
- CALET C., 1962. Influence des conditions de granulation du maïs sur sa valeur alimentaire. Rapport présenté au symposium *Céréales et Amylacées* de la D. G. R. S. T., 14 novembre 1962, Paris.
- CALET C., 1965. The relative value of pellets versus mash and grain in poultry nutrition. *World Poultry Sci. J.*, **21**, 23-52.
- GIRI K. V., NIGAM V. N., 1953. Separation of simple saccharides and oligosaccharides by circular paper chromatography. *Naturw.*, **40**, 343-344.
- GUILBOT A., MERCIER C., 1962. Répercussions, sur la digestibilité de l'amidon, des modifications de sa structure physico-chimique au cours de ses transformations technologiques. *Ind. Alim. Agr.*, **79**, 939-947.
- MERCIER C., CHARBONNIÈRE R., GUILBOT A., 1968. Influence d'un traitement par pression sur la structure granulaire de différents amidons et sur leur sensibilité aux enzymes. *Die Stärke*, **20**, 6-11.
- MERCIER C., 1971. Effects of various U. S. grain processes on the alteration and the *in vitro* digestibility of starch granule. *Feedstuffs*, **43** (49), 33-34.
- TOLLIER M. Th., 1965. *Contribution à l'étude du rayonnement γ sur les caractères physico-chimiques de l'amidon et sa sensibilité aux amylases*. Thèse Ingénieur C. N. A. M., Paris.
-