



HAL
open science

Influence des paramètres du procédé et des composants de la farine de blé sur la formation du réseau de gluten et son extraction

Frédéric Baudouin

► **To cite this version:**

Frédéric Baudouin. Influence des paramètres du procédé et des composants de la farine de blé sur la formation du réseau de gluten et son extraction. Génie des procédés. Montpellier SupAgro, 2012. Français. NNT : 2012NSAM0007 . tel-04007068

HAL Id: tel-04007068

<https://theses.hal.science/tel-04007068>

Submitted on 27 Feb 2023

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.

ACADEMIE DE MONTPELLIER



THESE

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DU CENTRE INTERNATIONAL D'ETUDES SUPERIEURES EN
SCIENCES AGRONOMIQUES DE MONTPELLIER**

Formation doctorale : Biochimie, Chimie et Technologie des aliments
Ecole doctorale : Sciences des Procédés – Sciences des Aliments

Frédéric Baudouin

**Influence des paramètres du procédé et des composants de
la farine de blé sur la formation du réseau de gluten et son extraction**

JURY

Philippe Bohuon	MCF (HDR), IRC/SupAgro, Montpellier	Examineur
Guillaume Delaplace	MCF (HDR), INRA, Lille	Examineur
Sofie Frederix	Ingénieur de Recherches, TEREOS, Aalst	Examineur
Jacques Guéguen	Directeur de Recherches, INRA, Nantes	Rapporteur
Alain Le Bail	Professeur, ONIRIS, Nantes	Rapporteur, Président du jury
Marie-Hélène Morel	Directeur de Recherches, INRA, Montpellier	Directeur de thèse

ACADEMIE DE MONTPELLIER



THESE

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DU CENTRE INTERNATIONAL D'ETUDES SUPERIEURES EN
SCIENCES AGRONOMIQUES DE MONTPELLIER**

Formation doctorale : Biochimie, Chimie et Technologie des aliments
Ecole doctorale : Sciences des Procédés – Sciences des Aliments

Frédéric Baudouin

**Influence des paramètres du procédé et des composants de
la farine de blé sur la formation du réseau de gluten et son extraction**

JURY

Philippe Bohuon	MCF (HDR), IRC/SupAgro, Montpellier	Examineur
Guillaume Delaplace	MCF (HDR), INRA, Lille	Examineur
Sofie Frederix	Ingénieur de Recherches, TEREOS, Aalst	Examineur
Jacques Guéguen	Directeur de Recherches, INRA, Nantes	Rapporteur
Alain Le Bail	Professeur, ONIRIS, Nantes	Rapporteur, Président du jury
Marie-Hélène Morel	Directeur de Recherches, INRA, Montpellier	Directeur de thèse

Je tiens à remercier pour leur participation à ce projet de thèse :

Hugo de Vries, directeur de l'UMR IATE, de m'avoir accueilli au sein de l'UMR ;

Marie-Hélène Morel, d'avoir dirigé cette thèse ;

La société **TEREOS**, partenaire industriel de ce projet, et notamment **Sofie Frederix**, **Andreas Redl**, **Brecht Vanlerberghe**, **Anne Wagner**.

L'ensemble des **membres du jury** d'avoir accepté d'examiner ce travail de thèse ;

La société **MAES** d'avoir mis gracieusement à notre disposition le « Gluten Peak Tester » ;

Champagne Céréales, pour nous avoir fourni gracieusement la plupart des lots de blé étudiés dans ce projet ;

L'ensemble des membres de **l'UMR IATE** de m'avoir accueilli pendant la durée de ce projet ; **Joëlle Bonicelle**, **Thérèse-Marie Lassere** et **Aurélie Putois** pour leur excellent appui technique; **Taileah Nogueira** pour son application lors de sa participation à ce projet.

Sommaire

Sommaire	9
Liste des abréviations	15
Liste des Figures	21
Liste des Tableaux	27
 Introduction	 31
 I Synthèse bibliographique	 37
 IA. Extraction et utilisation du gluten	 39
IA1 Structure et fonctionnalité des protéines du blé	39
(a) Classification	39
(b) Organisation des protéines dans le gluten	42
IA2 Procédés d'extraction du gluten	44
IA3 Le développement du gluten au cours du mélange	46
(a) Evolution rhéologique	47
(b) Transformations microscopiques	48
(c) Transformations moléculaires	49
(d) Réversibilité du développement du gluten	50
 IB. Impact des conditions de mélange sur l'extraction du gluten	 52
IB1 Effets individuels des paramètres du procédé	52
IB2 Modélisations des effets des paramètres du procédé	54
IB3 Impact des conditions de mélange sur l'extraction et la composition du gluten extrait	58
 IC. Impact de la farine sur le développement et l'extraction du gluten	 59
IC1 Impact des constituants de la farine	59
(a) Protéines	62
(b) Arabinoxylanes.....	62
(c) Amidons	64
(d) Lipides	64
IC2 Analyses technologiques d'appréciation de la qualité des farines	65
(a) Tests de développement	65
(b) Tests de déformation	66
 II Matériels et Méthodes	 69
 IIA. Obtention et caractérisation des farines	 71
IIA1 Description des blés et des farines utilisées	71
IIA2 Analyse biochimique des farines.....	72
IIA3 Analyse des protéines par SE-HPLC	75
IIA4 Génotypage des gluténines de haut poids moléculaire par SDS-PAGE	77
IIA5 Corrélations entre composants parmi les farines étudiées	77
IIA6 Analyse technologique des farines	78

II B. Développement du réseau de gluten et extraction du gluten au Plastographe.....	80
IIB1 Formation du réseau de gluten	80
IIB2 Extraction du gluten	83
IIB3 Analyse du gluten extrait.....	83
IIB4 Caractérisation des farines avec le Plastographe.....	83
(a) Paramètres caractéristiques du développement du gluten.....	84
(b) Paramètres caractéristiques de l'évolution de la viscosité des pâtes.....	84
II C. Développement avec le Gluten Peak Tester	85
II D. Analyses détaillées des farines.....	88
III Résultats	97
III A. Réalisation d'un modèle général pour le développement du gluten	103
III A1 Effets des paramètres du procédé sur le développement du réseau de gluten....	103
(a) Farines utilisées	106
(b) Influence du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur l'évolution de la viscosité des pâtes	107
(c) Relation entre les conditions de mélange et le temps de développement du réseau de gluten.....	109
(d) Interprétation de l'énergie mécanique spécifique « intrinsèque ».....	112
(e) Interprétation de la puissance seuil	115
(f) Impact des conditions de mélange sur les caractéristiques du gluten isolé....	120
III A2 Mise en évidence d'un phénomène de développement temporel du gluten.....	129
(a) Caractéristiques de la farine employée.....	130
(b) Mise en évidence d'une réaction temporelle de développement du gluten et prédiction de sa durée.....	132
(c) Relation entre la réaction de maturation et la teneur en Fi du gluten.....	137
(d) Impacts de différents additifs sur la réaction de maturation	140
III B. Impact de la composition biochimique de la farine	149
III B1 Impact de la composition biochimique de la farine sur le développement du gluten et son extraction	149
(a) Analyse des farines et des glutens extraits	151
(b) Facteurs impliquant le développement du gluten.....	157
(c) Quantité de protéines récupérée	165
(d) Caractéristiques du gluten obtenu	168
III B2 Déterminisme physico-chimique de la viscosité des suspensions farine/eau	175
(a) Méthodologie et farines utilisées.....	177
(b) Evolution de la viscosité avec le rapport eau/farine.....	177
(c) Impact de la composition des farines sur la viscosité	180
(d) Discussion	184

IIIC. Tests technologiques prédictifs du comportement des farines.....	191
IIIC1 Potentiel d'utilisation du Gluten Peak Tester pour la détermination des paramètres caractéristiques du développement du gluten.	195
(a) Caractérisation du développement du gluten avec le Gluten Peak Tester	196
(b) Impact des conditions de mélange sur le torque de latence, t_{pic} et l'EMS	199
(c) Application à la détermination de la demande en énergie et à la viscosité des farines	203
IIIC2 Comparaison de différents dispositifs mesurant les propriétés des farines.....	207
(a) Etude de corrélations entre les paramètres issus de différents tests technologiques et la composition biochimique des farines.	208
(b) Viscosité de la pâte.....	211
(c) Caractéristiques du développement du réseau de gluten.....	213
(d) Paramètres de l'Alvéographe	215
(e) Détermination de la qualité boulangère de la farine à l'aide du Gluten Peak Tester	217
 IV Discussion générale.....	 221
IVA. Contrôle du procédé.....	223
IVA1 Adaptation du procédé à la farine	223
IVA2 Contrôle de la qualité du gluten extrait	225
IVB. Mesure de la « qualité amidonnaire » des farines	226
IVB1 Analyse par composantes principales de la qualité des farines.....	226
IVB2 Détermination de méthodes rapides de qualification de la qualité des farines ..	232
IVC. Implications sur l'étude des mécanismes de développement du gluten	234
 V Conclusions et perspectives.....	 237
Références bibliographiques.....	243
Travaux relatifs à cette étude.....	261

Liste des abréviations

Analyses biochimiques :

al + gl	albumines et globulines
AX	arabinoxylanes
AX _{ins}	arabinoxylanes insolubles dans l'eau
AX _{sol}	arabinoxylanes solubles dans l'eau
AX _T	arabinoxylanes totaux
AE	amidons endommagés
b.h.	base humide
b.s.	base sèche
cd	Taux de cendres
Fi	fraction des gluténines insolubles dans le SDS
Fx	fractions de protéines solubles dans le SDS x définie par SE-HPLC
glu.	gluténines ;
gli.	gliadines ;
glu./gli.	rapport gluténines/gliadines.
GMP	glutenin macro polymer (macro-polymère de gluténine)
hum.	Humidité
HMW-GS	high molecular weight glutenin subunit (sous-unité gluténine de haut poids moléculaire)
LMW-GS	low molecular weight glutenin subunit (sous-unité gluténine de faible poids moléculaire)
MS	matière sèche
NEMI	N-ethylmaléimide
P	protéines
Rdt	rendement d'extraction des protéines rapporté à la masse de farine
RPG	rendement d'extraction des protéines dans le gluten rapporté à la masse de protéines mise en œuvre dans la farine
SDS	sodium dodecyl sulfate (dodécylsulfate de sodium)
SE-HPLC	size exclusion high pressure liquid chromatography (chromatographie liquide haute pression d'exclusion stérique)
UPP	unextractable polymeric protein (résidu de protéines polymériques non extractibles dans le SDS)

Analyses au Plastographe et au Gluten Peak Tester Brabender :

E/F	rapport eau/farine
E/F _{5 Pa.s}	rapport eau/farine pour une viscosité de 5 Pa.s
E/F _{20 Pa.s}	rapport eau/farine pour une viscosité de 20 Pa.s
E	EMS intrinsèque
EMS	énergie mécanique spécifique
GPT	Gluten Peak Tester
N	vitesse de mélange
P	puissance dépensée lors du mélange
P _{seuil}	puissance seuil
t	temps
t _{pic}	temps de pétrissage nécessaire à l'obtention de l'optimum de développement de la pâte
U.B.	unités Brabender
U.A.	unités arbitraires
Γ	couple
$\Gamma_{latence}$	couple durant la phase de latence
η	viscosité apparente de la pâte

Analyses à l'Alvéographe Chopin :

G	gonflement (« élasticité ») à l'alvéographe (unité)
IE	Indice d'élasticité à l'alvéographe
P	pression maximale (« tenacité ») à l'alvéographe
P/L	rapport tenacité / extensibilité à l'alvéographe
W	travail de déformation (« force boulangère ») à l'alvéographe

Analyses au Farinographe Brabender :

BU	Brabender unit (unités brabender)
DDT	Temps de développement au Farinographe
DS	Degré d'affaiblissement au Farinographe
DS ICC	Degré d'affaiblissement ICC au Farinographe
FQN	« Farinograph Quality Number »

S	Stabilité au Farinographe
WAM	Absorption d'eau rapportée à l'humidité de la farine pour une consistance maximale à 500 U.B. au Farinographe

Paramètres statistiques :

CV	coefficient de variations
E.T	écart-type
Moy	moyenne ;
n	nombre d'essai
r	Coefficient de corrélation linéaire
R ²	Coefficient de détermination
Signif.	seuil de significativité
SCER	somme des carrés des écarts relatifs

Liste des Figures

Fig. I.1. Composition des protéines de blé: rapprochement entre les classifications d'Osborne (1907) et de Shewry et al. (1986) et par SE-HPLC.....	41
Fig. I.2. Modèle "loop-and-train" proposé par Belton (1999) pour décrire la structure du gluten. Schéma tiré de Auger (2008).	42
Fig. I.3. Modèle de la structure du gluten proposé par Shewry et al. (Shewry, Popineau et al. 2001).....	43
Fig. I.4. Modèle "hyper-aggregation" proposé par Hamer et van Vliet (2000) pour décrire la structure du gluten.	44
Fig. I.5. Exemple d'évolution du couple au cours du mélange avec le Farinographe (a, pâte consistante) et le Plastographe (b, pâte diluée).	47
Fig. I.6. Transformations des particules de protéines pendant la formation du réseau de gluten. Tiré des travaux d'Auger (Auger 2008) pour un rapport eau / farine de 0,75 (b.h.).....	49
Fig. I.7 Relation entre la vitesse de mélange, la durée de développement et l'EMS avec un Farinographe.....	55
Fig. I.8. Relation entre la consistance de la pâte et le temps de développement de la pâte.	56
Fig. I.9. Relation entre le produit ($\Gamma_{\text{latence}} \times N$) et l'inverse du temps de développement pour trois farines.	57
Fig. II.1. Distribution des taux de cendres (a) et des teneurs en eau (b) des farines.	72
Fig. II.2. Distribution des teneurs en amidons endommagés (a), en protéines (b) et en arabinoxyanes solubles (c) et totaux (d) des farines.	74
Fig. II.3. Fractions F ₁ à F ₅ définies sur le profil d'éluion de l'extrait soluble en SDS (a) et fraction F _i définie sur le profil d'éluion de l'extrait soniqué (b). Farine Dinosaur 2008. .	76
Fig. II.4. Distribution des teneurs en protéines polymériques non extractibles (UPP) (a) et des rapports gluténines/gliadines (b) des farines.	77
Fig. II.5. Distribution du travail de déformation W (a) et du rapport P/L (b) des farines.	79
Fig. II.6. Dispositif de développement et d'extraction du gluten.	80
Fig. II.7. Exemple de courbe d'évolution du couple pendant le mélange avec le mélangeur Plastographe.	81
Fig. II.8. Gluten Peak Tester (a) et détail de la pale utilisée (b).	85
Fig. II.9. Evolution du couple pendant le mélange avec le GPT (variété <i>Camp Remy</i>).....	86
Fig. III.1. Effet du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur la viscosité de la pâte pendant la phase de latence et lorsque le réseau est formé pour Sankara et Premio.	108
Fig. III.2. Relations entre la puissance de mélange pendant la phase de latence et le temps de développement pour les variétés Sankara et Premio.	110
Fig. III.3. Relation entre la puissance de mélange et l'EMS pour les variétés Sankara et Premio.	113
Fig. III.4. Phénomène d' « unmixing ». Evolution du couple (♦) et de l'UPP (+) au cours du mélange et prise d'image associée. Les prises d'image sont des carrés de 1 cm x 1 cm.	118
Fig. III.5. Rendement en protéines du gluten, teneur en protéines et UPP du gluten en fonction de la puissance de mélange pour les variétés Sankara et Premio.	122
Fig. III.6. Teneurs récupérées des différentes fractions de protéines.	124
Fig. III.7. Evolution de l'EMS dépensée (●) et du Fi du gluten (∇) en fonction de la puissance de mélange (Variété Haussmann).	131
Fig. III.8. Courbes de développement et EMS dépensées pour le développement d'une pâte Haussmann avec un mélange continu et avec différentes périodes d'arrêt.	132

Fig. III.9. Prédiction de la durée de mélange utile et de la durée de repos en fonction de la puissance spécifique pour la variété Caphorn 2008.	135
Fig. III.10. Impact de l'arrêt du mélange sur la recouvrance de Fi dans le gluten.	138
Fig. III.11. Relation entre la puissance de mélange (a), le nombre de tour de pale (b) et l'EMS (c) et la teneur en Fi dans le gluten.	139
Fig. III.12. Impact de l'addition de NEMI sur les courbes de développement du gluten et sur l'EMS associée avec la farine Haussmann.	141
Fig. III.13. Impact de l'addition de dimédone sur les courbes de développement du gluten et sur l'EMS associée.	144
Fig. III.14. Variations des paramètres E et P_{seuil} pour le pool de farine de l'étude.	158
Fig. III.15. Relation entre l'UPP des farines et l'EMS intrinsèque E.	160
Fig. III.16. Relation entre l'UPP des farines et la puissance seuil P_{seuil}	162
Fig. III.17. Relation entre l'UPP des farines, l'EMS intrinsèque et la puissance seuil.	163
Fig. III.18. Relation entre la teneur en protéines de la farine et la masse de protéines extraites dans le gluten pour 100g de farine (rendement d'extraction).	165
Fig. III.19. Relation entre la somme (albumines + globulines) et la teneur en arabinoxylanes solubles des farines avec le rendement en protéines récupérées dans le gluten (RPG).	166
Fig. III.20. Relation entre l'UPP initiale des farines et l'UPP maximale des glutens associés.	169
Fig. III.21. Relation entre le ratio gluténines / gliadines des farines et le ratio gluténines / gliadines moyen des glutens associés.	170
Fig. III.22. Evolution de la viscosité avec le rapport eau/farine pour quatre farines.	178
Fig. III.23. Comparaison des gammes d'E/F correspondant à une viscosité comprise entre 5 et 20 Pa.s.	180
Fig. III.24. Résidus pour les différentes farines pour les viscosités de 5 Pa.s (a) et 20 Pa.s (b).	182
Fig. III.25. Modélisation de l'évolution de $\ln(\eta)$ (a) et η (b) avec E/F et en relation avec les points expérimentaux pour trois farines.	183
Fig. III.26. Contributions des composants ($\epsilon \times [\text{teneur}]$) sur E/F pour 5 Pa.s (a) et 20 Pa.s (b).	185
Fig. III.27. Répartition des effets des composants de 5 Pa.s (a) et 20 Pa.s (b).	186
Fig. III.28. Evolution du couple pendant le mélange avec le GPT (variété <i>Camp Remy</i>) et prise d'image associée. Les protéines du blé apparaissent colorées en noir.	197
Fig. III.29. Evolution du couple pendant le mélange (variété <i>Camp Remy</i> 2006) – 4 répétitions.	198
Fig. III.30. Evolution du couple pendant la latence (\circ) et du temps de développement (\bullet) du gluten avec le rapport eau/farine (a) et la vitesse de mélange (b).	200
Fig. III.31. Evolution de t_{pic} et de $1/t_{pic}$ avec la puissance de mélange au GPT pour différentes vitesses de mélange et rapports E/F.	201
Fig. III.32. Evolution de l'EMS avec P pour différentes vitesses de mélange et E/F.	202
Fig. III.33. Relation entre Γ_{GPT} et $E/F_{5Pa.s,Plastographe}$ (a) et entre EMS_{GPT} et l'EMS intrinsèque au Plastographe (b).	203
Fig. III.34. Relation entre la teneur en protéines des farines et la durée de développement au Farinographe.	214
Fig. III.35. Relation entre la quantité de gluténines insolubles dans le SDS dans la farine et la force boulangère.	215
Fig. III.36. Relation entre la teneur en gluténines insolubles dans le SDS et l'indice d'élasticité.	216

Fig. III.37. Relations entre le couple de latence au GPT et l'absorption d'eau et entre l'élévation du couple au GPT et la force boulangère.	218
Fig. IV.1. Répartition des farines selon $E/F_{5Pa.s}$ et l'EMS intrinsèque au Plastographe.	224
Fig. IV.2. Positionnement des farines vis à vis du couple et de l'EMS avec le GPT.	224
Fig. IV.3. Contributions des variables à l'axe F1 de l'ACP des farines	227
Fig. IV.4. Contributions des variables à l'axe F2 de l'ACP des farines	227
Fig. IV.5. Analyse par composantes principales des facteurs discriminants des farines	229
Fig. IV.6. Répartition des farines sur les axes F1 et F2 de l'ACP	229
Fig. IV.7. Classement des farines selon leur couple pendant la latence et leur EMS avec le Gluten Peak Tester	232

Liste des Tableaux

Tableau I.1. Paramètres impactant le développement de la pâte et l'extraction du gluten.	53
Tableau I.2. Paramètres biochimiques impactant le développement de la pâte et l'extraction du gluten.	60
Tableau II.1. Caractéristiques moyennes des moutures et des farines produites.	71
Tableau II.2. Composition biochimique moyennes des farines.	73
Tableau II.3. Caractéristiques moyennes des farines par SE-HPLC.	76
Tableau II.4. Composition moyennes des farines selon la classification d'Osborne.	76
Tableau II.5. Répartitions des variétés de blé utilisées selon les types 2/12 et 5/10.	77
Tableau II.6. Corrélations entre composants pour les 40 farines de l'étude.	78
Tableau II.7. Moyennes des analyses des farines à l'Alvéographe.	79
Tableau II.8. Moyennes des analyses des farines au Farinographe.	79
Tableau II.9. Caractéristiques détaillées des farines après mouture.	88
Tableau II.10. Composition biochimique détaillée des farines.	89
Tableau II.11. Analyses détaillées des protéines par SE-HPLC.	90
Tableau II.12. Répartition des protéines des farines selon la classification d'Osborne.	91
Tableau II.13. Analyses détaillées des farines à l'Alvéographe.	92
Tableau II.14. Analyses détaillées des farines au Farinographe.	93
Tableau II.15. Analyses détaillées des farines au Plastographe.	94
Tableau II.16. Analyses détaillées des farines au Gluten Peak Tester.	95
Tableau III.1. Caractéristiques des farines utilisées.	106
Tableau III.2. Paramètre de la modélisation selon la relation (10) de l'évolution de t_{pic} avec P pour les variétés Sankara et Premio.	111
Tableau III.3. Comparaison de différentes modélisations des effets de la viscosité et de la vitesse de mélange sur t_{pic}	115
Tableau III.4. Composition des farines en gluténines, gliadines et (albumines + globulines).	125
Tableau III.5. Composition moyenne des glutens en gluténines, gliadines et (albumines + globulines).	125
Tableau III.6. Caractéristiques de la farine Haussmann.	130
Tableau III.7. EMS intrinsèque et puissance seuil de la farine Haussmann.	130
Tableau III.8. EMS intrinsèque et puissance seuil de la farine Caphorn.	135
Tableau III.9. t_{pic} , durée de mélange et EMS dépensées expérimentalement pour développer la farine Caphorn à trois valeurs de puissances spécifiques – Mélanges continus.	136
Tableau III.10. t_{pic} , durée de mélange et EMS dépensées expérimentalement pour développer la farine Caphorn à trois valeurs de puissances spécifiques – Mélanges incluant des périodes d'arrêts.	136
Tableau III.11. EMS intrinsèques et puissances seuils des farines Sankara 2008, Caphorn 2008 et A24.	142
Tableau III.12. Effet du NEMI sur plusieurs farines.	142
Tableau III.13. Tests de significativité de la relation (10)	152
Tableau III.14. EMS intrinsèques et puissances seuils pour les 40 farines de l'étude	153
Tableau III.15. Caractéristiques moyennes de l'extraction.	155
Tableau III.16. Coefficients de corrélation entre la composition biochimiques des farines et leurs caractéristiques de développement (E , P_{seuil}) et du gluten isolé	156
Tableau III.17. Tests de significativité de la corrélation linéaire entre E/F et $\ln(\eta)$	179
Tableau III.18. Effets calculés des différents constituants à 5 et 20 Pa.s.	181

Tableau III.19. Prédiction d'E/F pour 5 Pa.s et 20 Pa.s à partir d'un nombre restreint de facteurs	187
Tableau III.20. Moyennes, écart-types et coefficients de variations pour les paramètres du développement étudiés	199
Tableau III.21. Corrélations entre les paramètres mesurés par les différents appareils.	209
Tableau III.22. Corrélations entre les composants biochimiques et les paramètres technologiques.....	209
Tableau III.23. Modélisation de $E/F_{5Pa.s}$ (Plastographe) , du couple pour $E/F=1$ (GPT) et de l'absorption d'eau pour 500 BU (Farinographe) à l'aide des teneurs en AE, P et AX_{sol}	212

Introduction

Avec le riz et le maïs, le blé est l'une des trois céréales les plus cultivées au monde. Le blé se distingue des autres céréales par la fonctionnalité de ses protéines, permettant notamment la panification, la fabrication de pâtes et de biscuits. Une part minoritaire de l'utilisation du blé produit est la séparation de la farine en amidon et gluten, pouvant être utilisés comme additifs ou comme bases pour la production d'ingrédients alimentaires et non alimentaires. L'amidon est notamment utilisé comme produit de base pour la production de sucres dérivés, comme épaississant ou dans l'industrie papetière. Le gluten, co-produit de l'isolation de l'amidon de blé, est un additif utilisé en alimentation animale et comme agent correcteur des farines en boulangerie. Dans le contexte du développement de sources d'énergie et de matériaux d'origines végétales, ce procédé soulève de nouveaux enjeux. L'amidon extrait peut en effet constituer une matière première pour la production de bioéthanol ou de bioplastique ; par ailleurs des développements plus récents font état de la production de matériaux biodégradables alternatifs aux plastiques réalisés grâce aux propriétés uniques du gluten (Cuq, Gontard et al. 1998). L'extraction du gluten et de l'amidon de la farine de blé est un procédé en pleine expansion avec le renchérissement des usages non-alimentaires de ces deux produits.

Ce procédé d'extraction repose sur l'aptitude des protéines du blé à former un réseau au cours du malaxage des suspensions farine / eau. Une difficulté majeure auquel il est confronté est la variabilité de cette aptitude selon les farines. Par ailleurs, pour s'inscrire dans une démarche de développement durable, ce procédé doit veiller à diminuer sa consommation d'énergie et améliorer ses rendements de transformation. Compte-tenu de l'importance des volumes traités, même une augmentation modérée des rendements peut avoir des implications importantes. Un dernier enjeu est le contrôle de la qualité du gluten extrait. Une segmentation du gluten en une gamme de spécialités de qualité et d'usages différents pourrait être un développement intéressant de ce secteur.

Dans la mesure où le procédé amidonnier représente une fraction limitée de l'utilisation du blé, la majorité des travaux actuels est consacrée au procédé boulanger. Le transfert des connaissances au secteur amidonnier se heurte à la différence des conditions opératoires entre ces deux procédés. En ce qui concerne la caractérisation de la matière première, les critères de qualité des farines retenus dans l'optique de la boulangerie sont

généralement peu pertinents en amidonnerie. En outre, parmi les travaux dédiés à l'amidonnerie, peu d'études prennent en compte à la fois l'impact de la farine et des conditions de mélange sur le développement du gluten et son extraction. C'est pourtant cette interaction entre farine et procédé qui conditionne le développement et la séparation du gluten de l'amidon.

L'objectif de ce travail est de développer un modèle général pour le développement et l'extraction du gluten qui prenne en compte à la fois les paramètres du procédé (teneur en eau de la pâte, vitesse et durée de mélange, apport d'énergie) et la composition biochimique de la farine. Les enjeux de ce travail sont multiples:

- Comprendre les effets des paramètres du procédé sur le développement du gluten, et ainsi de pouvoir le piloter de façon non empirique.
- Faire émerger des critères de qualité de la farine qui soient pertinents dans le procédé amidonnier.
- Pouvoir prédire la qualité de la farine de manière fiable à l'entrée du procédé à partir de la composition biochimique de la farine ou bien d'un test de pétrissage pertinent.

Cette étude s'appuie sur un panel de 40 farines provenant de différents génotypes de blé dont on a déterminé la composition biochimique. On utilise un mélangeur planétaire (P600) couplé à une station de contrôle de la vitesse de mélange et instrumenté en couple et température pour développer le réseau de gluten (Plastographe, Brabender). Les essais sont réalisés à 25°C, pour des vitesses variables (50-110 rpm) et des teneurs en eau contrastées (rapports eau/farine de 70 à 120 g/g). Une relation générale reliant la durée de développement du réseau de gluten à la puissance de mélange a d'abord été établie. Cette relation fait apparaître plusieurs paramètres propres aux farines. La seconde étape a été de comprendre l'effet des composants de la farine sur ces caractéristiques. On a alors cherché à cerner les liens entre les paramètres mesurés par les différents mélangeurs et ces propriétés.

Ce manuscrit est organisé en 4 parties :

Le chapitre I dresse une synthèse des connaissances actuelles sur le phénomène de développement du gluten au cours du mélange et des procédés d'extraction du gluten (IA). On

fait ensuite le point sur les études déjà réalisées sur l'impact des conditions de mélanges (IB) et des constituants de la farine (IC) sur le développement et l'extraction du gluten.

Le chapitre II présente les méthodes utilisées lors de cette étude, notamment les mélangeurs utilisés et les analyses biochimiques réalisées, et présente de manière détaillée les caractéristiques des farines utilisées.

Le chapitre III présente les résultats obtenus lors de cette étude. Ce chapitre est organisé en trois parties : dans la partie IIIA, un modèle général pour le développement du gluten est bâti. A partir des paramètres caractéristiques des farines mis en évidence, on a cherché dans la partie IIIB à appréhender l'impact de la composition de la farine sur le développement du gluten et son extraction (IIIB1) et sur la viscosité des pâtes (IIIB2). Dans la mesure où l'ensemble des analyses biochimiques est trop long à réaliser pour être incluse de manière opérationnelle au sein du procédé, on a cherché à prédire les propriétés d'utilisation de la farine à partir de tests de qualités d'usage des blés classiques (Alvéographe, Farinographe) ou récents (Gluten Peak tester) (IIIC) qui soient rapides à mettre en œuvre.

Le chapitre IV reprend enfin d'une perspective plus globale l'ensemble des résultats obtenus dans cette étude.

I Synthèse bibliographique

IA. Extraction et utilisation du gluten

IA1 Structure et fonctionnalité des protéines du blé

(a) Classification

Le blé se distingue des autres céréales par la fonctionnalité de ses protéines, permettant notamment la panification, la fabrication de pâtes et de biscuits ; le gluten est un nom générique désignant la masse insoluble dans l'eau obtenue à partir du lavage d'une pâte de farine et d'eau (Beccari 1745). Bien que la dénomination de gluten soit parfois employée par abus de langage pour désigner les protéines du blé, l'ensemble des protéines de la farine ne participe pas à la formation du gluten. En outre, bien que majoritairement protéique, le gluten contient également de l'amidon (~10 – 15%), des arabinoxylanes (~ 5%) et des lipides (~ 5%) ayant potentiellement un rôle dans la formation du gluten ou dans sa structure (Bekes, Zawistowska et al. 1983; Zawistowska, Bekes et al. 1985; Hamer et van Vliet 2000).

Dans la mesure où le gluten est essentiellement constitué de protéines très insolubles dans les solvants aqueux, son analyse passe par l'utilisation de réactifs dénaturants et de réducteur afin de les solubiliser (Kasarda, Bernardin et al. 1976), ce qui empêche l'accès à sa structure native. Son analyse montre qu'il est constitué d'un ensemble de protéines variées en terme de poids moléculaires, de structures et de fonctionnalités.

La classification des protéines du blé la plus ancienne, encore largement utilisée, est basée sur la solubilité des protéines dans différents solvants (Osborne 1907). On distingue alors les albumines solubles dans l'eau, les globulines solubles dans les solutions salines, les gliadines solubles dans les solutions éthanoliques et les gluténines partiellement solubles dans les acides dilués.

Les albumines et les globulines représentent 15 à 20% des protéines de la farine et sont généralement qualifiées de protéines fonctionnelles ou métaboliques. Les protéines de ce groupe ont des fonctions biologiques extrêmement variées: enzymes métaboliques, inhibiteurs d'enzymes, lipoprotéines membranaires. En termes de fonctionnalité, on prête à certaines des pouvoirs émulsifiants et moussants.

Les gliadines et les gluténines (environ 80% des protéines de l'albumen du grain) constituent l'essentiel des protéines de réserves. Les gliadines forment une famille de protéines de tailles comprises entre 30 kDa et 80 kDa (Bietz et Wall 1972). On distingue les α -, β -, γ -, et ω -gliadines par poids moléculaire croissant. Leur composition en acides aminés est riche en proline et en glutamines, et pauvre en acides aminés chargés. Leur structure est monomérique, avec de possibles interactions hydrophobes et de liaisons hydrogènes entre elles.

Les gluténines sont un ensemble de protéines de tailles comprises entre 80 kDa et plusieurs milliers de kDa (Huebner et Wall 1980; Bottomley, Kearns et al. 1982; Wrigley 1996), de composition en acides aminés proche de celles des gliadines. Outre par leur taille, elles diffèrent des gliadines par leurs structures polymériques assurées par des liaisons dissulfures inter-moléculaires. Les gluténines incluent de nombreuses sous-unités pouvant être libérées de la structure polymérique par l'action d'agents réducteurs. On distingue alors les sous-unités de faibles poids moléculaires (30 à 60 kDa) des sous-unités de hauts poids moléculaires (65 à 90 kDa).

D'autres alternatives à la classification d'Osborne ont été proposées en utilisant d'autres solvants pour solubiliser davantage les gluténines. Pour cela, on peut citer l'urée (Pomeranz 1965) ou le dodécyl sulfate de sodium (SDS) (Graveland, Bongers et al. 1979). Toutefois une partie des gluténines, appelée "résidu de gluténine" par Bushuk et Wrigley (1974) ou "Glutenin Macro Polymer" (GMP) par Graveland reste toujours insoluble dans les différents solvants utilisés (Bushuk 1974; Graveland, Bongers et al. 1979).

Une classification plus récente est basée sur le degré de polymérisation et la teneur en acides aminés soufrés des protéines insolubles dans les solvants aqueux (Shewry, Tatham et al. 1986). Si on la compare avec la classification d'Osborne, les gliadines forment la famille des prolamines monomériques et les gluténines la famille des prolamines polymériques.

Sur un plan strictement opérationnel, la composition protéique globale de l'albumen du grain ou des farines peut être appréhendée par l'analyse de la distribution en taille des protéines solubilisées par le SDS (sodium dodecyl sulfate). Ce détergent assure la mise en solution de plus de 70% des protéines du grain. La fraction insoluble est alors amenée en solution par sonication ou bien par l'ajout d'un réducteur de thiols (Gupta, Khan et al. 1993).

Une analyse par tamisage moléculaire de la distribution en taille des protéines extraites permet de remonter à la composition en gliadines, gluténines et protéines salines et solubles (Morel et Bar-L'Helgouac'h 2000). Le profil d'élution du premier extrait laisse apparaître cinq fractions notées F_1 à F_5 par ordre d'élution. L'ensemble du profil d'élution du second extrait, correspondant au résidu de gluténine (Bushuk 1974), est noté F_i . La somme des fractions F_i , F_1 et F_2 donne une indication de la teneur en gluténines, la somme des fractions F_3 et F_4 de la teneur en gliadines et la fraction F_5 de la teneur en albumines et globulines. Le pourcentage de protéines polymériques non extractibles (UPP) est obtenu en calculant le rapport des gluténines insolubles dans le SDS (F_i) rapportées aux gluténines totales (F_i , F_1 et F_2). Cette méthode d'analyse est utilisée dans plusieurs travaux récents (Gupta, Batey et al. 1992; Gupta, Khan et al. 1993; Wooding, Kavale et al. 2000; Aamodt, Magnus et al. 2003; Auger 2008; Every, Motoi et al. 2008).

Ces différentes classifications sont synthétisées dans la Fig. I.1 (Osborne 1907; Shewry, Tatham et al. 1986; Auger 2008).

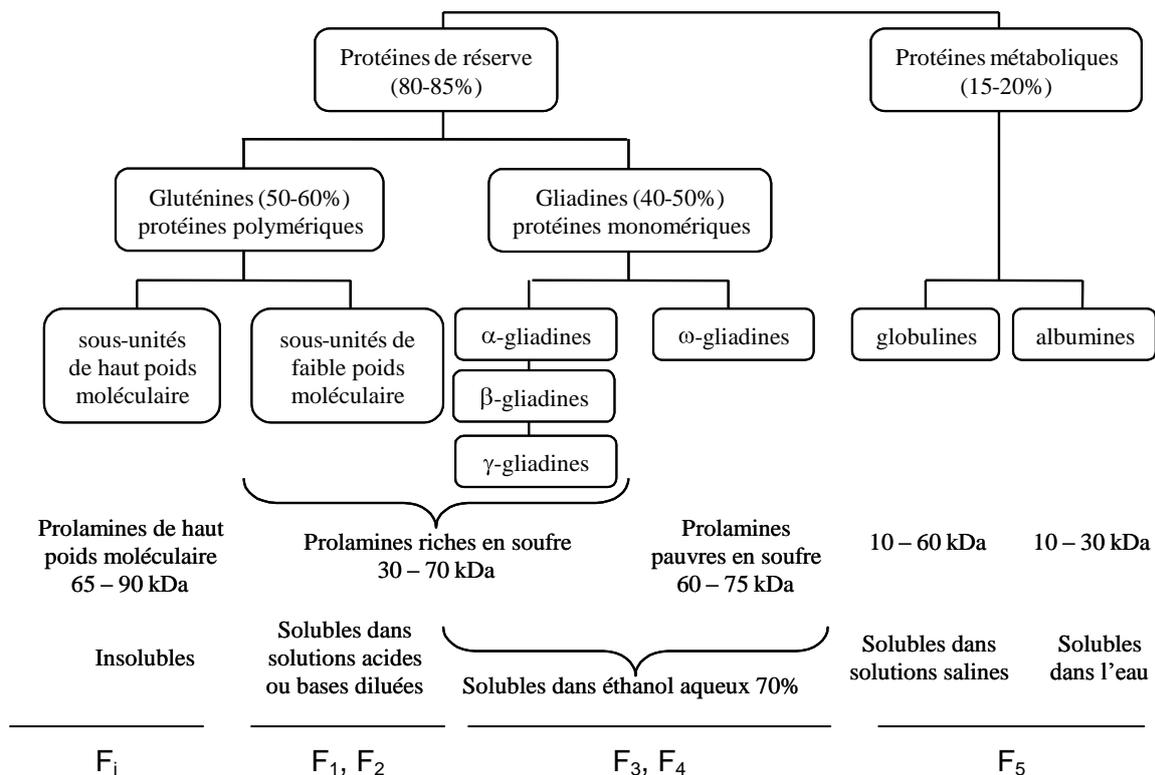


Fig. I.1. Composition des protéines de blé: rapprochement entre les classifications d'Osborne (1907) et de Shewry et al. (1986) et par SE-HPLC.

Adapté d'Auger (2008).

(b) Organisation des protéines dans le gluten

Plusieurs modèles cherchent à rendre compte de l'organisation des protéines du blé dans le gluten. On considère généralement que les gliadines et les différentes sous-unités de gluténines interagiraient entre elles pour former le gluten. On considère alors le gluten comme un réseau de polymères de gluténines stabilisés par des liaisons covalentes et non covalentes. On attribue alors classiquement aux gluténines les propriétés élastiques du gluten et aux gliadines ses propriétés visqueuses (Dimler 1963; Orth et Bushuk 1972; Huebner et Wall 1976; Macritchie 1980).

Dans le modèle loop & train (Belton 1999), les liaisons hydrogènes sont mises en avant pour interpréter le comportement du gluten (Fig. I.2) . Des liaisons hydrogènes entre chaînes de gluténines créeraient des zones d'interactions entre protéines (« train ») et des liaisons hydrogènes entre des segments de protéines et l'eau créeraient des boucles de protéines lâches (« loop »). L'étirement du gluten induirait une elongation des boucles jusqu'à provoquer la rupture des liaisons protéines – protéines et le glissement des chaînes entre elles. La relaxation permettrait le retour à l'équilibre des boucles et des chaînes.

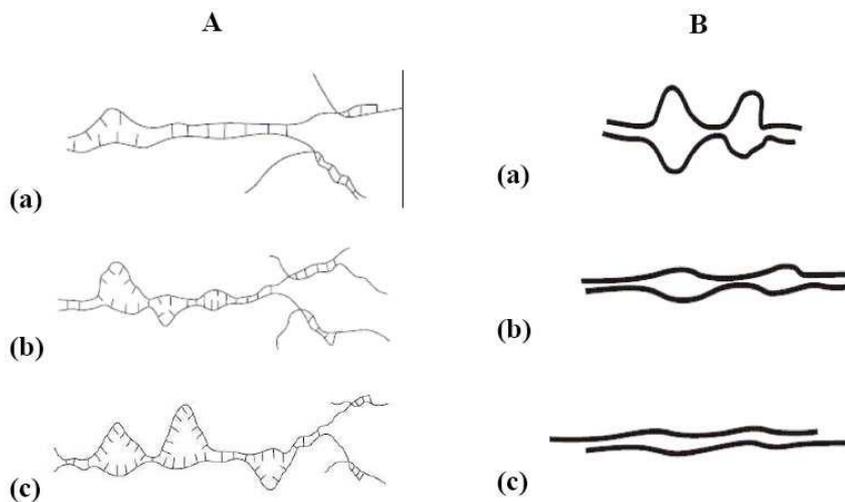


Fig. I.2. Modèle “loop-and-train” proposé par Belton (1999) pour décrire la structure du gluten. Schéma tiré de Auger (2008).

(A) Effet schématisé de l'hydratation des boucles et des chaînes et (B) Effet schématisé de la déformation des boucles et des chaînes. **A:** (a) faible hydratation: liaisons hydrogènes principalement interchaînes, (b) hydratation intermédiaire: formation des boucles, (c) forte hydratation: équilibre entre boucles et chaînes. **B:** (a) pas de déformation: conformation à l'équilibre, (b) faible déformation: déformation des boucles, (c) forte déformation: allongement des boucles et glissement des chaînes de gluténine les unes sur les autres par rupture des liaisons hydrogènes.

Dans le modèle moléculaire, le gluten serait structuré par des ponts dissulfures entre les sous-unités gluténines de hauts poids moléculaires et par des liaisons non covalentes entre gliadines et polymères de gluten. Les ponts dissulfures entre gluténines viendraient apporter la résistance à l'extension du gluten tandis que les gliadines lui apporteraient son caractère visqueux.

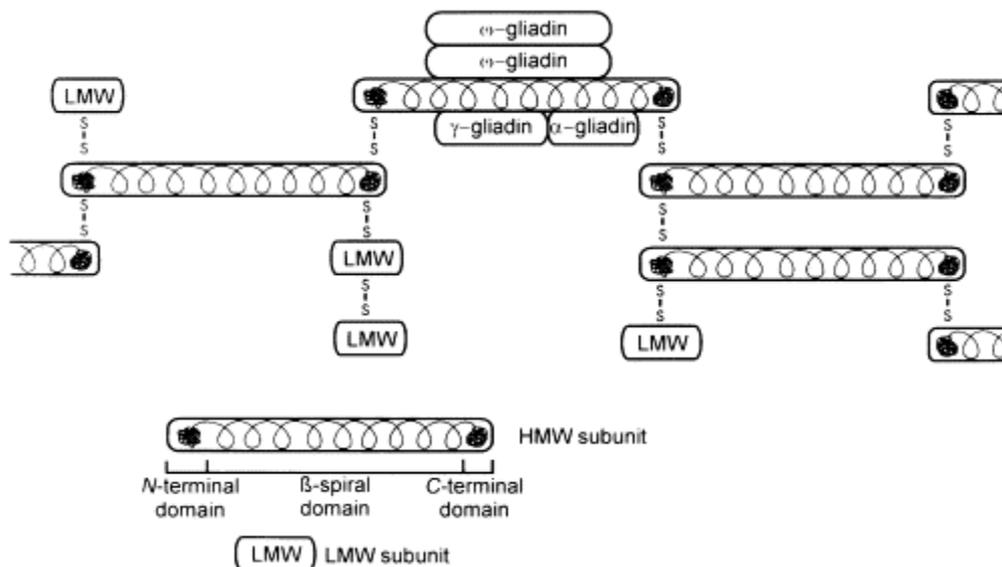


Fig. I.3. Modèle de la structure du gluten proposé par Shewry et al. (Shewry, Popineau et al. 2001).

Dans le modèle particulaire (Graveland, Bosveld et al. 1985; Lefebvre, Pruska-Kedzior et al. 2003), le gluten est considéré comme un réseau de particules à plusieurs échelles d'organisation. Au premier niveau, des sous-unités de gluténines de faibles et hauts poids moléculaires interagiraient par liaisons covalentes pour former des agrégats. Ces agrégats interagiraient entre eux par liaisons physiques (liaisons hydrogènes, ioniques et hydrophobes) et covalentes. Ces ensembles interagiraient enfin les uns avec les autres et avec les autres composants de la farine (lipides, arabinoxylanes, amidons) pour former le gluten (Fig. I.4).

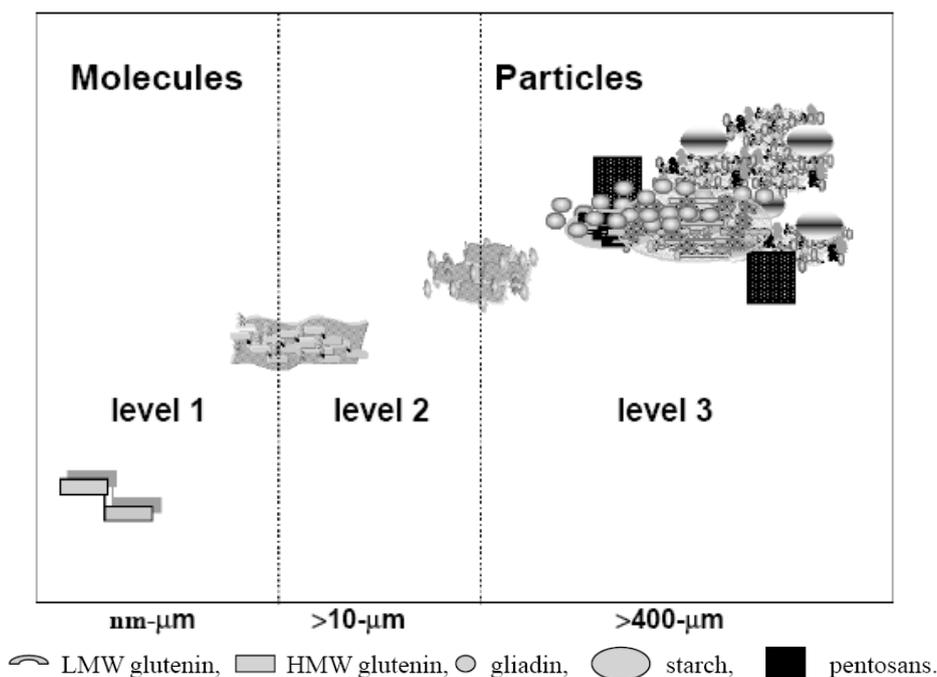


Fig. I.4. Modèle “hyper-aggrégation” proposé par Hamer et van Vliet (2000) pour décrire la structure du gluten.

Aucun de ces modèles n’est pleinement satisfaisant et l’organisation du gluten fait toujours l’objet de controverses, comme en témoignent les affrontements entre les partisans des différents modèles dans le *Journal of Cereal Science* (Hamer, van Vliet et al. 2005; Belton et Dobraszczyk 2006; Belton 2007; MacRitchie 2007; van Vliet et Hamer 2007).

IA2 Procédés d’extraction du gluten

Lors du développement du grain, les protéines de réserves s’accumulent dans l’albumen au sein de corpuscules protéiques qui fusionnent pour former une matrice continue emprisonnant les grains d’amidon. L’extraction et la séparation de l’amidon et du gluten est réalisée par voie humide, en hydratant la farine puis en agglomérant les protéines sous l’effet du mélange. Le gluten est alors extrait par lixiviation.

Dans une synthèse des procédés amidonniers réalisée en 1989, Kempft et Röhrmann référencent 15 procédés différents d’extraction du gluten (Kempf 1989). Malgré leur diversité, de manière générale tous les procédés de séparation s’effectuent en une phase d’hydratation de la farine, une phase d’apport mécanique (pétrissage, malaxage), une phase de lavage, une phase d’extraction puis une phase de séchage. Les différentes variantes des procédés sont

liées essentiellement au degré d'hydratation de la farine et à l'intensité de l'étape de mélange. Chaque procédé se distingue ensuite par le type d'équipement utilisé pour chaque étape, par l'inclusion ou non d'une phase de repos, par l'ajustement de la température ou par l'utilisation d'additifs. Cette variation des conditions d'extraction explique probablement certaines contradictions dans la littérature. On présente ci-dessous trois grands types de procédés, le procédé dough, le procédé batter et le procédé dough/batter afin d'illustrer la variabilité des conditions de mélange et d'extraction du gluten.

- **Le procédé dough**

Dans le procédé dough, aussi appelé procédé Martin, la farine et l'eau (environ 60% de la masse de farine) sont mélangées rapidement pour former une pâte uniforme et consistante de type pâte à pain (Fellers 1973; Hunwick 1980; Godon, Leblanc et al. 1983; Knight 1984). Cette pâte est alors laissée au repos, sensé assurer une bonne hydratation du gluten et le « renforcer ». La pâte est lavée par ajout d'eau supplémentaire sous malaxage modéré de la pâte afin d'expulser l'amidon. La pâte se concentre alors en protéines jusqu'à l'obtention du gluten.

- **Le procédé batter**

Dans le procédé "batter", la farine est mélangée avec une quantité d'eau plus élevée que dans le procédé dough (70 – 200% de la masse de farine) de façon à former une pâte liquide. Cette pâte est pétrie jusqu'à former une pâte visco-élastique (Hilbert 1944; Rist 1949; Anderson 1958; Anderson 1960). Elle est ensuite déstructurée par un lavage intensif en présence d'eau additionnelle, de façon à produire des agrégats de gluten de quelques millimètres en suspension dans l'eau (Anderson 1958). Le gluten est récupéré par centrifugation, tamisage ou décantation (Anderson 1958; Anderson 1960; Fellers 1973; Meuser 1989; Sindic, Chevalier et al. 1993). Une variante de ce procédé est le procédé Fesca, qui se distingue par une phase de pétrissage rapide ne permettant pas d'obtenir une pâte viscoélastique (Johnston 1971; Fellers 1973; Knight 1984). Le fait d'extraire le gluten en sous-pétrissage ou non est une différence importante entre les différents procédés.

- **Le procédé dough – batter**

Le procédé “dough-batter” est un compromis entre les procédés précédents. Ce procédé commence par un mélange de la farine avec une faible quantité d’eau (~ 60% de la masse de farine) de façon à former une pâte consistante. De l’eau est ensuite ajoutée, de façon à se placer dans le domaine d’hydratation du procédé “batter” et pétrie de manière à former une pâte diluée (Hamer 1989; Sindic, Chevalier et al. 1993; Roels, Sindic et al. 1998; Frederix, Courtin et al. 2004). Le lavage de la pâte et la séparation du gluten sont ensuite effectués de la même façon que dans le procédé “batter”.

IA3 Le développement du gluten au cours du mélange

De façon générale, tous les procédés de séparation sont basés sur l’hydratation et l’agglomération des protéines de réserves du blé sous l’effet du mélange. La récupération des protéines lors de l’extraction va alors dépendre du degré d’agglomération obtenu (Weegels, Marseille et al. 1988; Roels, Sindic et al. 1998). L’agglomération du gluten au cours du mélange est de ce fait une étape clef de l’extraction du gluten.

L’opération de pétrissage ou de malaxage permet la réalisation de plusieurs transformations distinctes. Les constituants de la farine sont hydratés, distribués dans la pâte et cisailés. L’hydratation de la pâte induit des modifications de la structure des protéines, notamment l’enfouissement des zones hydrophobes et l’établissement de liaisons faibles (ioniques et hydrogènes).

Lors du mélange, les protéines de réserves en particulier passent par des modifications importantes à l’échelle moléculaires (Danno et Hosenev 1982; Weegels, Hamer et al. 1997; Borneo et Khan 1999; Don, Lichtendonk et al. 2005; Auger 2008), microscopiques (Amend, Belitz et al. 1991; Letang, Piau et al. 1999; Peighambardoust, van der Goot et al. 2005; Auger, Morel et al. 2008) et rhéologiques (Auger, Morel et al. 2008). On présente les transformations ayant lieu à ces différentes échelles ci-dessous.

(a) Evolution rhéologique

Avec un pétrin à mesure de couple, il est possible de suivre l'évolution du comportement rhéologique de la farine au cours du mélange. Cette évolution est liée à la géométrie du mélangeur et à la teneur en eau de la pâte.

Pour une pâte consistante de type boulangère telle que celle utilisée dans le procédé « dough » (rapport eau/farine de l'ordre de 0,6), le couple augmente régulièrement jusqu'à un pic, puis diminue (Fig. I.5.a, mélangeur Farinographe). Avant le pic, la pâte est collante et d'aspect granuleux. Au pic de couple, la pâte est élastique et d'apparence lisse. Au pic de couple, on qualifie la pâte de développée ; les périodes précédentes et suivantes sont qualifiées respectivement de sous-pétrissage et de sur-pétrissage.

Avec un rapport eau/farine supérieur de l'ordre de 0,8 (procédé batter), on suit une évolution de couple différente (Fig. I.5.b, mélangeur Plastographe P600). Avec une pâte diluée, le couple passe par une phase de diminution initiale durant laquelle la pâte se réorganise dans la cuve du mélangeur. Le couple est ensuite stable durant une phase dite de latence pouvant durer de quelques minutes à plusieurs heures, caractéristique des pâtes diluées (Tipples 1977; Auger, Morel et al. 2008). La pâte est alors collante et peu élastique. A la fin de cette phase, le couple augmente en quelques minutes jusqu'à sa valeur maximum. La pâte est alors élastique et lisse. Après le développement optimum de la pâte le couple diminue, la pâte devient collante et son élasticité diminue.

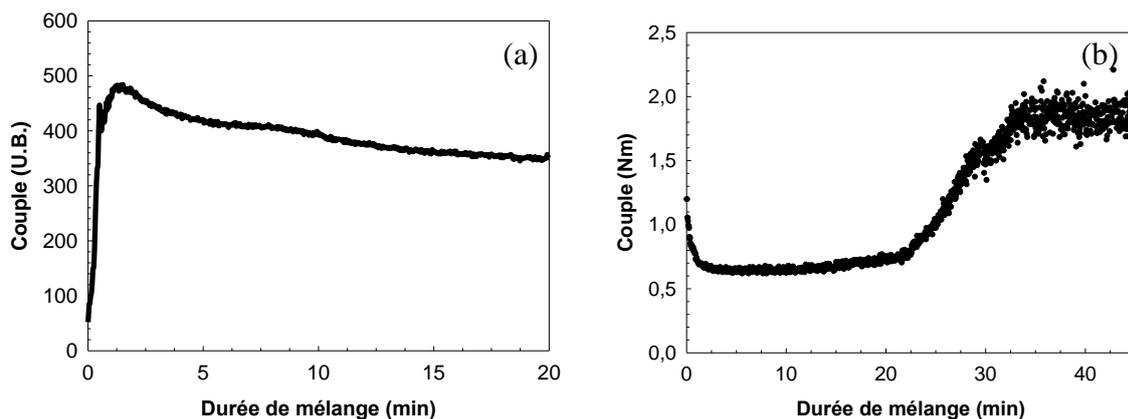


Fig. I.5. Exemple d'évolution du couple au cours du mélange avec le Farinographe (a, pâte consistante) et le Plastographe (b, pâte diluée).

Dans les deux cas (pâte consistante et pâte diluée), le développement de la pâte se caractérise par le passage d'une pâte initialement collante et granuleuse à une pâte élastique et

lisse, accompagné d'une augmentation de couple jusqu'à un pic. Le pic de couple correspond au moment où la pâte présente la meilleure qualité boulangère et où la séparation du gluten peut être effectuée avec le rendement maximum. On nomme ainsi généralement ce pic d'optimum de développement (Auger 2008).

(b) Transformations microscopiques

En marquant les protéines avec un colorant spécifique (Fast Green), Auger et al. (2008) ont suivi l'évolution de la morphologie des protéines pendant le développement d'une pâte diluée (Auger, Morel et al. 2008). Plusieurs phases lors du développement de pâtes diluées sont ainsi détaillées (Fig. I.6). Au début du mélange, les protéines sont présentes sous la forme de nombreux agglomérats dispersés de façon homogène (a). La taille des agglomérats augmente et leur nombre diminue pendant le mélange (b) jusqu'à ce que des filaments apparaissent au début de la phase de montée du couple (c). La filamentation se poursuit pendant cette phase de montée du couple jusqu'à ce que l'ensemble des protéines marquées forme un réseau de protéines (d). L'augmentation du couple et l'élasticité de la pâte seraient liés à la formation de ce réseau. Les étapes de transformations sont les mêmes pour toutes les farines, mais la taille et le nombre des agglomérats varieraient avec les farines et les conditions de mélange, notamment avec la vitesse de mélange et la teneur en eau de la pâte.

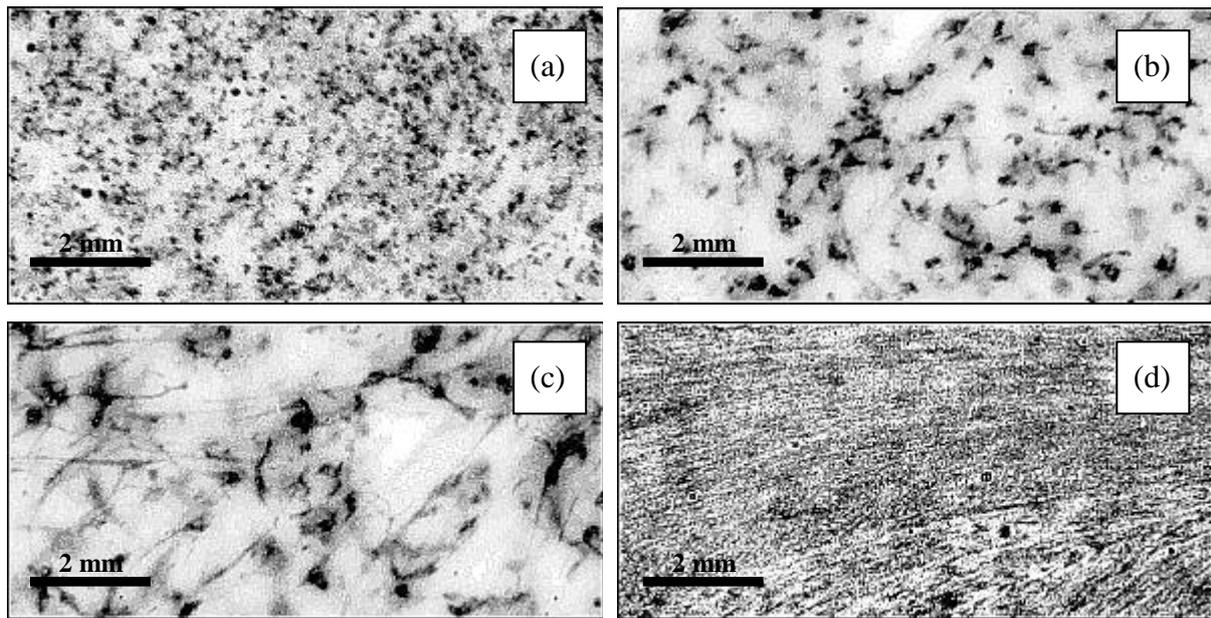


Fig. I.6. Transformations des particules de protéines pendant la formation du réseau de gluten. Tiré des travaux d'Auger (Auger 2008) pour un rapport eau / farine de 0,75 (b.h.)

La formation de filaments protéiques est également reportée dans des conditions de pétrissage proches de celles utilisées pour la pâte à pain (Letang, Piau et al. 1999). En suivant l'opération de pétrissage par microscopie optique et par microscopie électronique à transmission, Amend observe la présence d'un réseau tridimensionnel de protéines déjà en place au sein de particules de farines qui remplirait l'espace entre les grains d'amidons (Amend, Belitz et al. 1991). Le développement de la pâte serait lié à l'adhésion des réseaux de protéines de chaque particule de farine entre eux et à leur élongation sous forme de filaments lors du pétrissage. Au cours du pétrissage ces filaments formeraient ensuite des films protéiques. Comme pour les pâtes diluées, la teneur en eau de la pâte influence également la microstructure des pâtes de types boulangères (Letang, Piau et al. 1999).

(c) Transformations moléculaires

A l'échelle moléculaire, le développement du gluten s'accompagne d'une augmentation de la quantité de protéines pouvant être extraites dans l'acide acétique dilué (Mecham 1962; Tsen 1967; Tanaka 1973). La vitesse de cette transformation varie selon les farines (Mecham 1962; Bushuk, Hay et al. 1997). Des techniques d'analyses plus récentes

montrent que le développement s'accompagne d'une diminution de la teneur de polymères de gluténines insolubles dans le SDS (F_i) (Danno et Hosenev 1982; Aamodt, Magnus et al. 2003; Auger 2008) jusqu'à atteindre une valeur minimale au développement optimum du gluten. Cette valeur est de l'ordre de 4% des protéines totales et reste stable au delà même si l'on continue le mélange (Auger 2008).

Le phénomène de dépolymérisation du F_i n'est pas spontané, et l'interruption du procédé de pétrissage entraîne sa reformation. Le gluten isolé et laissé au repos peut avoir des teneurs similaires en fraction de gluténines insolubles dans le SDS à celle de la farine (Kuktaite, Larsson et al. 2004), ou bien légèrement inférieure (Weegels, Hamer et al. 1997). Le degré de recouvrance de F_i varie avec les farines et les conditions de développement du gluten (Aamodt, Magnus et al. 2003; Auger, Morel et al. 2009).

(d) Réversibilité du développement du gluten

Il a été montré que le développement des pâtes est réversible si la pâte est soumise à une faible vitesse de mélange après avoir été formée (Tipples et Kilborn 1975). La pâte initialement développée, élastique et lisse, redevient collante et granuleuse lorsqu'on la mélange à faible vitesse. Le couple mesuré redevient alors du même ordre de grandeur qu'en sous-pétrissage. Si la vitesse de mélange est augmentée à nouveau, le couple réaugmente et la pâte redevient élastique. Ce phénomène de réversibilité du développement du gluten a été appelé « unmixing » (Tipples et Kilborn 1975; Tipples 1977) ou « undevelopment » (Paredeslopez et Bushuk 1983; Paredeslopez et Bushuk 1983) selon les auteurs.

Tipples et Kilborn interprètent le phénomène d'unmixing par la présence d'un seuil de vitesse de mélange au dessus duquel le développement du gluten est possible. D'une part, le mélange en dessous de ce seuil ne permettrait pas de développer correctement la pâte (Kilborn et Tipples 1972) ; d'autre part, une pâte développée soumise à un mélange en dessous de cette vitesse seuil ne subirait pas un surpétrissage (destruction irréversible de la pâte) mais un retour réversible à l'état sous-pétrie : l'augmentation de la vitesse de mélange au dessus de la vitesse seuil permettrait ainsi à nouveau de développer la pâte (Tipples et Kilborn 1975).

Cette vitesse seuil et le phénomène d'unmixing sont interprétés par ces auteurs en regards de la transformation du gluten à l'échelle des agglomérats et des filaments (Tipples 1977). Il a été montré que l'organisation des filaments de gluten nécessite une action d'élongation par le mélangeur (Bernardin et Kasarda 1973). Tipples et Kilborn suggèrent que la vitesse seuil corresponde à la vitesse permettant une élongation suffisante des filaments, et que l'unmixing correspondrait à un mélange de la pâte ne permettant pas l'élongation des filaments (Tipples 1977).

IB. Impact des conditions de mélange sur l'extraction du gluten

IB1 Effets individuels des paramètres du procédé

De nombreux travaux montrent l'importance des conditions de pétrissage sur le développement de la pâte et sur ses propriétés rhéologiques. On dresse une liste non exhaustive d'études portant sur les effets des conditions de mélange (rapport eau/farine, vitesse de mélange, durée de mélange) sur le développement du gluten dans le Tableau I.1.

De manière générale, l'augmentation de la vitesse de mélange, de la durée de mélange et de l'énergie fournie lors du mélange améliore l'agglomération du gluten (Frederix, Courtin et al. 2004) et diminue la durée de développement du gluten (t_{pic}); cependant, passé la durée de mélange optimale signalée par le pic de couple, le rendement d'extraction du gluten diminue (Auger 2008).

Des contradictions existent néanmoins dans la littérature sur les effets des paramètres du procédé pris individuellement. Ces contradictions seraient notamment liées aux conditions de mélange et de séparation elles-mêmes. Par exemple, l'augmentation du rapport eau/farine (E/F) de la pâte améliorerait la séparation du gluten dans les procédés dough (Larsson 1996) et dough-batter (Frederix, Courtin et al. 2004) et serait négative dans le procédé batter (Anderson 1960). Par ailleurs, la vitesse de mélange affecte la quantité d'énergie à apporter pour développer la pâte selon certains auteurs (Wilson, Morgenstern et al. 2001; Auger, Morel et al. 2008) tandis que d'autres observent que cette demande est constante (Kilborn et Tipples 1972; Oliver et Allen 1992). Dans le procédé boulanger, le même type de contradiction existe à propos de l'effet de la vitesse de pétrissage sur la qualité de la pâte (Baig et Hosney 1977; Wilson, Morgenstern et al. 2001). Ces contradictions illustrent la limite de l'étude séparée des effets des paramètres du développement, et l'intérêt d'essayer de bâtir un modèle prenant en compte l'interaction des différents paramètres entre eux..

Tableau I.1. Paramètres impactant le développement de la pâte et l'extraction du gluten.

Paramètre	Effets attribués	Références
Rapport eau/farine	L'augmentation du rapport E/F de la pâte améliore la séparation dans le procédé dough.	(Larsson 1996; Robertson et Cao 1998)
-	L'augmentation du rapport E/F améliore la séparation dans le procédé dough – Batter.	(Frederix, Courtin et al. 2004)
-	L'augmentation du rapport E/F diminue la séparation dans le procédé Batter.	(Anderson 1960)
-	Des teneurs en eau « inadéquates » sont négatives dans le procédé Fesca.	(Fellers 1973)
-	L'augmentation de l'hydratation d'empattage entraîne une diminution de la consistance de la pâte et une augmentation de son temps de développement.	(Anderson 1957; Hlynka 1962; Dexter 1979; Larsen 1991; Auger, Morel et al. 2008)
Vitesse de mélange	L'augmentation de la vitesse de mélange améliore l'agglomération du gluten.	(Frederix, Courtin et al. 2004)
-	L'augmentation de la vitesse de pétrissage diminue le temps de développement de la pâte.	(Stamberg et Bailey 1938; Hlynka 1962; Kilborn et Tipples 1972; Frazier 1975; Baig et Hosoney 1977)
-	Le nombre de tour de pale jusqu'au développement optimum de la pâte est constant pour les vitesses de mélanges élevées et augmente aux faibles vitesses de mélange.	(Anderssen, Gras et al. 1998; Wilson, Morgenstern et al. 2001; Chin et Campbell 2005)
-	L'augmentation de la vitesse de pétrissage augmente la consistance et l'élasticité de la pâte.	(Bohn 1936; Hlynka 1962; Frazier 1975; Baltsavias, Jurgens et al. 1999)
-	Il existe une vitesse de mélange minimale pour passer d'une pâte sous-pétrie à une pâte pétrie.	(Kilborn et Tipples 1972)
-	Le développement du gluten est réversible selon la vitesse de mélange.	(Tipples et Kilborn 1975; Tipples 1977; Paredeslopez et Bushuk 1983; Paredeslopez et Bushuk 1983)
-	La vitesse de mélange n'affecte pas l'énergie mécanique spécifique (EMS) à apporter pour développer la pâte.	(Kilborn 1972; Oliver et Allen 1992)
-	La vitesse de mélange et/ou le rapport eau/farine peuvent impacter l'EMS de manière importante.	(Zounis et Quail 1997; Wilson, Morgenstern et al. 2001; Auger, Morel et al. 2008)
-	La qualité du pain est indépendante des conditions de mélange si la pâte est développée.	(Wilson, Morgenstern et al. 2001)
-	La qualité du pain est indépendante des conditions de mélange pour les fortes vitesses de mélange et diminue à faible vitesse de mélange.	(Kilborn et Tipples 1972; Baig et Hosoney 1977)
-	Le rendement d'extraction du gluten est indépendant des conditions de mélange une fois la pâte développée.	(Auger 2008)
Durée de mélange	Un apport d'énergie par le mélange est nécessaire pour développer la pâte.	(Campos, Steffe et al. 1997)
-	L'inclusion d'une période de repos au début du mélange diminue la durée de mélange nécessaire au développement du réseau.	(Tipples 1977)
-	L'augmentation de la durée de mélange améliore l'agglomération du gluten.	(Frederix, Courtin et al. 2004)
-	Le rendement de séparation est maximal à t_{pic} . La durée de mélange améliore la séparation en sous-pétrissage et la diminue si le mélange est prolongé en sur-pétrissage.	(Auger 2008)
	La teneur en protéines du gluten est minimale à t_{pic} .	(Auger 2008)

IB2 Modélisations des effets des paramètres du procédé

Une stratégie pour appréhender les effets de la vitesse et du rapport eau/farine est de bâtir un modèle reliant les conditions de mélange au développement du gluten. On peut distinguer à ce titre plusieurs types de modèles.

Une démarche relativement récente (Dik, Yondem-Makascioglu et al. 2002; Yondem-Makascioglu, Dik et al. 2002; Farahnaky et Hill 2007) est la réalisation de plans d'expériences faisant varier plusieurs paramètres (rapport eau/farine, vitesse de mélange, durée de mélange, consistance de la pâte, température...) afin d'obtenir des équations prédictives d'une propriété donnée (rendement, durée de mélange...). Cette démarche permet de qualifier des effets des paramètres du procédé et est relativement simple à mettre en œuvre, mais l'interprétation des équations obtenues est difficile. Par ailleurs, la portée prédictive des modèles obtenus est limitée, tant les valeurs des effets calculés pour chaque paramètre dépendent de la farine utilisée et du dispositif de mélange.

Une démarche plus ancienne développée à partir de l'industrialisation de l'opération de pétrissage est la recherche des paramètres caractéristiques du développement et transférable au procédé industriel. Un certain nombre de procédés prennent ainsi comme paramètre opérationnel l'énergie mécanique spécifique (EMS) pour contrôler le développement des pâtes ; la pâte serait développée une fois cette quantité d'énergie apportée par le pétrin. Les effets de la vitesse de mélange, de la durée de mélange et du rapport eau/farine peuvent ainsi s'appréhender ainsi par leurs effets sur l'EMS. La Fig. I.7, tirée des travaux d'Oliver et al. (Oliver et Allen 1992) montre l'évolution de l'EMS dépensée et du temps de développement avec la vitesse de mélange sur un Farinographe. La quantité d'eau rajoutée à la pâte est fixe pour les quatre vitesses de mélange ; cette quantité a été définie telle que la consistance maximale de la pâte à 60 rpm soit de 500 B.U. Il apparaît que dans ces conditions la pâte est développée lorsque l'EMS fournie atteint 40 J/g environ. L'apport d'énergie nécessaire étant constant, si la vitesse de mélange est multipliée par trois (60 à 180 rpm) alors la durée de mélange nécessaire est divisée par trois de 6 min à 2 min.

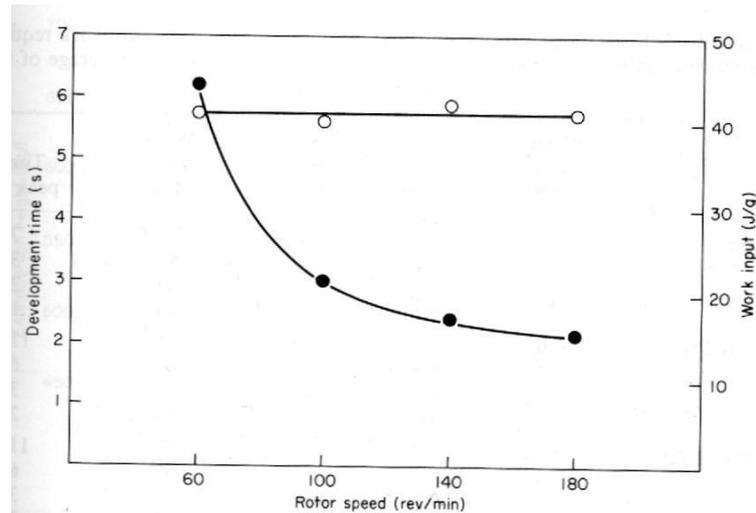


Fig. I.7 Relation entre la vitesse de mélange, la durée de développement et l'EMS avec un Farinographe.

Tiré d'Oliver et Allen. (Oliver et Allen 1992). Sur la figure originale, l'unité de l'axe des ordonnées (temps de développement) est erroné, l'axe correspond à des minutes et non des secondes.

Parmi les procédés prenant l'EMS comme paramètre opérationnel, on peut distinguer les procédés apportant la même quantité d'énergie pour toutes les farines comme le Chorleywood Bread Process (CBP) (Chamberlain 1967) de ceux préconisant l'adaptation de l'EMS à la farine. Différents auteurs montrent en effet une influence de la farine sur l'EMS. Kilborn (Kilborn et Tipples 1972) observe ainsi que l'apport d'énergie pour le développement optimum de pâte réalisées avec 25 farines différentes varie d'un facteur 4 avec un pétrin à aiguille (GRL pin mixer). Le Mechanical Dough Development process (MDD) préconise ainsi de fournir un apport d'énergie spécifique à chaque variété (Wilson, Morgenstern et al. 2001). Le Chorleywood Bread Process serait valable pour des mélanges de farine, permettant de diminuer la variabilité des farines traitées.

Le CBP et le MDD se rejoignent en considérant tous les deux l'EMS comme le paramètre de contrôle du développement de la pâte, indépendamment des conditions de mélange. En balayant les rapports eau/farine (Auger, Morel et al. 2008) et les vitesses de mélange (Zounis et Quail 1997; Wilson, Morgenstern et al. 2001; Auger, Morel et al. 2008) il a cependant été montré qu'en plus de la farine les conditions de mélange peuvent impacter la valeur de l'EMS pour développer une farine donnée de manière importante. Ce critère ne permet donc pas le contrôle de l'étape de pétrissage lorsque la vitesse de mélange ou encore la teneur en eau varient de façon importante, comme c'est le cas en amidonnerie. La constance

de l'EMS serait valable dans le procédé boulanger, dans lequel la teneur en eau de la pâte varie peu et où la vitesse de pétrissage reste élevée.

Le nombre de tour de pale jusqu'au développement optimum ($N \times t_{pic}$) est également utilisé par plusieurs auteurs pour qualifier les farines (Anderssen, Gras et al. 1998). De la même façon que l'EMS, plusieurs travaux font remarquer que la constance du nombre de tour de pale jusqu'au développement de la pâte n'est vérifiée qu'aux vitesses de mélange élevées et que le produit ($N \times t_{pic}$) augmente aux faibles vitesses de mélange (Wilson, Morgenstern et al. 2001; Chin et Campbell 2005).

Une autre stratégie d'étude est de considérer indépendamment l'influence du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur le développement du réseau de gluten sans prendre en considération l'EMS (Hlynka 1962). En réalisant une étude systématique de leurs effets pour une variété de blé pétrie au Farinographe, Hlynka a établi un jeu d'abaques reliant d'une part la vitesse de mélange et la teneur en eau avec la consistance de la pâte, et d'autre part la consistance de la pâte et la vitesse de mélange avec le temps de développement (Fig. I.8). Il s'est cependant arrêté à la réalisation d'abaques définis expérimentalement et n'a pas développé de courbe maîtresse. Ce modèle reste donc très descriptif et n'est pas applicable industriellement car ces abaques sont définis pour un mélangeur et une farine donnée et leur réalisation est fastidieuse.

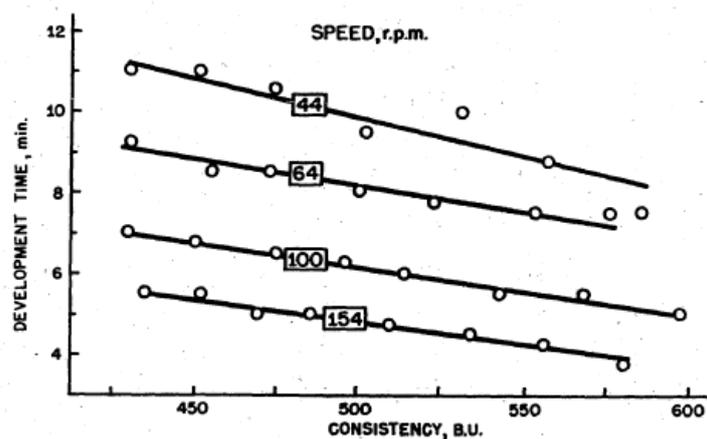


Fig. I.8. Relation entre la consistance de la pâte et le temps de développement de la pâte.
Tiré de Hlynka (Hlynka 1962).

En reprenant une démarche similaire à Hlynka, Auger et al. (2008) ont cherché à établir un modèle intégrant les effets du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur le

développement de plusieurs farines (Auger, Morel et al. 2008). En utilisant un mélangeur permettant la mesure du couple au cours du mélange, il a ainsi été montré que l'inverse de la durée de développement de la pâte était corrélée linéairement au produit du couple pendant la phase de latence avec la vitesse de mélange (Fig. I.9).

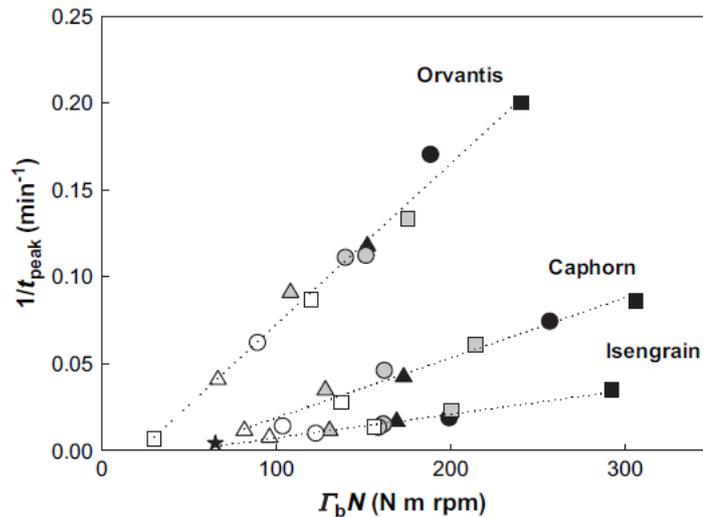


Fig. I.9. Relation entre le produit ($\Gamma_{\text{latence}} \times N$) et l'inverse du temps de développement pour trois farines.

Symboles : vitesses de mélanges (Δ) 80 rpm, (\circ) 90 rpm and (\square) 100 rpm

Remplissage : rapport eau/farine. (blanc) E/F « élevés », (gris) E/F « moyens », (noir) E/F faibles. Tiré de Auger et al., 2008.

Dans la Fig. I.9, chaque farine est caractérisée par une relation linéaire reliant le produit du couple pendant la phase de latence par la vitesse de mélange ($\Gamma_{\text{latence}} \times N$) avec l'inverse du temps de développement ($1/t_{\text{pic}}$). Cette relation permet d'appréhender à la fois l'effet du rapport eau/farine (effet sur le couple) et de la vitesse de mélange, et donc de contrôler ces deux facteurs. L'avancée par rapport au travail de Hlynka est d'avoir obtenu une relation unique prenant en compte ces deux paramètres pour chaque farine et non plus une multitude d'abaques.

La modélisation d'Auger reste néanmoins descriptive et opérationnelle. Il serait intéressant de dégager de cette relation mathématique des paramètres explicatifs, ainsi que de chercher un lien entre cette relation et les paramètres plus classiques comme l'EMS. Par ailleurs, ce travail révèle l'existence de droites différentes pour chaque farine, qu'il serait intéressant de mettre en relation avec la composition biochimique de la farine.

IB3 Impact des conditions de mélange sur l'extraction et la composition du gluten extrait

Dans le cas du procédé boulanger, plusieurs études observent une influence des conditions de pétrissage sur la qualité de la pâte (Kilborn et Tipples 1972; Baig et Hosenev 1977) ou à l'inverse une absence d'influence (Wilson, Morgenstern et al. 2001). Dans le cas du procédé amidonnier, peu de travaux renseignent sur l'influence des conditions de développement de la pâte sur la qualité d'usage du gluten extrait. La distinction classique porte sur le gluten dit « vital », ayant conservé son aptitude à former un réseau visco-élastique une fois réhydraté.

Des travaux soulignent cependant que les conditions de mélange peuvent affecter certaines des caractéristiques du gluten. Des vitesses de mélange élevées dégraderaient également les protéines du gluten (Macritchie 1975). La teneur en UPP du gluten serait notamment influencée par la durée de mélange. Cette teneur serait proche de la teneur en UPP de la farine pour des glutens extraits en sous-pétrissage jusqu'à l'instant de développement optimum (Auger, Morel et al. 2009). Le gluten extrait à partir d'une pâte sur-pétrée contiendrait une teneur en UPP inférieure. Le surpétrissage augmenterait également fortement la teneur en eau du gluten extrait (Kuktaite, Larsson et al. 2004; Kuktaite, Larsson et al. 2007). Il a par ailleurs été montré que les conditions de mélange affectent les propriétés du gluten extrait au développement optimum, notamment l'UPP et la teneur en protéines (Auger, Morel et al. 2009). Ces deux propriétés seraient liées à la vitesse et à la durée de mélange selon ces auteurs.

IC. Impact de la farine sur le développement et l'extraction du gluten

Avec les conditions de mélange, de nombreux travaux soulignent l'influence de la farine sur le développement et l'extraction du gluten (Davin, Godon et al. 1984; Weegels, Marseille et al. 1988; Sindic, Chevalier et al. 1993; Wootton 1993; Larsson 1996; Roels, Sindic et al. 1998). A la différence du procédé boulanger, il n'existe cependant pas de critères communément admis pour définir la qualité d'usage d'une farine dans le procédé amidonnier. La connaissance de la variété de blé ne permet pas non plus de caractériser une farine, les propriétés de la farine variant avec les facteurs environnementaux et agronomiques (Weegels, Marseille et al. 1988; Wooding, Kavale et al. 2000; Wooding, Kavale et al. 2000). La prédiction du comportement de la farine dans le procédé passe alors par la compréhension des effets individuels de la farine ou par des tests de comportement sur pilotes.

IC1 Impact des constituants de la farine

On liste dans le Tableau I.2 un ensemble de travaux traitant des effets de la farine et de ses composants sur le développement et l'extraction du gluten. On détaille ces effets ci-dessous.

Tableau I.2. Paramètres biochimiques impactant le développement de la pâte et l'extraction du gluten.

Paramètre	Effet(s) attribué(s)	Références
Farine	Le procédé de séparation gluten /amidon dépend de la variété de blé employée.	(Davin, Godon et al. 1984; Weegels, Marseille et al. 1988; Sindic, Chevalier et al. 1993; Wootton 1993; Larsson 1996; Roels, Sindic et al. 1998; Vanderborgh, Goesart et al. 2005)
	- Les farines de faibles taux d'extraction permettent une meilleure séparation.	(Dik, Yondem-Makascioglu et al. 2002)
	- Les propriétés d'utilisation de la farine varient avec les facteurs agronomiques et environnementaux.	(Weegels, Marseille et al. 1988; Wooding, Kavale et al. 2000; Wooding, Kavale et al. 2000)
	La qualité d'utilisation du gluten extrait dépend de la variété. La teneur en UPP du gluten isolé dépend de la variété.	(Davin, Godon et al. 1984) (Kuktaite, Larsson et al. 2004; Auger 2008)
Protéines	Une bonne agglomération du gluten permet une meilleure séparation.	(Weegels, Marseille et al. 1988; Roels, Sindic et al. 1998)
	- La capacité d'agglomération du gluten dépend fortement du type de blé.	(Weegels, Marseille et al. 1988; Auger, Morel et al. 2008)
	- Le rendement d'extraction du gluten est corrélée positivement avec la teneur en protéines de la farine.	(Davin, Godon et al. 1984; Hamer 1989; Prieto, Kelfkens et al. 1992; Sindic, Chevalier et al. 1993; Roels, Sindic et al. 1998)
	- Les protéines solubles de la farine ont un effet négatif sur le rendement d'extraction.	(Weegels, Marseille et al. 1988)
	- L'UPP de la farine augmente la quantité d'énergie mécanique à fournir (EMS) pour le développement de la pâte.	(Wooding, Kavale et al. 2000; Every, Motoi et al. 2008)
	- L'UPP augmente le temps de développement au Mixographe.	(Gupta, Khan et al. 1993; Wooding, Kavale et al. 2000)
	- La répartition des différents types de sous-unités de gluténines impacte le développement du gluten.	(Huang et K. 1997; Huebner, Bietz et al. 1999; Wooding, Kavale et al. 2000; He, Jones et al. 2005)
Arabinoxylanes	Des interactions entre arabinoxylanes et gluten existent dans la pâte.	(Appolonia et Gilles 1971; Wang, Hamer et al. 2002; Wang, Vliet et al. 2004)
	- Les arabinoxylanes ont un effet négatif sur la séparation.	(Roels 1993; Christophersen 1997; Roels, Sindic et al. 1998; Wang, Hamer et al. 2002; Frederix 2003; Wang, Vliet et al. 2004; Noort, Haaster et al. 2010)
	- Les arabinoxylanes augmentent la viscosité de la pâte	(Bushuk 1966; Yin et Walker 1992)
	- Les variations naturelles de teneurs en arabinoxylanes parmi les farines n'induisent pas de variations significatives de l'absorption d'eau des farines.	(Tipples, Meredith et al. 1978)

-	L'ajout de pentosanes dans la pâte augmente la viscosité de la pâte et diminue la durée de développement de la pâte au Farinographe	(Yin et Walker 1992)
Amidons	Les amidons endommagés augmentent la viscosité de la pâte.	(Farrand 1969; Farrand 1972; Tipples, Meredith et al. 1978)
-	Dans certains conditions, une compétition pour l'eau aurait lieu entre le gluten et l'amidon.	(Petrofsky et Hoseney 1995; Larsson 1996)
-	L'amidon et les composants solubles de la farine interagiraient.	(Appolonia et Gilles 1971)
Lipides	Des interactions gluten – lipides ont lieu dans la pâte.	(Bekes, Zawistowska et al. 1983; Bekes, Zawistowska et al. 1983; Bekes, Zawistowska et al. 1983; Bekes, Macritchie et al. 1992)
	Les lipides auraient un effet négatif sur l'extraction du gluten.	(Larsson 1996)
	L'hydrolyse des lipides au cours du stockage des farines pourrait expliquer la plus mauvaise séparation du gluten pour les farines âgées.	(Seguchi 1993; Seguchi, Hayashi et al. 1998; Dik, Yondem-Makascioglu et al. 2002)

(a) Protéines

De par leurs rôles prépondérants dans le développement de la pâte, les protéines impactent fortement les propriétés d'utilisation de la farine. Il a été montré que la séparation du gluten dépend de la bonne agglomération des protéines de réserve (Weegels, Marseille et al. 1988; Roels, Sindic et al. 1998). Cette capacité d'agglomération est fortement liée au type de blé (Weegels, Marseille et al. 1988; Auger, Morel et al. 2008). Ces variations seraient dues à la répartition des différentes familles de protéines ; différents auteurs montrent notamment que l'UPP de la farine est corrélée positivement avec l'EMS à fournir pour développer la pâte et le temps de formation du réseau de gluten (Gupta, Khan et al. 1993; Wooding, Kavale et al. 2000; Wooding, Kavale et al. 2000; Every, Motoi et al. 2008). En outre, la répartition des différents types de sous-unités de gluténines semble impacter le développement du gluten (Huang et K. 1997; Huebner, Bietz et al. 1999; Wooding, Kavale et al. 2000; He, Jones et al. 2005).

En terme de rendement d'extraction du gluten, la teneur en protéines de la farine semble être le facteur prépondérant (Davin, Godon et al. 1984; Hamer 1989; Prieto, Kelfkens et al. 1992; Sindic, Chevalier et al. 1993; Roels, Sindic et al. 1998). Pour ces différents auteurs, la teneur en protéines n'explique pas cependant l'ensemble de la variabilité des rendements d'extractions. Les protéines solubles auraient également un effet négatif sur le rendement (Weegels, Marseille et al. 1988), et la majorité d'entre elles serait perdue lors de la lixiviation du gluten.

Les protéines auraient également un effet sur la viscosité des pâtes. On estime qu'elles captent entre 1 et 2 g d'eau / g de matière sèche (Greer et Stewart 1959; Larsen 1964; Bushuk 1966).

(b) Arabinoxylanes

Les arabinoxylanes sont des polysaccharides constituant les parois cellulaires du grain. Ils sont présents dans tout le grain, en grande quantité dans les sons et en quantité plus faible dans l'albumen. On distingue les arabinoxylanes solubles dans l'eau de ceux insolubles. Ils sont généralement présents dans la farine dans des quantités respectives de 0.5% et 1.5%. Une des propriétés les plus importantes des arabinoxylanes est leur capacité à capter l'eau; Les

arabinoxylanes augmenteraient ainsi la viscosité de la pâte et fixeraient 15 fois leur masse en eau selon certaines estimations (Bushuk 1966) et modifieraient le comportement rhéologique des autres composants (Jelaca 1971). Les estimations de la capacité d'absorption d'eau des arabinoxylanes varient cependant selon les auteurs ; dans un comparatif de plusieurs méthodes pour accéder à cette valeur, Jelaca et Hlynka suggèrent que cette capacité d'absorption d'eau dépende de l'environnement des arabinoxylanes (elle serait par exemple différentes ajoutée à des mélanges farine – eau, gluten – eau et amidon – eau) et qu'elle augmente avec la vitesse de mélange (Jelaca et Hlynka 1971).

Malgré leur capacité relative d'absorption d'eau élevée, certains auteurs estiment que par leurs faibles teneurs dans la farine, les arabinoxylanes absorberaient une quantité d'eau totale négligeable comparées aux autres constituants (amidons et protéines) (Roman-Gutierrez, Guilbert et al. 2002). Les variations intrinsèques des teneurs en arabinoxylanes parmi les farines n'induiraient pas de variations significatives de leur absorption d'eau telle que mesurée au Farinographe (Tipples, Meredith et al. 1978). L'ajout supplémentaire d'arabinoxylanes à une farine augmenterait par contre significativement leur absorption d'eau au Farinographe (Yin et Walker 1992).

L'absorption d'eau des arabinoxylanes induirait une compétition pour l'eau avec les autres composants, notamment avec les protéines. La viscosité de la pâte serait néfaste pour l'agglomération des protéines car elle diminuerait la mobilité des composants (Christophersen 1997; Redgwell, de Michieli et al. 2001; Frederix 2003). Cette interprétation est cependant sujette à discussion, la vitesse de développement augmentant lorsque la consistance de la pâte augmente (Hlynka 1962; Skeggs et Kingswood 1981; Auger, Morel et al. 2008). Il a été par ailleurs été montré que l'ajout d'arabinoxylanes augmente l'absorption d'eau de la pâte, et diminue la durée de développement au Farinographe (Yin et Walker 1992). On peut faire l'hypothèse de deux effets antagonistes des arabinoxylanes : en augmentant la viscosité de la phase aqueuse, les arabinoxylanes solubles gêneraient effectivement les interactions entre protéines ; cependant, en augmentant la consistance globale de la pâte, les arabinoxylanes augmenteraient la quantité d'énergie transférée à la pâte par le mélangeur, ce qui accélérerait le développement.

En plus de leur effet sur la viscosité, les arabinoxylanes de hauts poids moléculaires gêneraient les interactions protéines – protéines par encombrement stériques (Weegels 1990). D'une façon similaire, les arabinoxylanes insolubles formeraient une barrière physique qui gênerait l'interaction protéine – protéines (Wang, Hamer et al. 2002; Frederix 2003; Frederix, Courtin et al. 2004; Wang, Vliet et al. 2004).

(c) Amidons

Contrairement aux protéines, les amidons constituent un groupe relativement homogène. Bien qu'il soit le composant majoritaire dans la farine, l'amidon semble avoir peu d'influence sur le développement du gluten et sur sa séparation et est parfois considéré comme un simple "agent de remplissage" inerte dans la pâte pour certains auteurs (Bloksma 1990). Au sein de la farine, les grains d'amidons diffèrent par leur taille et par leur intégrité.

En termes de tailles, on distingue les amidons de type A, sous forme de grains lenticulaires d'environ 20 µm de diamètre et représentant environ 80% de la masse d'amidon totale, des amidons de type B formant des petits grains sphériques de 2-10µm (~ 20% de la masse d'amidon).

On distingue également les amidons dits natifs des amidons endommagés. La quantité d'amidons endommagés dans la farine est typiquement de 3% à 8% selon la dureté du blé et les conditions de mouture. Ils diffèrent par leur capacité d'absorption d'eau, environ 1,5 à 2 g/g pour les grains endommagés contre 0,5 g/g pour les grains natifs (Greer et Stewart 1959; Bushuk 1966; French 1984). La proportion d'amidons endommagés aurait un impact fort sur la rhéologie de la pâte et expliquerait une grande partie des différences d'absorption d'eau entre les farines (Farrand 1969; Tipples, Meredith et al. 1978). Dans certaines conditions, une compétition pour l'hydratation entre gluten et amidon pourrait exister (Petrofsky et Hosney 1995; Larsson 1996).

(d) Lipides

Plusieurs études ont révélé l'interaction entre les lipides et les protéines lors du développement (Bekes, Zawistowska et al. 1983; Bekes, Zawistowska et al. 1983; Bekes,

Zawistowska et al. 1983; Bekes, Macritchie et al. 1992), bien que cette interaction soit peu claire. La quantité de lipides libres dans la pâte serait diminuée de moitié environ une fois la pâte développée (Chung et Tsen 1975; Endo, Tanaka et al. 1985).

La séparation gluten / amidon serait améliorée en présence de farine délipidée (Larsson 1996), ce qui indiquerait un effet négatif des lipides sur l'extraction du gluten. Durant le vieillissement des farines, des réactions d'hydrolyses des lipides peuvent par ailleurs avoir lieu pour former des acides gras libres (Dik, Yondem-Makascioglu et al. 2002). Ce phénomène est invoqué par certains auteurs comme une explication pour la baisse de rendement de séparation des farines âgées (Seguchi 1993; Seguchi, Hayashi et al. 1998; Dik, Yondem-Makascioglu et al. 2002).

IC2 Analyses technologiques d'appréciation de la qualité des farines

Le déterminisme des propriétés d'utilisation des farines à partir de leur seule composition étant complexe et multifactoriel, une autre voie consiste à estimer la qualité d'utilisation des farines par des tests de comportement. On peut distinguer à ce titre les tests de développement du gluten à capteur de couple (Farinographe, Mixographe, Plastographe, Gluten Peak Tester) des tests de déformation de la pâte après mélange (Alvéographe, Extensographe) (Shuey 1975).

(a) Tests de développement

Le Farinographe (Brabender) est un pétrin couramment utilisé permettant de mesurer au cours du pétrissage la résistance à la rotation des bras. La teneur en eau de la pâte est ajustée pour une consistance maximale standard, généralement 500 "unités Brabender" (U.B.); la quantité d'eau à rajouter pour atteindre cette valeur de couple est qualifiée d'absorption d'eau, un paramètre très usité. On déduit de ce test le temps de développement (durée de mélange permettant d'atteindre la consistance maximale), la stabilité de la pâte (durée pendant laquelle la consistance demeure à la consistance maximale) et l'affaiblissement de la pâte (perte de consistance 12 minutes après le développement de la pâte).

Dans la même classe d'appareil, on peut également citer le Mixographe, le Plastographe et le Gluten Peak Tester, des pétrins permettant la mesure du couple moteur pendant le développement de la pâte. Ces appareils se distinguent par leurs géométries. Les critères généralement mesurés à partir de ces appareils sont la durée de développement de la pâte (t_{pic}), la consistance de la pâte une fois formée, l'énergie nécessaire au développement de la pâte (EMS). Les caractéristiques obtenues par ces méthodes sont très relatives à l'appareillage utilisé et au protocole de mesure (température, teneur en eau / consistance utilisée, formulation de la pâte). La quantité d'énergie à fournir pour développer la pâte dépend ainsi de la géométrie du pétrin utilisé (Kilborn et Tipples 1972; Skeggs 1985; Wilson, Wooding et al. 1997).

(b) Tests de déformation

Les tests de déformation mesurent la résistance à la déformation d'une pâte formée dans des conditions définies.

Dans le cas de l'Alvéographe, on pétrit une pâte pendant une durée constante (1 min de prémélange et 6 min de mélange) après avoir ajouté un volume fixe d'eau salée à 2,5% à la farine. Après pétrissage, la pâte est laminée, découpé en disque et laissée à reposer 20 min. Le disque est scellé de façon à obturer une chambre dans laquelle est insufflé un débit d'air sous le disque de pâte. On mesure alors la pression d'air résultante jusqu'à la rupture. Les paramètres classiques tirés de l'évolution de la pression d'air avec le débit d'air insufflé sont la pression maximale (P) (résistance à la déformation, tenacité), le gonflement de la pâte à la rupture (G ou L), le rapport P/L et le travail de déformation pour développer la bulle jusqu'à la rupture, qualifié habituellement de "force boulangère" (W). Un autre paramètre plus récent tiré de cette courbe est l'indice d'élasticité (I.E.) Ce paramètre, défini pour permettre d'appréhender la concavité de l'alvéogramme, correspond au rapport de pression mesurée pour un volume de bulle de 200mL rapporté à la pression maximale. La concavité de l'alvéogramme et l'indice d'élasticité seraient étroitement corrélés aux phénomènes liés à l'élasticité des pâtes et à la valeur boulangère des farines (Launay, Roussel et al. 1978; Chen et Dappolonia 1985; Addo, Coahran et al. 1990; Kitissou 1995).

L'extensographe mesure la résistance à la déformation d'une pâte de consistance définie (500 BU dans un Farinographe). En plus de l'absorption d'eau, on mesure la résistance maximale mesurée au cours de la déformation, la résistance mesurée après une élongation de la pâte de 50 mm et l'aire de la courbe temps / résistance (énergie).

La finalité principale de ces différents appareils est d'appréhender la qualité boulangère des farines, ou bien de tester l'influences d'additifs et des conditions de mélanges dans l'optique de la panification. La relation entre la qualité boulangère et l'extraction du gluten n'est pas claire. Si certains auteurs ont observé que les farines de bonnes qualités boulangères présentaient de meilleurs rendements d'extraction (Davin, Godon et al. 1984; Roels, Sindic et al. 1998), d'autres auteurs n'ont pas observé de corrélations significatives entre la qualité boulangère et le rendement en gluten (Hamer 1989).

Conclusions

Bien que les études du phénomène de développement des pâtes soient généralement réalisées dans l'optique de la panification, de nombreux travaux montrent l'importance des conditions de mélange et de la farine sur le développement et l'extraction du gluten en amidonnerie. La difficulté principale liée à ce domaine est la variabilité des procédés et des conditions de mélanges, créant un certain nombre de contradictions apparentes entre les travaux. Un obstacle majeur à la compréhension des effets des conditions de mélanges et des composants de la farine est le manque de travaux prenant en compte à la fois ces deux facteurs, empêchant d'accéder aux interactions entre composants biochimiques et paramètres du procédé.

II Matériels et Méthodes

IIA. Obtention et caractérisation des farines

Dans cette partie sont présentés les protocoles des analyses réalisées et une description générale des caractéristiques des farines utilisées. Pour la commodité de la lecture, les analyses détaillées de chaque farine sont présentées de manière séparée dans la partie IID.

IIA1 Description des blés et des farines utilisées

Un ensemble de 31 lots de blés français obligeamment fournis par *Champagne Céréales* de 22 variétés inscrites au catalogue officiel français (Apache, Bermudes, Boisseau, Camp Remy, Caphorn, Charger, Dinosor, Glasgow, Haussmann, Isengrain, Orvantis, PR22R28, Premio, Quebon, Robigus, Rosario, Samourai, Sankara, Shango, Soissons, Tremie, Vivant) a été constitué sur plusieurs années (2005, 2006, 2008, 2009). La mouture de ces grains a été réalisée sur un moulin pilote Bühler (MLU 202, Bühler, Suisse) selon la méthode AACC 26-31 (2000). Neuf lots de farines provenant de différents sites de productions ont été fournis par la société Tereos / Syral sur plusieurs années (2006, 2009, 2010). Les teneurs en eau (humidités) et les taux de cendres des farines ont été déterminés respectivement d'après les méthodes AACC 44-15A et 08-01. Les valeurs moyennes et les variations de ces mesures sont données dans le Tableau II.1. Les distributions des teneurs en eau et des taux de cendres des farines sont illustrées dans la Fig. II.1.

Tableau II.1. Caractéristiques moyennes des moutures et des farines produites.

	Humidité (% b.s)	Cendres (% b.s)	Degré d'extraction (mouture sur pilote uniquement) (% b.s.)
Valeur moyenne	14,2	0,50	72,4
Plage de variation	13,1 – 15,5	0,37 – 0,75	65,5 – 76,7
Coeff. variation	0,7%	16,3%	4,2%

Les farines obtenues après mouture se caractérisent par une humidité de l'ordre de 14% et un taux de cendres de 0,37 à 0,75%. Le rendement d'extraction sur le moulin pilote varie entre 65% et 75%.

La répartition des taux de cendres montre la présence de deux populations distinctes (Fig. II.1.a), la première centrée autour de 0,50% et la seconde autour de 0,65%. L'étude

détaillée des farines (Tableau II.9) montre que la première population correspond aux farines produites au laboratoire avec le moulin pilote et que la seconde correspond aux farines industrielles.

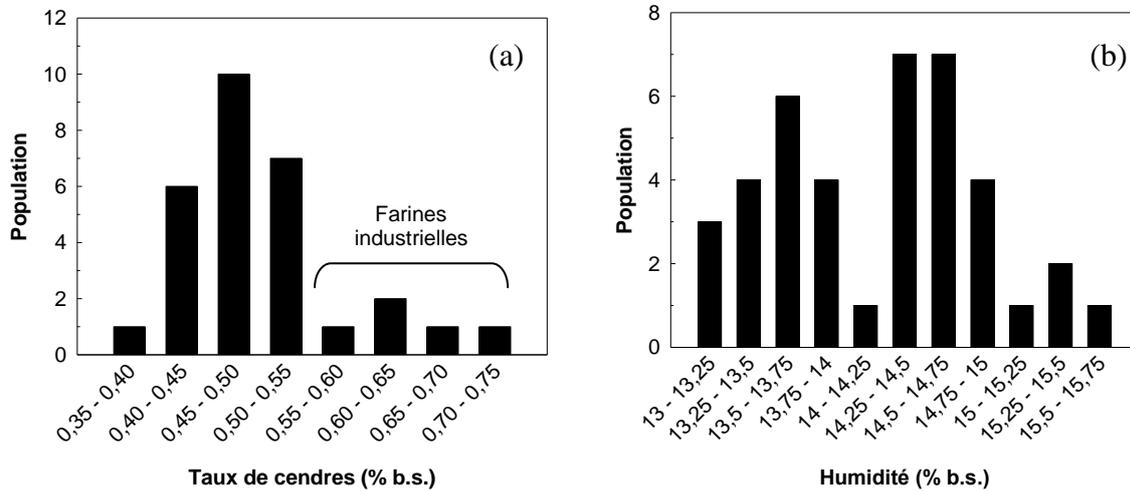


Fig. II.1. Distribution des taux de cendres (a) et des teneurs en eau (b) des farines.

La distribution des humidités (Fig. II.1b) révèle la présence de deux pics distincts au minimum, la première population ayant des humidités comprises entre 13% et 14% et la seconde population importante possédant des teneurs en eau comprises entre 14% et 15%. Quatre farines possèdent également des teneurs en eau supérieures à 15%. Les farines possédant les plus faibles teneurs en eau sont essentiellement celles issues des blés softs (Glasgow, Robigus, Samouraï) et les farines industrielles, les farines à plus fortes teneurs en eau étant issues des blés hard. La plus faible teneur en eau des farines softs s'explique par le fait que les grains les plus friables sont conditionnés à une teneur en eau plus faible que les grains les plus durs avant l'opération de mouture. La plus faible teneur en eau des farines industrielles serait également liée aux modes de conditionnements utilisés.

IIA2 Analyse biochimique des farines

La teneur en protéines des farines (P) a été déterminée en utilisant la méthode de Kjeldahl ($N \times 5,7$). La teneur en amidons endommagés (AE) a été déterminée par dosage enzymatique (Kit Mégazym, méthode AACC 76-31). Les teneurs en arabinoxylanes totaux (AX_T) et solubles dans l'eau (AX_{sol}) ont été mesurées en utilisant le protocole établi par

Blakeney (Blakeney, Harris et al. 1983). La teneur en arabinoxylyanes insolubles dans l'eau (AX_{ins}) est calculée en retranchant la teneur en arabinoxylyanes solubles à la teneur en arabinoxylyanes totaux. Le récapitulatif de ces analyses est donné dans le Tableau II.2 et la distribution de ces quatre composants est illustrée en Fig. II.2.

Tableau II.2. Composition biochimique moyennes des farines.

	P (%b.s.)	AE (%b.s.)	AX_{Sol} (%b.s.)	AX_T (%b.s.)	AX_{ins} (%b.s.)
Valeur moyenne	10,4	6,3	0,64	2,21	1,57
Plage de variation	8,4 – 12,4	2,6 – 9,6	0,35 – 1,01	1,45 – 3,45	1,09 – 2,81
Coeff. variation	11%	28%	24%	23%	28%

P : teneur en protéines ; AE : teneur en amidons endommagés ; AX_S : teneur en arabinoxylyanes solubles ; AX_T : teneur en arabinoxylyanes totaux.

La teneur en protéines des farines varie entre 8,4% et 12,4% (CV = 11%, Tableau II.2). La teneur en amidons endommagés varie fortement de 2,6% à 9,6% (CV = 28%). Les teneurs en arabinoxylyanes solubles et totaux varient également de façon importante entre les farines (CV supérieurs à 20%).

Les teneurs en protéines présentent deux populations centrées à 9,5% et 11,5% (Fig. II.2.a). La population possédant la plus faible teneur en protéines est constituée pour la plupart d'échantillons dérivés de variétés softs (Glasgow, Robigus, Samourai) et d'échantillons industriels, la seconde population des blés restants. La distribution des teneurs en amidons endommagés (Fig. II.2.b) sépare de façon similaire ces deux populations, les blés softs et les échantillons industriels présentant des teneurs en amidons endommagés inférieures à celles des autres échantillons.

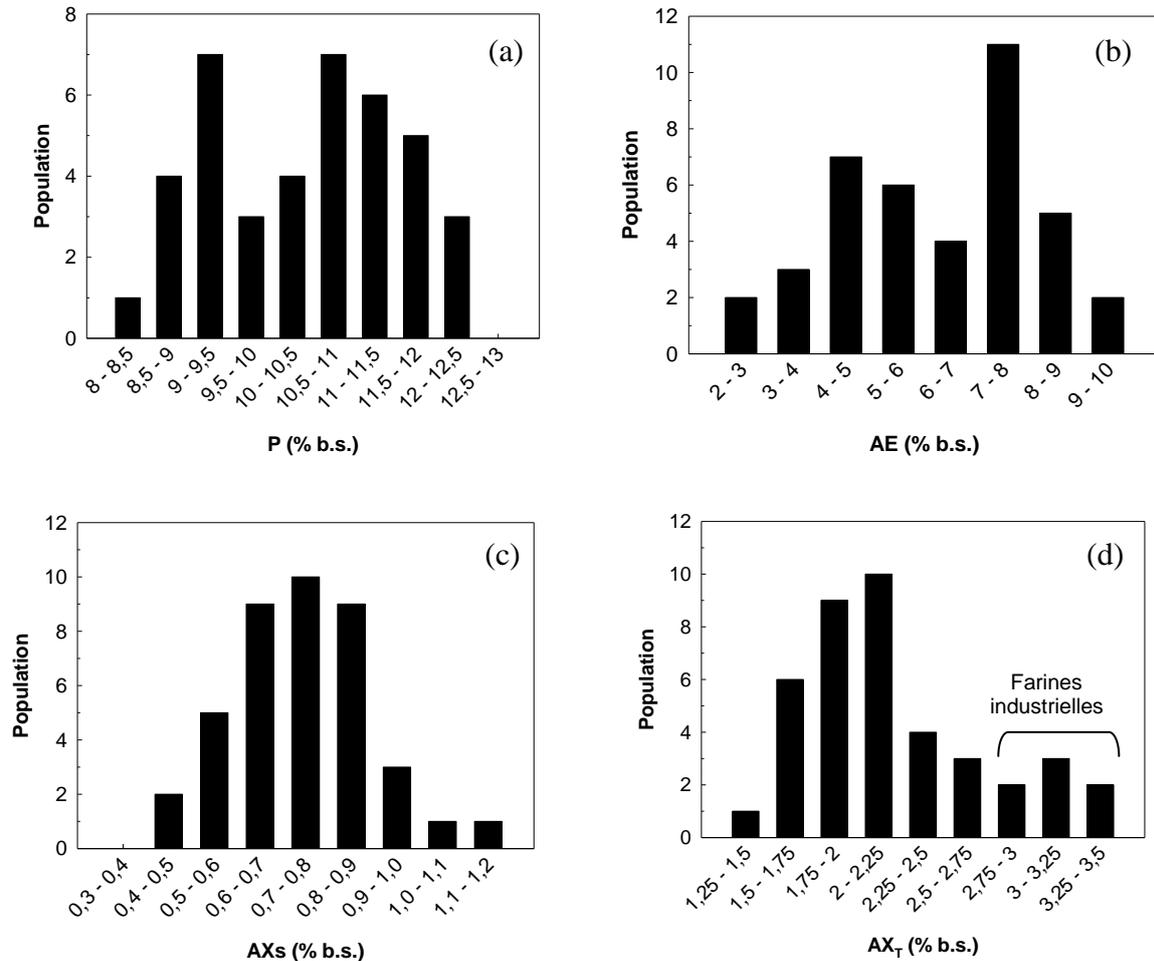


Fig. II.2. Distribution des teneurs en amidons endommagés (a), en protéines (b) et en arabinosylanes solubles (c) et totaux (d) des farines.

La distribution des teneurs en arabinosylanes solubles (Fig. II.2.c) suit une loi de type normale, sans distinctions entre les farines de duretés ou de taux en cendres différents. Les teneurs en arabinosylanes totaux (Fig. II.2.d) présentent un premier pic entre 1,5% et 2,25% (mouture sur pilote) et un second pic entre 2,5% et 3,5%, correspondant aux échantillons industriels de taux de cendres plus élevés.

IIA3 Analyse des protéines par SE-HPLC

L'extraction et l'analyse des protéines par SE-HPLC sont dérivées de la méthode décrite par Morel et al (Morel et Bar-L'Helgouac'h 2000). Une première extraction des protéines est réalisée dans un tampon phosphate 0.1 M (pH 6.9) à 1% de SDS; le résidu non soluble est repris dans un tampon identique et soniqué pour solubiliser les polymères de gluténines insolubles dans le SDS. Les surnageants obtenus à partir de ces deux extractions ont été injectés sur une colonne d'exclusion stérique TSK-G 4000-SW (Merck, France) (7.5 mm x 30 cm) couplée à une pré-colonne TSK 3000-SW (Merck, France) (7.5 mm x 7.5 cm). Le profil d'élution du premier extrait a été séparé en cinq fractions notées F₁ à F₅ par ordre d'élution (Fig. II.3.a). L'ensemble du profil d'élution du second extrait, correspondant aux polymères de gluténines insolubles dans le SDS, est noté Fi (Fig. II.3.b). Les aires des différentes fractions sont exprimées en pourcentage des protéines totales, estimées de la somme des aires des deux extraits.

Le pourcentage de protéines polymériques non extractibles (UPP) est obtenu en calculant le rapport entre polymères de gluténines insolubles dans le SDS (Fi) rapporté aux protéines polymériques totales (F₁+F₁+F₂) :

$$Upp = \frac{Fi}{Fi + F_1 + F_2}$$

On obtient une indication de la teneur en gluténines des échantillons en réalisant la somme des fractions F_i, F₁ et F₂, de la teneur en gliadines par la somme des fractions F₃ et F₄ et de la teneur en albumines et globulines par la fraction F₅. Le récapitulatif de ces analyses est donné dans le Tableau II.3 et le Tableau II.4. Les distributions des teneurs en UPP et des rapports gluténines / gliadines sont présentées dans la Fig. II.3.

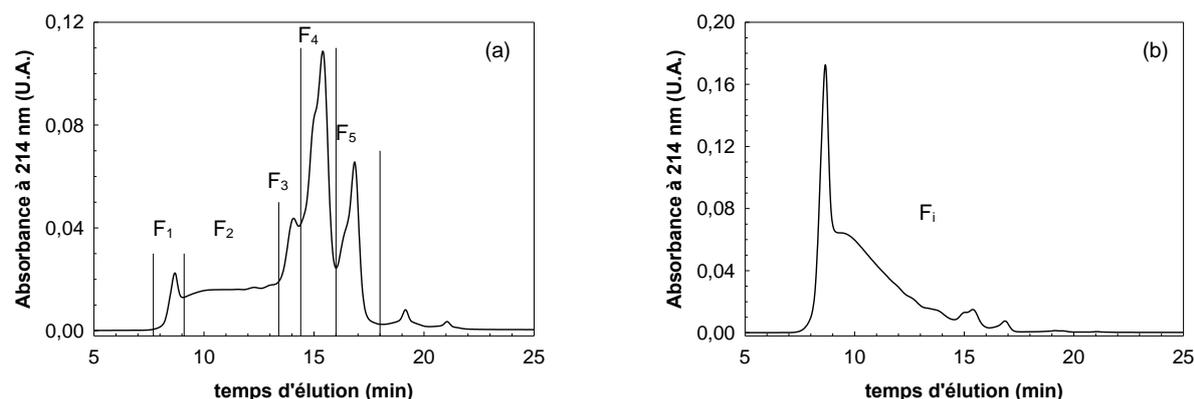


Fig. II.3. Fractions F_1 à F_5 définies sur le profil d'éluion de l'extrait soluble en SDS (a) et fraction F_i définie sur le profil d'éluion de l'extrait soniqué (b). Farine Dinosor 2008.

Tableau II.3. Caractéristiques moyennes des farines par SE-HPLC.

	Upp (%)	F_i (%)	F_1 (%)	F_2 (%)	F_3 (%)	F_4 (%)	F_5 (%)
Valeur moyenne	44	18	5	18	6	35	17
Plage de variation	34 – 58	13 – 26	3 – 6	15 – 21	5 – 9	32 – 40	13 – 22
Coeff. variation	14%	17%	21%	8%	11%	5%	16%

UPP : teneur en protéines polymériques non extractible rapportée aux protéines polymériques totales ; F_i : teneur en protéines polymériques non extractibles rapportée à la teneur en protéines totales ; F_1 à F_5 : teneur en fractions 1 à 5 telles que définies par SE-HPLC.

Tableau II.4. Composition moyennes des farines selon la classification d'Osborne.

	glu.	gli.	Al + Gl	glu./gli
Valeur moyenne	41	41	17	1,0
Plage de variation	37 – 46	38 – 46	13 – 22	0,84 – 1,16
Coeff. variation	6%	4%	16%	8%

Glu. : gluténines ; gli. : gliadines ; Al.+ Gl. : albumines et globulines ; glu./gli. : rapport gluténines/gliadines.

Les teneurs des différentes fractions établies par SE-HPLC varient de façon importante selon les farines (Tableau II.3), notamment les fractions F_i (CV = 17%), F_1 (CV = 21%) et F_5 (CV = 16%). Les teneurs en gluténines et gliadines varient relativement peu entre les farines, avec des CV de 6% et 4% (Tableau II.3). Les proportions de gluténines et gliadines sont en moyenne identiques, avec une plage de variation du rapport gluténines / gliadines de 0,84 à 1,16. On ne distingue pas clairement de populations différentes à partir de la distribution des teneurs en UPP (Fig. II.4.a) et des rapports gluténines/gliadines (Fig. II.4.b).

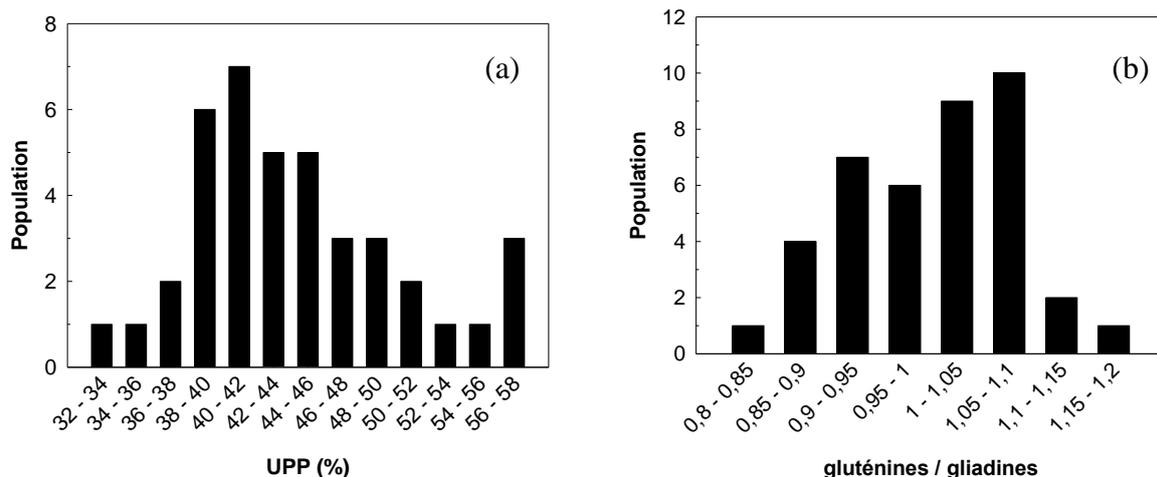


Fig. II.4. Distribution des teneurs en protéines polymériques non extractibles (UPP) (a) et des rapports gluténines/gliadines (b) des farines.

IIA4 Génotypage des gluténines de haut poids moléculaire par SDS-PAGE

Le génotype des gluténines de hauts poids moléculaires est déterminé par extraction séquentielle puis SDS-page d'après Singh et al (Singh, Shepherd et al. 1991). On répartit les variétés de blé en trois groupes : variétés possédant les bandes caractéristiques 2 et 12, variétés possédant les bandes caractéristiques 5 et 10 et mélange de variétés. On donne dans le Tableau II.5 la répartition des variétés parmi ces trois catégories.

Tableau II.5. Répartitions des variétés de blé utilisées selon les types 2/12 et 5/10.

Variétés de type 2/12	Variétés de type 5/10	Mélanges
Apache ; Camp Remy ; Charger ; Glasgow ; Haussmann ; Orvantis ; PR22R28 ; Robigus ; Rosario ; Samourai ; Sankara ; Tremie ; Vivant.	Bermudes ; Boisseau* ; Caphorn ; Dinosor ; Isengrain ; Premio ; Premio ; Quebon ; Shango ; Soissons.	T&L 824 ; T&L 825 ; AA1 ; AA24 ; NE ; SD ; MK ; AAm ; LABm.

* Variété transloquée 1BL/1RS

IIA5 Corrélations entre composants parmi les farines étudiées

Un point important pour l'analyse et l'interprétation des effets de la composition biochimique dans le reste de l'étude est de connaître le degré de corrélation entre les différents composants. Dans la mesure où ce degré de corrélation entre facteurs est une propriété du lot de farines étudié et où on s'y réfèrera dans l'ensemble de la section résultats,

on introduit dès à présent ces liens dans le Tableau II.6. Ces corrélations ont été calculées à l'aide du logiciel Xlstat (addinsoft, USA), à partir des mesures obtenues pour l'ensemble des 40 farines. Pour la facilité de la lecture, les corrélations significatives au delà de 0,1% ($r > 0,50$) sont notées en gras.

Tableau II.6. Corrélations entre composants pour les 40 farines de l'étude.

	h	P	cd	AX _s	AX _{ins}	AE	AT	Upp	Fi	glu	gli	glu/gli	Al+gl
h	-	0,17	-0,35	0,17	-0,35	0,49	0,08	0,50	0,48	0,20	-0,10	0,22	-0,11
P	0,17	-	0,06	-0,31	-0,08	0,54	-0,07	0,49	0,57	0,49	0,41	0,14	-0,70
cd	-0,35	0,06	-	0,27	0,73	-0,10	-0,43	-0,08	-0,11	-0,13	0,03	-0,11	0,09
AX _{sol}	0,17	-0,31	0,27	-	0,29	-0,01	-0,06	0,04	-0,10	-0,34	-0,43	-0,01	0,58
AX _{ins}	-0,35	-0,08	0,73	0,29	-	-0,23	-0,40	-0,22	-0,38	-0,56	0,09	-0,47	0,44
AE	0,49	0,54	-0,10	-0,01	-0,23	-	0,10	0,38	0,43	0,38	0,10	0,24	-0,41
AT	0,08	-0,07	-0,43	-0,06	-0,40	0,10	-	-0,11	0,00	0,27	-0,24	0,32	-0,08
Upp	0,50	0,49	-0,08	0,04	-0,22	0,38	-0,11	-	0,94	0,35	-0,09	0,32	-0,25
Fi	0,48	0,57	-0,11	-0,10	-0,38	0,43	0,00	0,94	-	0,63	-0,15	0,56	-0,47
glu	0,20	0,49	-0,13	-0,34	-0,56	0,38	0,27	0,35	0,63	-	-0,19	0,85	-0,76
gli	-0,10	0,41	0,03	-0,43	0,09	0,10	-0,24	-0,09	-0,15	-0,19	-	-0,68	-0,48
glu/gli	0,22	0,14	-0,11	-0,01	-0,47	0,24	0,32	0,32	0,56	0,85	-0,68	-	-0,31
Al+gl	-0,11	-0,70	0,09	0,58	0,44	-0,41	-0,08	-0,25	-0,47	-0,76	-0,48	-0,31	-

h : teneur en eau ; P : Teneur en protéines ; cd : Taux de cendres ; AX_s : Teneur en arabinosylanes solubles ; AX_{ins} : Teneur en arabinosylanes insolubles ; AE : Teneur en amidons endommagés ; AT : Teneur en amidons totaux ; UPP : Pourcentage de Protéines polymériques non extractible ; Fi : fraction de protéines insolubles dans le SDS dans la farine ; glu. : Gluténines ; gli. : Gliadines ; glu/gli : Rapport gluténines/gliadines ; Al+Gl : Albumines + globulines.

L'interprétation et l'étude de l'implication des corrélations entre composants sont détaillées dans les sections résultats et discussions. On note cependant dès à présent la corrélation très forte entre Fi et UPP ($r = 0,94$), qui permettra de considérer également l'un ou l'autre de ces facteurs dans ce travail. D'autres corrélations importantes sont la corrélation positive entre taux de cendres et AX_{ins} ($r = 0,73$) et la corrélation négative entre teneur en protéines et la somme (Albumines + globulines) ($r = -0,70$), déjà évoquée dans la littérature (Morel et Bar-L'Helgouac'h 2000).

IIA6 Analyse technologique des farines

Un Alvéographe Chopin a été utilisé pour déterminer les caractéristiques des pâtes selon la méthode standard ICC n°121(IACST 1992). Un Farinographe Brabender équipé d'une cuve de 50g a été utilisé selon la méthode AACC 54-21. Les récapitulatifs de ces analyses sont donnés respectivement dans le Tableau II.7 et le Tableau II.8. Les distributions du travail de déformation W et du rapport P/L des farines sont données en Fig. II.5.a et en Fig. II.5.b.

Tableau II.7. Moyennes des analyses des farines à l'Alvéographe.

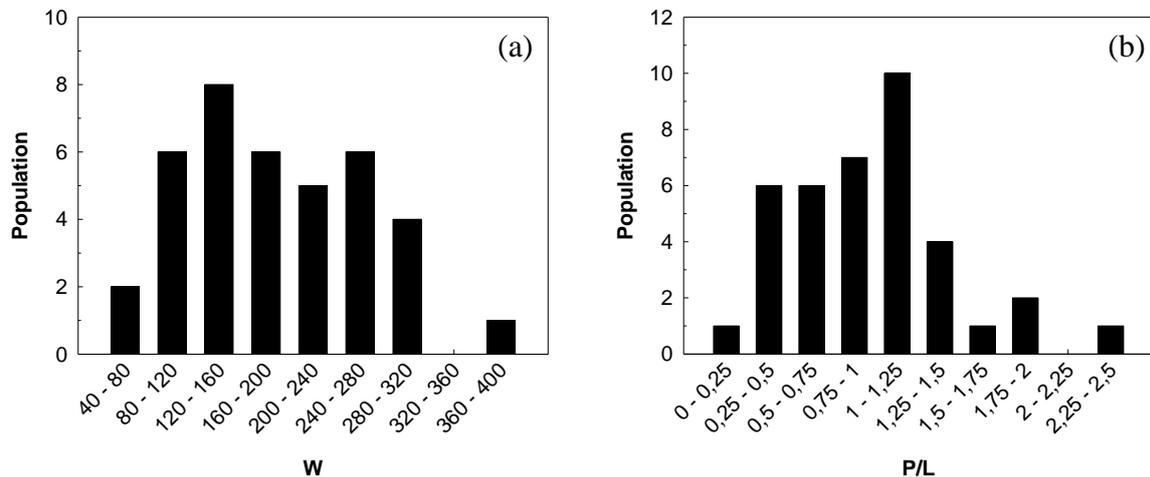
	P (mm)	G	P/L	I.E. (%)	W (10 ⁻⁴ J)
Valeur moyenne	72	20	0,99	50	190
Plage de variation	27 – 129	14 – 27	0,19 – 2,50	31 – 66	55 – 389
Coeff. variation	32%	17%	47%	17%	40%

P : pression maximale (tenacité) ; G : gonflement (élasticité) ; P/L : rapport P/L ; I.E. : indice d'élasticité ; W : travail de déformation (force boulangère).

Tableau II.8. Moyennes des analyses des farines au Farinographe.

	WAM (%)	DDT (min :s)	S (min :s)	DS	DS ICC	FQN
Valeur moyenne	57,2	2:15	4:20	68,8	83,5	50,8
Plage de variation	51,3 – 60,7	1:16 – 3 :50	1:13 – 11 :29	20 – 120	41 – 132	21 – 118
Coeff. variation	5%	40%	64%	42%	35%	57%

WAM : absorption d'eau rapportée à l'humidité de la farine ; DDT : Temps de développement ; S : Stabilité ; DS : Degré d'affaiblissement ; DS ICC : Degré d'affaiblissement ICC ; FQN : « Farinograph Quality Number ».

**Fig. II.5. Distribution du travail de déformation W (a) et du rapport P/L (b) des farines.**

L'analyse des farines à l'Alvéographe (Tableau II.7) illustre la diversité technologique des farines traitées dans cette étude, notamment par la gamme de rapports P/L balayée, de 0,2 (pâte à forte élasticité) à 2,5 (pâte à forte tenacité), avec un CV de 47%. La force boulangère des pâtes varie de 55.10⁻⁴J à 389.10⁻⁴J, avec un CV de 40%. La distribution de ces deux grandeurs (Fig. II.5) ne permet pas de distinguer plusieurs populations. Parmi les échantillons traités, une farine (Caphorn '08) possède une tenacité trop élevée par rapport à la gamme de mesure de l'Alvéographe et n'a pas pu être analysée avec cet appareil. L'analyse au Farinographe (Tableau II.8) n'a été réalisée que sur 15 des farines. Elle révèle également les différences marquées entre les farines testées par l'importance des CV.

IIB. Développement du réseau de gluten et extraction du gluten au Plastographe

L'extraction du gluten est réalisée en trois étapes: formation du réseau ; lavage ; séparation du gluten de l'amidon. L'étape de formation et de lavage du réseau du gluten est réalisée avec un mélangeur planétaire P600 (Brabender OHG, Allemagne) connecté à un Plastographe (Brabender OHG, Allemagne) permettant la mesure du couple au cours du mélange. Dans ce manuscrit, on se référera à l'ensemble de ce système de mélange et de mesure par l'appellation « Plastographe ».

La séparation du gluten de l'amidon a été réalisée par tamisage en voie humide. Les trois étapes de formation et d'extraction du réseau de gluten sont illustrées en Fig. II.6 et détaillées ci-dessous.



Fig. II.6. Dispositif de développement et d'extraction du gluten.

(gauche) pale hélicoïdale de pétrissage montée sur un bol Brabender P600, (centre) pale de lavage « K beater » (Brabender) et (droite) tamiseuse automatique en voie humide.

IIB1 Formation du réseau de gluten

Le développement du réseau du gluten est réalisé à l'aide du mélangeur P600 connecté à une station de mesure et de contrôle Plastographe, thermostaté à 25°C et équipé avec une pale hélicoïdale. Ce système permet le mélange des pâtes à une vitesse de rotation fixée et la mesure de l'évolution du couple correspondant durant le mélange. La gamme de vitesses de

mélange utilisée varie entre 50 rpm et 110 rpm. Les rapports eau/farine utilisés ont été fixés entre 65% et 125% (b.h.) pour obtenir un temps de mélange compris entre 2 min et 4h et un couple inférieur à 3 Nm pour toutes les expériences. Pour toutes les conditions de mélange, la masse totale de la pâte est fixée à 550 g.

Pour chaque expérience, on verse successivement l'eau désionnisée tempérée à 25°C puis la farine dans la cuve de mélange. Une étape de pré-mélange est réalisée pendant 1 min à la vitesse à 28 rpm. Cette étape permet l'hydratation de la farine et est réalisée à une faible vitesse de mélange pour ne pas initier la formation du réseau du gluten. Après une minute de prémélange, le mélange est arrêté afin de récupérer la pâte et la farine projetée sur les parois de la cuve. Cette étape dure 1 min 30. La phase de prémélange (2 min 30) n'est pas intégrée dans le décompte du temps de développement de la pâte.

Après la phase de pré-mélange on relance l'expérience à la vitesse désirée jusqu'à ce que le couple atteigne sa valeur maximale. Le temps de mélange correspondant est qualifié de temps de mélange optimal et est noté t_{pic} . Une courbe d'évolution du couple standard est donnée en Fig. II.7.

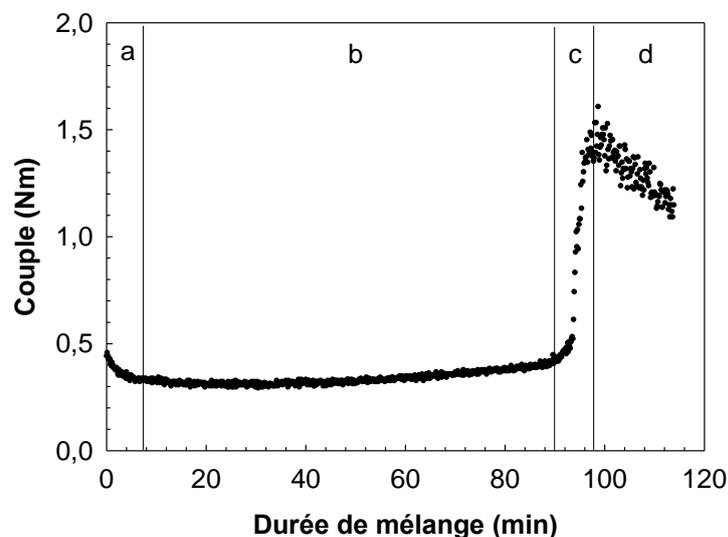


Fig. II.7. Exemple de courbe d'évolution du couple pendant le mélange avec le mélangeur Plastographe.

L'évolution du couple suit différentes phases qualifiées de diminution initiale (a), phase de latence (b), phase de montée jusqu'à la valeur de couple maximale (c) et de diminution finale (d). Les paramètres caractéristiques que l'on tire de cette évolution sont :

- La valeur de couple pendant la phase de latence, noté $\Gamma_{latence}$, obtenue en calculant

la moyenne des mesures de couple pendant cette phase.

- Le temps de mélange correspondant au pic de couple, noté t_{pic} .
- Le couple maximal.

On calcule l'énergie mécanique spécifique (EMS, J/kg) correspondant à l'énergie pour développer 1 kg de pâte par la relation (1)

$$EMS = \int_0^{t_{pic}} \frac{2\pi}{M} \times \Gamma(t) \times N \times dt \quad (\text{éq. 1})$$

M étant la masse de la pâte (kg), $\Gamma(t)$ le couple à l'instant t (Nm) et N la vitesse de mélange (rpm). En considérant le couple mesuré durant la phase de latence constant ($\Gamma_{latence}$), on peut calculer la puissance de mélange P (J/kg/min) fournie pendant cette phase par la formule (2):

$$P = \frac{2\pi}{M} \times \Gamma_{latence} \times N \quad (\text{éq. 2})$$

En utilisant la méthodologie de Metzner-Otto (Metzner 1957), Auger (2008) a déterminé les constantes spécifiques K_s (4,94) et K_p (27,85) de ce mélangeur, permettant ainsi d'obtenir une indication de la viscosité η (Pa.s) et le taux de cisaillement γ (s^{-1}) à partir des valeurs de couple Γ (Nm) et de vitesse de mélange N (rpm) mesurées par l'appareil (Auger 2008). L'application numérique de ce travail fournit les formules (3) et (4) permettant d'obtenir ces deux grandeurs.

$$\eta = \frac{773}{N} \times \Gamma \quad (\text{éq. 3})$$

$$\gamma = 0,74 \times N \quad (\text{éq. 4})$$

IIB2 Extraction du gluten

Pour réaliser le lavage du réseau du gluten, la pale en hélice est remplacée par une pale en K (K beater, Brabender). 1L d'eau désionisée est ajoutée dans la cuve de mélange et la pâte est décollée du fond de la cuve pour la mettre en suspension. Le mélange de la pâte est alors repris pendant 10 min à la vitesse de 28 rpm. La suspension gluten-amidon est alors récupérée et versée sur trois tamis de maillage de 800, 400 et 200 μm . Le gluten est séparé de l'amidon sous vibration avec un flux d'eau du réseau (2 L/min) pendant 5 min puis sous vibration uniquement pendant 1 min. Le gluten est alors récupéré des tamis et laissé au repos pendant 30 min à température ambiante. Il est congelé à $-28\text{ }^{\circ}\text{C}$, lyophilisé pendant 40h en utilisant un lyophilisateur Bioblockn Alpha 2-4 LSC Christ, pesé et broyé.

IIB3 Analyse du gluten extrait

La teneur en protéines du gluten est mesurée en utilisant la méthode de Kjeldahl et la répartition des différentes fractions de protéines est mesurée par SE-HPLC en suivant le même protocole que pour les farines. Le rendement d'extraction est calculé en calculant la masse de protéines récupérée dans le gluten rapporté à la masse de farine utilisée (rendement, rdt) et à la masse de protéines dans la farine (taux de récupération des protéines du gluten, RPG).

IIB4 Caractérisation des farines avec le Plastographe

La durée de développement, l'EMS et la viscosité sont des grandeurs liées à la farine utilisée mais variant avec les conditions de mélanges. Dans cette étude on a cherché à déterminer des caractéristiques intrinsèques à la farine qui soient indépendantes des conditions de mélanges. Le développement de ces critères et leur interprétation sont détaillés dans les chapitres IIIA et IIIB de la section résultats. Pour la commodité d'utilisation de ce manuscrit, la méthodologie de détermination de ces grandeurs est détaillée ici de manière anticipée afin de regrouper dans la section Matériel et Méthodes l'ensemble des méthodes utilisées et développées ainsi que le détail des analyses.

(a) Paramètres caractéristiques du développement du gluten

On caractérise chaque farine par une valeur d'EMS intrinsèque notée E et par la puissance de mélange seuil permettant de développer la pâte notée P_{seuil} . On montre que la durée de développement du réseau de gluten varie avec la puissance de mélange selon l'équation (5) :

$$t_{\text{pic}} = \frac{E}{P - P_{\text{seuil}}} \quad (\text{éq. 5})$$

Pour obtenir les valeurs intrinsèques aux farines E et P_{seuil} , on mesure l'évolution expérimentale de t_{pic} avec la puissance de mélange P en faisant varier le rapport eau/farine de la pâte et/ou la vitesse de mélange. On détermine alors les paramètres E et P_{seuil} à l'aide du solveur Excel en minimisant la somme des carrés des écarts relatifs (SCER, éq. 6) entre le t_{pic} modélisé par l'éq. 5 et le t_{pic} expérimental. Les valeurs d' E et P_{seuil} pour l'ensemble des farines sont détaillées dans le Tableau II.15 et sont discutées dans le chapitre IIIB1 de la section résultat.

$$SCER = \sum \frac{(t_{\text{pic,exp}} - t_{\text{pic,mod}})^2}{\text{moyenne}(t_{\text{pic,exp}}, t_{\text{pic,mod}})} \quad (\text{éq. 6})$$

(b) Paramètres caractéristiques de l'évolution de la viscosité des pâtes.

On considère dans le Chapitre IIIB2 de la section Résultat que l'évolution de la viscosité des pâtes avec le rapport E/F suit une loi semi-log du type $\ln(\eta) = a \cdot E/F + b$. Deux points suffisent donc pour caractériser l'évolution de la viscosité avec E/F ; on a choisi dans cette partie de prendre comme caractéristiques les rapports E/F correspondant respectivement à des viscosités de 5 Pa.s et 20 Pa.s. Ces valeurs sont données pour l'ensemble des farines dans le Tableau II.15 et sont discutées dans le chapitre IIIB2 de la section Résultat.

II.C. Développement avec le Gluten Peak Tester

La formation du réseau de gluten a été aussi réalisée avec l'équipement Gluten Peak Tester (GPT) (Brabender) (Fig. II.8.a). Comme le Plastographe, cet équipement est un mélangeur permettant de développer des pâtes diluées à une vitesse de mélange fixe et de mesurer l'évolution du couple pendant le développement. Son originalité est de fournir des vitesses de mélange élevées de 1000 à 3000 rpm, permettant de développer des pâtes diluées en moins de dix minutes. Sous l'effet des vitesses de mélange élevées, la pâte est projetée et cisailée sur les parois verticales de la cuve, ce qui explique la géométrie particulière de la pale (Fig. II.8.b).

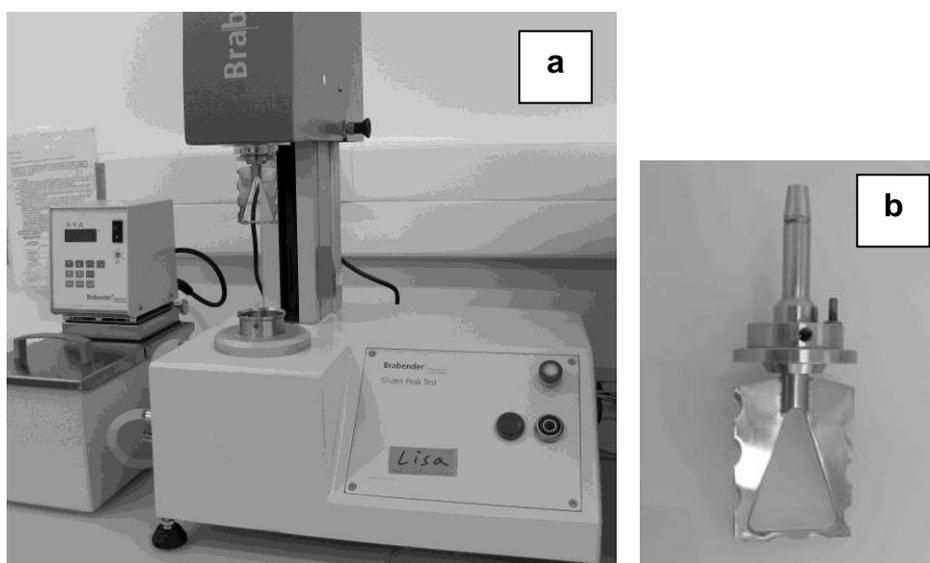


Fig. II.8. Gluten Peak Tester (a) et détail de la pale utilisée (b).

Dans la mesure où le Gluten Peak Tester est un appareil développé récemment et utilisé dans peu de travaux, on a déterminé dans une phase d'étude préliminaire ses conditions d'utilisation. On a choisi de balayer des rapports eau/farine entre 80% et 110% pour obtenir un temps de mélange inférieur à 10 min et un couple inférieur à 100 Unités Brabender (unités arbitraires données par l'appareil). La masse totale de la pâte a été fixée arbitrairement à 20 g. On a réglé la température à 25 °C en utilisant un bain-marie pour se placer dans des conditions de mélanges similaires au Plastographe.

Pour toutes les expériences réalisées, on verse tout d'abord la quantité d'eau désionisée choisie et ensuite la farine dans la cuve de l'appareil. Le mélange de la pâte est alors réalisé à

la vitesse désirée jusqu'à atteindre le pic de couple. Cet équipement ne permet pas l'extraction du gluten. L'évolution du couple avec cet appareil est illustrée en Fig. II.9.

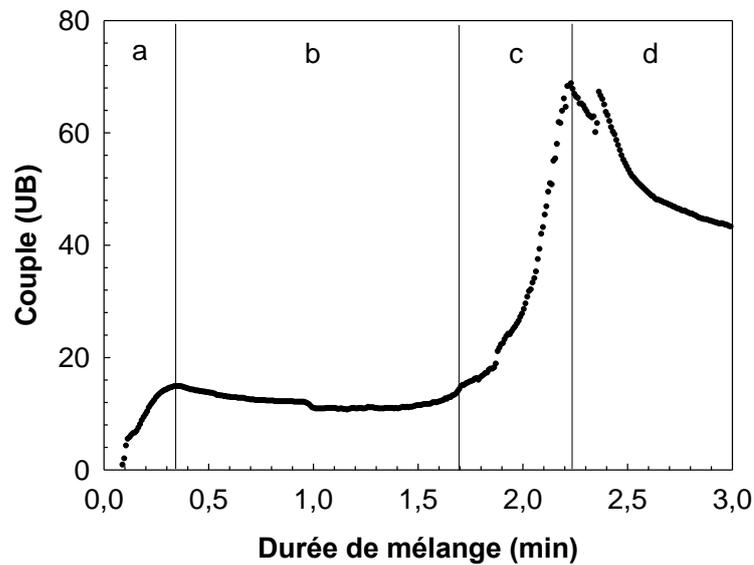


Fig. II.9. Evolution du couple pendant le mélange avec le GPT (variété *Camp Remy*).

L'évolution du couple avec le GPT est comparable à celle au Plastographe, avec notamment une phase de latence (b) suivi d'une montée rapide du couple (c) jusqu'à un pic. La différence avec le Plastographe est la phase initiale (a) qui est une augmentation de couple avec le GPT et une diminution de couple avec le Plastographe.

On calcule la puissance de mélange pendant la phase de latence (Γ étant considéré constant) de façon analogue au Plastographe, par la formule 7, M étant la masse de la pâte (g) et N la vitesse de mélange (rpm). Le couple étant mesurée en unités arbitraires (U.B), la valeur obtenue est donnée en unités arbitraires.

$$P = \frac{2\pi}{M} \times \Gamma_{latence} \times N \quad (\text{éq. 7})$$

L'énergie dépensée durant le mélange est calculée de façon analogue en intégrant l'aire sous la courbe d'évolution de couple pendant le mélange (éq. 8). La valeur obtenue est donnée en unités arbitraires.

$$EMS = \int_0^{pic} \frac{2\pi}{M} \times \Gamma(t) \times N \times dt \quad (\text{éq. 8})$$

La caractérisation de cet appareil est traitée dans la partie III C1 de la section Résultats. On a tiré de cette étude d'utiliser comme conditions de mélange un rapport E/F de 1 (b.h.) et une vitesse de mélange de 3000 rpm. Les paramètres retenus sont la valeur de couple pendant la phase de latence, l'écart entre le couple de latence et le couple maximal, le temps de développement et l'EMS. Le détail de ces valeurs est donné dans le Tableau II.16.

IID. Analyses détaillées des farines

Tableau II.9. Caractéristiques détaillées des farines après mouture.

Variété	Année	Hum. (% b.s)	Cendres (% b.s)	Ext. (% b.h.)	Variété	Année	Hum. (% b.s)	Cendres (% b.s)	Ext. (% b.h.)
Caphorn	2005	15,3	0,50	71,6	T&L 824 *	2006	13,5	0,70	<i>n.d.</i>
Isengrain	2005	14,8	0,45	74,0	T&L 825 *	2006	13,5	0,75	<i>n.d.</i>
Orvantis	2005	14,7	0,50	67,7	Glasgow	2008	13,4	0,42	69,1
Apache	2006	14,3	0,52	76,6	Sankara	2008	14,9	0,42	74,3
Camp Remy	2006	13,7	0,48	71,7	Caphorn	2008	13,2	0,53	74,1
Caphorn	2006	14,3	0,51	73,2	AA1 *	2009	13,3	0,57	<i>n.d.</i>
Charger	2006	13,8	0,51	75,0	AA24 *	2009	13,6	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Glasgow	2006	13,1	0,44	70,7	NE *	2009	13,5	0,63	<i>n.d.</i>
Isengrain	2006	15,1	0,43	75,3	SD *	2009	14,6	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Orvantis	2006	14,5	0,48	73,0	MK *	2009	14,0	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
PR22R28	2006	14,0	0,47	69,7	Bermudes	2009	14,5	<i>n.d.</i>	76,0
Quebon	2006	14,4	0,49	71,1	Boisseau	2009	13,9	<i>n.d.</i>	75,4
Robigus	2006	14,5	0,51	69,8	Caphorn	2009	15,5	<i>n.d.</i>	71,1
Rosario	2006	14,2	0,49	74,7	Dinosor	2009	14,5	<i>n.d.</i>	66,0
Samurai	2006	13,3	0,47	71,4	Glasgow	2009	13,1	<i>n.d.</i>	65,5
Sankara	2006	14,3	0,47	75,1	Hauszman	2009	15,0	<i>n.d.</i>	74,1
Shango	2006	14,9	0,49	74,9	Premio	2009	14,6	<i>n.d.</i>	74,4
Soissons	2006	14,3	0,46	76,7	Sankara	2009	15,3	<i>n.d.</i>	74,7
Tremie	2006	13,5	0,52	74,6	AAm *	2010	13,6	0,62	<i>n.d.</i>
Vivant	2006	14,4	0,45	72,2	Labm **	2010	14,6	0,37	67,6

hum. : humidité; Ext. : degré d'extraction de la farine ; * Farine industrielle ; ** Mélange de blés AAm, mouture réalisée au laboratoire.

Tableau II.10. Composition biochimique détaillée des farines.

variété	P (%b.s.)	AX _{sol} (%b.s.)	AX _T (%b.s.)	AE (%b.s.)	variété	P (%b.s.)	AX _{sol} (%b.s.)	AX _T (%b.s.)	AE (%b.s.)
Caphorn '05	10,6	0,71	2,24	9,6	T&L 824 '06*	11,2	0,64	3,17	5,7
Isengrain '05	10,0	0,41	1,82	7,3	T&L 825 '06*	11,3	0,64	3,45	5,7
Orvantis '05	11,0	0,64	2,37	9,4	Glasgow '08	9,1	0,52	1,78	3,7
Apache '06	11,0	0,48	1,76	8,2	Sankara '08	11,8	0,62	2,16	7,0
Camp Remy '06	12,0	0,41	1,77	5,4	Caphorn '08	11,7	0,87	2,52	8,0
Caphorn '06	11,0	0,71	1,96	6,2	AA1 '09*	9,6	0,63	2,87	4,4
Charger '06	11,5	0,54	1,72	7,7	AA24 '09*	8,8	0,70	3,06	4,8
Glasgow '06	9,0	0,44	1,65	2,9	NE '09*	10,1	0,71	3,28	4,6
Isengrain '06	11,5	0,37	1,45	6,5	SD '09*	10,0	0,83	2,70	4,9
Orvantis '06	11,2	0,60	2,10	8,6	MK '09*	10,0	0,75	2,78	7,0
PR22R28 '06	10,7	0,59	2,12	7,4	Bermudes '09	8,9	0,89	2,14	5,8
Quebon '06	11,7	0,62	2,04	8,1	Boisseau '09	8,8	0,80	2,22	5,0
Robigus '06	9,3	0,49	1,73	3,5	Caphorn '09	10,6	1,01	2,52	7,1
Rosario '06	10,9	0,57	1,75	8,0	Dinosor '09	9,2	0,65	2,34	5,4
Samurai '06	10,3	0,55	1,95	3,6	Glasgow '09	9,2	0,73	2,04	2,6
Sankara '06	11,3	0,52	1,77	6,8	Hausman '09	10,2	0,94	2,32	6,8
Shango '06	11,6	0,65	1,75	8,2	Premio '09	12,0	0,62	2,02	7,2
Soissons '06	12,4	0,35	1,54	7,3	Sankara '09	9,4	0,76	2,18	5,3
Tremie '06	8,4	0,53	1,85	7,8	AAm '10*	10,2	0,70	3,07	4,4
Vivant '06	10,9	0,55	1,85	8,2	Labm '10**	9,4	0,63	2,44	5,0

P. : teneur en protéines ; AX_{sol} : teneur en arabinoxylanes solubles ; AX_T : teneur en arabinoxylanes totaux ; AE : teneur en amidons endommagés.

Tableau II.11. Analyses détaillées des protéines par SE-HPLC.

Variété	Upp (%)	F _i (%)	F ₁ (%)	F ₂ (%)	F ₃ (%)	F ₄ (%)	F ₅ (%)	variété	Upp (%)	F _i (%)	F ₁ (%)	F ₂ (%)	F ₃ (%)	F ₄ (%)	F ₅ (%)
Caphorn '05	48	19	4	17	6	37	16	T&L 824 '06*	41	17	5	19	6	37	15
Isengrain '05	55	22	3	15	7	37	16	T&L 825 '06*	42	17	4	19	7	37	16
Orvantis '05	39	16	6	19	6	38	16	Glasgow '08	34	13	6	19	6	37	20
Apache '06	47	21	5	19	6	34	15	Sankara '08	43	18	5	18	6	37	16
Camp Remy '06	46	21	5	20	6	35	13	Caphorn '08	50	20	4	17	6	37	17
Caphorn '06	56	26	3	17	5	34	15	AA1 '09*	38	14	5	18	6	36	21
Charger '06	43	18	5	20	6	36	15	AA24 '09*	42	16	4	17	6	35	21
Glasgow '06	37	16	6	20	6	36	16	NE '09*	42	16	4	18	6	34	22
Isengrain '06	56	25	3	16	7	34	14	SD '09*	44	17	4	18	6	33	22
Orvantis '06	41	18	5	20	6	36	15	MK '09*	45	18	4	18	6	33	21
PR22R28 '06	39	17	6	21	7	34	15	Bermudes '09	47	20	4	18	6	32	20
Quebon '06	49	22	4	19	6	35	14	Boisseau '09	41	15	5	18	6	36	20
Robigus '06	37	15	6	20	6	37	15	Caphorn '09	53	22	3	16	5	34	19
Rosario '06	41	18	6	20	6	35	15	Dinosaur '09	48	20	4	18	6	32	20
Samurai '06	39	17	6	21	7	36	14	Glasgow '09	40	16	5	19	5	36	19
Sankara '06	43	18	5	19	6	38	13	Hausman '09	44	18	5	18	5	33	21
Shango '06	51	22	4	18	6	35	16	Premio '09	51	20	3	16	6	40	15
Soissons '06	58	25	3	16	6	36	14	Sankara '09	44	19	5	18	5	35	18
Tremie '06	36	15	6	21	6	34	19	AAM '10*	43	17	4	18	8	33	20
Vivant '06	39	17	6	21	6	35	15	Labm '10**	39	14	4	18	9	33	22

UPP : teneur en protéines polymériques non extractible rapportée aux protéines polymériques totales ; F_i : teneur en protéines polymériques non extractibles rapportée à la teneur en protéines totales ; F₁ à F₅ : teneur en fractions 1 à 5 telles que définies par SE-HPLC.

Tableau II.12. Répartition des protéines des farines selon la classification d'Osborne.

variété	Glu.	Gli.	Al.+Gl.	glu./gli	variété	Glu.	Gli.	Al.+Gl.	glu./gli
Caphorn '05	40	44	16	0,92	T&L 824 '06*	41	43	15	0,95
Isengrain '05	40	44	16	0,92	T&L 825 '06*	40	44	16	0,92
Orvantis '05	41	44	16	0,92	Glasgow '08	38	43	20	0,88
Apache '06	44	41	15	1,09	Sankara '08	40	43	16	0,94
Camp Remy '06	46	41	13	1,11	Caphorn '08	41	43	17	0,95
Caphorn '06	46	39	15	1,16	AA1 '09*	37	42	21	0,88
Charger '06	43	42	15	1,02	AA24 '09*	37	42	21	0,89
Glasgow '06	42	42	16	1,01	NE '09*	38	40	22	0,95
Isengrain '06	44	41	14	1,06	SD '09*	39	39	22	1,01
Orvantis '06	43	42	15	1,03	MK '09*	40	39	21	1,03
PR22R28 '06	44	41	15	1,08	Bermudes '09	42	38	20	1,12
Quebon '06	45	41	14	1,09	Boisseau '09	38	42	20	0,91
Robigus '06	42	43	15	0,98	Caphorn '09	42	40	19	1,06
Rosario '06	44	41	15	1,07	Dinosaur '09	42	38	20	1,08
Samurai '06	43	43	14	1,01	Glasgow '09	40	41	19	0,97
Sankara '06	43	44	13	0,97	Hausman '09	41	39	21	1,05
Shango '06	44	40	16	1,08	Premio '09	39	46	15	0,84
Soissons '06	43	42	14	1,03	Sankara '09	42	40	18	1,05
Tremie '06	42	40	19	1,06	AAm '10*	39	42	20	0,93
Vivant '06	43	41	15	1,05	Labm '10**	36	42	22	0,85

Glu. : gluténines ; gli. : gliadines ; Al+Gl. : albumines et globulines ; glu./gli. : rapport gluténines/gliadines.

Tableau II.13. Analyses détaillées des farines à l'Alvéographe.

variété	P (mm)	G	P/L	I.E. (%)	W (10 ⁻⁴ J)	variété	P (mm)	G	P/L	I.E. (%)	W (10 ⁻⁴ J)
Caphorn '05	129	19	1,77	51	309	T&L 824 '06*	67	21	0,75	48	175
Isengrain '05	80	19	1,1	64	217	T&L 825 '06*	68	19	0,94	45	152
Orvantis '05	92	22	0,97	42	227	Glasgow '08	32	18	0,48	31	77
Apache '06	78	24	0,69	54	261	Sankara '08	50	24	0,42	42	148
Camp Remy '06	68	26	0,50	58	285	Caphorn '08	h. l.	h. l.	h. l.	h. l.	h. l.
Caphorn '06	88	19	1,19	65	264	AA1 '09*	46	18	0,71	36	89
Charger '06	71	24	0,59	53	245	AA24 '09*	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Glasgow '06	28	27	0,19	43	102	NE '09*	51	16	1	41	90
Isengrain '06	83	19	1,08	66	252	SD '09*	68	15	1,48	49	123
Orvantis '06	93	22	0,97	50	263	MK '09*	71	17	1,3	49	148
PR22R28 '06	84	20	1,08	44	194	Bermudes '09	75	17	1,22	54	173
Quebon '06	116	20	1,51	59	319	Boisseau '09	47	20	0,56	44	117
Robigus '06	38	23	0,34	46	109	Caphorn '09	107	14	2,5	62	200
Rosario '06	77	22	0,79	49	218	Dinosor '09	79	14	1,8	53	135
Samurai '06	47	26	0,35	47	160	Glasgow '09	27	18	0,43	45	55
Sankara '06	70	24	0,62	50	220	Hausman '09	73	17	1,26	54	165
Shango '06	98	20	1,20	59	288	Premio '09	87	18	1,47	61	245
Soissons '06	91	24	0,77	66	389	Sankara '09	77	18	1,18	51	182
Tremie '06	67	17	1,15	41	133	AAm '10*	58	17	1,04	40	110
Vivant '06	84	21	0,94	51	234	Labm '10**	68	17	1,13	51	147

P : pression maximale (tenacité) ; G : gonflement (élasticité) ; P/L : rapport P/L ; I.E. : indice d'élasticité ; W : travail de déformation (force boulangère). n.d : non déterminé. H.l. : hors limite.

Tableau II.14. Analyses détaillées des farines au Farinographe.

	WAM	DDT	S	DS	DS ICC	FQN
Camp Remy '06	56,8	03:24	11:29	20	41	118
Charger '06	59,3	03:12	06:02	50	68	73
Orvantis '06	60,6	03:31	06:00	54	72	70
PR22R28 '06	59	02:44	04:23	62	70	55
Rosario '06	60,7	03:50	06:40	46	70	80
Samurai '06	56,1	02:23	04:40	84	102	53
Tremie '06	57	01:19	01:13	120	132	21
Vivant '06	60,1	02:40	07:25	42	61	86
Glasgow '08	51,8	01:16	02:37	112	129	27
bermudes '09	56,9	01:24	02:56	52	58	31
Caphorn '09	60	02:11	02:41	48	55	36
Dinosor '09	56,1	01:27	01:46	100	110	24
Glasgow '09	51,3	01:24	02:22	88	112	26
Hausman '09	56,3	01:37	02:39	63	66	33
Sankara '09	56,2	01:35	02:18	91	107	29

WAM : absorption d'eau rapportée à l'humidité de la farine ; DDT : Temps de développement ; S : Stabilité ; DS : Degré d'affaiblissement ; DS ICC: Degré d'affaiblissement ICC ; FQN : « Farinograph Quality Number ».

Tableau II.15. Analyses détaillées des farines au Plastographe.

variété	E (kJ/kg)	P _{seuil} (kJ/kg/min)	E/F _{5 Pa.s} (b.s)	E/F _{20 Pa.s} (b.s)	variété	E (kJ/kg)	P _{seuil} (kJ/kg/min)	E/F _{5 Pa.s} (b.s)	E/F _{20 Pa.s} (b.s)
Caphorn '05	33	0,52	n.d.	n.d.	T&L 824 '06	13	0,25	1,27	1,04
Isengrain '05	84	0,52	n.d.	n.d.	T&L 825 '06	13	0,24	1,28	1,07
Orvantis '05	12	0,25	n.d.	n.d.	Caphorn '08	31	0,90	1,39	1,13
Apache '06	28	0,80	n.d.	n.d.	Glasgow '08	9	0,25	1,13	0,99
Camp Remy '06	17	0,33	1,19	1,00	Sankara '08	10	0,35	1,32	1,13
Caphorn '06	62	0,55	1,27	1,04	AA1 '09	16	0,08	1,21	1,03
Charger '06	10	0,42	1,31	1,09	AA24 '09	23	0,05	1,22	1,04
Glasgow '06	10	0,24	1,11	0,94	NE '09	22	0,05	1,21	1,03
Isengrain '06	35	0,82	1,17	1,00	SD '09	28	0,05	1,23	1,03
Orvantis '06	6	0,47	1,37	1,10	MK '09	20	0,19	1,27	1,07
PR22R28 '06	9	0,30	1,34	1,10	Bermudes '09	39	0,57	1,23	1,04
Quebon '06	27	0,59	1,36	1,13	Boisseau '09	8	0,52	1,24	1,05
Robigus '06	6	0,32	1,19	0,99	Caphorn '09	90	0,61	1,32	1,08
Rosario '06	10	0,34	1,30	1,10	Dinosor '09	65	0,46	1,21	1,02
Samurai '06	11	0,23	1,23	1,01	Glasgow '09	8	0,39	1,15	0,99
Sankara '06	15	0,42	1,31	1,10	Hausman '09	23	0,62	1,27	1,04
Shango '06	28	0,53	1,31	1,08	Premio '09	38	0,53	1,23	1,05
Soissons '06	44	0,81	1,20	1,04	Sankara '09	24	0,71	1,22	1,03
Tremie '06	9	0,32	1,27	1,07	AAm '10	14	0,37	1,22	1,05
Vivant '06	10	0,42	1,31	1,10	Labm '10	16	0,60	1,24	1,05

E : Energie mécanique spécifique intrinsèque ; P_{seuil} : puissance seuil ; E/F_{5Pa.s} : Rapport eau/farine correspondant à une viscosité de 5 Pa.s ; E/F_{20Pa.s} : Rapport eau/farine correspondant à une viscosité de 20 Pa.s

Tableau II.16. Analyses détaillées des farines au Gluten Peak Tester.

variété	Γ (U.B)	$\Delta\Gamma$ (U.B)	t_{pic} (s)	EMS (U.A.)	variété	Γ (U.B)	$\Delta\Gamma$ (U.B)	t_{pic} (s)	EMS (U.A.)
Caphorn '05	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	T&L 824 '06*	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Isengrain '05	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	T&L 825 '06*	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Orvantis '05	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	Caphorn '08	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Apache '06	22	58	65	23	Glasgow '08	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Camp Remy '06	12	56	136	25	Sankara '08	63	20	19	<i>n.d.</i>
Caphorn '06	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	AA1 '09*	143	14	32	<i>n.d.</i>
Charger '06	19	52	66	20	AA24 '09*	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Glasgow '06	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	NE '09*	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Isengrain '06	12	56	202	39	SD '09*	303	14	65	28
Orvantis '06	21	57	70	23	MK '09*	119	18	33	37
PR22R28 '06	22	48	62	21	Bermudes '09	186	14	41	41
Quebon '06	23	54	78	28	Boisseau '09	92	15	21	44
Robigus '06	9	35	134	18	Caphorn '09	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Rosario '06	21	53	67	23	Dinosor '09	185	13	39	34
Samurai '06	16	52	73	18	Glasgow '09	159	9	22	32
Sankara '06	20	54	65	20	Hausman '09	148	15	35	41
Shango '06	20	53	98	30	Premio '09	104	17	28	56
Soissons '06	17	60	142	38	Sankara '09	217	11	38	44
Tremie '06	15	31	111	26	AAm '10*	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>	<i>n.d.</i>
Vivant '06	23	54	64	23	Labm '10**	181	11	30	40

Γ : couple pendant la phase de latence ; $\Delta\Gamma$: élévation du couple ; t_{pic} : durée de développement jusqu'au pic de couple ; EMS : Energie Mécanique Spécifique. Mesures réalisés pour un rapport E/F de 1 (b.h.) et une vitesse de mélange de 3 000 rpm.

III Résultats

Section A

Réalisation d'un modèle général pour le développement du gluten

Chapitre A.1.

Effets des paramètres du procédé sur
le développement du réseau de gluten

IIIA. Réalisation d'un modèle général pour le développement du gluten

IIIA1 Effets des paramètres du procédé sur le développement du réseau de gluten

La formation d'une pâte visco-élastique est la première étape des procédés boulangers, biscuitiers et amidonniers. Les études du développement de mélanges de farine et d'eau sont généralement dédiées à une de ces applications, caractérisée par ses conditions de mélange propres et réalisées pour une gamme étroite de teneur en eau. Les impacts de chacun des trois éléments nécessaires à la formation d'une pâte visco-élastique – farine, eau et énergie – sont alors le plus souvent étudiés séparément des deux autres. Cette démarche empêche d'accéder à l'interaction entre ces différents facteurs et peut expliquer certaines contradictions entre des études réalisées pour des applications différentes. Notre objectif est de bâtir un modèle général pour le développement mécanique du réseau de gluten qui soit valable pour une large gamme de conditions de mélange.

Dans l'objectif de rationaliser le procédé industriel de panification, différentes études de l'impact de l'apport d'énergie mécanique sur le développement du réseau de gluten ont été réalisées à partir des années 1960. Un des objectifs visés était d'établir la quantité d'énergie mécanique optimale à fournir pour permettre le développement du réseau de gluten pour un type de pétrin donné et un type de pâte. Dans le cas du Chorleywood Bread Process (CBP) une quantité d'énergie mécanique spécifique (EMS) constante de 40 kJ/kg a ainsi pu être préconisée pour un pétrin Morton (Chamberlain 1967). Ce procédé associe des durées de mélange courtes de l'ordre de 2 à 3 minutes avec des vitesses de mélange élevées de 400 à 600 rpm. En postulant un apport d'énergie optimum fixe, ce modèle assume l'absence d'effets de la farine sur le développement mécanique de la pâte.

Différents auteurs se sont interrogés sur l'absence d'influence de la farine sur l'apport d'énergie optimum à fournir. Kilborn montre ainsi que l'apport d'énergie optimum pour le développement de la pâte peut varier fortement, sur une gamme de 20 à 75 kJ/kg parmi les farines testées dans son étude pour un pétrin à aiguille (GRL pin mixer) (Kilborn et Tipples 1972). Dans la même étude il est montré que chaque farine nécessite une intensité de mélange

minimale propre pour que la pâte formée présente une qualité boulangère optimale. Le Mechanical Dough Development process (MDD) préconise ainsi de fournir un apport d'énergie spécifique à chaque variété (Wilson, Morgenstern et al. 2001) avec des durées de mélanges courtes, ce qui revient à fixer une intensité de mélange forte.

Le CBP et le MDD se rejoignent en considérant tous les deux l'EMS comme le paramètre de contrôle du développement de la pâte indépendamment des conditions de mélange. En balayant les rapports eau/farine (Auger, Morel et al. 2008) et les vitesses de mélange (Wilson, Morgenstern et al. 2001; Auger, Morel et al. 2008) il a cependant été montré qu'en plus de la farine les conditions de mélange peuvent impacter de manière importante la valeur de l'EMS à fournir pour le développement de la pâte. Ce critère ne permet donc pas le contrôle de l'étape de pétrissage lorsque la vitesse de mélange ou encore la teneur en eau varient sur une large gamme, comme c'est le cas en amidonnerie. Différents auteurs ont par ailleurs noté que la vitesse de mélange pouvait affecter en plus de l'EMS la qualité boulangère de la pâte (Baig et Hosney 1977; Wilson, Morgenstern et al. 2001) ou la composition du gluten extrait (Auger, Morel et al. 2009). L'utilisation de l'EMS comme paramètre de contrôle unique trouve ici ses limites.

Une autre stratégie d'étude est de considérer indépendamment l'influence du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur le développement du réseau de gluten sans prendre en considération l'EMS. Cette démarche a notamment été retenue par Hlynka (Hlynka 1962). En réalisant une étude systématique de leurs effets pour une variété de blé pétrie au Farinographe, cet auteur a établi un jeu d'abaques reliant d'une part la vitesse de mélange et la teneur en eau avec la consistance de la pâte et d'autre part la consistance de la pâte et la vitesse de mélange avec le temps de développement (Hlynka 1962). Il s'est cependant arrêté à la réalisation d'abaques définis expérimentalement et n'a pas poursuivi le raisonnement en cherchant à développer une courbe maîtresse. Ce modèle reste donc très descriptif et n'est pas applicable industriellement car ces abaques sont définis pour un mélangeur et une farine donnée et leur réalisation est fastidieuse.

En reprenant une démarche similaire à Hlynka, Auger a tenté d'établir un modèle intégrant les effets du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur le développement de

plusieurs farines (Auger, Morel et al. 2008). Grâce à l'utilisation d'un mélangeur permettant la mesure du couple au cours du mélange, il a montré que la durée de développement de la pâte était corrélée à la puissance fournie par le mélangeur pendant la phase de latence. L'avancée par rapport au travail d'Hlynka est d'avoir obtenu une relation unique prenant en compte à la fois la teneur en eau et la vitesse de mélange dans sa formulation (la puissance de mélange étant proportionnelle au produit de la viscosité de la pâte avec le carré de la vitesse de mélange) et non plus une multitude d'abaques.

On peut néanmoins trouver deux limites à ce modèle, la première d'ordre expérimentale et la seconde dans son interprétation. Le premier axe d'amélioration est la gamme de vitesse testée par cet auteur. L'essentiel de ce travail a été réalisé pour une gamme de viscosité η allant de 5 Pa.s à 25 Pa.s (variation d'un facteur 5) et une gamme de vitesse de mélange N allant de 80 rpm à 100 rpm (variation d'un facteur 1,5 du carré de la vitesse). La gamme de puissance spécifique testée par l'auteur, proportionnelle au produit ($\eta \times N^2$), a donc été balayée essentiellement par des variations de viscosité. Ce point limite la portée de l'invariance du paramètre ($\eta \times N^2$) proposé par rapport aux variations de vitesse de mélange.

La seconde critique que l'on peut faire à ce modèle est qu'il se limite à observer expérimentalement une relation entre la puissance de mélange et le temps de développement sans interpréter les paramètres de cette relation (pente et ordonnée à l'origine) ni la forme de la relation elle-même. De la même manière que les abaques d'Hlynka, ce travail reste descriptif. Il serait intéressant de dégager à partir de cette relation purement mathématique et opérationnelle des critères porteurs de sens à la manière de Kilborn.

Dans le travail présenté ici, on a repris la démarche d'Auger en élargissant la gamme de vitesse de mélange testée de 50 rpm à 110 rpm. Chacun des paramètres (η et N^2) variant alors d'un facteur 5, il est possible de parcourir toute la gamme de puissance de mélange en faisant varier chacun des deux paramètres séparément. Cette étude a été réalisée avec deux farines de propriétés contrastées, Sankara et Premio. Notre objectif a été de tester la relation d'Auger et de lui donner un sens mécanique et phénoménologique. Ce travail doit permettre d'établir un lien entre les travaux présentés ci-dessus. Il doit par ailleurs donner les clefs pour piloter le procédé industriel, mais aussi pour l'améliorer en termes de consommation d'énergie et de qualité du gluten isolé.

(a) Farines utilisées

On a choisi pour cette étude deux variétés de blé de qualités d'utilisation contrastées, Sankara (2008) et Premio (2009), dont on a réalisé la mouture sur un moulin pilote. Les caractéristiques biochimiques et technologiques des farines obtenues, auxquelles on se référera dans ce chapitre par « Sankara » et « Premio » par commodité sont données dans le Tableau III.1. Les analyses complètes sont données dans la partie IID de la section Matériel et Méthode.

Tableau III.1. Caractéristiques des farines utilisées.

Variété	Année	Degré d'extraction (%)	Hum. (% b.s.)	Génotype	Protéines (% b.s.)	UPP (%)	P/L	W (10 ⁻⁴ J)
Sankara	2008	74,3	14,9	2/12	11,8	43	0,42	148
Premio	2009	74,4	14,6	5/10	12,0	51	1,47	245

Les degrés d'extraction, les teneurs en cendres et les matières sèches des deux farines sont très similaires. Ce point s'explique par le fait que ces deux variétés sont de type « hard » et par la maîtrise de l'opération de mouture sur le moulin pilote. Les deux farines possèdent également des teneurs en protéines similaires (11,8% et 12,0%).

Les deux variétés ont été sélectionnées pour leur appartenance à des génotypes différents concernant leurs gluténines de haut poids moléculaires, défini par électrophorèse (Tableau II.5); la variété est de type 2/12 tandis que la variété Premio est de type 5/10. La farine Sankara possède une teneur en UPP faible (43%) par rapport à Premio (51%). Les caractéristiques mesurées par l'Alvéographe sont très contrastées pour les deux farines : la variété Sankara est très extensible (P/L de 0,42) et a une force boulangère faible (W de 148.10⁻⁴ kJ), tandis que la variété est peu extensible (P/L de 1,47) et a une force boulangère élevée (W de 245.10⁻⁴ kJ).

(b) Influence du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur l'évolution de la viscosité des pâtes

En faisant varier le rapport eau/farine de la pâte et la vitesse de mélange, Auger montre l'existence d'une corrélation entre la puissance spécifique de mélange pendant la phase de latence (P) et la durée de formation du réseau de gluten (t_{pic}) (Auger 2008). Pour des conditions de mélange fixées (mélangeur et masse totale de pâte) ce critère est proportionnel au produit de la viscosité de la pâte par le carré de la vitesse de mélange. Pour pouvoir modéliser les effets du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur t_{pic} à l'aide de ce paramètre, le premier point est de vérifier si la viscosité et la vitesse de mélange sont indépendants.

La vitesse de mélange lors du développement de la pâte est régulée par le dispositif de mélange (mélangeur Plastographe, Brabender, Allemagne), ce paramètre est donc fixé indépendamment du rapport eau/farine de la pâte. La viscosité de la pâte quand à elle est potentiellement liée au rapport eau/farine mais également à la vitesse de mélange. La pâte à pain est en effet décrite comme un fluide rhéo-fluidifiant ; son indice de rhéofluidification est toutefois donné comme insensible à la teneur en eau entre 78 et 98% en base farine sèche (Berland et Launay 1995).

Sur une gamme de vitesse de mélange allant de 80 à 100 rpm, Auger n'observe pas d'effets significatifs de la vitesse de mélange sur la viscosité apparente pendant la phase de latence, ce qui l'a amené à considérer la pâte comme un fluide newtonien durant cette période (Auger 2008). Afin de vérifier si l'approximation restait valable dans notre gamme de vitesse de mélange plus large, on a analysé l'évolution de la viscosité de la pâte selon les rapports eau/farine et les différentes vitesses de mélange utilisées (Fig. III.1).

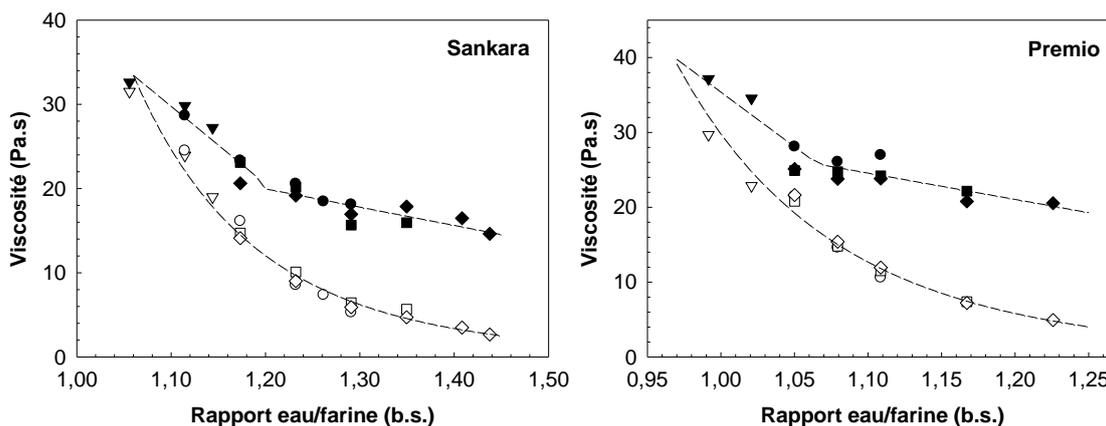


Fig. III.1. Effet du rapport eau/farine et de la vitesse de mélange sur la viscosité de la pâte pendant la phase de latence et lorsque le réseau est formé pour Sankara et Premio.
 vitesse de mélange : ▼ 50 rpm ; ● 70 rpm ; ■ 90 rpm et ◆ 110 rpm
 viscosité pendant la latence : symboles vides ; viscosité à t_{pic} : symboles pleins

On n'observe pas d'effet significatif de la vitesse de mélange sur la viscosité mesurée pendant la phase de latence ni à l'optimum de développement du réseau : les déviations observées pour un même rapport eau/farine restent faibles et ne suivent pas l'ordre des vitesses de mélange (Fig. III.1). La gamme de vitesse testée est encore trop étroite pour permettre la détection du comportement rhéofluidifiant de la pâte avec le capteur de couple employé. On considèrera donc la pâte comme un fluide pseudo-newtonien pendant la phase de latence dans les conditions d'étude et avec le mélangeur utilisé. Cette approximation permet d'appréhender la viscosité et la vitesse de mélange comme deux paramètres indépendants dans notre modélisation.

La viscosité de la pâte pendant la phase de latence et lorsque le réseau est formé diminue lorsque le rapport eau/farine augmente. L'évolution de la viscosité avec le rapport eau/farine pendant la latence suit une loi de type puissance pour les deux variétés. Cette évolution est traitée en détail dans le chapitre IIIB2.

L'évolution de viscosité de la pâte avec le rapport E/F lorsque le réseau de gluten est formé ne suit pas une loi puissance. La pâte est alors totalement décollée de la cuve de mélange et adhère à la pale. Elle ne peut plus être considérée comme une suspension et la valeur de couple mesurée par l'appareil est approximative.

Lorsque le rapport eau/farine tend vers des valeurs faibles, l'écart entre la viscosité de la pâte pendant la latence et lorsque le réseau est formé diminue jusqu'à devenir nul. Dans ces cas, la pâte se décolle de la cuve dès le début du mélange et on n'observe plus de phase de

latence. De fait, sitôt réalisée l'hydratation des constituants de la farine une pâte élastique et consistante se forme qui est davantage transportée que malaxée par l'outil de mélange. Il s'agit là d'une limite opérationnelle du mélangeur P600 qui empêche d'étudier le comportement de mélange dont la viscosité dépasse 40 Pa.s. En termes de rapport eau/farine cette limite dépend du lot de farine. Elle est de l'ordre de 1,05 pour la variété Sankara et d'environ 0,95 – 1,0 pour la variété Premio.

Pour la commodité de la lecture sur les figures suivantes, les rapports eau/farine ont été répartis en trois classes de viscosité : inférieures à 10 Pa.s, comprises entre 10 et 20 Pa.s et supérieures à 20 Pa.s.

(c) Relation entre les conditions de mélange et le temps de développement du réseau de gluten

Une relation reliant le temps de développement à la puissance de mélange pendant la phase de latence a été établie par Auger et al. pour chaque farine (relation 9), les paramètres a et b variant pour chaque variété (Auger, Morel et al. 2008).

$$1/t_{pic} = a \cdot P - b \quad (\text{éq. 9})$$

Si cette relation décrit bien l'effet de la viscosité et de la vitesse de mélange sur le temps de développement, elle est peu explicite comme telle.

La relation (9) permet d'envisager l'existence d'une puissance seuil (P_{seuil}) en dessous de laquelle le développement est impossible ($1/t_{pic} = 0$). Ceci se traduit mathématiquement dans la relation (9) par : $a \cdot P_{seuil} - b = 0$, soit $b = a \cdot P_{seuil}$. La relation (9) se réécrit alors :

$$1/t_{pic} = a \cdot P - a \cdot P_{seuil}$$

soit en factorisant :

$$1/t_{pic} = a \cdot (P - P_{seuil})$$

Une analyse dimensionnelle montre que le coefficient a est exprimé en $(\text{kJ/kg})^{-1}$, soit l'inverse d'une énergie mécanique spécifique. On définit le paramètre « E » comme son

inverse ($E = 1/a$) pour obtenir une grandeur de même nature qu'une énergie mécanique spécifique (kJ/kg). On obtient alors la relation (10) :

$$t_{pic} = \frac{E}{P - P_{seuil}} \quad (\text{éq. 10})$$

La relation (10) relie le temps de développement du réseau de gluten à la puissance fournie par le mélangeur P pendant la phase de latence, permettant donc d'appréhender les effets de la vitesse de mélange et de la viscosité de la pâte sur t_{pic} . Elle fait apparaître deux paramètres caractéristiques de la farine : une valeur d'énergie mécanique spécifique E et une puissance seuil P_{seuil} . Cette valeur d'énergie mécanique spécifique E n'étant pas liée à une condition de mélange donnée mais à la farine seulement, on la qualifie d'énergie mécanique spécifique « intrinsèque ».

On a testé cette relation dans notre gamme de conditions de mélange en comparant l'évolution expérimentale du temps de développement de la pâte (t_{pic}) en fonction de la puissance spécifique avec l'évolution modèle prédite par la relation (10) pour la variété Sankara et Premio (Fig. III.2). Les paramètres E et P_{seuil} (Tableau III.2) ont été calculés pour les deux farines en minimisant la somme des carrés des écarts relatifs entre modélisation et valeurs expérimentales (IIB4(a), éq. 6).

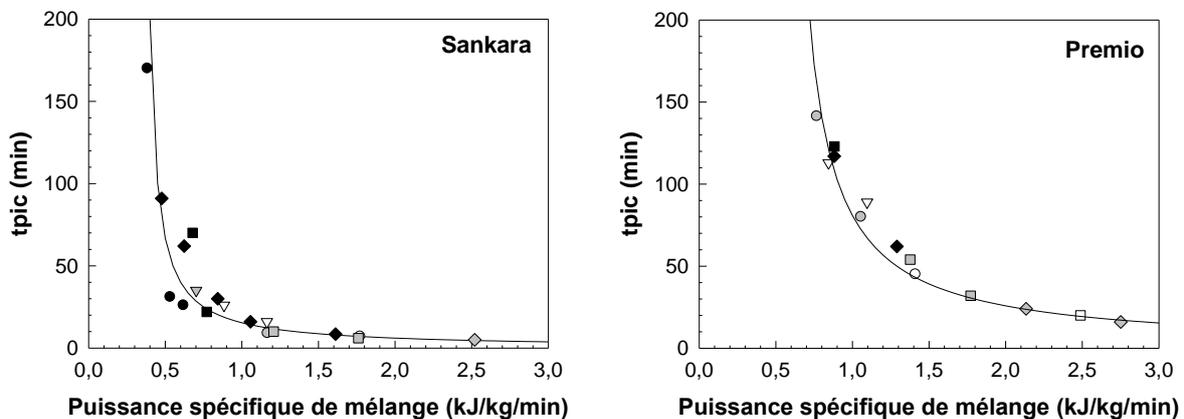


Fig. III.2. Relations entre la puissance de mélange pendant la phase de latence et le temps de développement pour les variétés Sankara et Premio.

vitesses de mélange : ▼ 50 rpm ; ● 70 rpm ; ■ 90 rpm et ◆ 110 rpm

viscosités : ● inférieures à 10 Pa.s ; ● comprises entre 10 et 20 Pa.s ; ○ supérieures à 20 Pa.s

Courbe pleine : modélisation selon la relation (10) obtenue en minimisant la SCER.

Tableau III.2. Paramètre de la modélisation selon la relation (10) de l'évolution de t_{pic} avec P pour les variétés Sankara et Premio.

	E (kJ/kg)	P_{seuil} (kJ/kg/min)	SCER
Sankara	10	0,35	1,5
Premio	38	0,53	0,3

La Fig. III.2 montre que l'évolution du temps de développement avec la puissance peut être correctement modélisée par la relation (10), et ceci pour l'ensemble de la gamme de puissance testée. Pour les deux variétés testées la relation (10) fournit une courbe maîtresse distincte. La SCER de la variété Sankara est supérieure à celle de la variété Premio. On confirme l'équivalence des effets de la viscosité et du carré de la vitesse de mélange dans le paramètre P , le domaine de variation de P ayant été balayé de façon équivalente pour ces deux paramètres. Pour la variété Premio par exemple, pour trois combinaisons viscosité / vitesse de mélange différentes (50 rpm / 23 Pa.s, 90 rpm / 7 Pa.s et 110 rpm / 5 Pa.s) correspondant à des puissances de mélange similaires (resp. 0,84 kJ/kg/min, 0,88 kJ/kg/min et 0,88 kJ/kg/min) les durées de formations du réseau de gluten sont très proches (resp. 113 minutes, 123 minutes et 117 minutes).

Sur le plan opérationnel, la puissance de mélange P permet le contrôle de t_{pic} de quelques minutes à plusieurs heures pour chacune des variétés. Les valeurs de puissance permettant un temps de développement donné diffèrent pour les deux variétés ; pour développer la pâte en une heure, la puissance de mélange doit être de l'ordre de 0,5 kJ/kg/min pour la variété Sankara et de 1 kJ/kg/min pour la variété Premio. Cette différence est reliée à la variation des paramètres E et P_{seuil} calculés. Pour ces deux variétés, l'énergie mécanique spécifique intrinsèque calculée varie d'un facteur 4, de 10 kJ/kg (Sankara) à 38 kJ/kg (Premio). La puissance seuil varie dans une gamme plus étroite de 0.35 kJ/kg/min (Sankara) à 0.53 kJ/kg/min (Premio), soit moins de deux fois. La différence de temps de développement entre ces deux farines est à mettre principalement sur le compte de l'énergie mécanique spécifique intrinsèque. Du point de vue de l'adaptation du procédé à la matière première, cette différence montre l'importance de l'influence du facteur farine. Pas plus que l'EMS, la puissance de mélange ne peut être utilisée seule pour piloter le procédé au risque d'obtenir des sous-pétrissages ou des sur-pétrissages selon les lots de farine.

(d) Interprétation de l'énergie mécanique spécifique « intrinsèque »

La relation (10) fait apparaître une valeur d'énergie spécifique intrinsèque E que l'on souhaite interpréter au regard de l'EMS calculée pour une condition de mélange donnée et parfois utilisée pour caractériser le comportement au pétrissage des variétés (Kilborn et Tipples 1972) ou piloter un procédé (Chorleywood Bread Process, Mechanical Dough Development).

Dans le cas des pâtes diluées, la durée de la phase de latence est très supérieure aux durées des phases de descente et de montée de la viscosité. En considérant donc que l'essentiel de l'énergie est consommé pendant la phase de latence, on peut obtenir une approximation de l'EMS en multipliant la puissance dépensée pendant la latence à la durée de développement (Relation 11).

$$EMS \approx P \times t_{pic} \quad (\text{éq. 11})$$

En combinant les relations (10) et (11) on peut relier l'évolution de l'EMS à la puissance fournie pendant la phase de latence (12).

$$\boxed{EMS \approx E \times \frac{P}{P - P_{seuil}}} \quad (\text{éq. 12})$$

Cette relation pouvant encore s'écrire :

$$EMS \approx E \times \frac{1}{1 - P_{seuil} / P}$$

Une étude de limites permet d'expliquer pourquoi l'EMS mesurée est constante dans les procédés utilisant des fortes intensités de mélange (forte viscosité ou forte vitesse de mélange). Considérant

$$\lim_{P \rightarrow \infty} \left(\frac{1}{1 - P_{seuil} / P} \right) = 1$$

On déduit la valeur limite de l'EMS pour les fortes puissances spécifiques de mélanges :

$$\boxed{\lim_{P \rightarrow \infty} \left(E \times \frac{1}{1 - P_{seuil} / P} \right) = E}$$

L'EMS « intrinsèque » E défini dans la relation (10) est donc la valeur limite vers laquelle tend l'EMS lorsque la puissance de mélange s'élève. On déduit de même la divergence de l'EMS lorsque la puissance spécifique tend vers la valeur de puissance seuil :

$$\lim_{P \rightarrow P_{\text{seuil}}} \left(\frac{1}{1 - P_{\text{seuil}} / P} \right) = +\infty$$

D'où

$$\lim_{P \rightarrow P_{\text{seuil}}} \left(E \times \frac{1}{1 - P_{\text{seuil}} / P} \right) = +\infty$$

On vérifie ces deux limites en traçant l'évolution de l'EMS mesurée avec la puissance de mélange (Fig. III.3). On trace par ailleurs l'évolution théorique de l'EMS prédite par la relation (12) en utilisant les paramètres E et P_{seuil} déjà calculés (Tableau III.2).

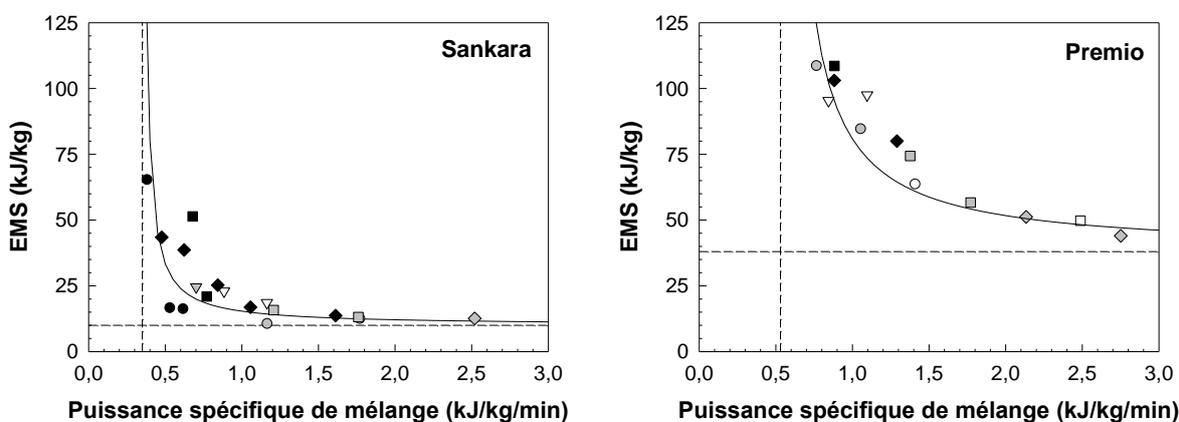


Fig. III.3. Relation entre la puissance de mélange et l'EMS pour les variétés Sankara et Premio.

vitesses de mélange : ▼ 50 rpm, ● 70 rpm ; ■ 90 rpm et ◆ 110 rpm)

viscosités : ● inférieures à 10 Pa.s ; ● comprises entre 10 et 20 Pa.s ; ○ supérieures à 20 Pa.s

Droite pointillée horizontale : EMS intrinsèque (Tableau III.2)

Droite pointillée verticale : P_{seuil} (Tableau III.2)

Courbe pleine : modélisation de l'évolution de l'EMS avec P selon la relation (12) en utilisant les paramètres E et P_{seuil} calculés précédemment pour chaque farine (Tableau III.2).

On vérifie sur la Fig. III.3 que l'EMS est liée à la puissance de mélange. Cette évolution est par ailleurs correctement modélisée selon la relation (12) en utilisant les paramètres E et P_{seuil} calculés précédemment pour les deux farines (Tableau III.2). Lorsque la puissance de

mélange est grande devant P_{seuil} , l'EMS tend vers la valeur E ; lorsque la puissance fournie devient proche de P_{seuil} , l'EMS diverge. Quelques écarts apparaissent entre le modèle et les valeurs d'EMS mesurées pour les faibles puissances, en particulier pour la variété Sankara.

La relation (12) donne un sens aux procédés combinant un apport fixe d'EMS et une intensité de mélange élevée afin de développer la pâte (CBP, MDD). Fixer une intensité de mélange élevée permet d'éviter le domaine d'augmentation de l'EMS et donc de s'affranchir de l'effet des conditions de mélange. L'apport d'EMS donné correspondrait alors à l'énergie mécanique spécifique intrinsèque de la farine.

D'un point de vue pratique, l'ajustement des conditions de mélange permet la minimisation de l'EMS à fournir pour développer la pâte en utilisant des puissances de mélange élevées. L'EMS à fournir tend alors vers la valeur E mais ne peut lui être inférieure. En accord avec le Tableau III.2, cette valeur minimale dépend de la farine (38 kJ/kg pour Premio, 10 kJ/kg pour Sankara). L'origine de cette demande en énergie mécanique spécifique intrinsèque et de ses variations entre les farines est discutée dans le chapitre (II.B).

On peut séparer visuellement sur la Fig. III.3 l'évolution de l'EMS en deux domaines, l'un où l'EMS ne varie pas significativement et le second où elle diverge. La frontière entre les deux domaines varie pour les deux farines étudiées. Pour Sankara, l'EMS est proche de la valeur minimale à partir de puissances supérieures à 1 kJ/kg/min ; pour Premio l'EMS se rapproche de l'EMS intrinsèque pour des puissances de l'ordre de 2 kJ/kg/min. La gamme de puissance permettant de minimiser l'EMS à fournir est donc beaucoup plus large et facile à atteindre avec le mélangeur utilisé pour la farine Sankara que pour la farine Premio.

(e) Interprétation de la puissance seuil

- **Mise en évidence d'un seuil de viscosité et d'un seuil de cisaillement.**

La mise en évidence d'une puissance seuil semble indiquer qu'en dessous d'une puissance donnée une ou plusieurs des transformations permettant le développement de la pâte ne peuvent pas avoir lieu. Sur la Fig. III.3, on observe qu'à l'approche de la puissance seuil des déviations apparaissent entre le modèle prédit par la relation (12) et les valeurs expérimentales. Les déviations sont plus marquées pour la variété Sankara, ce qui se traduit par une SCER plus élevée. Cette dispersion peut suggérer qu'aux alentours de la puissance seuil les effets de la viscosité et de la vitesse de mélange ne soient pas totalement réductibles à leurs effets sur la puissance de mélange (P proportionnel à $\eta \times N^2$). Il existerait alors des seuils spécifiques pour chacun de ces deux paramètres. En se basant sur la relation (10), on a comparé trois modélisations différentes prenant en considération différents types de seuils de viscosité et de vitesses de mélange pour les variétés Sankara (Tableau III.3.a) et Premio (Tableau III.3.b).

Tableau III.3. Comparaison de différentes modélisations des effets de la viscosité et de la vitesse de mélange sur t_{pic} .

Tableau III.3.a Modélisation pour la variété Sankara.

Seuils	Modèle Forme	E (kJ/kg)	Paramètre 1	Paramètre 2	SCER
Puissance	$t_{pic} = \frac{E}{P - P_{seuil}}$	10	P_{seuil} 0,35 kJ/kg/min	–	1,5
Contrainte et cisaillement	$t_{pic} = \frac{E}{k \times (\sigma - \sigma_{seuil}) \times (N - N_{seuil})}$	7	σ_{min} 174 Pa	N_{min} 17 s ⁻¹	1,0
viscosité et cisaillement	$t_{pic} = \frac{E}{k \times (\eta - \eta_{seuil}) \times (N^2 - N_{seuil}^2)}$	9	η_{min} 2,1 Pa.s	N_{min} 28 s ⁻¹	0,8

Tableau III.3.b Modélisation pour la variété Premio.

Seuils	Modèle Forme	E (kJ/kg)	Paramètre 1	Paramètre 2	SCER
Puissance	$t_{pic} = \frac{E}{P - P_{seuil}}$	38	P_{seuil} 0,53 kJ/kg/min	–	0,3
Contrainte et cisaillement	$t_{pic} = \frac{E}{k \times (\sigma - \sigma_{seuil}) \times (N - N_{seuil})}$	39	σ_{min} 242 Pa	N_{min} 12 s ⁻¹	0,6
viscosité et cisaillement	$t_{pic} = \frac{E}{k \times (\eta - \eta_{seuil}) \times (N^2 - N_{seuil}^2)}$	34	η_{min} 3,3 Pa.s	N_{min} 29 s ⁻¹	0,5

Pour la farine Sankara, la modélisation la plus en accord avec les points expérimentaux est celle prenant en compte des seuils différents de viscosité et de vitesse de cisaillement ($SCER = 0,8$). Pour Premio les différentes modélisations présentées dans le Tableau C.2 sont similaires. Les viscosités seuils calculées pour Sankara et Premio sont respectivement de 2,1 Pa.s et 3,3 Pa.s. La vitesse seuil calculée est identique pour les deux variétés et est d'environ $30s^{-1}$, ce qui correspond à une vitesse de mélange de 40 rpm.

Cette modélisation permet de rendre compte des dispersions observées avec la relation (10) lorsque la viscosité ou la vitesse de mélange deviennent faibles, ces deux paramètres n'étant alors plus équivalents. Ces deux seuils qui semblent être indépendant sont discutés ci-dessous.

- **Discussion sur le seuil de viscosité**

La valeur de viscosité seuil calculée est de 2,1 Pa.s pour la variété Sankara et 3,3 Pa.s pour la variété Premio. Une hypothèse pour expliquer la présence d'un seuil de viscosité serait qu'une dilution trop importante des protéines rendrait impossible la formation d'un réseau percolant. La viscosité seuil pourrait correspondre alors à une concentration seuil en protéine, par analogie avec la concentration en protéine critique dans les mécanismes de gélification. Pour la variété Sankara, la viscosité seuil correspond à un rapport eau/farine de 111% (b.s.) (valeur extrapolée d'après l'évolution de la viscosité avec E/F modélisée dans la Fig. III.1). Ce rapport E/F correspond à 260g de farine (b.h.) pour 550g de pâte ; la teneur en protéine de la farine Sankara étant de 10,0% (b.h.), la teneur minimale en protéines dans la pâte serait de 4,7g / 100g de pâte. En faisant le même calcul pour la variété Premio, on obtient une teneur minimale de 6,2g / 100g de pâte.

On a testé de manière annexe la quantité de farine pouvant être substituée par de l'amidon tout en permettant la formation d'un réseau de gluten à un rapport E/F de 100% (b.h.). La farine étudiée (variété Glasgow, récolte 2009) possède une teneur en protéine de 10,6% (b.h.) (9,2% b.s.). On a observé que dans ces conditions, il était possible de former un réseau de gluten en remplaçant 50% de la masse de farine par de l'amidon commercial (Meritena, Syral/Tereos, Belgique). La teneur en protéine dans la pâte est alors de 2,6g / 100g de pâte. Il n'a pas été possible de former de réseau en remplaçant 75% de la masse de farine.

Par cette méthode, on peut estimer approximativement la teneur minimale en protéines dans la pâte entre 1,3% et 2,6%, ce qui est incompatible avec les valeurs de 4,7% (Sankara) et 6,2% (Premio) calculées précédemment. La viscosité seuil ne semble pas pouvoir être réductible à la concentration seuil en protéine. Elle renvoie à un facteur ou phénomène limitant qui reste à identifier.

- **Discussion sur la vitesse de mélange seuil**

Pour les deux variétés la vitesse de mélange seuil est de 40 rpm. Pour une teneur en eau fixe, la présence d'une vitesse de mélange minimale pour passer d'une pâte sous-pétrie à une pâte pétrie a déjà été identifiée pour des pâtes boulangères (Kilborn et Tipples 1972). Il a été montré par ailleurs qu'une pâte pétrie à forte vitesse puis mélangée en dessous de cette valeur présente à nouveau les caractéristiques d'une pâte sous-pétrie (Tipples et Kilborn 1975). La pâte développée, élastique et lisse, redevient collante et granuleuse lorsqu'on la mélange à faible vitesse. Lorsque la vitesse de mélange est augmentée à nouveau, la pâte redevient élastique rapidement. Ce phénomène de réversibilité du développement du gluten a été appelé « unmixing » (Tipples et Kilborn 1975; Tipples 1977) ou « undevelopment » (Paredeslopez et Bushuk 1983; Paredeslopez et Bushuk 1983) selon les auteurs. Tous ces auteurs montrent également que l'unmixing diminue la qualité d'utilisation de la pâte en boulangerie.

Cette vitesse seuil et le phénomène d'unmixing sont interprétés par Tipples et Kilborn en regard de la transformation du gluten à l'échelle des agglomérats et des filaments (Tipples 1977). Il a été montré que l'organisation des filaments de gluten nécessite une action d'élongation par le mélangeur (Bernardin et Kasarda 1973). Tipples et Kilborn suggèrent que la vitesse seuil corresponde à la vitesse permettant une élongation suffisante des filaments, et que l'unmixing correspondrait à un mélange de la pâte ne permettant pas l'élongation des filaments (Tipples 1977). Pour obtenir une élongation des filaments de gluten suffisante pour former le réseau de gluten, une vitesse de mélange de 40 rpm serait ainsi requise avec le mélangeur utilisé dans notre étude.

Pour tester cette hypothèse, on a reproduit ces expériences d'unmixing en développant une pâte à 90 rpm, puis en appliquant alternativement des vitesses de mélange à 30 rpm (en dessous de la vitesse de mélange seuil) et à 90 rpm (Fig. III.4) avec la farine Caphorn 2008. L'objectif est de caractériser les transformations du gluten aux différentes échelles en fonction de la vitesse de mélange apportée. En plus de l'évolution du couple mesurée par le mélangeur, on a suivi l'évolution de la morphologie des agglomérats et la teneur en protéines insolubles ramenée à la somme des polymères de gluténines du gluten (UPP). Pour cela, on a ajouté un marqueur des protéines (Fast Green, Sigma, Allemagne) selon la méthode décrite par Auger et al. afin de pouvoir observer les structures protéiques pendant le mélange (Auger, Morel et al. 2008). A différents instants du mélange on a recueilli des échantillons de pâtes pendant le développement (photographies a à g). Chaque carré dans la Fig. III.4 correspond à un carré de 1 cm². On a par ailleurs mesuré l'UPP de la pâte de ces différents prélèvements comme décrit dans la section Matériel et Méthodes (IIA3).

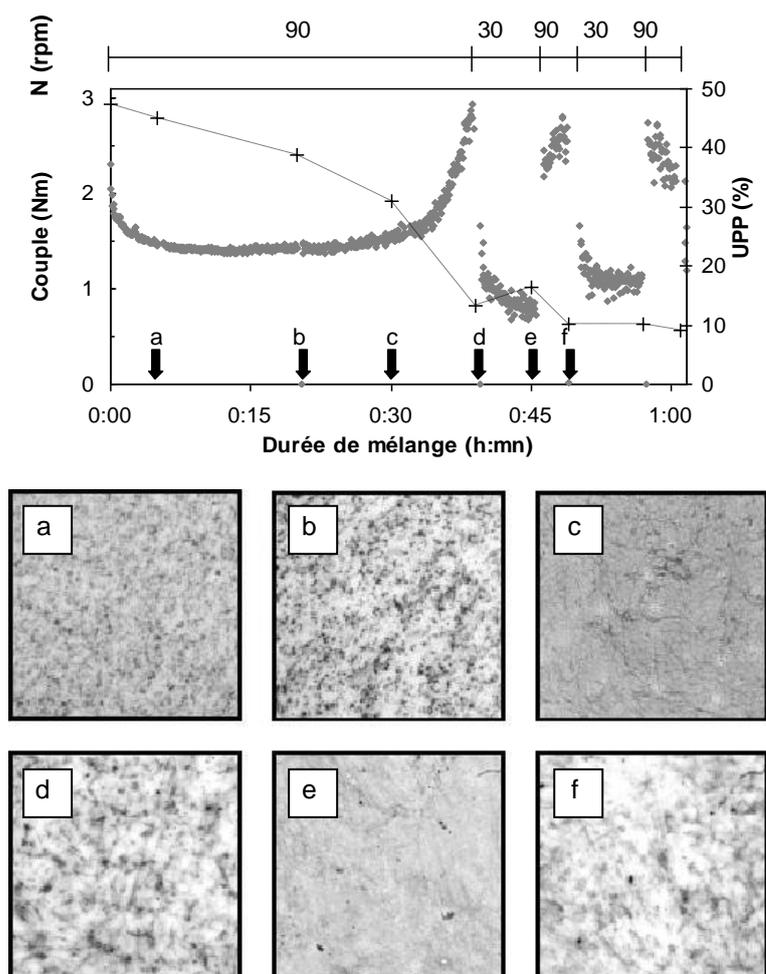


Fig. III.4. Phénomène d' « unmixing ». Evolution du couple (◆) et de l'UPP (+) au cours du mélange et prise d'image associée. Les prises d'image sont des carrés de 1 cm x 1 cm.

Pendant le développement de la pâte à 90 rpm, le couple suit l'évolution générale décrite par Auger: diminution rapide, phase de latence puis augmentation rapide jusqu'à un pic (Auger, Morel et al. 2008). La prise d'image montre que le développement correspond à la croissance en taille des agglomérats protéiques pendant la phase de latence suivie de la formation rapide de filaments jusqu'à l'obtention d'un réseau (photographies a, b et c). Pendant cette période l'UPP diminue de 48% à 13%.

Lorsque la pâte développée est soumise à une vitesse de mélange de 30 rpm, on observe une diminution progressive du couple. Visuellement, la pâte perd son caractère élastique et lisse pour redevenir granuleuse et collante comme pendant la phase de latence. L'observation des prises d'image de la pâte montre que cette phase correspond à la reformation d'agglomérats (photographie d). L'UPP augmente alors légèrement de 13% à 16%.

La reprise du mélange à 90 rpm provoque une augmentation immédiate du couple sans phase de latence et une reformation du réseau (photographie e) en quelques minutes. L'UPP diminue aux environs de 10%.

La reprise à 30 rpm induit de nouveau une reformation des agglomérats, mais l'UPP ne varie plus et reste stable aux environs de 10%. Le mélange à 90 rpm permet une reformation du réseau presque immédiate (photographie f). Le cycle développement / unmixing peut encore être répété plusieurs fois (non présenté sur la figure), avec une UPP constante et pour seule transformation la morphologie des protéines.

La réversibilité de la transformation agglomérat – filament associée à la vitesse de mélange suggère que la vitesse de mélange seuil corresponde à l'échelle des corps protéiques à la vitesse seuil de transition entre agglomérats et filaments, en accord avec les travaux de Tipples (Tipples 1977). Le premier unmixing permet une augmentation partielle de l'UPP puis cette valeur reste constante, ce qui montre que l'unmixing n'est pas une conséquence de la variation de l'UPP. Il semble plutôt que ce soit la poursuite du mélange après le développement du gluten qui empêche le recouvrement de l'UPP. Plusieurs auteurs ont en effet montré que le sur-pétrissage après le pic de développement diminue l'amplitude de la reformation de l'UPP (Kuktaite, Larsson et al. 2004; Peighambardoust, Vandergoot et al. 2006).

Il a été montré que les glutens isolés pauvres en UPP présentaient une élasticité moindre que les glutens riches en UPP (Auger 2008). On peut faire l'hypothèse que cette élasticité affecte la qualité d'utilisation des pâtes. Dans ce cas, l'arrêt de la reformation de l'UPP après l'unmixing pourrait expliquer la baisse de qualité (diminution du volume) des pâtes boulangères après unmixing observés par les différents auteurs (Tipples et Kilborn 1975; Tipples 1977; Paredeslopez et Bushuk 1983; Paredeslopez et Bushuk 1983)

L'EMS intrinsèque calculée pour la farine utilisée (Caphorn 2008) est de 31 kJ/kg. L'énergie nécessaire à la première reformation du réseau, de l'ordre de 5 kJ/kg, est très inférieure à cette valeur. Pour les reformations suivantes l'EMS dépensée est également de cet ordre de grandeur, voire légèrement inférieure. Après l'unmixing, l'EMS à fournir pour redévelopper la pâte correspondrait à la seule quantité d'énergie nécessaire à la filamentation des agglomérats protéiques et à la percolation de la pâte par le réseau de gluten. L'EMS intrinsèque d'une farine correspondrait à cette valeur additionnée de la demande en énergie nécessaire à l'hydratation des protéines et à la diminution de l'UPP. A cet égard une valeur d'énergie intrinsèque proche de 5-6 kJ/kg signalerait les farines dont le gluten est très facilement mobilisable sous forme de filaments pour peu que la vitesse de malaxage dépasse la vitesse seuil.

(f) Impact des conditions de mélange sur les caractéristiques du gluten isolé

Dans la gamme de puissance de mélange où le développement du réseau de gluten est possible, on distingue deux domaines: une zone de puissance où l'EMS à fournir est de l'ordre de l'énergie intrinsèque de la farine et une seconde où l'EMS est d'autant plus élevée que la puissance diminue. Bien qu'un réseau de gluten soit formé dans toutes les conditions de malaxage, on peut se demander si les caractéristiques du gluten isolé vont rester indépendantes des conditions de formation, et notamment de leur positionnement par rapport à ces deux domaines.

Pour des rapports eau/farine constants, plusieurs auteurs ont observé que la qualité du pain, en particulier son volume, était constante pour les « hautes » vitesses de mélange et diminuait lorsque la pâte était développée à faible vitesse de mélange (Kilborn et Tipples 1972; Baig et Hosney 1977). A l'inverse, Wilson affirme l'indépendance de la qualité du

pain vis-à-vis des conditions de mélange, et notamment de la vitesse de mélange, une fois la pâte développée (Wilson, Morgenstern et al. 2001). Dans le domaine de l'amidonnerie, Auger a montré qu'une fois le réseau de gluten développé le rendement en protéines dans le gluten était indépendant des conditions de mélange (Auger, Morel et al. 2009). Dans la même étude, cet auteur a observé cependant que les conditions de mélange pouvaient impacter la fraction de gluténines insolubles dans le SDS (F_i) présentes dans le gluten et sa teneur en protéines (Auger, Morel et al. 2009). Pour ces auteurs, le paramètre impactant ces deux propriétés ne sont la vitesse de mélange (N) mais le nombre de tour de pale jusqu'au développement du gluten ($N \times t_{pic}$)

Afin d'étudier le lien entre les conditions de mélange et les caractéristiques biochimiques du gluten extrait des pâtes malaxées, on a mesuré la quantité de protéines récupérées dans le gluten rapportée à la quantité de protéines mise en œuvre dans la pâte (rendement en protéines du gluten, RPG) (Fig. III.5a), la teneur en protéines du gluten (Fig. III.5b) et la teneur en protéines insolubles ramenée à la somme des polymères de gluténines du gluten (UPP) (Fig. III.5c).

Pour les deux variétés de blé testées, la quantité de protéines de la farine récupérée dans le gluten (RPG) ne varie pas avec les conditions de mélange de manière significative (Fig. III.5a). Le RPG atteint $70\% \pm 4\%$ pour la farine Sankara $70\% \pm 5\%$ pour la farine Premio.

La concentration en protéines dans le gluten isolé se révèle indépendante des conditions de mélange (Fig. III.5b). Elle est d'environ $57\% \pm 6\%$ pour la variété Sankara et $67\% \pm 4\%$ pour la variété Premio. Le réseau de gluten une fois formé emprisonne une quantité importante d'amidon qui n'est pas libéré lors de la phase de lavage. Contrairement à ce que d'autres auteurs ont constaté, l'utilisation de pâtes plus diluées ne facilite en rien l'expulsion des grains d'amidon d'un réseau protéique supposé plus lâche dans ces conditions (Vanderborgh, Goesart et al. 2005). Le protocole d'extraction utilisé, volontairement modéré pour ne pas abîmer le gluten, pourrait expliquer cette différence de résultat. La différence de teneur en protéines des glutens issues des farines Premio et Sankara est difficile à interpréter.

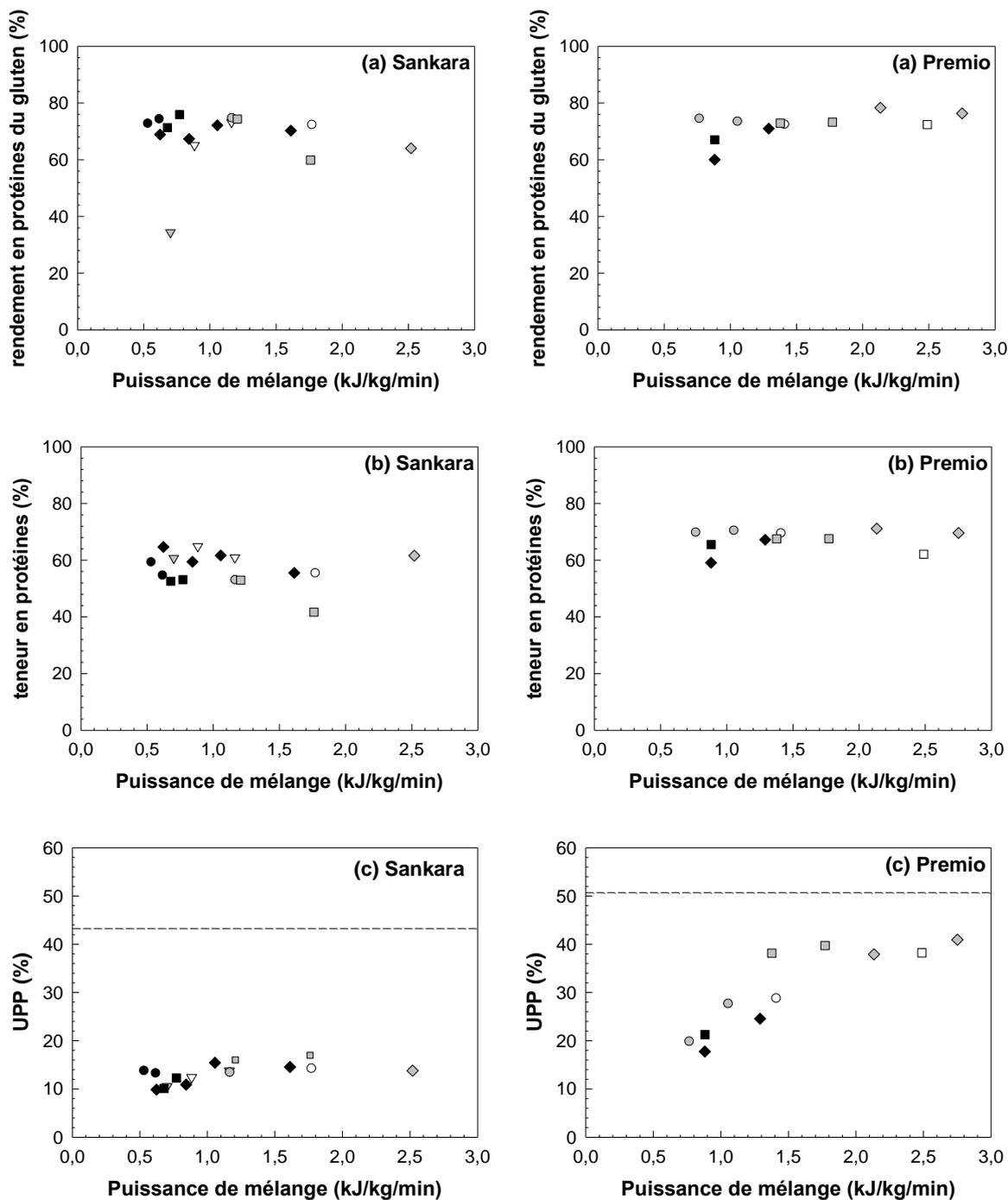


Fig. III.5. Rendement en protéines du gluten, teneur en protéines et UPP du gluten en fonction de la puissance de mélange pour les variétés Sankara et Premio.

Vitesses de mélange : ▼ 50 rpm, ● 70 rpm ; ■ 90 rpm et ◆ 110 rpm

Viscosités : ● inférieure à 10 Pa.s ; ● entre 10 et 20 Pa.s ; ○ supérieure à 20 Pa.s

Droite pointillée horizontale : UPP des farines Sankara et Premio

Seules les teneurs en UPP dans le gluten varient de façon importante entre les deux variétés et avec les conditions de mélange (Fig. III.5c). Pour la variété Sankara, l'UPP varie de 10% à 17% avec un écart-type de 9%. Pour la variété Premio, l'UPP varie de 18% à 43% avec un écart-type de 9% également. L'UPP maximale pour Sankara correspond à 40% de l'UPP de la farine associée, tandis que pour Premio l'UPP peut atteindre 80% de la valeur d'UPP de la farine.

Il a été montré qu'indépendamment de la farine utilisée et des conditions de mélange, la teneur en F_i de la pâte immédiatement après t_{pic} est toujours de 4 % (ce qui correspond à une teneur en UPP d'environ 10%) (Auger, Morel et al. 2009). Au cours de l'extraction du gluten un recouvrement de cette fraction intervient au dépend des autres fractions de gluténines (F_1 et F_2), augmentant l'UPP. Comme cet auteur l'a observé, ce recouvrement dépend fortement de la variété. Pour les deux variétés étudiées ici, la capacité de recouvrement de l'UPP est plus élevée pour la farine ayant l'UPP initiale la plus élevée (51% contre 43%).

De plus, pour les deux variétés, l'UPP varie avec les conditions de mélange. Ces résultats sont en contradiction avec l'opinion couramment admise selon laquelle seul un sur-pétrissage après le pic de développement est à même de diminuer l'amplitude du recouvrement de la F_i (Kuktaite, Larsson et al. 2004; Peighambardoust, Vandergoot et al. 2006). Pour la variété Sankara, la faiblesse du recouvrement d'UPP empêche d'observer une tendance clairement. Pour la variété Premio l'UPP atteint son recouvrement maximum pour les puissances de mélange de l'ordre de 1,5 – 2 kJ/kg/min environ et diminue en dessous de cette valeur. Ces deux domaines coïncident avec les deux domaines d'EMS (Fig. III.3). L'élévation de l'EMS étant reliée à la baisse de la puissance de mélange (relation 12), on ne peut pas dissocier l'effet de ces deux paramètres et conclure sur leur effet propre.

L'existence d'une relation étroite entre la teneur en F_i des farines et l'élasticité de leur gluten isolé en conditions standards puis purifié à plus de 85% de protéines a été montré dans des travaux précédents (Auger 2008). L'UPP du gluten pourrait donc avoir un impact sur sa fonctionnalité en tant qu'additif en panification. Les conditions de mélange utilisées avant l'extraction du gluten pourraient induire par ce biais des variations de sa qualité d'usage.

Environ 25–30% des protéines sont perdues indépendamment des conditions de mélange. Afin de préciser le type de protéines perdues, on a calculé le rendement de chacune des classes protéiques telles qu'identifiables par analyse en SEC (Morel et Bar-L'Helgouac'h 2000; Morel, Dehlon et al. 2000) en séparant chaque fraction puis en regroupant les polymères de gluténines de différentes tailles (fractions F_i , F_1 et F_2). En l'absence d'effet notable des conditions de mélanges, la composition moyenne des glutens a été calculée en tenant compte de tous les essais. Cette composition est présentée en regard de celle de la farine originale dans la Fig. III.6, pour Premio et Sankara.

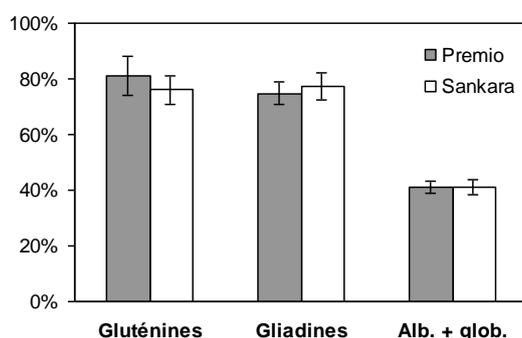


Fig. III.6. Teneurs récupérées des différentes fractions de protéines.

Les rendements des fractions ($F_i+F_1+F_2$), F_3 , F_4 et F_5 sont similaires pour les deux variétés. Pour la variété Premio, on récupère $81\% \pm 7\%$ pour la fraction ($F_i+F_1+F_2$), $70\% \pm 4\%$ pour la fraction F_3 et $75\% \pm 4\%$ pour la fraction F_4 . Pour la variété Sankara, on récupère environ $76\% \pm 5\%$ pour la fraction ($F_i+F_1+F_2$), $78\% \pm 5\%$ pour la fraction F_3 et $78\% \pm 5\%$ pour la fraction F_4 . La fraction la moins bien récupérée est la fraction F_5 ($41\% \pm 2\%$ pour les deux variétés).

Ce résultat peut être relié à la nature des différentes fractions de la farine. La fraction F_5 étant majoritairement composée de protéines solubles dans l'eau et les solutions salines, il est logique d'en perdre une grande partie au cours de l'extraction.

On peut effectuer plusieurs hypothèses concernant la proportion de protéines perdues parmi les autres fractions. La première serait que seule une partie d'entre elles serait de nature à pouvoir participer au réseau de gluten (chaque fraction séparée par SEC ne constituant pas un groupe homogène mais une distribution de protéines de natures diverses) ; dans ce cas une

analyse des différentes fractions par d'autres méthodes analytiques et la comparaison des protéines perdues avec celles récupérées dans le gluten pourrait permettre de clarifier ce point.

En considérant le gluten comme un assemblage de différentes fractions, on peut aussi penser qu'il existe un rapport constant entre chaque fraction dans le gluten. Dans ce cas lorsqu'une fraction deviendrait limitante les autres fractions ne pourraient plus participer à la formation du réseau.

Tableau III.4. Composition des farines en gluténines, gliadines et (albumines + globulines).

variété	Gluténines %	Gliadines %	Al. + Gl. %	Gliadines / Gluténines
Premio	39,1	46,3	14,6	1,18
Sankara	40,5	43,2	16,3	1,07

Tableau III.5. Composition moyenne des glutens en gluténines, gliadines et (albumines + globulines).

variété	Gluténines %	Gliadines %	Al. + Gl. %	Gliadines / Gluténines
Premio	43,8 ± 1,1	47,9 ± 1,0	8,3 ± 0,1	1,09 ± 0,05
Sankara	43,4 ± 0,8	47,2 ± 0,6	9,4 ± 0,2	1,09 ± 0,03

En comparant la composition en gluténines ($F_i+F_1+F_2$), gliadines (F_3+F_4) et albumines et globulines (F_5) des farines (Tableau III.4) et des glutens (Tableau III.5), on observe que malgré les variations des teneurs en gluténines et gliadines des deux variétés, les compositions moyennes des glutens isolés sont très proches. Il semble que le rapport gliadines / gluténines soit constant (1,09). On pourrait ainsi expliquer une partie des pertes de protéines observées. En considérant un rapport fixe gliadines/gluténines dans le gluten de 1,09, alors pour la variété Premio une partie des gliadines serait en excès (ratio gliadines/gluténines de 1,18) tandis que pour Sankara les gluténines seraient légèrement en excès. On observe effectivement sur la Fig. III.6 que les pertes en gluténines sont légèrement plus élevées pour la variété Sankara que pour la variété Premio, et que les pertes en gliadines sont plus fortes pour la variété Premio. Des variations existent cependant à la fois dans le rapport gliadines / gluténines et dans les teneurs récupérées ; une classification plus fine des types de protéines permettrait probablement de mieux rendre compte de l'assemblage du gluten et des pertes observées.

Conclusions

Il est possible de relier le temps de mélange nécessaire à la formation du réseau de gluten aux conditions de mélange selon une relation unique où le paramètre de contrôle est la puissance de mélange fournie pendant la phase de latence. Cette relation fait apparaître une énergie mécanique spécifique intrinsèque à fournir et une puissance seuil permettant d'assurer le développement du réseau de gluten. La puissance seuil correspondrait à l'existence d'une vitesse de mélange seuil, en deçà de laquelle la filamentation des agglomérats de gluten serait impossible, et à une viscosité seuil d'autre part. Cette relation appliquée dans le domaine des pâtes consistantes est cohérente avec les résultats « classiques » des études du développement de la pâte à pain.

Les conditions de mélange n'influent pas significativement sur la teneur en protéine du gluten ni sur la masse de protéines récupérées rapportée à la masse de protéines de la farine. Pour les puissances de mélange supérieures à la puissance frontière, la reformation de l'UPP est maximale. Le mélange dans de telles conditions permettrait de minimiser l'EMS à fournir pour développer le réseau de gluten et permettrait d'extraire un gluten plus proche de l'état natif. La frontière entre ces deux domaines est discutée dans la suite de notre travail (Chapitre IIIA2).

Chapitre A.2.

Mise en évidence d'un phénomène de
développement temporel du gluten

IIIA2 Mise en évidence d'un phénomène de développement temporel du gluten

Le chapitre IIIA1 montre l'existence de deux domaines distincts : pour les puissances de mélange supérieures à une puissance fonction de la farine, la quantité d'énergie à apporter pour développer le réseau de gluten est minimale et la fraction de protéines polymériques insolubles dans le SDS (F_i / UPP) a la capacité de se reformer de manière plus ou moins importante selon les farines. Si la valeur de puissance de mélange apportée est inférieure à la valeur « frontière », la quantité d'énergie à apporter augmente à mesure que la puissance diminue et la fraction F_i perd sa capacité de recouvrance.

Cette séparation en deux domaines est un point peu documenté dans la littérature. Du point de vue du procédé amidonnier, la présence de deux domaines séparés par une valeur frontière dépendant de la farine peut avoir des implications sur le procédé. Le passage d'un domaine à une autre suite à un changement de lot risque d'impacter la quantité d'énergie à mettre en œuvre pour développer le réseau de gluten et donc d'aboutir à des sous-pétrissages ou des sur-pétrissages selon les cas. En faisant varier l'UPP ou la F_i du gluten extrait, cette variation risque en outre d'induire des variations de la qualité du gluten. Il est enfin possible que certains additifs influent sur une de ces réactions, sans qu'on l'ait compris leurs modes d'action faute d'avoir compris sa nature.

On cherche ici à mettre en évidence la nature de la réaction occasionnant l'augmentation d'EMS à faible puissance de mélange et de comprendre son influence sur le mécanisme de développement du gluten et sur sa qualité.

Nous avons dans un premier temps découplé l'apport d'énergie et de temps en induisant des périodes d'arrêt du mélange lors du développement du gluten. L'objectif de ces tests est de déterminer si l'augmentation d'EMS observée et la diminution de la recouvrance de la F_i sont liées à une augmentation de l'énergie à fournir ou à un phénomène temporel. On a alors complété notre travail de modélisation en séparant une phase de développement mécanique d'une phase « temporelle » ou « cinétique ». On a ensuite testé l'impact de plusieurs additifs afin d'avoir une première idée de son mode d'action.

(a) Caractéristiques de la farine employée

On a réalisé cette étude avec la farine Haussmann 2009, choisie pour sa composition « moyenne » parmi toutes les farines utilisées dans ce projet de thèse. Un résumé des analyses biochimiques et des caractéristiques mesurée par l'Alvéographe pour cette farine est donné dans le Tableau III.6. Les analyses complètes de cette farine sont données dans la section Matériel et Méthode (IID).

Tableau III.6. Caractéristiques de la farine Haussmann.

Variété	Degré d'extraction (%)	Hum. (%)	Génotype	Protéines (% bs)	Fi (%)	P/L	W (10 ⁻⁴ J)
Haussmann	74,1	15,0	2/12	10,2	18	1,24	165

La farine Haussmann est une variété de type 2/12. Elle possède une teneur en protéines de 10,2% et une teneur en Fi de 18%. A l'Alvéographe, cette variété est assez peu extensible (P/L de 1,2) et possède une force boulangère moyenne (W de 165.10⁻⁴ kJ).

En se basant sur l'étude réalisée dans le chapitre IIIA1, on a calculé l'EMS intrinsèque de cette farine et sa puissance seuil. On a balayé la gamme de puissance spécifique de mélange de 0,5 kJ/kg/min à 2,5 kJ/kg/min en faisant varier le rapport eau /farine et en gardant une vitesse de mélange de 90 rpm. Les paramètres P_{seuil} et E_{intrinsèque} ont été calculés en suivant la méthodologie utilisée dans le chapitre IIIA1 et détaillée dans la section Matériel et Méthodes. Les valeurs obtenues sont données dans le Tableau III.7.

Tableau III.7. EMS intrinsèque et puissance seuil de la farine Haussmann.

Variété	E (kJ/kg)	P _{seuil} (kJ/kg/min)
Haussmann	23	0,62

L'EMS intrinsèque de la variété Haussmann est de 23 kJ/kg, une valeur intermédiaire entre celles obtenues pour Sankara et Premio dans le chapitre précédent (respectivement 10 et 38 kJ/kg). La puissance seuil calculée est de 0,62 kJ/kg/min, ce qui est une valeur plus élevée que pour les deux variétés précédentes (respectivement 0,35 et 0,53 kJ/kg/min).

On représente en Fig. III.7 l'évolution de l'EMS et du Fi du gluten avec la puissance de mélange.

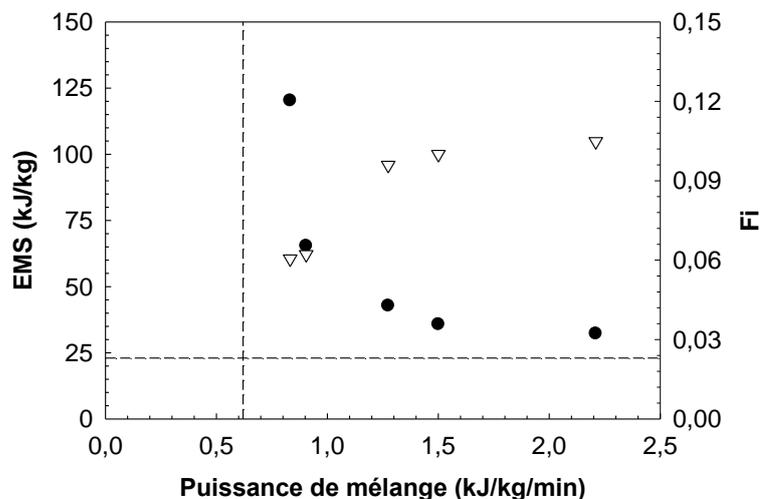


Fig. III.7. Evolution de l'EMS dépensée (●) et du Fi du gluten (▽) en fonction de la puissance de mélange (Variété Haussmann).

Droite pointillée horizontale : EMS intrinsèque de la variété Haussmann

Droite pointillée verticale : puissance seuil de la variété Haussmann

Pour les puissances de mélange de 0,8 et 0,9 kJ/kg/min, l'EMS dépensée pour développer la pâte est respectivement de 120 et 70 kJ/kg, soit des valeurs 3 à 5 fois plus élevées que l'EMS intrinsèque de la farine. La teneur en Fi est de 6% pour les deux puissances, le tiers de la teneur en Fi de la farine (18%). Pour les puissances de mélange de 1,3, 1,5 et 2,2 kJ/kg/min, l'EMS dépensée pour développer la pâte est respectivement de 43, 36 et 32 kJ/kg, de l'ordre de 1,5 à 2 fois l'EMS intrinsèque. La teneur en Fi est de 10% environ pour ces trois conditions.

Comme il a été observé pour la variété Premio, l'élévation forte de l'EMS semble coïncider avec la diminution de la teneur en Fi du gluten isolé. L'EMS étant reliée à la puissance de mélange, on ne peut discerner leurs relations respectives avec la teneur en Fi.

(b) Mise en évidence d'une réaction temporelle de développement du gluten et prédiction de sa durée.

- **Mise en évidence avec la variété Haussmann**

L'augmentation de l'EMS dépensée pour la formation du réseau de gluten aux faibles puissances de mélange peut avoir deux origines : une plus grande demande en énergie pour développer la pâte (attribuable par exemple à une perte d'efficacité du mélangeur ou à une plus grande difficulté à faire filamenter et se relier les protéines de réserve) ou bien l'apparition d'une réaction supplémentaire d'ordre cinétique et non liée à un apport d'énergie. Dans la première hypothèse, l'apport d'énergie supplémentaire fourni serait nécessaire pour développer la pâte, dans la seconde cet apport serait superflu.

Afin de découpler les apports d'énergie et de temps dans le développement de la pâte, on a inclus des périodes d'arrêt du mélange allant de 30 minutes à 120 minutes une fois la phase de latence atteinte. Ce test a été réalisé avec la puissance de mélange de 0,9 kJ/kg/min, pour laquelle l'EMS est de trois fois la valeur de l'EMS intrinsèque et la teneur en Fi du gluten de 6%. Après la période d'arrêt, le mélange a été repris à 90 rpm jusqu'à la formation du réseau de gluten. On a alors comparé l'évolution de la viscosité après ces différentes périodes d'arrêt (Fig. III.8.a) et l'EMS dépensée pour développer le réseau de gluten (Fig. III.8.b).

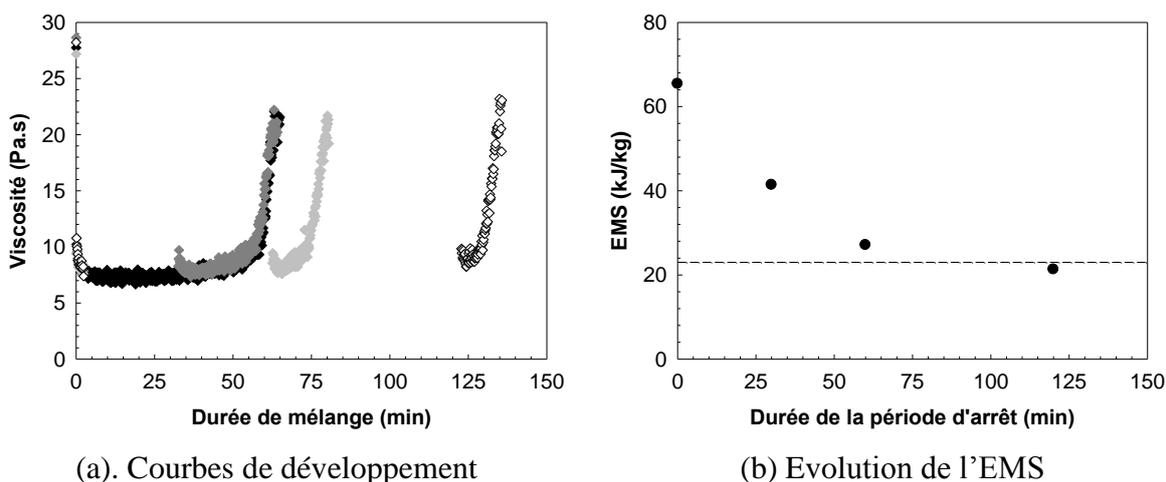


Fig. III.8. Courbes de développement et EMS dépensées pour le développement d'une pâte Haussmann avec un mélange continu et avec différentes périodes d'arrêt.
Droite pointillée horizontale : EMS intrinsèque de la variété Haussmann

Avec la farine Haussmann, à la puissance fournie la durée de développement est de 65 minutes lorsque le mélange est continu. D'une façon inattendue, l'inclusion d'un arrêt du mélange pendant 30 minutes au début de la phase de latence ne retarde pas le développement du mélange qui reste de 65 minutes environ. L'arrêt du mélange au début de la phase de latence n'impacte pas significativement la valeur de viscosité pendant la phase de latence et seule la durée de la phase de latence à la reprise est diminuée. On observe une diminution de viscosité à la reprise du mélange après l'arrêt du mélange, semblable à celle observée au tout début du mélange. La valeur de la viscosité finale reste inchangée.

En conséquence de la réduction de la durée de la phase de latence, l'énergie dépensée pour parvenir à développer le réseau de gluten est diminuée de 64 kJ/kg à environ 40 kJ/kg avec un arrêt de 30 minutes (Fig. III.8.b). Ce résultat révèle de manière claire que la totalité de l'apport d'énergie fourni pour développer la pâte lorsque le mélange est continu n'est pas nécessaire dans ces conditions. Un phénomène temporel a donc lieu pendant au minimum 30 minutes.

L'arrêt du mélange pendant 1h et 2h diminue légèrement la durée de mélange nécessaire à la formation du réseau à la reprise du mélange. Une phase de latence de quelques minutes est conservée, et la phase de montée de viscosité est similaire pour toutes les conditions. L'EMS dépensée semble se stabiliser aux alentours de 20 kJ/kg sans atteindre des valeurs significativement inférieures lorsque la durée d'arrêt est augmentée. Cette valeur est du même ordre de grandeur que l'EMS intrinsèque de cette farine (23 kJ/kg). Cette observation laisse penser que l'EMS intrinsèque d'une farine serait l'énergie minimale pour développer la pâte (cette valeur doit toujours être fournie, même avec des arrêts de mélange plus long que t_{pic}) et l'énergie suffisante (il est superflu de fournir une quantité d'énergie supérieure). Pour une farine donnée, l'EMS intrinsèque correspondrait à l'énergie permettant d'assurer l'ensemble des réactions nécessitant un apport de cisaillement / de mélange pour être réalisées comme la transformation d'une partie du Fi et la filamentation des agglomérats de gluten (Auger 2008) ; l'EMS supplémentaire dépensée lorsque la puissance de mélange diminue serait superflue.

La présence d'une réaction temporelle de développement du gluten est rapportée dans une étude pionnière (Tipples 1977) peu reprise par la suite. Dans cette étude, il a été montré

que l'inclusion d'une période de repos au début du mélange permettrait de diminuer la durée de développement à la reprise du mélange. Ces auteurs ont également observé que l'ajout d'une phase de repos était plus efficace pour les pâtes diluées, ce qui est pleinement en accord avec nos résultats. La nature des transformations ayant lieu pendant cette période est en revanche inconnue. Tipples et Kilborn attribuent le fait que la consistance de la pâte à la reprise du mélange soit supérieure à la consistance pendant la phase de latence à une absorption d'une partie de l'eau libre par les composants de la farine pendant cette phase de repos. A la reprise du mélange, les composants relargueraient une partie de l'eau absorbée, expliquant la diminution de viscosité à la reprise du mélange. L'origine de la diminution de temps de développement à la reprise du mélange n'est en revanche pas connue.

D'un point de vue opérationnel, en se basant sur le postulat que le mélange doit apporter une quantité d'énergie égale à l'EMS intrinsèque et que la durée restante dans t_{pic} est d'ordre temporelle on peut quantifier la durée de mélange utile et la durée de repos. On a modélisé dans le chapitre IIIA1 le temps de développement total :

$$t_{pic} = \frac{E}{P - P_{seuil}} \quad (\text{éq. 10, rappel})$$

En considérant que la durée de mélange utile correspond au temps nécessaire pour fournir la valeur d'EMS intrinsèque E:

$$\boxed{t_{mélange} = E / P} \quad (\text{éq. 13})$$

La durée de repos serait alors la durée restante :

$$t_{repos} = t_{pic} - t_{mélange}$$

Soit en fonction de la puissance de mélange:

$$\boxed{t_{repos} = \frac{E}{P - P_{seuil}} - \frac{E}{P}} \quad (\text{éq. 14})$$

On aboutit alors à la prédiction de deux durées, la durée de mélange et la durée de repos, liées à la puissance de mélange fournie et aux paramètres E et P_{seuil} de la farine.

- **Validation du modèle avec une autre variété (Caphorn) à plusieurs puissances de mélange**

Afin de valider la capacité du modèle précédent à contrôler les étapes de mélange et des repos pour plusieurs conditions de mélange et avec une autre variété, on l'a testé avec la farine Caphorn 2008 à trois puissances de mélange. Cette farine a été choisie car elle demande un apport d'énergie élevé pour être développée dans des conditions de mélange continues. L'EMS intrinsèque et la puissance seuil de cette farine sont données dans le Tableau III.8. En appliquant les relations (10), (13) et (14) avec ces deux paramètres, on peut prédire les durées de mélange utile et de repos en fonction de la puissance spécifique (Fig. III.9).

Tableau III.8. EMS intrinsèque et puissance seuil de la farine Caphorn.

Variété	E (kJ/kg)	P _{seuil} (kJ/kg/min)
Caphorn (2008)	31	0,90

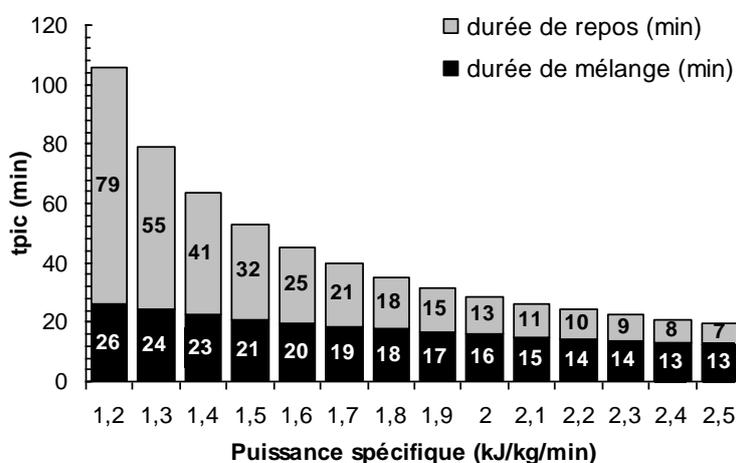


Fig. III.9. Prédiction de la durée de mélange utile et de la durée de repos en fonction de la puissance spécifique pour la variété Caphorn 2008.

En se basant sur les valeurs données dans la Fig. III.9, dans la gamme de puissance de mélange présentée et avec la farine Caphorn, les périodes de repos et de mélange seraient toutes les deux significatives. L'importance respective de ces deux périodes dépendrait de la puissance de mélange ; pour une puissance de 1,2 kJ/kg, la durée de repos (80 min) serait supérieure à la durée de mélange utile (26 min). Pour une puissance de 1,5 kJ/kg, ces deux

périodes auraient des durées proches (32 et 21 min). Pour une puissance de 2,2 kJ/kg, la durée de mélange (14 min) serait supérieure à la durée de repos utile (10 min).

Pour tester la modélisation, on a inclu des périodes d'arrêts respectivement de 60 min, 30 min et 30 min pour les puissances de mélange de 1,2, 1,5 et 2,2 kJ/kg. On a alors comparé les durées de mélange nécessaires à la formation du réseau de gluten avec ces périodes d'arrêts (Tableau III.9) et lors du mélange continu (Tableau III.10).

Tableau III.9. t_{pic} , durée de mélange et EMS dépensées expérimentalement pour développer la farine Caphorn à trois valeurs de puissances spécifiques – Mélanges continus.

	P (kJ/kg/min)	Durée de l'arrêt (min)	t_{pic} (min)	Durée de mélange (min)	EMS (kJ/kg)
A	1,2	0	99	99	121
B	1,5	0	47	47	71
C	2,2	0	28	28	62

Tableau III.10. t_{pic} , durée de mélange et EMS dépensées expérimentalement pour développer la farine Caphorn à trois valeurs de puissances spécifiques – Mélanges incluant des périodes d'arrêts.

	P (kJ/kg/min)	Durée de l'arrêt (min)	t_{pic} (min)	Durée de mélange (min)	EMS (kJ/kg)
A	1,2	60	81	21	29
B	1,5	30	55	25	38
C	2,2	30	45	15	33

Lorsque le mélange est continu (Tableau III.9) l'EMS dépensée pour développer la pâte est d'autant plus élevée que la puissance de mélange est faible et varie de 62 à 121 kJ/kg. Même pour la puissance de mélange la plus élevée, 2,2 kJ/kg/min, l'EMS dépensée (62 kJ/kg) est significativement supérieure à la valeur d'EMS intrinsèque (31 kJ/kg).

En incluant des périodes d'arrêt (Tableau III.10) la durée de mélange ($t_{pic} - t_{arrêt}$) est diminuée pour chaque condition. On parvient à diminuer les valeurs d'EMS dépensées d'un facteur 2 (P = 2,2 kJ/kg/min, EMS = 33 kJ/kg au lieu de 62 kJ/kg) jusqu'à un facteur 4 (P = 1,2 kJ/kg/min, EMS = 29 kJ/kg au lieu de 121 kJ/kg). L'EMS dépensée pour les trois puissances de mélange est de 30 – 40 kJ/kg, ce qui est l'ordre de grandeur de la valeur d'EMS intrinsèque de la farine. Dans le cas où la durée de l'arrêt est supérieure à la durée de repos calculée (P = 2,2 kJ/kg/min, 30 minutes d'arrêt au lieu de 10 minutes) l'EMS dépensée (29 kJ/kg) n'est pas significativement inférieure à la valeur d'EMS intrinsèque (31 kJ/kg).

Ce résultat montre que pour toutes les conditions de mélange il est possible de développer la pâte en ne dépensant que l'EMS intrinsèque. La relation précédente semble valable. Cette modélisation ouvre la voie au contrôle de l'étape de repos dans le procédé de développement de gluten. Cette phase de repos permet notamment de développer le réseau de gluten à faible puissance de mélange comme dans le cas de pâte très hydratées sans devoir dépenser un surcoût énergétique. Ce résultat est intéressant dans le cas des procédés où la séparation est plus efficace pour des pâtes très hydratées. A l'inverse, cette modélisation laisse penser que dans le cas des procédés utilisant des pâtes consistantes la phase de repos serait inutile car la phase de développement « temporel » serait négligeable par rapport au développement « mécanique ». Adapté au procédé réel, ce modèle permettrait de savoir dans quelles conditions on pourrait s'en affranchir.

La présence d'un développement temporel de la pâte est peu reportée dans la littérature (Tipples 1977). La grande majorité des travaux portant sur le développement du gluten étant réalisée pour des pâtes consistantes comme la pâte à pain, on comprend que cette réaction ait été peu visible. Cette réaction est susceptible d'avoir un impact dans les conditions de développement des pâtes boulangères, mais serait occultée par la réaction de développement « mécanique » limitante dans ces conditions.

(c) Relation entre la réaction de maturation et la teneur en Fi du gluten

- **Impact de l'inclusion d'une phase de repos sur la teneur en Fi**

Dans les conditions de mélange continues, l'augmentation d'EMS coïncide avec la diminution de la teneur en Fi dans le gluten (Fig. III.7). Il a été montré que le développement du réseau de gluten avec le mélangeur Plastographe nécessite la diminution de la teneur en Fi jusqu'à une valeur de 4% environ (Auger 2008). Il a été montré par ailleurs que cette fraction Fi, une fois transformée en autres fractions (F_1 et F_2), pouvait dans une certaine mesure être transformée à nouveau en Fi de manière spontanée (Weegels, van de Pijpekamp et al. 1996; Weegels, Hamer et al. 1997; Skerritt, Hac et al. 1999; Aussenac, Carceller et al. 2001; Auger 2008).

En postulant que cette recouvrance spontanée du Fi soit significative au cours du mélange, on peut imaginer que cette réaction vienne contrebalancer la diminution du Fi pendant le mélange. Dans les conditions de puissances de mélange faibles, la diminution de la teneur en Fi serait lente et que dans ce cas la reformation de la Fi serait prépondérante. Une hypothèse pour expliquer l'effet de la période de repos et son lien avec le Fi serait que la capacité de recouvrement du Fi diminuerait avec le temps. Dans ce cas, la phase de repos correspondrait à la durée nécessaire à ce que la recouvrance du Fi devienne plus lente que sa cinétique de diminution.

Pour tester ce point, on a mesuré la teneur en Fi des glutens extraits après un développement continu et avec des périodes d'arrêt de 30 et 60 minutes. Si notre hypothèse de l'arrêt de la capacité de recouvrement de la Fi pendant la phase de repos est exacte, tous les gluten devraient avoir une teneur en Fi faible. Les résultats obtenus sont donnés en Fig. III.10.

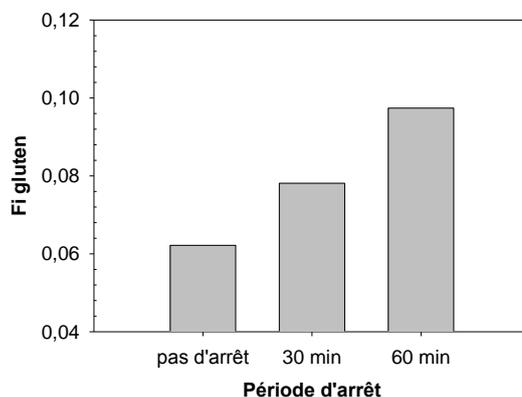


Fig. III.10. Impact de l'arrêt du mélange sur la recouvrance de Fi dans le gluten.

On observe sur la Fig. III.10 que la teneur en Fi du gluten isolé augmente avec la durée de la phase de repos. Contrairement à notre hypothèse, l'arrêt du mélange ne provoque pas l'arrêt de la recouvrance du Fi. Au contraire, la présence d'une phase de repos augmente la capacité de recouvrance du Fi. Il semble donc que la diminution de la capacité de recouvrance du Fi soit une conséquence du mélange superflu et non la cause de l'augmentation de l'EMS.

- **Relation entre les conditions de mélange et la diminution de la recouvrance du Fi**

Une question qui se pose est de savoir si la diminution de la recouvrance du Fi est liée à l'EMS ou à la puissance de mélange. L'élévation de l'EMS étant corrélée à la puissance de

mélange (chapitre IIIA1), dans le cas des mélanges continus on ne peut pas discerner les effets propres de l'apport d'énergie cumulé pour développer la pâte (indiquée par l'EMS) de l'apport d'énergie instantané (indiqué par la puissance de mélange). L'inclusion d'une période d'arrêt permet de séparer l'effet de ces deux paramètres.

On représente sur la Fig. III.11 l'évolution de la teneur en Fi du gluten extrait avec la puissance de mélange (a), le nombre de tour de pale (b) (le Fi du gluten ayant précédemment été relié à ce paramètre (Auger, Morel et al. 2009) et l'EMS (c).

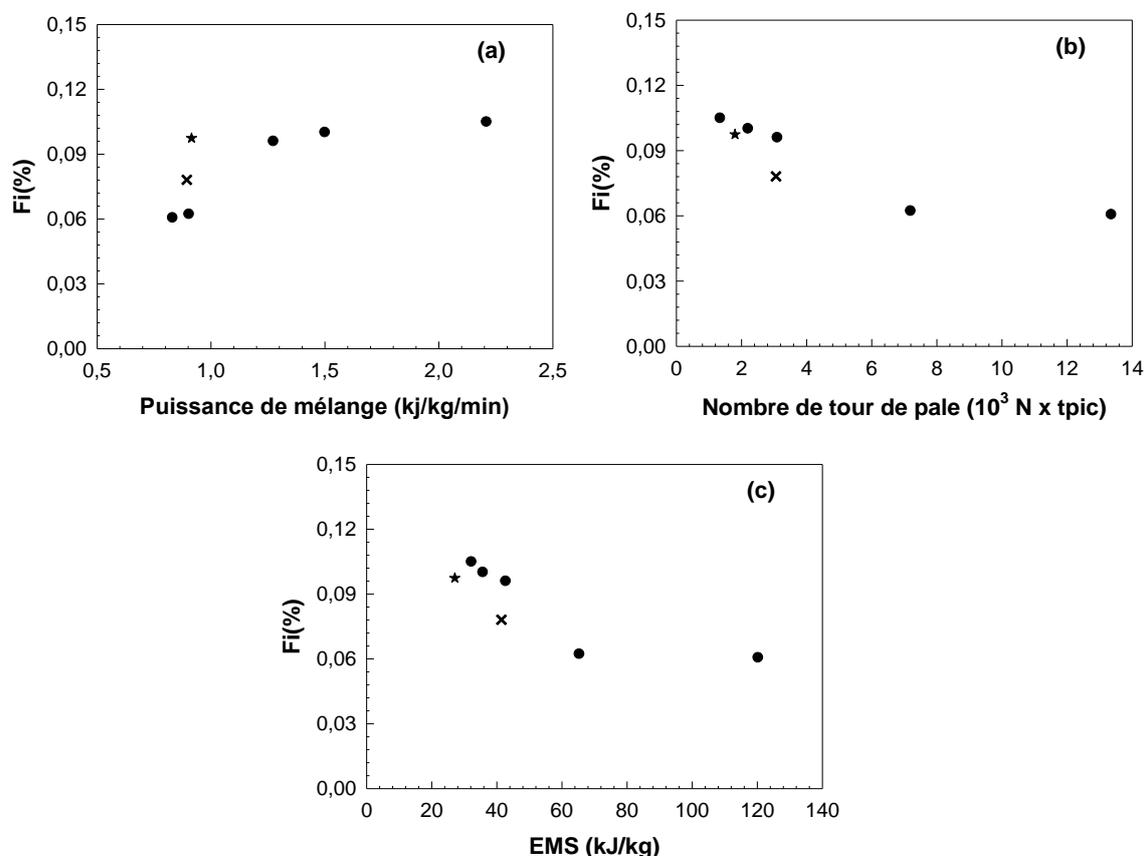


Fig. III.11. Relation entre la puissance de mélange (a), le nombre de tour de pale (b) et l'EMS (c) et la teneur en Fi dans le gluten.

● mélange continu ; ✕ arrêt 30 min; ★ arrêt 60 min

Pour une puissance de mélange identique, l'arrêt du mélange permet d'augmenter la teneur en Fi du gluten (Fig. III.11.a). Avec l'inclusion d'un arrêt d'une heure, cette teneur devient alors similaire à celle obtenue lors de mélange réalisé à forte puissance de mélange (10%). Ce point montre que la teneur en Fi du gluten n'est pas reliée à la puissance de

mélange, et que l'inclusion d'une période d'arrêt permet de contrôler cette teneur.

Une meilleure corrélation semble exister entre le nombre de tour de pale et le Fi et l'EMS et le Fi (Fig. III.11.c), dans ces deux cas les points avec repos se rapprochant des points où le mélange est continu.

Dans la littérature la diminution du Fi dans le gluten est associée au surpétrissage (Kuktaite, Larsson et al. 2004). La diminution du Fi des glutens extraits pour les pâtes où l'EMS dépensée est supérieure à la valeur E peut être interprété comme un cas où le surpétrissage a eu lieu avant la formation du réseau. La diminution de la teneur en Fi serait une conséquence indirecte de ce phénomène. Au niveau du procédé, ce surpétrissage pendant le développement induit une perte d'énergie ; en impactant la teneur en Fi du gluten, ce phénomène influe aussi potentiellement ses propriétés rhéologiques.

(d) Impacts de différents additifs sur la réaction de maturation

On a testé l'impact de différents additifs spécifiques afin de cerner le type de composé à laquelle la réaction de développement temporel peut être due. On s'est intéressé aux effets de deux composés, le N-éthylmaléimide (NEMI), réactif avec les groupements thiols et la dimédone, réactive avec les groupements S-OH.

- **Impact du NEMI sur la réaction de maturation**

De nombreuses études ont montré l'effet du NEMI sur le gluten et sur la durée de pétrissage (Kaufman, Hosney et al. 1986; Hosney et Rogers 1990; Don 2005; Auger 2008; Peressini, Peighambardoust et al. 2008). On compare l'évolution de la viscosité pendant le développement du réseau et l'EMS dépensée sur la Fig. III.12 avec différentes doses de NEMI. Le test a été réalisé avec la farine Haussmann à $P = 0,9$ kJ/kg/min, valeur pour laquelle l'EMS est de trois fois la valeur d'EMS intrinsèque dans le mélange continu témoin.

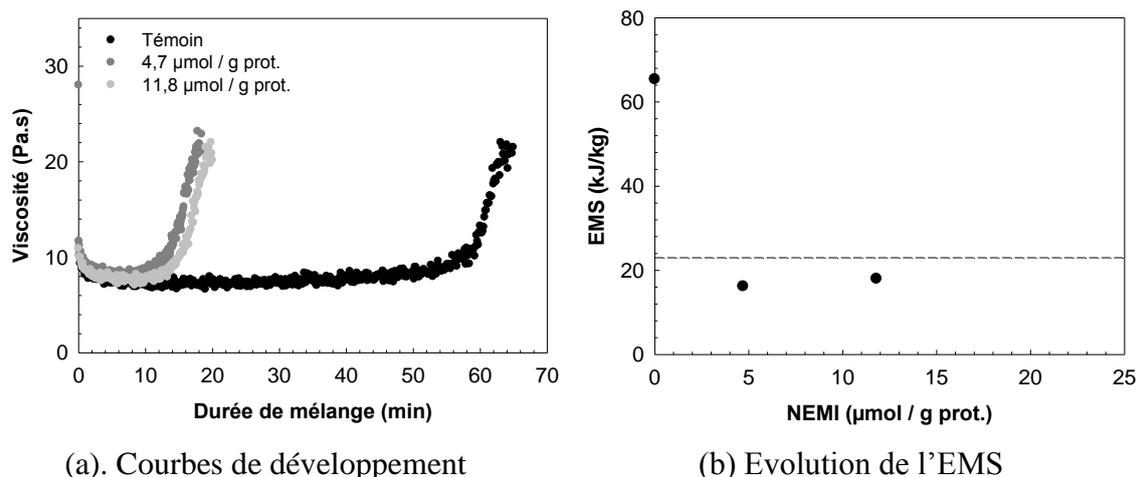


Fig. III.12. Impact de l'addition de NEMI sur les courbes de développement du gluten et sur l'EMS associée avec la farine Haussmann

Droite pointillée horizontale : EMS intrinsèque de la variété Haussmann

L'addition de NEMI diminue la durée de mélange d'une heure à 20 minutes environ pour les deux doses de NEMI utilisées. Le NEMI agit uniquement sur la durée de la phase de latence, sans affecter de manière significative la viscosité pendant cette phase ni la montée en viscosité avec les doses testées. L'EMS associée est diminuée jusqu'à la valeur d'EMS intrinsèque de la farine, voire à des valeurs légèrement inférieures (16 kJ/kg au lieu de 23 kJ/kg). Le NEMI semble donc agir de façon spécifique en rendant la réaction temporelle immédiate. Le NEMI semble agir modérément sur la réaction nécessitant un apport d'énergie. On peut en déduire que cette réaction temporelle implique un échange de thiol.

Une dose de NEMI de 10 mol/g de protéines avait été choisie par Auger car cette valeur correspondrait à l'ordre de grandeur du nombre de groupements thiol impliqués dans les ponts dissulfures des gluténines (Grosch et Wieser 1999). On observe sur la Fig. III.12 qu'une dose deux fois inférieure à cette valeur est aussi efficace. Il est donc possible que le NEMI agissent par un autre mode d'action.

La mise en évidence de l'effet du NEMI sur la réaction de développement temporel permet de comprendre la variation observée des effets du NEMI selon les études. De grands écarts existent en effet dans la littérature, allant d'une diminution importante de t_{pic} jusqu'à 70% à 80% de la valeur témoin avec une dose de 10 µmol/g de protéines (Auger 2008) à une diminution plus modérée (30% de la valeur témoin) avec une dose environ 10 fois supérieure (10 µmol/g de farine) (Don 2005). Ce premier auteur avait travaillé avec des conditions de

teneur en eau élevée, où la réaction temporelle serait prépondérante. A l'inverse, Don a réalisé son étude pour une pâte plus consistante, où la durée de la réaction temporelle serait faible vis à vis de la durée de développement mécanique. L'intensité de l'impact du NEMI correspondrait à l'importance relative de ces deux réactions. D'un point de vue pratique, la comparaison des durées de développement avec et sans cet additif permettrait de mesurer l'importance de la durée de réaction temporelle vis à vis de la durée de développement mécanique.

On a testé ce résultat en comparant l'effet du NEMI à une dose de 10 μmol par gramme de protéines avec trois variétés différentes pour deux conditions de mélange chacune (Tableau III.12). On a choisi pour ce test la farine Sankara 2008 (faible EMS intrinsèque, P_{seuil} moyen), la farine Caphorn 2008 (EMS intrinsèque forte, P_{seuil} forte), et une farine industrielle « A24 » présentant la particularité d'avoir une puissance seuil extrêmement faible (Tableau III.11).

Tableau III.11. EMS intrinsèques et puissances seuils des farines Sankara 2008, Caphorn 2008 et A24.

Farine	E (kJ/kg)	P_{seuil} (kJ/kg/min)
Sankara 2008	9	0,35
Caphorn 2008	31	0,90
A24	23	0,05

Tableau III.12. Effet du NEMI sur plusieurs farines.

(a) Farine Sankara 2008

E/F (b.s)	P (kJ/kg/min)	témoin		NEMI (10 μmol / g prot.)		
		EMS (kJ/kg)	t_{pic} (min)	EMS (kJ/kg)	t_{pic} (min)	t_{pic} NEMI / t_{pic} témoin
120%	1,3	12	9	10	9	0,92
132,5%	0,6	24	41	14	25	0,62

(b) Farine Caphorn 2008

E/F (b.s)	P (kJ/kg/min)	témoin		NEMI (10 μmol / g prot.)		
		EMS (kJ/kg)	t_{pic} (min)	EMS (kJ/kg)	t_{pic} (min)	t_{pic} NEMI / t_{pic} témoin
115%	2,2	59	28	22	10	0,36
125%	1,2	116	97	23	18	0,19

(c) Farine A24

E/F (b.s)	P (kJ/kg/min)	témoin		NEMI (10 μ mol / g prot.)		
		EMS (kJ/kg)	t _{pic} (min)	EMS (kJ/kg)	t _{pic} (min)	t _{pic} NEMI / t _{pic} témoin
113%	0,99	22	19	19	20	1,08
131%	0,32	27	68	24	72	1,06

Pour les trois variétés testées, l'ajout de NEMI permet de développer la pâte avec une EMS proche de la valeur d'EMS intrinsèque calculée pour chacune d'entre elle, et ceci pour toutes les conditions de mélange testées.

Pour la farine Sankara 2008 (P_{seuil} faible), l'EMS à dépenser dans les conditions témoins (12 et 24 kJ/kg) est proche de l'EMS intrinsèque, ce qui se traduirait par une phase de repos peu importante. L'ajout de NEMI diminue t_{pic} modérément à des valeurs de 92% et 62% du t_{pic} initial pour les deux conditions.

Dans le cas de la farine Caphorn 2008 (P_{seuil} élevée), l'EMS dans les conditions témoins (59 et 116 kJ/kg) est élevée par rapport à l'EMS intrinsèque (31 kJ/kg). En présence de NEMI, l'EMS diminue jusqu'à 22 kJ/kg. Cette valeur d'EMS est légèrement inférieure à l'EMS intrinsèque de la variété, sans être diminuée jusqu'à celle de Sankara 2008. La diminution de l'EMS jusqu'à la valeur d'EMS intrinsèque induit une diminution très forte de t_{pic} (36% et 19% des temps de développement témoins).

Dans le dernier cas de la farine A24, l'EMS dépensée sans additif (22 et 27 kJ/kg) est de l'ordre de grandeur de l'EMS intrinsèque (23 kJ/kg), même pour une puissance de mélange très faible (0,32 kJ/kg/min). L'ajout de NEMI n'a alors pas d'effet sur le temps de développement de la pâte, ce qui montre bien le déterminisme différent de la période de développement « mécanique » et « temporelle ».

- **Impact de la dimédone sur la réaction de maturation**

La dimédone est un composé réactif avec les groupements S-OH. La présence de ce type de groupements sur le gluten n'est pas reportée dans la littérature. Contrairement au NEMI, l'action de la dimédone sur le développement du gluten n'a pas été étudiée à notre connaissance. On présente sur la Fig. III.13 l'évolution de la viscosité pendant le mélange et l'EMS dépensée avec différentes doses de cet additif. Le test a été réalisé avec la farine Haussmann à P = 0,9 kJ/kg/min comme avec le NEMI.

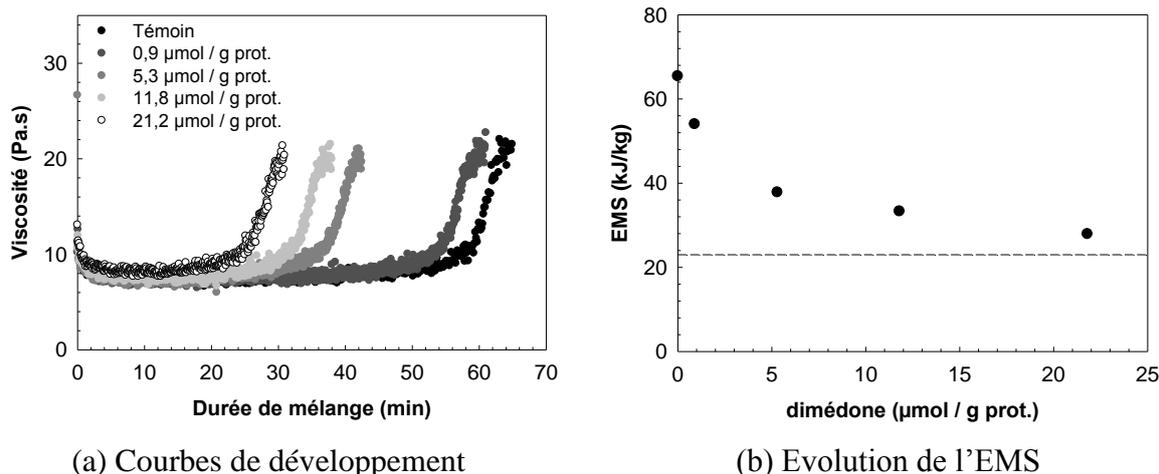


Fig. III.13. Impact de l'addition de dimédone sur les courbes de développement du gluten et sur l'EMS associée

Droite pointillée horizontale : EMS intrinsèque de la variété Haussmann

De façon similaire au NEMI, la dimédone diminue le temps de développement, sans affecter la viscosité et la durée de filamentation. Pour la dose la plus forte de dimédone (21,2 µmoles/g prot.) la viscosité pendant la phase de latence semble cependant légèrement supérieure. Lorsque les teneurs en dimédone croissent, les valeurs d'EMS tendent vers la valeur d'EMS intrinsèque, bien qu'étant supérieures aux valeurs d'EMS en présence de NEMI. La dimédone semble donc également avoir un effet sur la réaction de développement temporel, bien que moins marqué que pour le NEMI. On peut faire l'hypothèse que la maturation fasse intervenir un ou plusieurs enzymes présentant des groupement S-OH sur leur site catalytique.

Section B

Impact de la composition biochimique de la farine

Chapitre B.1.

Impact de la composition biochimique de la farine
sur le développement du gluten et son extraction

IIIB. Impact de la composition biochimique de la farine

IIIB1 Impact de la composition biochimique de la farine sur le développement du gluten et son extraction

Le procédé d'extraction du gluten comprend plusieurs opérations unitaires successives, telles les phases de mélange, de repos, de lixiviation de la pâte, puis de séchage du gluten. Afin d'évaluer l'impact de la diversité de composition des farines sur le rendement en gluten, l'approche classique est de fixer les paramètres des étapes du procédé, notamment en terme de teneur en eau et de durée de mélange, et de mesurer les variations de rendement (Davin, Godon et al. 1984; Weegels, Marseille et al. 1988; Roels 1993; Sindic, Chevalier et al. 1993). Cette stratégie ne permet cependant pas d'identifier l'étape à l'origine des différences de rendements, ni le mode d'action des constituants de la farine. Les corrélations obtenues entre facteurs de composition et rendement sont généralement assez faibles, démontrant par là même l'existence d'interactions complexes. La stratégie d'étude que nous avons choisie est de fixer non pas la durée de mélange, mais l'état de développement de la pâte en ajustant la durée de mélange afin de toujours récupérer le gluten à l'optimum de développement (viscosité maximale). Des travaux précédents ont montré qu'à cet instant, le rendement d'extraction est toujours maximal (Auger 2008). Cette démarche permet de découpler les facteurs influant la durée de développement du gluten de ceux impactant sa récupération.

En ce qui concerne l'étape de développement du gluten, le chapitre IIIA1 a permis de dégager deux paramètres intrinsèques aux farines et influençant le temps de formation du réseau: l'EMS intrinsèque (E) et la puissance seuil (P_{seuil}). A l'échelle du procédé, les facteurs E et P_{seuil} affectent respectivement l'énergie dépensée pour développer la pâte et la nécessité ou non d'une période de maturation temporelle (chapitre IIIA2). A la différence des paramètres couramment utilisés pour discriminer le comportement technologique des farines, comme l'EMS ou le temps de développement au Mixographe ou au Farinographe (Gupta, Khan et al. 1993; Wooding 1999; Wooding 2000; Wooding 2000; Every, Motoi et al. 2008) et qui sont relatifs aux conditions de mélange, les paramètres E et P_{seuil} sont des grandeurs intrinsèques à la farine. Le premier objectif de ce chapitre est d'identifier les facteurs de composition biochimique des farines qui conditionnent les paramètres E et P_{seuil} . Sur la seule

base de la composition biochimique des farines, il serait alors possible de sélectionner celles qui ne nécessitent qu'un faible apport d'énergie pour être développées, ou encore de décider par avance de l'utilité d'une phase de repos dans le procédé.

Du point de vue de l'extraction du gluten, l'étude réalisée dans le chapitre IIIA1 a révélé l'impact de la farine utilisée sur le rendement en protéines et la composition du gluten extrait (teneur en protéines et en UPP notamment). Cette variabilité d'extraction est également un paramètre d'intérêt.

Afin de rechercher les facteurs biochimiques influant le développement du gluten et son extraction, on a constitué un ensemble conséquent de 40 farines provenant de différentes années de récoltes, issues de variétés de blé connues ou provenant de mélanges industriels. D'une part, on a analysé la composition biochimique de ces farines et d'autre part on a caractérisé leur développement et l'isolation du gluten pour différentes conditions de mélanges. On a ensuite tenté de mettre en relation les constituants biochimiques de la farine avec le développement et l'extraction du gluten.

(a) Analyse des farines et des glutens extraits

- **Farines utilisées**

Cette étude repose sur un ensemble de 31 farines issues de variétés de blés courants auxquelles viennent s'ajouter 9 mélanges industriels. Les lots étudiés proviennent de différentes années de récoltes s'étalant de 2005 à 2009. On suit 3 variétés contrastées sur plusieurs années : Glasgow (blé biscuitier, type 2/12), Sankara (blé panifiable, type 2/12) et Caphorn (blé panifiable, type 5/10).

Le détail des analyses biochimiques de ces farines est donné en section Matériel et Méthode (IID). En plus de la composition, on a déterminé le type de gluténines de haut poids moléculaires, avec un intérêt particulier pour le locus Glu-1D. En effet, à côté des relations bien établies entre type allélique, teneur en UPP et comportement au pétrissage des farines (durée de développement de la pâte, qualité boulangère) (Huang et K. 1997; Huebner, Bietz et al. 1999; Wooding 2000; Wooding 2000; Aamodt, Magnus et al. 2005; He, Jones et al. 2005), un travail récent suggère une différence de comportement marquée entre les farines de type 2/12 et 5/10 concernant leur demande énergétique au pétrissage (Every, Motoi et al. 2008).

Pour chaque farine on a déterminé les paramètres E et P_{seuil} à partir de l'évolution de la durée de formation du réseau de gluten avec la puissance de mélange (méthodologie détaillée dans la section matériel et méthode, partie IIB4(a)). Pour les farines des récoltes 2006 et 2009 on a extrait le gluten à t_{pic} en suivant le protocole standard d'extraction détaillé dans la section matériel et méthode en partie IIB2. On a ensuite caractérisé le rendement d'extraction des protéines dans le gluten (rapporté à 100g de farine et à la teneur en protéine de la farine) et ses caractéristiques : teneur en protéines, teneur en UPP et rapport gluténine/gliadine.

- **Vérification de la validité de la relation entre puissance fournie durant le malaxage et durée de développement du gluten**

La détermination des paramètres E et P_{seuil} repose sur la relation définie dans le chapitre IIIA1 (éq. 10 rappelée ci-dessous). En préalable à la recherche du déterminisme biochimique de E et P_{seuil} , il est donc nécessaire de valider la généralisation de cette relation. Pour les 40 farines de l'étude, on a mesuré la durée de développement du gluten à plusieurs

valeurs de puissance de mélange en faisant varier le rapport E/F et en gardant N = 90 rpm. En raison du nombre élevé de farines à tester et de la durée des tests, le nombre de conditions de mélange testé est réduit et varie de façon importante (3 à 13) selon les farines. Le test statistique de validité de la relation (10) doit donc être capable de prendre en compte le nombre d'expérience pour chaque farine. La stratégie choisie passe par une réécriture de la relation sous forme linéaire :

$$t_{pic} = \frac{E}{P - P_{seuil}} \iff \frac{1}{t_{pic}} = \frac{1}{E} \times P - \frac{P_{seuil}}{E}$$

Vérifier la validité de la relation (10) revient à vérifier que le ratio (1/t_{pic}) est corrélé linéairement à la puissance de mélange P. Ce test est réalisé en calculant le coefficient de corrélation linéaire entre P et 1/t_{pic} pour le nombre d'expériences (n) réalisées pour chaque farine. Les résultats correspondants sont donnés dans le Tableau III.13.

Tableau III.13. Tests de significativité de la relation (10)

Farine	n	r _{obs}	Signif.	Farine	n	r _{obs}	Signif.
Caphorn 2005	9	0,986	***	T&L 824 2006	5	0,996	***
Isengrain 2005	13	0,984	***	T&L 825 2006	5	0,993	***
Orvantis 2005	12	0,992	***	Sankara 2008	6	0,999	***
Apache 2006	4	0,982	*	Glasgow 2008	5	0,996	***
Camp remy 2006	6	0,997	***	Caphorn 2008	4	0,991	**
Caphorn 2006	8	0,967	***	AA1 2009	3	0,9996	*
Charger 2006	6	0,972	**	AA24 2009	3	0,998	*
Glasgow 2006	11	0,992	***	NE 2009	3	0,996	-
Isengrain 2006	5	0,993	***	SD 2009	3	0,991	-
Orvantis 2006	8	0,994	***	MK 2009	3	0,998	*
PR22R28 2006	9	0,989	***	Bermudes 2009	5	0,986	**
Quebon 2006	5	0,998	***	Boisseau 2009	4	0,997	**
Robigus 2006	8	0,997	***	Caphorn 2009	5	0,993	***
Rosario 2006	7	0,987	***	Dinosor 2009	5	0,974	**
Samurai 2006	9	0,991	***	Glasgow 2009	5	0,996	***
Sankara 2006	6	0,947	**	hausmann 2009	4	0,995	**
Shango 2006	7	0,922	**	Premio 2009	4	0,996	**
Soissons 2006	6	0,986	***	Sankara 2009	4	0,961	*
Tremie 2006	8	0,984	***	AAM 2009	7	0,997	***
Vivant 2006	4	0,997	**	Labm 2009	4	0,999	**

n : nombre d'essai ; r_{obs} : coefficient de corrélation linéaire entre P et 1/t_{pic} ;
Signif. : seuil de significativité : * 5% ; ** 1% ; *** 0.1%)

Pour 34 des 40 farines testées, le coefficient de corrélation observé entre P et 1/t_{pic} est supérieur au coefficient de corrélation théorique à 1%, validant ainsi la généralisation de la relation 10. Pour cinq farines provenant de mélanges industriels et la farine Apache 2008, la

corrélation est un peu moins significative, probablement du fait d'un nombre trop réduit de tests ayant servi à établir la relation pour ces farines. Cette analyse préliminaire assoit la généralisation de la relation (10).

A partir de la relation (10) et en suivant la méthodologie décrite dans la section matériel et méthode (IIB4(a)) on a déterminé les paramètres E et P_{seuil} pour chaque farine. Les valeurs obtenues sont données dans le Tableau II.15.

Tableau III.14. EMS intrinsèques et puissances seuils pour les 40 farines de l'étude

variété	E (kJ/kg)	P_{seuil} (kJ/kg/min)	variété	E (kJ/kg)	P_{seuil} (kJ/kg/min)
Caphorn '05	33	0,52	T&L 824 '06 *	13	0,25
Isengrain '05	84	0,52	T&L 825 '06 *	13	0,24
Orvantis '05	12	0,25	Caphorn '08	31	0,90
Apache '06	28	0,80	Glasgow '08	9	0,25
Camp Remy '06	17	0,33	Sankara '08	10	0,35
Caphorn '06	62	0,55	AA1 '09 *	16	0,08
Charger '06	10	0,42	AA24 '09 *	23	0,05
Glasgow '06	10	0,24	NE '09 *	22	0,05
Isengrain '06	35	0,82	SD '09 *	28	0,05
Orvantis '06	6	0,47	MK '09 *	20	0,19
PR22R28 '06	9	0,30	Bermudes '09	39	0,57
Quebon '06	27	0,59	Boisseau '09	8	0,52
Robigus '06	6	0,32	Caphorn '09	90	0,61
Rosario '06	10	0,34	Dinosor '09	65	0,46
Samurai '06	11	0,23	Glasgow '09	8	0,39
Sankara '06	15	0,42	Hausman '09	23	0,62
Shango '06	28	0,53	Premio '09	38	0,53
Soissons '06	44	0,81	Sankara '09	24	0,71
Tremie '06	9	0,32	AAm '10 *	14	0,37
Vivant '06	10	0,42	Labm '10 **	16	0,60

* farines industrielles ; ** mélange de blés, mouture au laboratoire sur pilote

Le Tableau II.15 illustre l'importance des variations de l'énergie intrinsèque de 6 kJ/kg (Robigus 2005) à 90 kJ/kg (Caphorn 2009) et de P_{seuil} de 0,05 kJ/kg/min (AA24 2009) à 0,90 kJ/kg/min (Caphorn 2008). La demande en énergie et la puissance seuil pour parvenir à développer le réseau de gluten varie donc d'un facteur 15 entre les farines. L'amplitude de cette plage de variation justifie l'intérêt d'une étude de déterminisme. On note cependant que les propriétés des mélanges industriels varient dans une gamme plus étroite. Pour ces farines l'EMS intrinsèque varie d'un facteur 2 de 13 kJ/kg (T&L 824 2006) à 28 kJ/kg (SD 2009) et P_{seuil} d'un facteur 5 de 0,05 kJ/kg/min (AA24 2009) à 0,37 kJ/kg/min (AAm 2009).

L'utilisation de mélanges de grains de différentes sources permettrait de diminuer la variabilité de la farine traitée.

- **Caractéristiques de l'extraction du gluten**

Pour les variétés pures des récoltes 2006 et 2009 on a extrait le gluten à t_{pic} . Pour chaque condition de mélange on a évalué le rendement d'extraction des protéines dans le gluten pour 100g de farine (rendement, rdt) et rapporté à la teneur en protéines de la farine (rendement en protéine du gluten, RPG). Les paramètres utilisés pour caractériser le gluten extrait sont la teneur en protéines, l'UPP du gluten après repos et le rapport gluténine/gliadine.

Vu le nombre de farines étudiées et la durée des tests, il n'a pas été réalisé de réplicats pour chaque condition de mélange. Il n'est donc pas possible de statuer formellement sur l'origine des variations de rendement et de composition des glutens obtenus pour une même farine. Ces variations pourraient être liées à la précision des mesures ou à un effet des conditions de mélange. Il est en revanche possible de comparer les variations de rendement et de composition du gluten d'une farine à l'autre. On peut définir ainsi si indépendamment des conditions de mélanges le facteur farine a un impact significatif sur le rendement et la composition du gluten extrait, comme cela est rapporté généralement dans la littérature (Davin, Godon et al. 1984; Weegels, Marseille et al. 1988; Hamer 1989; Sindic, Chevalier et al. 1993; Wootton 1993; Larsson 1996; Roels, Sindic et al. 1998; Vanderborght, Goesaert et al. 2005). Dans cette optique on synthétise dans le Tableau III.15 les moyennes et les écart-types de rendement et de composition des glutens pour les farines étudiées.

Le rendement en protéine exprimé par rapport à 100g de farine varie presque d'un facteur 2, de 5,5 g/100g à 9,2 g/100g, avec une moyenne de 7,3 g/100g. Cette gamme est de l'ordre de grandeur de celles obtenues avec d'autres procédés d'extractions (Davin, Godon et al. 1984; Sindic, Chevalier et al. 1993; Roels, Sindic et al. 1998). L'écart-type entre les farines des valeurs de rendement est de 1,1 g/100g, alors que la moyenne des écart-types des valeurs de rendement pour chaque farine est de 0,15 g/100g. Il est donc pertinent de conclure à un

effet des farines sur le rendement en protéines extraites.

Rapporté à la teneur en protéines de la farine, le rendement moyen en protéines récupéré dans le gluten varie dans une moindre mesure de 63% à 86%. L'écart-type entre les farines des valeurs de RPG est de 7,5% alors que la moyenne des écart-types intra-farine est de 1,6%, ce qui démontre également un effet significatif des farines sur ce paramètre.

Tableau III.15. Caractéristiques moyennes de l'extraction

variété	Rdt. (g/100g)		RPG (%)		[protéines] (%)		glu./gli.		UPP	
	Moy.	E.T.	Moy.	E.T.	Moy.	E.T.	Moy.	E.T.	Moy.	E.T.
Camp Remy '06	-	-	-	-	52	6	1,22	0,07	0,29	0,13
Caphorn'06	7,8	0,1	83	0,9	57	9	1,30	0,04	0,33	0,10
Charger'06	-	-	-	-	54	7	1,12	0,03	0,26	0,09
Glasgow'06	6,3	0,1	81	1,4	52	8	1,16	0,05	0,19	0,10
Isengrain'06	8,4	0,1	86	0,7	53	4	1,17	0,04	0,41	0,11
Orvantis'06	8,0	0,1	84	1,0	49	6	1,11	0,03	0,22	0,07
PR22R28'06	7,5	0,1	82	0,8	59	2	1,22	0,04	0,21	0,07
Quebon'06	8,4	0,1	84	1,3	53	6	1,18	0,04	0,28	0,12
Robigus'06	6,4	0,1	81	0,9	54	5	1,06	0,03	0,18	0,04
Rosario'06	7,8	0,1	83	1,2	53	5	1,18	0,04	0,22	0,09
Samurai'06	7,4	0,1	84	1,3	51	7	1,12	0,05	0,21	0,06
Sankara'06	8,1	0,2	83	1,6	55	6	1,04	0,05	0,21	0,05
Shango'06	8,3	-	84	-	53	9	1,20	0,06	0,32	0,11
Soissons'06	9,2	0,1	86	0,7	52	3	1,14	0,04	0,44	0,12
Tremie'06	5,5	0,2	76	2,3	64	7	1,27	0,11	0,14	0,02
Bermudes'09	5,9	0,3	66	3,2	67	4	1,39	0,06	0,37	0,10
boisseau'09	6,2	0,1	70	1,3	61	1	1,04	0,03	0,23	0,06
Caphorn '09	-	-	63	1,6	68	5	1,19	0,03	0,23	0,04
Dinosor'09	6,3	0,2	69	1,7	60	4	1,25	0,05	0,26	0,08
Glasgow'09	6,6	0,1	71	1,1	54	1	1,01	0,02	0,17	0,03
Hausman'09	5,7	0,2	66	2,2	66	6	1,19	0,03	0,21	0,06
Premio'09	8,8	0,2	73	1,3	62	5	0,90	0,05	0,32	0,10
Sankara'09	6,5	0,5	74	5,1	65	3	1,19	0,01	0,32	0,11
Moyenne inter-farine	7,3	0,15	77,6	1,6	57,1	5,2	1,16	0,04	0,26	0,08
E.T. inter-farine	1,1	-	7,5	-	5,8	-	0,10	-	0,08	-

Rdt. : rendement d'extraction du gluten ; RPG : Rendement en Protéines du Gluten ; Glu./Gli. : rapport gluténines/gliadines du gluten ; Moy. : moyenne ; E.T : écart-type.

Le rapport gluténine/gliadine du gluten est en moyenne de 1,16 et varie de 0,90 à 1,30. De la même façon, l'écart-type entre les farines des rapports gluténine/gliadine (0,10) est environ deux fois supérieur à la moyennes des écart-types pour chaque farine (0,04).

La teneur en protéines des glutens extraits est en moyenne de 57%, avec des variations entre 49% et 68%. L'écart-type inter-échantillon (5,8%) est du même ordre de grandeur que la moyenne des écart-types (5,2%). Dans ces conditions il n'est pas possible de déceler un effet

de la farine sur ce paramètre. Sa variabilité pourrait être fonction de la reproductibilité de l'étape de lavage.

La teneur en UPP du gluten varie également avec les conditions de mélange ; l'écart-type inter-échantillon est identique à la moyenne des écarts-types (0,08). Dans le chapitre IIIA1 il avait été vu que les conditions de mélange impactaient l'UPP du gluten pour la farine Premio 2009 tandis que l'UPP du gluten était stable pour toutes les conditions de mélange pour la farine Sankara 2008, rejoignant ainsi les résultats de Auger et al. (Auger, Morel et al. 2009). Pour caractériser la capacité de recouvrement de l'UPP, on a systématiquement retenu la valeur d'UPP la plus élevée (UPP_{max}) parmi tous les glutens extraits pour chaque farine et non pas l'UPP moyenne.

- **Présélection des composants de la farine influant sur les paramètres E, P_{seuil} , sur le rendement d'extraction et sur les caractéristiques du gluten**

Afin de sélectionner les paramètres biochimiques étudiés, on calcule les coefficients de corrélations entre les composants principaux des farines et les paramètres technologiques étudiés (Tableau III.16).

Tableau III.16. Coefficients de corrélation entre la composition biochimiques des farines et leurs caractéristiques de développement (E, P_{seuil}) et du gluten isolé

Paramètres de la farine	E	P_{seuil}	Rdt	RPG	glu/gli _(gluten)	UPP_{max}
MS	-0,56 **	-0,75 ***	-0,23	0,23	-0,17	-0,31
P	0,20	0,21	0,99 ***	0,60 ***	-0,17	0,60 **
cendres	-0,05	-0,31	-0,33	-0,50 **	0,01	-0,25
AX _{sol}	0,36	0,22	-0,51 **	-0,82 ***	0,17	-0,26
AX _{ins}	0,01	-0,13	-0,27	-0,47 **	-0,22	-0,16
AX _T	0,18	0,01	-0,48 *	-0,78 ***	-0,09	-0,24
AE	0,20	0,33	0,48 *	0,20	0,24	0,24
Upp	0,77 ***	0,72 ***	0,60 **	0,03	0,22	0,78 ***
gluténines	0,13	-0,07	0,47	0,69 **	0,55 **	0,32
gliadines	-0,30	-0,16	0,56 **	0,43 *	-0,84 ***	0,01
Al + gl.	0,09	0,17	-0,81 ***	-0,87 ***	0,08	-0,29
glu/gli.	0,29	0,05	-0,07	0,12	0,88 ***	0,25

MS : matière sèche de la farine ; P. : teneur en protéines ; AX_{sol} : teneur en arabinosylanes solubles ; AX_{ins} : teneur en arabinosylanes insolubles ; AX_T : teneur en arabinosylanes totaux ; AE : teneur en amidons endommagés ; Upp : Pourcentage de Protéines polymériques non extractibles ; Al+Gl : Albumines + globulines ; glu/gli : Rapport gluténines/gliadines.

E : EMS intrinsèque ; P_{seuil} : puissance seuil ; Rdt. : rendement d'extraction du gluten ; RPG : Rendement en Protéines du Gluten ; glu./gli_(gluten) : rapport gluténines/gliadines dans le gluten.

Seuil de significativité pour ddl = 24 : * 5% ; ** 1% ; *** 0.1%. Pour la commodité de la lecture, les effets significatifs à 0,1% sont indiqués en gras.

L'UPP de la farine semble impacter les paramètres E et P_{seuil} ainsi que la recouvrance maximale de l'UPP du gluten isolé. Le paramètre P_{seuil} serait aussi lié à la matière sèche des farines. Le rendement en gluten est corrélé de manière extrêmement forte à la teneur en protéines de la farine ($r = 0,99$). Rapporté à la teneur initiale en protéines, le taux de récupération des protéines dans le gluten (RPG) est corrélé négativement avec les teneurs en AX solubles ($r = - 0,82$) et la somme albumines + globulines ($r = - 0,87$). Le rapport gluténine/gliadine dans le gluten dépendrait du rapport initial dans la farine.

Le taux de cendres, la teneur en AX insolubles ne semblent pas affecter le développement du gluten et sa récupération, et ce malgré la plage de variation de ces deux paramètres (cf. matériel et méthode, IID); le taux de cendres de ces farines varie environ d'un facteur 2 de 0,37 (Labm) à 0,62 (AAM) et la teneur en AX insoluble de 1,1 (Isengrain '06) à 2,4 (AAM). De même, la teneur en amidons endommagés ne semble pas affecter le développement du gluten, malgré des variations d'un facteur 3 de cette teneur (2,6% à 8,6% pour Glasgow '06 et Orvantis '06).

On étudie chacun des effets les plus significatifs en détail dans la suite du chapitre.

(b) Facteurs impliquant le développement du gluten

- **Variabilité de l'énergie intrinsèque et de la puissance seuil parmi les farines**

Les variations des paramètres E et P_{seuil} parmi les farines sont données dans le Tableau III.14. On représente la variation respective de ces deux paramètres dans la Fig. III.14.

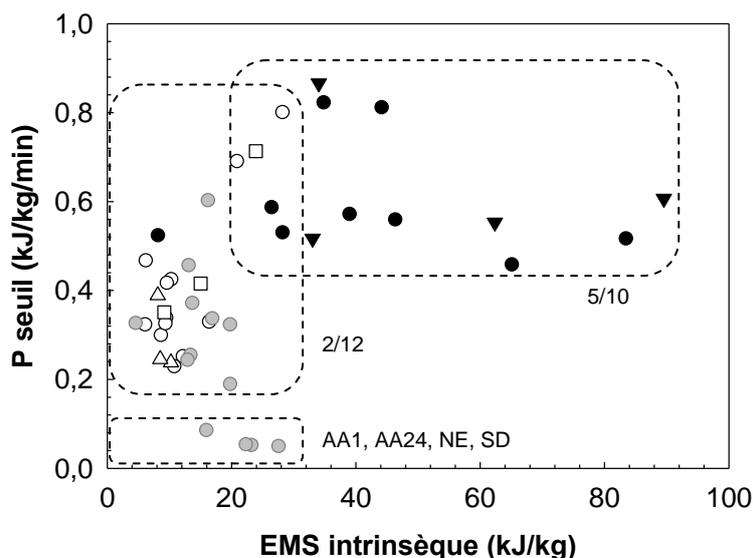


Fig. III.14. Variations des paramètres E et P_{seuil} pour le pool de farine de l'étude

○ variétés « 2/12 » ; ● variétés « 5/10 » ; ● mélanges industriels

▼ variété Caphorn ; □ variété Sankara ; Δ variété Glasgow ; ○, ● autres variétés

Il semble se dégager sur la Fig. III.14 deux classes de farines. Les variétés de type « 2/12 » et la majorité des mélanges industriels se caractérisent par une EMS intrinsèque modérée de l'ordre de 5 à 30 kJ/kg, et une puissance seuil de 0,05 à 0,8 kJ/kg/min. Parmi le groupe des farines de type 2/12 et des mélanges industriels, on peut éventuellement distinguer un sous-ensemble constitué de quatre farines mélanges (AA1, AA24, NE, SD) qui se caractérisent par des valeurs P_{seuil} presque nulles. Un second groupe regroupant les variétés de type 5/10 est défini par une EMS intrinsèque supérieure à 20 kJ/kg et une puissance seuil comprise entre 0,4 et 0,8 kJ/kg/min.

Cette importance du type 2/12 – 5/10 a déjà été souligné dans la littérature. Plusieurs auteurs ont observé que les pâtes de farines de variétés de type 5/10 nécessitent en moyenne une durée de mélange plus longue que les variétés de type 2/12 (Huang et K. 1997; Huebner, Bietz et al. 1999). Dans une étude plus récente, Every (2008) a observé que les types 2/12 et 5/10 se distinguaient quant à l'apport d'énergie requis pour développer la pâte, les farines 2/12 nécessitant un apport d'énergie plus faible (Every, Motoi et al. 2008). Ces travaux sont pleinement cohérents avec nos résultats.

Parmi toutes les farines testées dans cette étude, aucune n'a présentée à la fois une EMS intrinsèque supérieure à 30 kJ/kg et une puissance seuil inférieure à 0,5 kJ/kg/min. Ce point suggère la présence d'au moins un déterminisme commun parmi les facteurs influant ces deux paramètres. L'étude des corrélations données dans le Tableau III.16 suggère que ce facteur commun soit l'UPP. Au sein de chacun des groupes 2/12 et 5/10, les variations d'EMS intrinsèque et de P_{seuil} semblent indépendantes, ce qui laisse supposer au moins un facteur influant supplémentaire.

En suivant les variétés Caphorn, Sankara et Glasgow sur plusieurs années, on observe que des farines issues d'une même variété peuvent avoir des caractéristiques très différentes selon l'année de récolte. L'EMS intrinsèque de la variété Caphorn varie ainsi de 35 à 90 kJ/kg et sa P_{seuil} de 0,5 à 0,8 kJ/kg. Les variétés Sankara et Glasgow ont des variations d'EMS intrinsèques un peu plus modérées de l'ordre de 10 à 20 kJ/kg et des variations de P_{seuil} plus larges de 0,25 à 0,75 kJ/kg/min.

L'amplitude des variations de E et P_{seuil} , pour une variété donnée s'avère similaire à la gamme de variation de E et P_{seuil} parmi les farines 2/12 et 5/10. Ce point suggère que la variabilité des paramètres E et P_{seuil} pour une variété donnée soit celle du groupe (2/12 ou 5/10) auquel elle appartient. La connaissance de l'origine variétale de la farine ne serait donc pas plus informative que celle offerte par le type allélique au Glu-1D sur ce point. Afin d'éviter les farines à EMS intrinsèque élevée, il faudrait éliminer non pas une variété donnée mais l'ensemble des farines de type 5/10.

- **Déterminisme biochimique de l'énergie intrinsèque**

La teneur en UPP est apparue comme le facteur le plus explicatif des variations de l'EMS intrinsèque et de P_{seuil} (Tableau III.16). On représente en Fig. III.15 les variations de l'EMS avec l'UPP et en Fig. III.15 les variations de P_{seuil} avec l'UPP.

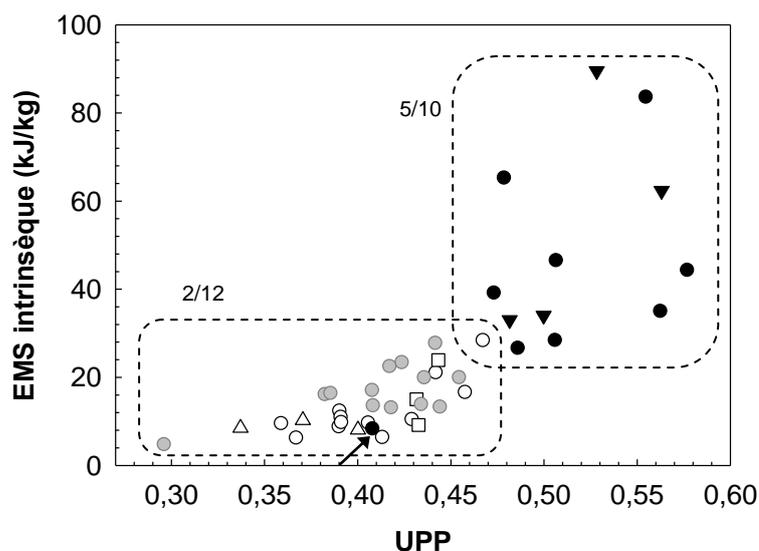


Fig. III.15. Relation entre l'UPP des farines et l'EMS intrinsèque E

○ variétés « 2/12 » ; ● variétés « 5/10 » ; ● mélanges industriels.

▼ variété Caphorn ; □ variété Sankara ; △ variété Glasgow ; ○, ● autres variétés.

La variété Boisseau, de type 5/10 mais porteuse de la translocation 1BL/1RS, est indiquée par une flèche.

Lorsque l'UPP des farines est inférieure à 0,43, l'EMS intrinsèque ne varie pas significativement et est de l'ordre de 10 kJ/kg. Pour les valeurs d'UPP supérieures à 0,43, l'EMS augmente fortement avec l'UPP. On peut considérer globalement la relation qui lie EMS intrinsèque et UPP comme une fonction puissance ($EMS = 820 \cdot UPP^{4,5}$; $R^2 = 0,76$).

Des travaux ont mis en évidence l'effet de la teneur en UPP sur l'énergie dépensée pour développer la pâte (Wooding 1999; Every, Motoi et al. 2008) ou sur le temps de développement au Mixographe (Gupta, Khan et al. 1993). La relation entre UPP et l'EMS intrinsèque est cependant assez diffuse. Une première hypothèse serait qu'au sein de l'UPP différentes sous-catégories de protéines polymériques seraient plus discriminantes. On peut aussi faire l'hypothèse de l'effet d'un autre constituant non mesuré dans cette étude sur l'EMS intrinsèque.

Il a été montré que le module de cisaillement du gluten évolue selon une loi puissance d'exposant 3 avec sa teneur en protéine insoluble (Domenek 2004). Une plus forte valeur d'UPP signale donc un gluten potentiellement plus résistant au cisaillement. Un des effets du malaxage des mélanges farine/eau est d'abaisser l'UPP, qui est toujours minimal à tpic (Weegels 1997; Aamodt, Magnus et al. 2003; Auger 2008). Plus l'UPP de la farine serait

grande, plus la quantité d'énergie mécanique à fournir pour développer le réseau de gluten serait élevée. Le fait que l'EMS et l'UPP soient reliés par une relation puissance conforte cette hypothèse.

Une frontière nette semble exister entre les variétés de type 2/12 et les variétés de type 5/10. Cette répartition en deux groupes serait liée à la gamme d'UPP associée aux types 2/12 (en moyenne 0,41) et 5/10 (en moyenne 0,51). Cette observation valide celle réalisée par plusieurs auteurs (Elhaddad, Aussenac et al. 1995; Aamodt, Magnus et al. 2005; Every, Motoi et al. 2008). La variété Boisseau de type 5/10 mais porteuse de la translocation 1BL/1RS (indiquée par une flèche sur la Fig. III.15 et la Fig. III.16) se comporte comme une variété de type 2/12.

Les mélanges de farines se retrouvent globalement dans la relation, avec des valeurs d'EMS intrinsèques légèrement supérieures à celles des variétés pures pour une UPP identique. On peut faire l'hypothèse que le fait que ces farines soient des mélanges de variétés 2/12 et 5/10 induise cette EMS intrinsèque légèrement supérieure. Il est aussi possible que d'autres facteurs comme le diagramme de mouture ou le conditionnement des grains induisent cette déviation.

- Déterminisme biochimique de la puissance seuil

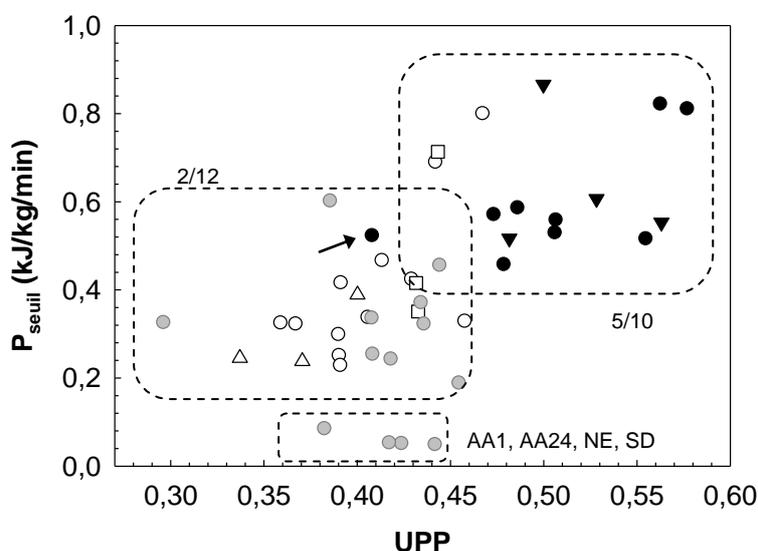


Fig. III.16. Relation entre l'UPP des farines et la puissance seuil P_{seuil}

○ variétés « 2/12 » ; ● variétés « 5/10 » ; ● mélanges industriels

▼ variété Caphorn ; □ variété Sankara ; △ variété Glasgow ; ○, ● autres variétés

La variété Boisseau, de type 5/10 mais porteuse de la translocation 1BL/1RS, est indiquée par une flèche.

On peut globalement séparer les farines 2/12 avec une P_{seuil} moyenne de 0,3 kJ/kg/min et les farines 5/10 avec une valeur de P_{seuil} de l'ordre de 0,6 kJ/kg/min. Les variations de P_{seuil} semblent d'ailleurs partiellement reliées à l'UPP (Fig. III.16). On peut noter cependant que pour une même variété (Sankara) relativement stable en terme de teneur en UPP, P_{seuil} varie fortement de 0,3 à 0,75 kJ/kg/min selon l'année de récolte. Les valeurs de P_{seuil} des mélanges industriels se trouvent dans la même gamme de P_{seuil} que les variétés 2/12. Pour ces farines, la relation entre UPP et P_{seuil} est cependant beaucoup plus diffuse. Quatre mélanges industriels de l'année 2009 (AA1, AA24, NE, SD) se caractérisent quant à eux par des valeurs de P_{seuil} très faibles, bien que de par leur UPP ou composition biochimique ces lots soient semblables aux farines élaborées au laboratoire. L'origine de cette faible valeur de P_{seuil} reste à identifier.

- **Mise en évidence d'un effet « année »**

Dans les figures Fig. III.17a et Fig. III.17b, on reprend les relations entre UPP, EMS intrinsèque et Pseuil en faisant apparaître l'année de récolte des farines issues de lignées pures.

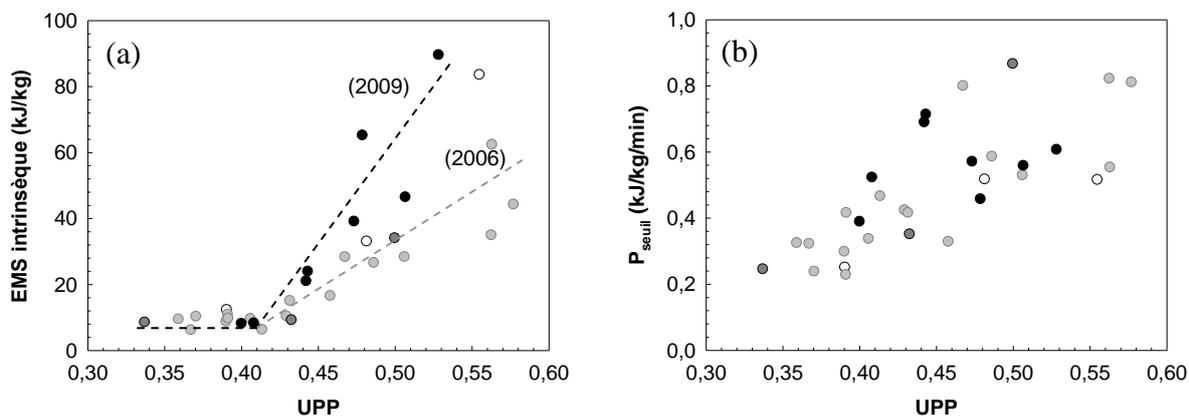


Fig. III.17. Relation entre l'UPP des farines, l'EMS intrinsèque et la puissance seuil
 ○ 2005 ; ● 2006 ; ● 2008 ; ● 2009

Pour les farines de teneurs en UPP inférieure à 0,42, l'EMS intrinsèque est de l'ordre de 10 kJ/kg et on n'observe pas de différences marquées entre les années. Pour les teneurs en UPP supérieures à 0,42, l'élévation d'EMS avec l'UPP semble suivre deux tendances distinctes pour les années 2006 et 2009. Cette différence est importante, pour une UPP similaire les farines de la série 2009 nécessitant une EMS deux fois supérieure à celles des farines de la série 2006. Les trois farines de l'année 2008 se rapprochent de la série 2006 ; les trois farines de l'année 2005 ont un comportement intermédiaire.

Cette étude s'étalant sur plusieurs années, une première hypothèse pour expliquer cette évolution serait une dérive du mélangeur, avec une perte d'efficacité en 2009. En marge de l'étude des nouvelles variétés de la série 2009, on a cependant répété des tests de développement de farines de l'année 2006 qui montrent des durées de développement similaires à celles mesurées précédemment. Par ailleurs, les farines de la série 2005 semblent se rapprocher de l'année 2009, ce qui va également à l'encontre de l'hypothèse d'une dérive du mélangeur. La méthode de dosage de l'UPP faisant l'objet de contrôles réguliers, les variations ne peuvent provenir d'une dérive de la mesure de ce facteur. Il semble plutôt que l'année de récolte induise globalement une déviation de la relation UPP – EMS intrinsèque dont l'origine reste à définir.

En ce qui concerne la relation entre UPP et P_{seuil} , on n'observe pas de tendances différentes entre les différentes années. La dispersion de la relation entre UPP et P_{seuil} ne semble pas liée à un effet de l'année de récolte.

(c) Quantité de protéines récupérée

Le rendement en gluten rapporté à la masse de farine utilisée apparaît corrélée de façon extrêmement forte à la teneur en protéine de la farine (Tableau III.16). On représente cette relation dans la Fig. III.18.

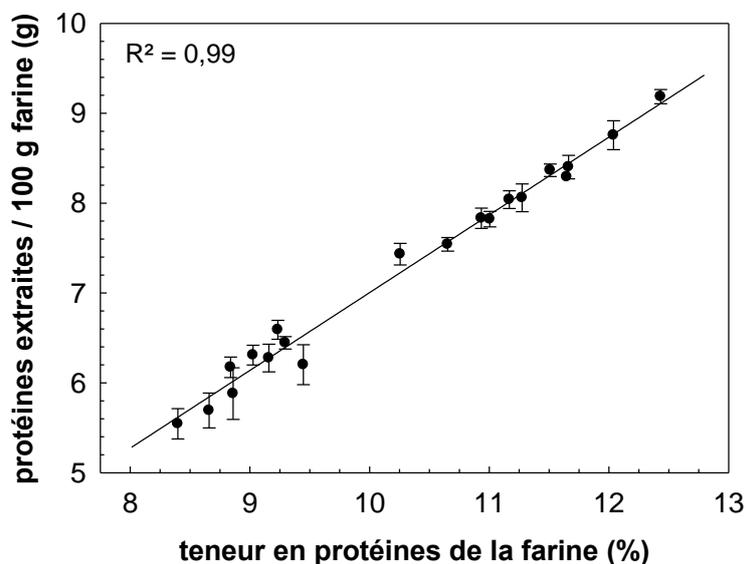


Fig. III.18. Relation entre la teneur en protéines de la farine et la masse de protéines extraites dans le gluten pour 100g de farine (rendement d'extraction).

Une relation extrêmement forte relie la teneur en protéine de la farine avec la quantité de protéines extraites ($Rdt = 0,87x [P] - 1,65$; $R^2 = 0,99$). L'effet de la teneur en protéine de la farine sur le rendement d'extraction des protéines a déjà été mis en évidence par de nombreux auteurs (Davin, Godon et al. 1984; Hamer 1989; Kelfkens 1991; Prieto, Kelfkens et al. 1992; Sindic, Chevalier et al. 1993; Wootton 1993; Roels, Sindic et al. 1998). L'originalité ici est l'importance du coefficient de détermination mesuré, qui laisse penser que dans nos conditions expérimentales la teneur en protéine serait le seul facteur explicatif du rendement. Parmi les auteurs sus-cités, Hamer et al. donnent en effet des coefficients de détermination R^2 de 0,62 ($n = 10$) et Roels et al. un R^2 de 0,75 ($n = 6$), qui laissent la porte ouverte à l'effet d'autres facteurs de variations du rendement. Malgré le nombre deux à trois fois plus élevé de farines de départ ($n = 20$) par rapport à ces études, on trouve ici un coefficient de détermination bien supérieur.

Une différence avec la méthode de séparation de Roels est que ce dernier utilise une durée de développement du gluten constante de 2 minutes, tandis que dans notre protocole le

temps de mélange est exactement celui nécessaire au développement optimum du gluten. L'utilisation du temps de mélange optimum permet ainsi de masquer les effets des composants impliquant la vitesse de développement du gluten, et donc d'observer de façon plus nette le facteur explicatif du rendement.

Afin d'étudier l'impact des composants autres que la teneur en protéines totales sur le rendement d'extraction, on étudie classiquement le rendement rapporté à la teneur en protéines de la farine mise en œuvre (RPG). Cette démarche est justifiée lorsque le coefficient de détermination de la relation entre protéines et rendement laisse la place à d'autres effets. Dans notre cas où les protéines en tant que telles expliquent 99% de la variance du rendement, la modélisation de ce paramètre est superflue d'un point de vue opérationnel. On le présente ici à titre de comparaison avec la littérature existante sur le sujet.

L'étude préliminaire (Tableau III.16) a montré un effet significatif des AX solubles et de la somme (albumines + globulines) sur la quantité de protéines récupérées rapportée aux protéines de la farine. On présente sur la Fig. III.19 les effets des teneurs en albumines et globulines et de la teneur en arabinosylanes solubles sur le rendement en protéines (rapporté à la teneur en protéines des farines) des farines.

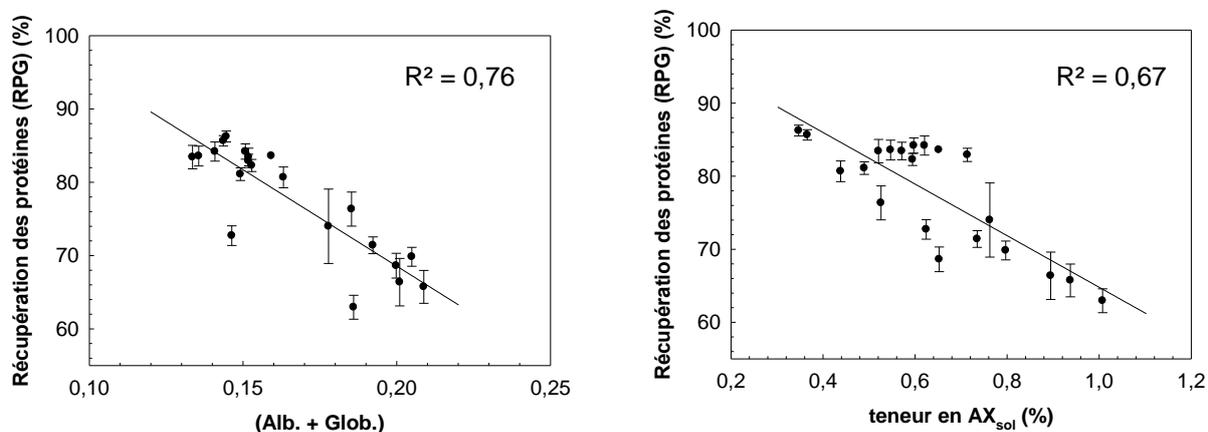


Fig. III.19. Relation entre la somme (albumines + globulines) et la teneur en arabinosylanes solubles des farines avec le rendement en protéines récupérées dans le gluten (RPG)

Le RPG diminue avec les teneurs en albumines et globulines de 85% à 65% ($RPG\% = 100\% - 2,6 \times ([\%Alb+Glob] - 8,1\%)$; $R^2 = 0,76$). On a vu dans le chapitre IIIA1 que seules

30% des albumines et globulines étaient récupérées dans le gluten ; la perte d'une quantité plus élevée de protéines pour les farines possédant une plus grande fraction de protéines solubles est donc logique. L'effet négatif des protéines solubles dans l'eau sur le rendement est également observé par Weegels (Weegels, Marseille et al. 1988). La diminution de RPG ne peut cependant pas s'expliquer par cet effet seul car pour une amplitude de variation (albumines + globulines) dans la farine d'environ 10%, le RPG diminue de 20%. Cette relation pourrait s'expliquer également par la corrélation négative entre la teneur en albumines et globulines et la teneur en protéine parmi les farines étudiées ($r = -0,70$, Tableau II.6) évoquée dans la section matériel et méthodes. Cette relation a déjà été mise en évidence dans d'autres travaux (Morel et Bar-L'Helgouac'h 2000).

Les AX solubles semblent contrarier la récupération des protéines ($RPG\% = 100\% - 0,35 \times [\%AX_{sol}]$; $R^2 = 0,67$). L'effet est d'autant plus patent que les teneurs en (albumines+globulines) et en AX solubles sont peu corrélées (Tableau II.6, $r = 0,58$ soit $R^2 = 0,38$) et que les teneurs en protéines et en AX solubles sont totalement décorréélées (Tableau II.6, $r = -0,31$ soit $R^2 = 0,09$). Il a déjà été vu que les AX avaient un impact négatif sur l'agglomération du gluten et la récupération du gluten dans le procédé amidonnier (Roels 1993; Christophersen 1997; Roels, Sindic et al. 1998; Wang, Hamer et al. 2002; Frederix 2003; Wang, Vliet et al. 2004; Noort, Haaster et al. 2010). La plupart de ces études utilisant des durées de mélanges fixes, cet effet pourrait porter autant sur la vitesse de développement du gluten que sur l'extraction.

Wang postule un effet direct et indirect des arabinoxylanes solubles sur l'extraction du gluten. L'effet indirect des arabinoxylanes serait lié à l'augmentation de la viscosité de la pâte par ces composés ; l'augmentation de viscosité diminueraient la vitesse d'agrégation des protéines et donc le rendement après une durée de mélange fixe. En adaptant dans notre étude la durée de mélange à la durée nécessaire au développement du gluten, on s'est affranchi de cet effet. L'effet direct serait dû à des interactions entre arabinoxylanes, acide férulique et protéines. Durant la phase de lavage et d'extraction du gluten, les arabinoxylanes gêneraient l'agglomération des protéines dans le gluten. La corrélation observée ici confirmerait que les arabinoxylanes aient un effet propre sur l'extraction.

Dans le Tableau III.16, la teneur en protéines elle-même a un effet secondaire sur le GPR ($r = 0,6$), bien que significatif à 5%, alors que Roels (1998) propose une équation prédictive du GPR à partir de cette teneur ($GPR = 24 \times [\text{teneur en protéine de la farine}] - 216,55$) en se basant sur 6 échantillons (Roels, Sindic et al. 1998). Avec le nombre plus grand d'échantillons traités ($n = 26$) le coefficient de détermination R^2 entre la teneur en protéines et le RPG est alors de $0,6^2$, soit $R^2 = 0,36$. En d'autres termes, la teneur en protéine n'explique que 36% de la variance du GPR parmi les farines, ce qui limite fortement la portée prédictive de l'équation de Roels. Les arabinoxylanes et les albumines et globulines expliqueraient la variance résiduelle. Néanmoins, il convient encore d'ajouter que dans notre cas les variations de rendements liées au GPR sont excessivement faibles, ce qui rend le critère même du GPR et sa prédiction peu pertinent dans nos conditions expérimentales.

(d) Caractéristiques du gluten obtenu

Il a été montré qu'à t_{pic} et avec le mélangeur utilisé, la fraction de gluténines insolubles est toujours de 4% de la teneur en protéines totales (Auger 2008), soit une teneur en UPP de l'ordre de 10%. Après extraction et 30 minutes de repos à température ambiante, l'UPP peut éventuellement revenir à des teneurs plus élevées, (Weegels, Hamer et al. 1997; Kuktaite, Larsson et al. 2004; Don 2005; Auger 2008). Dans nos conditions expérimentales (P600, farine diluée), la recouvrance de l'UPP est maximale lorsque l'apport énergétique pendant le malaxage reste proche de l'énergie intrinsèque de la farine (chapitre IIIA1). On présente sur la Fig. III.20 la relation entre l'UPP des farines et les valeurs d'UPP maximales recouvrées dans les glutens après repos.

Comme il a été noté dans le chapitre IIIA1, on observe sur la Fig. III.20 que la reformation de l'UPP dépend fortement de la farine. En aucun cas l'UPP des glutens ne dépasse celui des farines dont ils proviennent. On peut imaginer que le mécanisme de recouvrance de l'UPP dans le gluten isolé soit directement lié à la relaxation des contraintes extensionnelles générées au cours de la fibrillation massive du gluten qui intervient à t_{pic} .

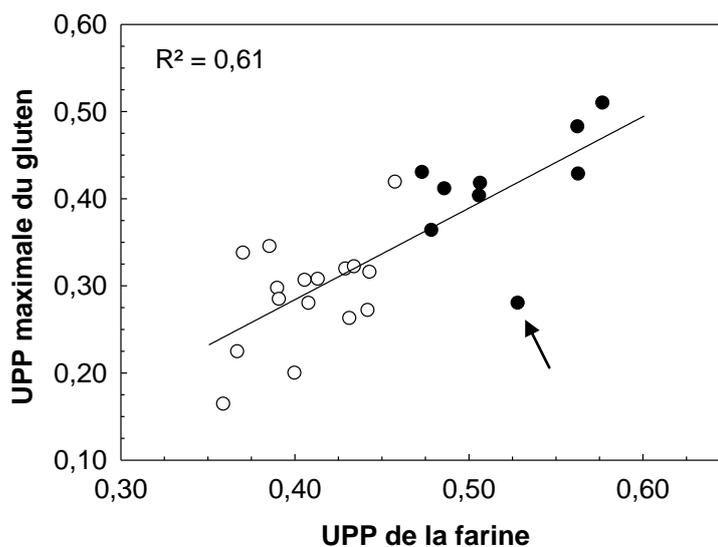


Fig. III.20. Relation entre l'UPP initiale des farines et l'UPP maximale des glutens associés

○ variétés « 2/12 » ; ● variétés « 5/10 »

La variété Boisseau, de type 5/10 mais porteuse de la translocation 1BL/1RS, est indiquée par une flèche.

Indépendamment du type de farine (2/12 ou 5/10), la recouvrance maximale d'UPP dans le gluten est proportionnelle à la teneur en UPP initiale de la farine ($\%UPP_{\max, \text{gluten}} = 10\% + 1,05 \times (\%UPP_{\text{farine}} - 22\%)$) alors qu'à t_{pic} l'UPP est dans tous les cas de 10%. Kuktaite (2004) a déjà constaté le parallélisme entre les valeurs d'UPP des glutens et celles initialement présentes dans les farines, mais pour un nombre limité de 3 échantillons (Kuktaite, Larsson et al. 2004). Le Tableau III.16 et la Fig. III.20 tendent à confirmer ce résultat avec un nombre plus important de farines.

De la même façon que la teneur en UPP des farines conditionne leur résistance au pétrissage, il est probable que celle du gluten affecte sa qualité d'utilisation technologique. Un second facteur susceptible de moduler la qualité technologique du gluten est le rapport entre gluténines et gliadines. Dans le cas de la farine, les gluténines sont traditionnellement associées à l'élasticité et à la ténacité de la pâte ; les gliadines seraient elles reliées à la viscosité et à l'extensibilité. On représente en Fig. III.21 la relation entre le rapport gluténines / gliadines dans la farine et dans le gluten

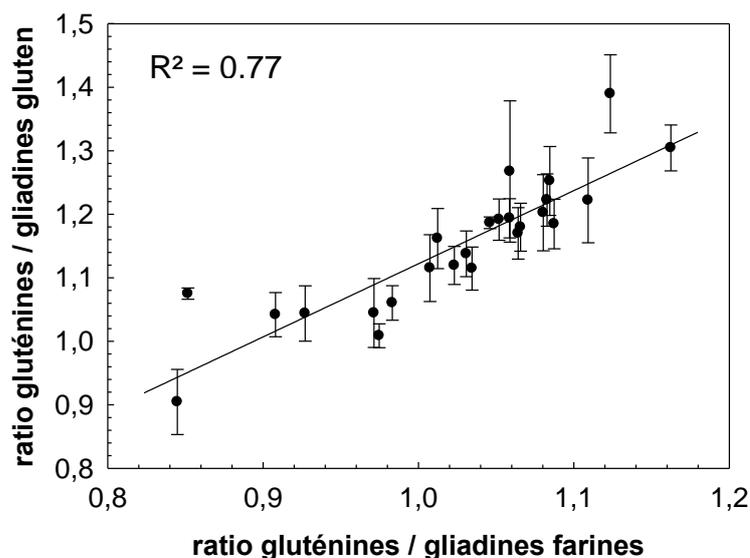


Fig. III.21. Relation entre le ratio gluténines / gliadines des farines et le ratio gluténines / gliadines moyen des glutens associés

Contrairement à ce qui avait été supposé dans le chapitre IIIA1, le rapport gluténines / gliadines dans le gluten n'est pas constant et varie sur une gamme de 0,9 à 1,4 environ. La similarité des rapports gliadines/gluténines observés pour les deux farines du chapitre IIIA1 serait l'effet du hasard. Ce ratio semble largement relié au rapport gluténines / gliadines de la farine ($\text{glut/gliad}_{(\text{gluten})} = 1,12 \times \text{glut/gliad}_{(\text{farine})}$; $R^2 = 0,77$).

En règle générale, le gluten extrait dans des conditions optimales présente en moyenne une teneur en UPP 12% plus faible et un ratio gluténines/gliadines 20% plus fort par rapport à la farine initiale. La connaissance de l'impact de ces deux facteurs sur la fonctionnalité du gluten comme additif en boulangerie permettrait potentiellement d'exploiter la constance de ces relations.

Conclusions

L'étude de l'impact des conditions de mélange sur le développement du réseau de gluten réalisée dans le chapitre IIIA1 a fait émerger un certain nombre de paramètres intrinsèques à la farine. Ces paramètres (E , P_{seuil} , rendement d'extraction et composition du gluten à t_{pic}) présentent le double intérêt d'être indépendants des conditions de mélange et de correspondre chacun à un phénomène précis (développement mécanique et cinétique du gluten d'une part et extraction d'autre part). Dans un objectif de sélection des farines et d'adaptation du procédé à la matière première, il était intéressant d'étudier l'impact des composants de la farine sur ces facteurs.

Il est apparu ici que les phénomènes de développement et d'extraction du gluten sont dictés par des déterminismes différents. L'EMS intrinsèque et la puissance seuil seraient toutes deux liés au type 2/12 ou 5/10 de la farine et à sa teneur en UPP. Un autre facteur, encore à déterminer, aurait un effet secondaire sur ces paramètres. Le rendement d'extraction à t_{pic} est quant à lui déterminé de façon très forte par la teneur et composition en protéine des farines. Le recouvrement maximal de l'UPP et le rapport gluténines/gliadines du gluten obtenu semblent déterminés par l'UPP et rapport gluténines/gliadines de la farine. Enfin, la teneur en protéines du gluten récupéré semble indépendante de la farine et des conditions de mélange avec notre procédé d'extraction.

Chapitre B.2.

Déterminisme physico-chimique
de la viscosité des suspensions farine/eau

IIIB2 Déterminisme physico-chimique de la viscosité des suspensions farine/eau

Avec la vitesse de mélange, la viscosité de la pâte conditionne la puissance de mélange transférée à la pâte au cours du malaxage. Elle va donc affecter la vitesse de développement de la pâte (Chapitre IIIA1) et est donc un critère clef pour le contrôle de l'opération de mélange.

Ce paramètre, désigné sous le terme de consistance en boulangerie et en biscuiterie, est également d'importance dans ces procédés car il conditionne la machinabilité des pâtes et *in fine* la qualité des produits formés. Mesurer la consistance des pâtes à l'entrée du procédé est ainsi un enjeu important pour différents domaines et fait l'objet de nombreux développements.

Un premier moyen pour appréhender la consistance d'une pâte issue d'une farine donnée est la réalisation d'un test d'absorption d'eau de la farine sur pétrin. Un outil commun pour discriminer les farines selon leur capacité d'absorption d'eau est le Farinographe (Brabender), largement utilisé pour qualifier les farines à l'entrée d'un procédé.

Une seconde stratégie pour appréhender le contrôle de la consistance des pâtes boulangères est de cerner l'impact des différents constituants de la farine sur le déterminisme de l'absorption d'eau. Dans une des premières études sur ce sujet, Bushuk attribue ainsi des absorptions d'eau d'environ 0,5g/g pour les amidons natifs, de 2g/g pour les amidons endommagés, de 2g/g pour les protéines et de 15g/g pour les arabinoxylanes (Bushuk 1966). L'ordre de grandeur de ces valeurs est confirmé dans plusieurs autres travaux (Greer et Stewart 1959; Meredith 1966; Kulp 1968) et ces valeurs font encore référence dans les travaux récents. Un enjeu de la connaissance des effets des composants de la farine est d'aboutir à la prédiction de la quantité d'eau à rajouter à une farine de composition biochimique connue afin obtenir la consistance finale de pâte désirée. On peut ainsi citer les travaux de Farrand et de Tipples qui ont établi des modèles prédictifs de l'absorption Farinographe des farines en fonction de leur humidité et de leurs teneurs en protéines et en amidons endommagés (Farrand 1969; Tipples, Meredith et al. 1978)

La comparaison de ces modèles révèle que le poids des contributions des différents constituants de la farine varie selon les consistances de pâte ciblées (500 ou 600 UB pour respectivement les travaux de Farrand et Tipples cités ci-dessus). A notre connaissance, aucun

modèle univoque ne permet de prédire la consistance de la pâte sur une large gamme d'hydratation partant de la composition biochimique de la farine. Cet état de fait peut s'expliquer par la prépondérance des études portant sur les pâtes boulangères, de consistances relativement fixe.

L'application de ces travaux en amidonnerie se heurte à deux obstacles ; premièrement, le Farinographe et les travaux précédents cherchent à mesurer l'absorption d'eau de pâtes développées (t_{pic}), et non pendant la phase de développement des pâtes. Par ailleurs, les modèles précédents cherchent à prédire l'absorption d'eau pour des pâtes consistantes, tandis que le procédé amidonnier peut utiliser des pâtes de teneurs en eau très diverses (Vanderborght, Goesart et al. 2005).

L'objectif de ce chapitre est d'appréhender les effets des composants de la farine et de la teneur en eau sur la viscosité de la pâte lors du développement du réseau de gluten (phase de latence). Une application de ce travail pourrait être de contrôler la viscosité de la pâte à partir de la détermination de la composition biochimique de la farine à l'entrée du procédé. Un second enjeu de cette étude est de parvenir à caractériser la capacité d'absorption d'eau des constituants de la farine en interaction les uns avec les autres et en fonction de la quantité d'eau disponible dans le milieu.

Comme précédemment, l'étude est conduite avec un mélangeur planétaire P600 permettant d'accéder à une approximation de la viscosité des pâtes lors de leur développement (Auger 2008). Afin de tester l'impact des composants biochimiques, on s'est basé sur la variabilité de 35 farines de compositions connues détaillées dans la section matériel et méthodes. Pour accéder à l'interaction entre les composants et la teneur en eau sur la viscosité, chaque farine a été développée à différents rapports eau/farine.

(a) Méthodologie et farines utilisées

Cette étude repose sur un ensemble de 27 farines issues de 21 variétés de blés courants (Bermudes, Boisseau, Camp remy, Caphorn, Charger, Dinosaur, Glasgow, Haussmann, Isengrain, Orvantis, PR22R28, Premio, Quebon, Robigus, Rosario, Samourai, Sankara, Shango, Soissons, Tremie, Vivant) auxquelles viennent s'ajouter 7 mélanges industriels (AA1, AA24, NE, SD, MK, AAm, LABm), soit 34 farines au total. Les lots étudiés proviennent de différentes années de récoltes s'étalant de 2006 à 2009. Le détail des analyses de ces farines est donné dans la section matériel et méthode (IID).

Pour chaque farine, on a réalisé plusieurs tests de développements en faisant varier le rapport eau/farine de la pâte. Pour réaliser ces tests, un mélangeur planétaire P600 calibré selon les principes de cisaillements et de puissances équivalents développés par Otto-Mezner a été utilisé (Auger, 2008). Cette calibration permet d'accéder à une approximation de la viscosité des pâtes lors de leur développement à partir des mesures du couple et de la vitesse de rotation de la pale par l'appareil. On a gardé une vitesse de mélange de 90 rpm pour l'ensemble de ces tests, l'effet de la vitesse de mélange sur la viscosité de la pâte n'étant pas visible avec le dispositif de mesure utilisé (cf. chapitre IIIA1(b)).

Les courbes d'évolution de la viscosité des pâtes diluées au cours du mélange montrent plusieurs phases qualifiées dans des travaux précédents (Auger, Morel et al. 2008) et détaillées dans la section Matériel et Méthodes (IIB). La viscosité extraite pour chaque condition de mélange est celle pendant la phase de latence, phase pendant laquelle la farine est hydratée et précédant la filamentation du réseau de gluten. La viscosité durant cette période est un paramètre clef pour le contrôle du développement, car avec la vitesse de mélange elle détermine la puissance de mélange pendant la phase de latence et ainsi la durée de développement (IIIA1).

(b) Evolution de la viscosité avec le rapport eau/farine

L'effet du rapport E/F sur la viscosité pendant la phase de latence est illustrée sur la Fig. III.22 pour des pâtes réalisées avec quatre farines, Glasgow, Samourai, Trémie et PR22R28 (série 2006) en coordonnées réelles (a) et sous forme semi-logarithmique (b).

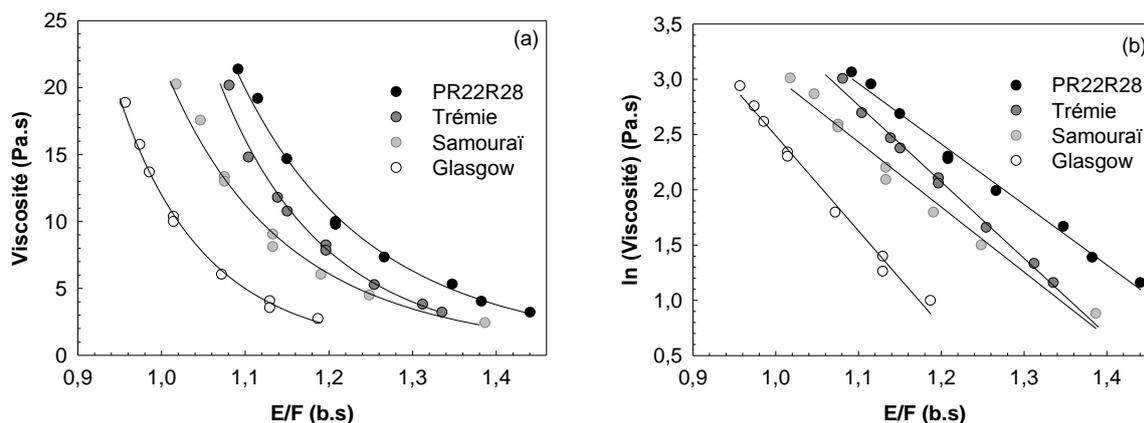


Fig. III.22. Evolution de la viscosité avec le rapport eau/farine pour quatre farines

Pour un même rapport eau/farine, les farines présentent des valeurs contrastées de viscosité. Pour un rapport E/F de 1,1 par exemple, celle-ci varie d'un facteur 4 de 5 Pa.s (Glasgow) à 20 Pa.s (PR22R28) environ. La variation de viscosité associée à une variation de rapport E/F dépend également des farines. Pour un rapport E/F de 1,1, la viscosité de la farine Trémie est proche de celle de la farine PR22R28 (viscosité de 20 Pa.s environ). Pour un rapport E/F de 1,35, la viscosité de la farine Trémie se rapproche de la farine Samouraï (3 Pa.s) plus que de PR22R28 (6 Pa.s).

Cette figure illustre les variations de la viscosité des pâtes pour plusieurs farines à un rapport E/F donné. Elle montre par ailleurs que l'évolution de la viscosité des pâtes avec le rapport E/F dépend également de la farine. La mesure de la viscosité avec un seul rapport E/F ne permet donc pas de caractériser pleinement l'évolution de la viscosité de la farine avec le rapport E/F; cette caractérisation nécessite au minimum deux points si l'on démontre la linéarité de l'évolution de $\ln(\eta)$ avec E/F.

On vérifie que la forme semi-log est convenable pour rendre compte de l'évolution de la viscosité avec le rapport eau/farine en testant la linéarité de $\ln(\eta)$ avec E/F pour l'ensemble des farines testées (Tableau III.17). On caractérise alors les farines par deux couples E/F – $\ln(\eta)$, correspondant aux rapports E/F pour une viscosité de 5 et 20 Pa.s. Ces deux points correspondent environ aux deux extrêmes de viscosité communs à l'ensemble des farines testées (Fig. III.22).

Tableau III.17. Tests de significativité de la corrélation linéaire entre E/F et ln (η)

Farine	n	Signif.	E/F _{5 Pa.s} (b.s)	E/F _{20 Pa.s} (b.s)	Farine	n	Signif.	E/F _{5 Pa.s} (b.s)	E/F _{20 Pa.s} (b.s)
Camp remy 06	7	***	1,19	1,00	Glasgow 08	4	***	1,13	0,99
Caphorn 06	8	***	1,27	1,04	Sankara 08	6	***	1,32	1,13
Charger 06	6	***	1,31	1,09	AA1	3	-	1,21	1,03
Glasgow 06	10	***	1,11	0,94	AA24	3	-	1,22	1,04
Isengrain 06	6	***	1,17	1,00	NE	3	*	1,21	1,03
Orvantis 06	9	***	1,37	1,10	SD	3	*	1,23	1,03
PR22R28 06	9	***	1,34	1,10	MK	3	*	1,27	1,07
Quebon 06	5	***	1,36	1,13	Bermudes 09	5	**	1,23	1,04
Robigus 06	8	***	1,19	0,99	Boisseau 09	5	**	1,24	1,05
Rosario 06	7	***	1,30	1,10	Caphorn 09	5	***	1,32	1,08
Samourai 06	9	***	1,23	1,01	Dinosor 09	5	***	1,21	1,02
Sankara 06	6	***	1,31	1,10	Glasgow 09	5	**	1,15	0,99
Shango 06	7	***	1,31	1,08	Hausmann 09	4	*	1,27	1,04
Soissons 06	6	***	1,20	1,04	Premio 09	4	**	1,23	1,05
Tremie 06	9	***	1,27	1,07	Sankara 09	5	***	1,22	1,03
Vivant 06	4	**	1,31	1,10	AAM	7	***	1,22	1,05
Caphorn 08	5	**	1,39	1,13	Labm	4	**	1,24	1,05

n : nombre d'essai ; Signif. : seuil de significativité : * 5% ; ** 1% ; *** 0.1%

E/F_{5Pa.s} : Rapport eau/farine correspondant à une viscosité de 5 Pa.s ; E/F_{20Pa.s} : Rapport eau/farine correspondant à une viscosité de 20 Pa.s

La variation de la viscosité avec le rapport E/F peut être modélisée correctement par une loi semi-logarithmique. Pour la majorité des farines (22 échantillons), cette relation est significative à 0,1% ; pour seulement deux farines (AA1 et AA24) la significativité de la relation est inférieure à 5%, probablement à cause du faible nombre de tests réalisés avec ces deux échantillons.

La gamme de rapport E/F pour laquelle la viscosité de la pâte est comprise entre 5 et 20 Pa.s varie fortement entre les farines, en terme de rapports E/F correspondant à 5 et 20 Pa.s mais aussi d'étendue de cette gamme de rapport E/F. On trace en Fig. III.23 les gammes de rapports E/F pour $5 \text{ Pa.s} < \eta < 20 \text{ Pa.s}$ pour l'ensemble des farines testées afin d'illustrer ces variations.

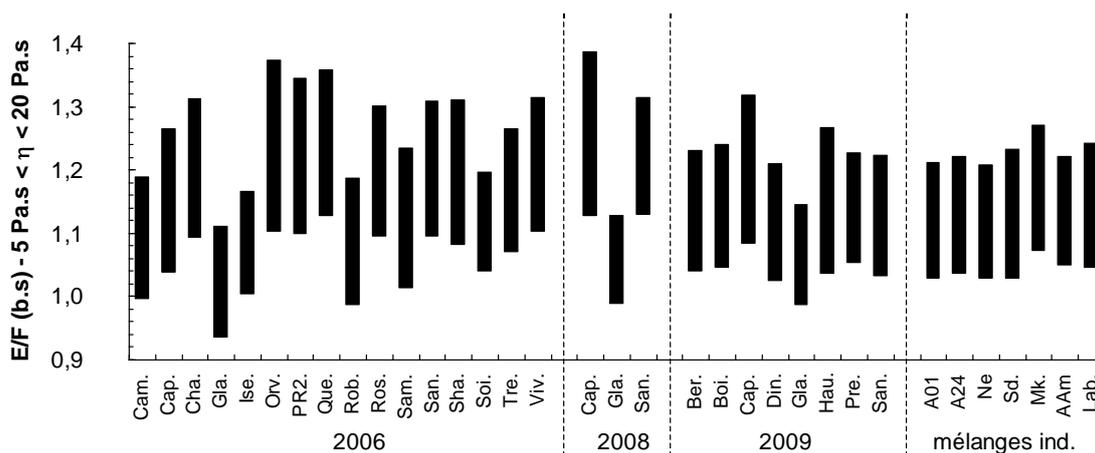


Fig. III.23. Comparaison des gammes d'E/F correspondant à une viscosité comprise entre 5 et 20 Pa.s

La Fig. III.23 illustre les différences de comportement des différentes farines issues de variétés pures analysées. Pour la série 2008 par exemple, les rapports E/F permettant d'obtenir une viscosité comprise entre 5 et 20 Pa.s sont respectivement de 0,99 à 1,13 pour la farine Glasgow, tandis que pour la farine Caphorn ces rapports sont de 1,13 à 1,39. L'étendue de cette gamme est également deux fois plus étroite pour la farine Glasgow (0,14) que pour la farine Caphorn (0,26). Ce degré de variation illustre l'intérêt de pouvoir prédire la viscosité des pâtes à l'entrée du procédé ou de chercher à diminuer cette variabilité.

On note par ailleurs ici que les sept mélanges industriels testés ont une variabilité beaucoup plus faible ; les gammes les plus contrastées étant A01 (1,03 à 1,21) et MK (1,07 à 1,27).

(c) Impact de la composition des farines sur la viscosité

- **Modélisation**

On prend comme caractéristiques de l'évolution de la viscosité des farines avec E/F les rapports E/F correspondant à des viscosités de 5 et 20 Pa.s ; dans la mesure où l'évolution de $\ln(\eta)$ avec E/F peut être considérée comme linéaire, ces deux points suffisent à la caractérisation des farines sur l'ensemble de la gamme d'hydratation considérée.

En se basant sur la littérature existante, on a choisi comme facteurs explicatifs la teneur en protéines, en arabinoxylanes solubles et insolubles et en amidons endommagés. Le dernier facteurs est l'ensemble des composants restants (« reste »), déduit des autres teneurs et correspondant essentiellement aux amidons non endommagés.

Pour modéliser l'impact des composants sur les deux critères retenus, on choisit un modèle additif. Les coefficients recherchés sont les effets de la teneur de chaque composant sur les rapports E/F correspondant à chaque valeur de viscosité η , notés $\epsilon_{\text{composé},\eta}$. Ce modèle s'écrit :

$$(E/F)_{\eta,\text{farine}} = \sum (\epsilon_{\text{composé},\eta} \times [\text{composé}])$$

Dans l'équation ci-dessous, les rapports E/F pour 5 Pa.s et 20 Pa.s de chaque farine sont interpolés à partir de l'évolution mesurée de la viscosité avec E/F et les teneurs des différents composés sont connues. En utilisant le solveur excel, on a recherché les effets de chaque composé en minimisant la somme des carrés des écarts entre les valeurs E/F modélisées et mesurées. Pour la détermination des effets des composants, on a utilisé les farines issues de variétés pures des séries 2006 et 2008 et les cinq mélanges AA1, A24, NE, SD, MK, soit un ensemble de 24 farines pour déterminer 5 effets ; les 10 farines restantes (8 farines 2009, échantillons AAm et Labm) servent à la validation du modèle. Les valeurs des effets calculés et les paramètres statistiques associés sont donnés dans le Tableau III.18.

Tableau III.18. Effets calculés des différents constituants à 5 et 20 Pa.s

	ϵP (g ⁻¹)	ϵAX_{sol} (g ⁻¹)	ϵAX_{ins} (g ⁻¹)	ϵAE (g ⁻¹)	ϵRe (g ⁻¹)	R ²	E.T.	I.C. écarts
5 Pa.s	1,6	28,0	3,4	3,4	0,77	0,87	2,8%	(E/F) _{exp} ± 5,4%
20 Pa.s	1,1	10,5	3,2	3,1	0,76	0,83	2,1%	(E/F) _{exp} ± 4,2%

ϵ : effet calculé. P : Protéines ; AX_{sol} : arabinoxylanes solubles ; AX_{ins} : arabinoxylanes insolubles ; AE : amidons endommagés ; Re : composés restants (100 – P – AE – AX_{ins} – AX_{sol}).

R² : coefficient de détermination entre les valeurs d'E/F prédites et mesurées; E.T. : écart-type des écarts entre prédictions et mesures ;

I.C. écarts : intervalle de confiance des écarts entre prédictions et mesures à 95% = 1,96 x E.T.

Les coefficients de détermination (R²) entre les valeurs d'E/F prédites et mesurées pour 5 Pa.s et 20 Pa.s sont de 0,87 et de 0,83, soit un taux d'explication de la variance du paramètre (E/F)_{exp} de l'ordre de 85%. Les différences de composition des farines rendent donc correctement compte des variations de teneur en eau à ajouter à chaque farine pour obtenir des viscosités comprise entre 5 et 20 Pa.s. L'écart-type des écarts entre les valeurs prédites et

mesurées est de 2,8% lorsque la viscosité est de 5 Pa.s et de 2,1% à 20 Pa.s. En considérant que ces écarts suivent une distribution d'une loi normale, 95% des valeurs d'E/F prédites pour 5 Pa.s doivent être comprises dans l'intervalle $(E/F)_{\text{exp}} \pm 5,4\%$ et dans l'intervalle $(E/F)_{\text{exp}} \pm 4,2\%$ pour 20 Pa.s.

Pour la viscosité la plus faible (5 Pa.s), les AX solubles ont l'effet le plus (28 g^{-1}) suivis par l'amidon endommagé ($3,4 \text{ g}^{-1}$) et les AX insolubles ($3,4 \text{ g}^{-1}$). Les protéines et le facteur « reste » ont des effets plus faibles (respectivement $1,6$ et $0,77 \text{ g}^{-1}$). Pour la viscosité la plus élevée (20 Pa.s), les AX solubles ont également un effet fort mais néanmoins moins marqué qu'à 5 Pa.s (resp. 13 g^{-1}) tandis que les autres composants ont des effets similaires de ceux à 5 Pa.s.

- **Validation avec 10 farines 2009**

On a utilisé les effets des différents composants calculés pour les variétés 2006 et 2008 pour prédire les rapports E/F correspondant aux viscosités de 5 Pa.s et 20 Pa.s des 8 farines de la campagne 2009 et des échantillons AAm et Labm. On compare les écarts entre les valeurs prédites et expérimentales dans la Fig. III.24.

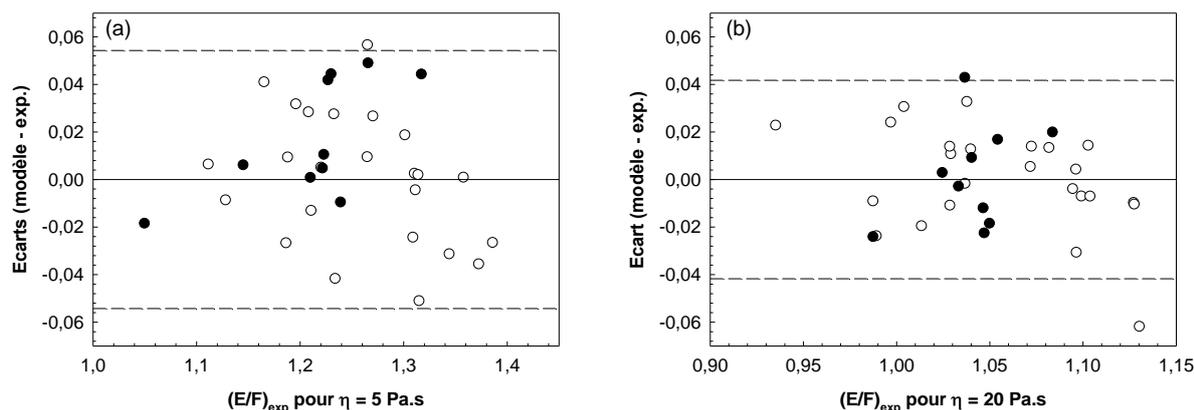


Fig. III.24. Résidus pour les différentes farines pour les viscosités de 5 Pa.s (a) et 20 Pa.s (b)

○ Farines 2006 et 2008 ; ● Farines 2009, AAm et Labm

Les écarts entre valeurs expérimentales et les valeurs prédites pour les farines 2009 sont dans l'intervalle de confiance à 95% calculé pour les farines 2006 et 2008, ce qui suggère l'absence d'un effet année sur la validité du modèle. On n'observe pas d'effets du rapport E/F sur la précision du modèle. La moyenne des résidus est de + 1,6 % pour 5 Pa.s et de + 0,1% pour 20 Pa.s. Les rapports E/F prédits pour les farines 2009 à 5 Pa.s sont donc légèrement surestimés.

• Généralisation

La partie (b) montre que l'évolution de la viscosité avec le rapport E/F peut être correctement représentée par une loi linéaire entre E/F et $\ln(\eta)$; La modélisation des effets des composants biochimiques en partie (c) donne deux couples (E/F ; viscosité) permettant d'appréhender l'effet des composés biochimiques; ces deux couples (E/F ; viscosité) suffisent donc à rendre compte de l'évolution spécifique de chaque farine avec E/F. On présente la combinaison obtenue avec trois farines contrastées de la série 2009 (non utilisées pour calculer les effets des composants), Caphorn, Glasgow et LABm sur la Fig. III.25. Pour ces trois farines, on a prédit les rapports E/F correspondant à des viscosités de 5 et 20 Pa.s à partir de leur composition à l'aide des effets calculés dans le Tableau III.18. On a ensuite tracé l'évolution théorique de la viscosité avec E/F en se basant sur la linéarité de $\ln(\eta)$ avec E/F.

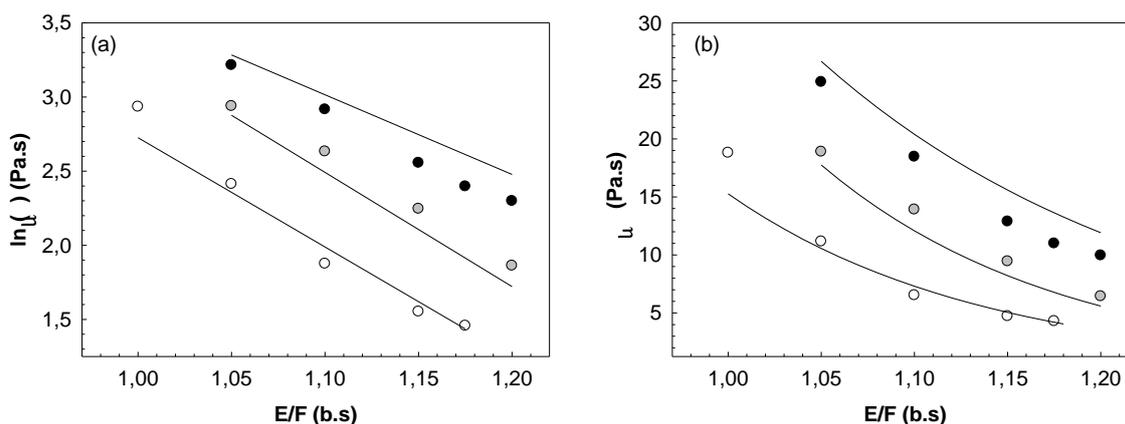


Fig. III.25. Modélisation de l'évolution de $\ln(\eta)$ (a) et η (b) avec E/F et en relation avec les points expérimentaux pour trois farines.

○ Glasgow 2009 ; ● LABm ; ● Caphorn 2009

– évolution prédite pour chaque farine à partir des valeurs $E/F_{5Pa.s}$ et $E/F_{20Pa.s}$ prédit

La modélisation permet de discerner les différences de viscosité entre les farines contrastées choisies, avec une précision de 5% environ. Le modèle prédit correctement les différences de viscosités entre les farines pures et l'évolution de la viscosité avec le rapport E/F. Les farines industrielles testées (AA1, AA24, NE, SD, MK et AAm) couvrent cependant une plage de E/F pour 5 Pa.s de 1,21 à 1,27. Si l'on se base sur la variabilité de ces échantillons et non plus des variétés pures, la précision du modèle n'est pas suffisante pour discerner les différences de comportements des farines industrielles.

(d) Discussion

- **Interprétation de l'effet des composants sur la viscosité**

Les cinq paramètres biochimiques retenus permettent un taux d'explication de la variance de E/F pour 5 Pa.s et 20 Pa.s parmi les farines de 85% environ, ce qui permet de discerner les variétés pures entre elles. Si l'objectif premier de cette étude est de fournir un modèle prédictif des variations de viscosité parmi les farines, on peut également tenter d'interpréter les effets individuels des composants. Un résultat intéressant est la variation des effets des composants selon la viscosité considérée. A 5 Pa.s, la teneur en AX soluble a un effet très fort par rapport aux autres composants (28 g^{-1}); cet effet diminue de presque trois fois à 20 Pa.s (11 g^{-1}). L'effet de la teneur en protéines diminue dans une moindre mesure d'environ 50% de 20 Pa.s à 5 Pa.s ; les autres composants (AE, AX insolubles, composés restants) ont des effets presque invariants.

Ces résultats suggèrent des contributions de nature différentes des composants insolubles (amidon endommagé, AX insoluble et pour partie protéines) et soluble (AX_{sol} et protéines solubles). L'effet des composants insolubles pourrait être relatif à leurs taux de gonflement (capacité d'absorption d'eau), qui seraient relativement invariants dans la gamme d'E/F considérée ici. A l'opposé, les AX solubles en particulier contribueraient majoritairement à la viscosité de la phase aqueuse. Par analogie avec les suspensions granulaires, la viscosité de la phase soluble est celle vers laquelle les suspensions granulaires tendent lorsque que le rapport liquide/solide augmente. L'effet associé aux AX solubles serait donc important pour les rapports liquide/solide élevés (i.e. les viscosités faibles) et serait plus modéré pour les rapport liquide/solide faible.

De grands écarts existent dans la littérature en ce qui concerne la capacité d'absorption d'eau des composants dans la pâte. Bushuk estime la répartition de l'eau à 46% dans les amidons, 31% dans le gluten et 23% dans les arabinoxylanes (Bushuk 1966). A un autre extrême Roman Gutierrez et al. estiment que dans la farine, 88% de l'eau est piégée par l'amidon, 10% par les protéines et seulement 2% par les arabinoxylanes (Roman-Gutierrez, Guilbert et al. 2002). La modélisation réalisée ici ne permet pas d'évaluer la situation de l'eau entre les divers composants de la farine et l'eau interstitielle, mais permet cependant de comparer les niveaux de contribution de chacun des composants à la viscosité de la pâte. Ces contributions sont calculées pour une farine en multipliant les effets de chaque composant avec leur teneur dans la farine. Sur la Fig. III.26 on compare les contributions relatives des différents composants pour une farine de composition moyenne à différentes viscosités.

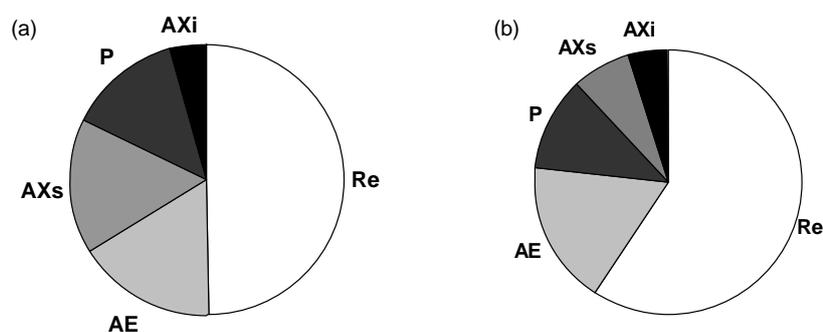


Fig. III.26. Contributions des composants ($\epsilon \times$ [teneur]) sur E/F pour 5 Pa.s (a) et 20 Pa.s (b)

P : Protéines ; AXS : arabinoxylanes solubles ; AXi : arabinoxylanes insolubles ; AE : amidons endommagés ; reste : composés restants.

Ce mode de calcul donne une contribution des différents composants intermédiaires entre la distribution de l'eau selon Bushuk et Roman-Gutierrez. Les amidons (facteur reste + amidons endommagés) représentent 66% à 75% des effets ; l'effet des protéines est de l'ordre de 15% et des AX insolubles de 5%. Les AX solubles ont l'effet le plus variable, de 20 % à 5 Pa.s à 8% à 20 Pa.s.

- Effets des composants sur la variabilité inter-farines

Le Tableau III.18 donne les effets des composants standardisés par gramme. L'importance des composants sur la variabilité des farines dépend cependant de la variabilité de la teneur de chaque composant parmi les farines multiplié par leur effet. On illustre la variabilité de ce produit pour les farines de cette étude dans la Fig. III.27 pour des viscosités de 5 Pa.s et 20 Pa.s.

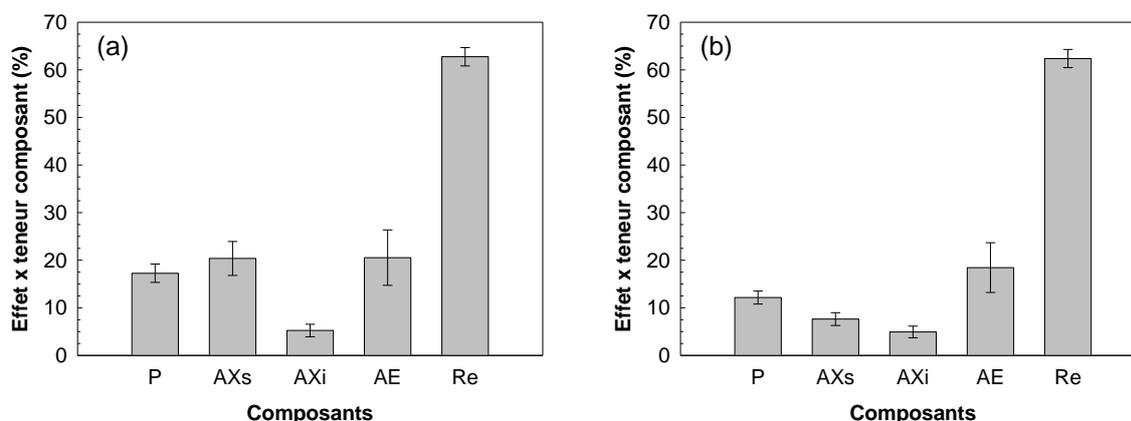


Fig. III.27. Répartition des effets des composants de 5 Pa.s (a) et 20 Pa.s (b)

P : Protéines ; AX_s : arabinoxylyanes solubles ; AX_i : arabinoxylyanes insolubles ; AE : amidons endommagés ; Re : composés restants.

Comme il a été vu sur la Fig. III.26, le composant ayant la contribution à la viscosité la plus élevée à 5 Pa.s et 20 Pa.s est le facteur « reste » (environ 60%), correspondant essentiellement aux amidons non endommagés. La variabilité de contribution de ce composant est cependant faible (< 2%), due aux faibles variations de teneur en amidons parmi les farines.

A 5 Pa.s, les AX solubles et les AE induisent des variabilités respectives de E/F de 3,6% et 5,8%, bien supérieures à celles induites par les autres composants (< 2%). A 20 Pa.s, la variabilité de viscosité est liée essentiellement aux AE (5,2%) tandis que P, AXi et AX solubles induisent des variations inférieures à 1,5%.

A forte viscosité, les variations de teneurs en amidons endommagés auraient un effet prépondérant par leur absorption d'eau. A plus faible viscosité, la pâte serait plus proche d'un milieu granulaire dilué pour lequel la viscosité de la phase soluble aurait un effet important sur la viscosité de la suspension.

Sur cette base, on peut comparer la précision de plusieurs modélisations réalisées comme précédemment en réduisant les paramètres explicatifs aux AX solubles et aux AE, puis seulement aux AE. On présente les modèles obtenus et leur précision dans le Tableau III.19(a) et le Tableau III.19(b).

Tableau III.19. Prédiction d'E/F pour 5 Pa.s et 20 Pa.s à partir d'un nombre restreint de facteurs

(a) Prédiction d'E/F pour 5 Pa.s

Modèles	R ² mod / exp
$E/F_{5\text{ Pa.s}} = 1,6 \times P + 28 \times AX_{\text{sol}} + 3,4 \times AX_{\text{ins}} + 3,4 \times AE + 0,8 \times Re$	0,87
$E/F_{5\text{ Pa.s}} = 27,8 \times AX_{\text{sol}} + 2,8 \times AE + 0,89$	0,85
$E/F_{5\text{ Pa.s}} = 3,4 \times AE + 1,04$	0,67

(b) Prédiction d'E/F pour 20 Pa.s

Modèles	R ² mod / exp
$E/F_{20\text{ Pa.s}} = 1,1 \times P + 10,5 \times AX_{\text{sol}} + 3,2 \times AX_{\text{ins}} + 3,1 \times AE + 0,8 \times Re$	0,83
$E/F_{20\text{ Pa.s}} = 10,9 \times AX_{\text{sol}} + 2,3 \times AE + 0,84$	0,80
$E/F_{20\text{ Pa.s}} = 2,5 \times AE + 0,90$	0,75

Pour les deux viscosités, le coefficient de détermination n'est pas significativement diminué lorsque l'on prend comme facteurs explicatifs les AE et les AX solubles et que l'on regroupe les effets des autres composants en une constante. La détermination des teneurs en AE et en AX solubles suffirait donc à prédire l'évolution de la viscosité des farines.

Si l'on prend ensuite comme seul facteur explicatif les AE, le R² chute de presque 20% à 5 Pa.s et de 5% à 20 Pa.s, soit une diminution de R² quatre fois inférieure à forte viscosité. Ce résultat va dans le sens d'une importance moindre des AX solubles à forte viscosité.

L'impact de la teneur en amidon endommagé sur l'absorption d'eau au Farinographe est très documenté (Larsen 1964; Bushuk 1966; Farrand 1969; Farrand 1972; Sollars 1973). Dans les modélisations de Farrand (1969) et Tipples (1978) sus-cités, la teneur en amidon endommagé est également le facteur induisant le plus de variabilité sur la valeur d'absorption d'eau des farines. Dans ces deux études, les AX ne contribuent pas à l'hydratation Farinographe. En se basant sur la discussion précédente, l'absence d'effet des AX dans ces études serait lié à la forte consistance des pâtes lors du test au Farinographe.

Pour ces auteurs cependant, les protéines jouent après les AE un rôle majeur, et ce en contradiction avec nos résultats. Une différence importante entre notre étude et celles réalisées au Farinographe est que nous étudions la viscosité en sous-pétrissage, avant que le réseau de gluten ne soit formé. Le test au Farinographe au contraire mesure la quantité d'eau pour obtenir une consistance donnée lorsque la pâte est développée. Dans des travaux réalisés par ailleurs, il a été observé que l'élévation de la consistance de la pâte lors de la formation du réseau de gluten est reliée à la teneur en protéines (chapitre IIIC2). L'absorption d'eau au Farinographe mesurerait alors l'absorption d'eau des composants (effets mesurés dans cette étude) à laquelle viendrait s'ajouter l'augmentation de consistance liée à la formation du réseau, liée à la teneur en protéines.

Section C

Tests technologiques prédictifs du comportement des farines.

IIIC. Tests technologiques prédictifs du comportement des farines.

Dans le chapitre IIIA1, un modèle reliant les conditions de mélange au développement du réseau de gluten a été proposé. Celui-ci repose sur deux paramètres intrinsèques à la farine, l'EMS intrinsèque (E) et la puissance seuil (P_{seuil}). A ces deux paramètres relatif à la demande énergétique du développement du gluten, viennent s'ajouter deux paramètres permettant de caractériser l'évolution de la viscosité des pâtes avec le rapport farine/eau, les rapports eau/farine pour des viscosités de 5 et 20 Pa.s. Le déterminisme biochimique de ces différents facteurs a été étudié respectivement dans les chapitres IIIB1 et IIIB2.

Le contrôle du procédé de développement du réseau de gluten à l'aide de ces modèles nécessite la détermination préalable de ces paramètres. Il a été montré dans le chapitre IIIB et par divers auteurs que la connaissance de la variété de blé n'est pas suffisante pour caractériser une farine (Weegels, Marseille et al. 1988; Prieto, Kelfkens et al. 1992). Les mélanges industriels de farines, même s'ils permettent de diminuer significativement la variabilité de la matière première, présentent des différences significatives entre eux.

La détermination des caractéristiques des farines à l'aide du Plastographe nécessite la réalisation de plusieurs tests de pétrissage en conditions diluées, une opération longue et nécessitant une quantité relativement importante de farine. L'extrapolation des paramètres à partir de la composition biochimique des farines est une solution alternative également fastidieuse au vu du nombre de composants à analyser.

Une troisième voie à explorer consiste à identifier d'autres mélangeurs capables de fournir plus rapidement les paramètres des modèles prédictifs du temps de développement du gluten (Haraszi, Gras et al. 2004). A cette fin, on a comparé les critères mesurés par plusieurs appareils classiques (Alvéographe et Farinographe) ou récents (Gluten Peak Tester, Brabender) en regards des paramètres définis au Plastographe et de la composition biochimique d'un groupe de farine.

Dans la mesure où le Gluten Peak Tester a fait l'objet de peu d'études (Melnyk, Dreisoerner et al. 2011; Chandi et Seetharaman 2012), dans un premier temps on a d'abord cherché à dégager des critères pertinents à partir des mesures réalisées avec cet appareil. On a ensuite cherché à déterminer son potentiel prédictif des paramètres développés dans les chapitres précédents ($E/F_{5\text{Pa.s}}$, E, P_{seuil}). Cette étude fait l'objet du chapitre IIIC1. Dans le

prolongement de ce travail, on s'est intéressé aux liens existants entre les paramètres obtenus par le biais des différents tests d'évaluation des pâtes (Plastographe, GPT, Farinographe et Alvéographe) et avec la composition biochimique des farines. Cette analyse est détaillée dans le chapitre IIIC2.

Chapitre C.1.

Potentiel d'utilisation du Gluten Peak Tester pour la détermination des paramètres caractéristiques du développement du gluten.

IIIC1 Potentiel d'utilisation du Gluten Peak Tester pour la détermination des paramètres caractéristiques du développement du gluten.

La formation d'un réseau de gluten par malaxage de mélanges farine – eau fait intervenir de manière concomitante des réactions à plusieurs échelles: hydratation des particules de farine, agglomération puis fibrillation des protéines de réserve, réactions moléculaires. Dans le cas de pâtes consistantes comme les pâtes à pain, la formation du réseau est rapide et les différentes réactions sont difficiles à discerner.

La dilution excessive des pâtes (> 80% eau, p/p) ralentit le développement du réseau de gluten, et permet de séparer l'hydratation des farines de la formation proprement dite du réseau. La consistance de la pâte évolue alors de façon discontinue au cours du malaxage dans un pétrin planétaire (Auger, Morel et al. 2008). De façon inattendue, la dilution accentue également les différences de comportements entre les farines, notamment l'évolution du couple pendant le mélange et la durée de développement. Le test de pétrissage en condition diluée autorise donc une discrimination accrue du comportement au malaxage des farines. Son utilisation en routine est cependant limitée par le temps de développement excessif du réseau de gluten (jusqu'à plusieurs heures).

Le Gluten Peak Tester (GPT) développé récemment par Brabender permet le développement de pâtes très hydratées en moins de 10 minutes, tout en laissant visibles les différentes phases du mélange. Ceci est rendu possible par l'application de vitesses de mélange élevées de l'ordre de 1000 à 3000 rpm.

Notre objectif est de valider avec cet appareil le modèle bâti dans le chapitre IIIA1 reliant la puissance de mélange au développement du gluten, afin de confirmer la pertinence des critères développés avec le Plastographe. On a ensuite cherché à déterminer le potentiel du GPT à déterminer rapidement et précisément ces critères.

(a) Caractérisation du développement du gluten avec le Gluten Peak Tester

- **Evolution du couple au cours du mélange**

Le développement des pâtes diluées avec le Plastographe (Brabender, Allemagne), décrit par Auger, se caractérise par la succession de plusieurs phases de viscosité : diminution initiale, phase de latence, pic de viscosité et diminution finale (Auger, Morel et al. 2008). Cette évolution de la viscosité est associée à la transformation de la morphologie des protéines qui passent de l'état d'agglomérats isolés à un réseau de filaments. Le GPT permet de développer des suspensions de rapport farine/eau du même ordre de grandeur, mais avec une vitesse de mélange dix fois supérieure (de 1000 à 3000 rpm) et avec une géométrie de pale et de cuve très différente (description dans la section matériel et méthodes, partie IIC).

Afin de comparer le développement du gluten avec le GPT de celui réalisé avec le Plastographe, on mesure l'évolution du couple pendant le mélange à 3000 rpm d'une suspension réalisée avec un rapport E/F de 1 (b.h.) avec la farine Camp Remy 2006 jusqu'à ce que la pâte soit développée. En vue d'illustrer l'évolution de la morphologie du gluten pendant le mélange avec le GPT, on a réalisé de manière annexe deux tests de développement dans les mêmes conditions en ajoutant à l'eau d'empattage un colorant spécifique des protéines (Fast Green, Sigma, Allemagne). On a arrêté le mélange après une minute lors d'un premier test (prise d'image n°1) et au pic de couple lors d'un second test (prise d'image n°2). Pour chacun des tests on a récupéré un échantillon de pâte dont on a réalisé la prise d'image en suivant la méthodologie d'Auger et al (Auger, Morel et al. 2008). La courbe de développement et les prises d'image associées sont données en Fig. III.28.

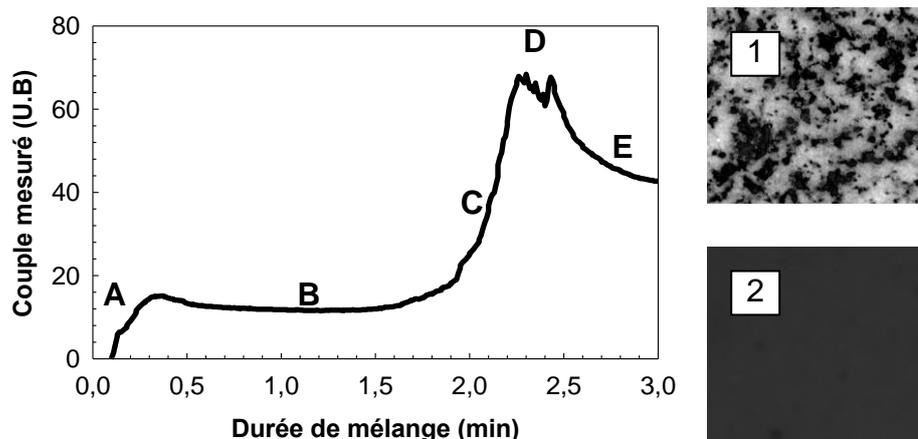


Fig. III.28. Evolution du couple pendant le mélange avec le GPT (variété *Camp Remy*) et prise d'image associée. Les protéines du blé apparaissent colorées en noir.

L'évolution du couple avec le GPT suit différentes phases :

A. Une augmentation du couple au début du mélange, durant les premières 20 secondes. On attribue cette période à l'hydratation des particules de farine et à la réorganisation de la pâte sur les parois de la cuve de mélange.

B. Une phase de latence durant laquelle le couple est constant. Pendant cette étape la farine semble totalement hydratée (on n'observe plus de particules de farines sèches si on arrête le mélange durant cette période) et le gluten est présent sous forme d'agglomérats (Fig. III.28, prise d'image n°1).

C. A la fin de la phase de latence le couple augmente rapidement jusqu'à un pic. Cette augmentation serait reliée à la filamentation du réseau de gluten.

D. Au maximum de couple la coloration de la pâte est homogène et les agglomérats ne sont plus visibles (Fig. III.28, prise d'image n°2).

E. Lorsque le mélange est prolongé après le pic le couple diminue, ce qui correspond à un surpétrissage.

Cette évolution est comparable à celle rapportée par Auger à la différence de la phase initiale, qui est une diminution de couple avec le Plastographe et une augmentation de couple avec le GPT. On attribue cette différence à l'utilisation d'une phase de prémélange avec le Plastographe, utilisée pour dissocier l'hydratation des particules de farine du développement. Le GPT ne permettant pas de modifier la vitesse de mélange en cours de test, cette phase de

prémélange est donc absente. L'augmentation de couple au début du test correspondrait à l'apparition du caractère collant de la pâte à mesure que la farine est hydratée, ce qui induirait une augmentation de couple. Après 0,3 min de mélange, on observe néanmoins une diminution du couple jusqu'à 0,5 min qui correspondrait à la phase de diminution de viscosité initiale observée avec le Plastographe.

De cette évolution, on peut définir par analogie avec le Plastographe le couple pendant la phase de latence (Γ_{GPT}), la durée de mélange avant d'atteindre le pic de viscosité (t_{pic}) et calculer la puissance de mélange (P_{GPT}) et l'EMS associée (EMS_{GPT}). La valeur de couple étant mesurée par l'appareil en unités arbitraires (« unités Brabender »), la puissance de mélange et l'EMS sont données elles aussi en unités arbitraires. La méthodologie de détermination et de calcul de ces grandeurs est calquée sur celle utilisée avec le Plastographe (section matériel et méthode, IIB4).

- **Répétabilité du test**

On a effectué 4 répétitions pour la variété Camp Remy dans les conditions précédentes ($E/F = 1$, $N = 3000$ rpm, $T = 25^\circ\text{C}$) afin d'appréhender la précision du test. Les courbes de développement obtenues et les paramètres statistiques associés sont donnés respectivement en Fig. III.29 et dans le Tableau III.20.

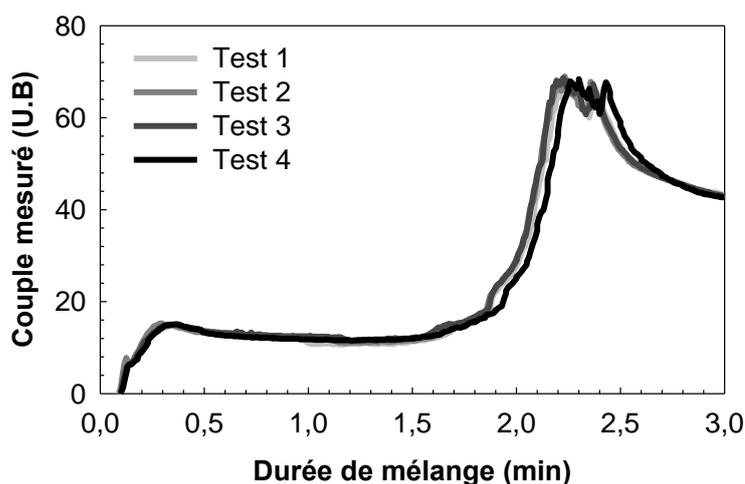


Fig. III.29. Evolution du couple pendant le mélange (variété Camp Remy 2006) – 4 répétitions.

Tableau III.20. Moyennes, écart-types et coefficients de variations pour les paramètres du développement étudiés

	Moyenne	Ecart-type	CV
Couple de latence (U.B.)	12	0,3	2,5%
Couple maximal (U.B.)	68	0,9	1,3%
Couple maximal - couple de latence (U.B.)	57	1,0	1,7%
Temps de développement (s)	134	1,7	1,3%
Puissance de mélange pendant la latence (U.A)	11	0,3	2,5%
EMS (U.A.)	24	0,7	2,8%

Les courbes de développement pour les quatre répétitions sont très proches. Les écart-types des valeurs de couples pendant la phase de latence et au pic sont respectivement de 0,3 et 0,9 U.B. L'élévation du couple a un écart-type de 1,0 U.B. L'écart-type du temps de développement est inférieur à 2 secondes. La puissance de mélange et l'EMS sont calculés avec des écart-types de 0,3 et 0,7 U.A. Les coefficients de variation associés à ces grandeurs sont tous inférieurs à 5%, ce qui est supérieur à la précision des mesures réalisées avec le Plastographe (CV de 5% pour le couple et de 10% pour le temps de développement selon Auger (Auger 2008).

(b) Impact des conditions de mélange sur le torque de latence, t_{pic} et l'EMS

La détermination de la qualité d'utilisation des farines via les critères E et P_{seuil} est basée sur la validité de la relation reliant la puissance de mélange et la durée de développement. Un premier intérêt de l'étude du GPT est de pouvoir tester la validité de la modélisation précédente avec un mélangeur de géométrie différente et en appliquant une gamme de vitesse de mélange beaucoup plus large. Le second enjeu de cette partie est de déterminer des paramètres caractéristiques du développement des farines avec ce dispositif, par analogie avec la modélisation précédente.

- **Effets du rapport E/F et de la vitesse de mélange**

On a sélectionné la farine Camp Remy 2006 comme référence pour l'étude de l'effet des conditions de mélange sur le développement au GPT. On représente en Fig. III.30 l'évolution du couple pendant la phase latence et du temps de développement du gluten avec le rapport eau/farine (a) et la vitesse de mélange (b).

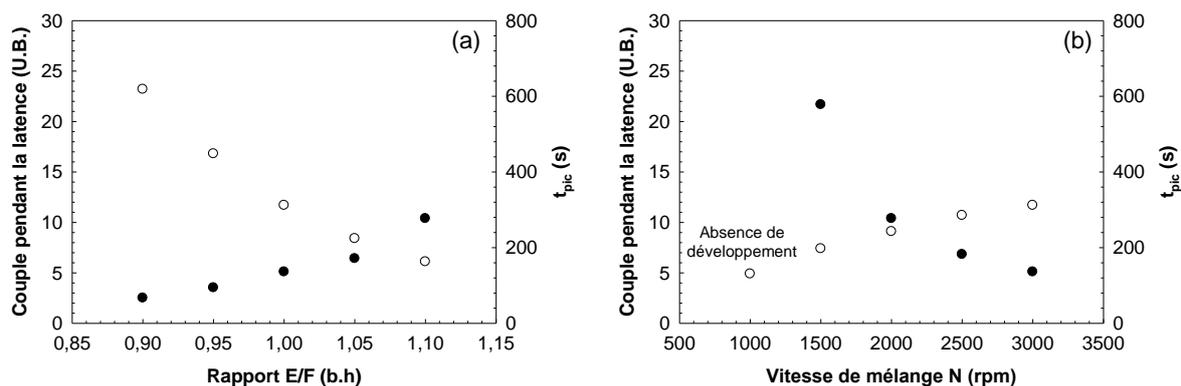


Fig. III.30. Evolution du couple pendant la latence (○) et du temps de développement (●) du gluten avec le rapport eau/farine (a) et la vitesse de mélange (b).

De façon similaire au Plastographe, l'augmentation du rapport E/F avec le GPT induit une diminution du couple de latence et une augmentation du temps de développement. L'augmentation de la vitesse induit une augmentation du couple de latence et une diminution du temps de développement. A 1000 rpm et E/F = 1, le développement de la pâte n'est pas réalisé après 10 minutes de mélange.

Si le GPT permet d'apporter des vitesses de mélange très supérieures à celles fournies par le Plastographe, la gamme de rapport E/F correspondante (0,9 à 1,1 en b.h.) n'est pas significativement différente de celle balayée avec le Plastographe. Il est cependant difficile de relier cette similarité avec le Plastographe à des propriétés intrinsèques au développement du gluten, tant cette gamme est dictée par des contraintes liées à l'appareil. Le rapport E/F minimal est lié à la nécessité d'avoir un couple inférieur à 100 U.B. pendant le test ; Le rapport E/F maximum est dicté par la durée de mesure, fixée au maximum à 10 minutes. Il serait donc exagéré de qualifier le rapport E/F au-dessus duquel le développement du gluten est impossible avec le GPT de « critique » tant la limite de 10 minutes est faible.

- **Relation entre la puissance de mélange et t_{pic} avec le GPT**

On cherche à vérifier si le modèle défini dans le chapitre IIIA1 reliant le temps de développement aux variations de puissances de mélange est applicable avec le GPT et la gamme de vitesse de mélange considérée. On illustre dans la Fig. III.31 l'évolution de t_{pic} (a) et de $1/t_{pic}$ (b) avec la puissance de mélange, calculée de façon similaire à celle du

Plastographe (formule détaillée dans le chapitre IIC de la section matériel et méthodes). Le couple étant mesuré par le GPT en unités arbitraires (« unités Brabender »), cette valeur de puissance est donnée également en unités arbitraires.

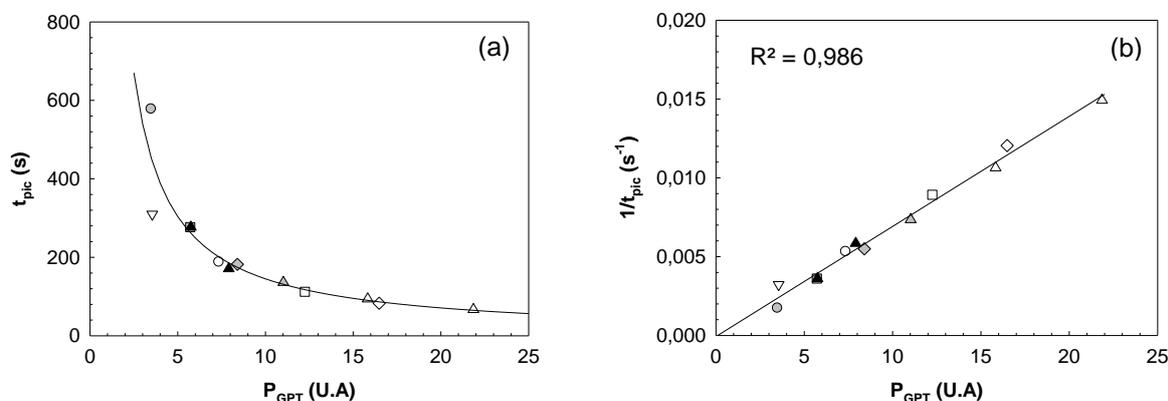


Fig. III.31. Evolution de t_{pic} et de $1/t_{pic}$ avec la puissance de mélange au GPT pour différentes vitesses de mélange et rapports E/F.

Vitesse de mélange : ▼ 1000 rpm, ● 1500 rpm ; ■ 2000 rpm ; ◆ 2500 rpm ; ▲ 3000 rpm.
Rapport E/F : ○ E/F < 1 ; ● E/F = 1 ; ● E/F > 1.

La Fig. III.31 montre que la puissance de mélange pendant la phase de latence permet de rendre compte des effets du rapport E/F et de la vitesse de mélange sur le temps de développement. La relation (10) du chapitre IIIA1 donne une courbe maîtresse permettant de relier la puissance de mélange à t_{pic} . Le test de linéarité de la variation de $1/t_{pic}$ avec P est valide au seuil de 0,1% ($r_{obs} = 0,99 / r_{seuil \text{ à } 0,1\% - n = 12} = 0,82$), ce qui conforte cette relation.

Si on applique la méthodologie de détermination de l'EMS intrinsèque et de P_{seuil} définie dans le chapitre IIIA1, on obtient une valeur d'EMS intrinsèque de 23 U.A. et une valeur de P_{seuil} de 0,4 U.A. Ces valeurs étant données en unités arbitraires avec le GPT, il n'est pas possible de les comparer directement avec celles obtenues avec le Plastographe. Par ailleurs, la valeur de P_{seuil} (0,4 U.A.) est dans la limite de précision de mesure de la puissance calculée dans le tableau A (0,3 U.A.). Dans ces conditions, la valeur de P_{seuil} calculée avec le GPT est peu informative.

• Phase de développement mécanique et temporel avec le GPT

Dans le chapitre IIIA, on a identifié un mécanisme cinétique limitant le développement mécanique du gluten lorsque la puissance délivrée tendait vers la valeur P_{seuil} . Ce phénomène se caractérise par une augmentation de l'EMS à l'approche de P_{seuil} . Afin de quantifier les importances relatives des phases de développements mécanique et cinétique avec le GPT, on présente sur la Fig. III.32 l'évolution de l'EMS avec la puissance de mélange pour différentes conditions de mélange.

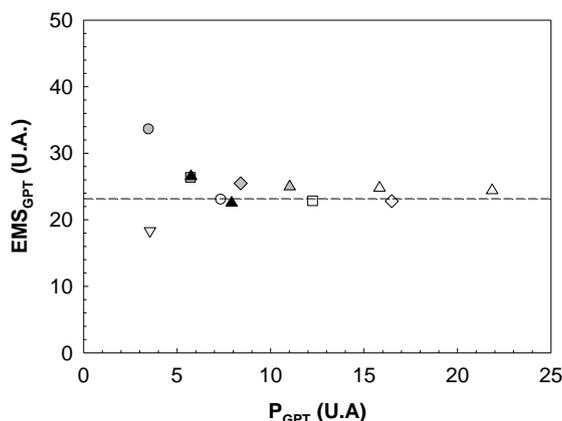


Fig. III.32. Evolution de l'EMS avec P pour différentes vitesses de mélange et E/F.
 Vitesse de mélange : ▼ 1000 rpm, ● 1500 rpm ; ■ 2000 rpm ; ◆ 2500 rpm ; ▲ 3000 rpm.
 Rapport E/F : ○ E/F < 1 ; ● E/F = 1 ; ● E/F > 1.
 Droite pointillée : EMS_{intrinsèque, GPT} de la farine Camp Remy 06 (23 U.A.)

Sur la grande majorité de la gamme de puissance balayée, l'EMS fournie pour développer la pâte est constante. Sa valeur est similaire à la valeur d'EMS_{intrinsèque} calculée à partir de la Fig. III.32. Seulement pour les valeurs de puissances inférieures à 5 U.A. de légères déviations apparaissent. L'augmentation maximale de l'EMS est alors inférieure à 1,5 fois l'EMS intrinsèque. Cette absence d'augmentation notable de l'EMS vient confirmer que dans le cas du GPT l'effet de la puissance seuil serait négligeable devant la puissance de mélange fournie par cet appareil. La constance de l'EMS sur la majorité des conditions de mélange présente l'intérêt de permettre la détermination rapide de l'EMS intrinsèque avec un seul test. Elle interdit cependant l'accès à un paramètre analogue à P_{seuil} tel que l'on peut le déterminer avec le Plastographe.

(c) Application à la détermination de la demande en énergie et à la viscosité des farines

On cherche à déterminer le potentiel prédictif de la qualité des farines à partir d'un unique test réalisé avec le GPT. L'EMS étant constante sur toute la gamme de puissance (Fig. III.32), un seul test doit permettre de mesurer l'EMS intrinsèque de la farine. On choisit comme référence de réaliser un test de développement à $E/F = 1$ (b.h.) et $N = 3000$ rpm, ce qui correspond avec la farine Camp Remy à un couple d'environ 10 U.B. et une durée de développement d'environ 2 minutes. Ces conditions doivent permettre de développer toutes les farines en moins de 10 minutes et d'éviter de dépasser un couple de 100 U.B. Comme référence de la capacité des farines à avoir une viscosité élevée à un rapport E/F donné, on prend la valeur de couple pendant la phase de latence dans ces conditions. Comme référence de la demande en énergie de la farine, on prend l'EMS associée. On compare ces deux paramètres notés Γ_{GPT} et EMS_{GPT} aux références définies avec le Plastographe, le rapport $E/F_{5Pa.s}$ et l'EMS intrinsèque (Fig. III.33).

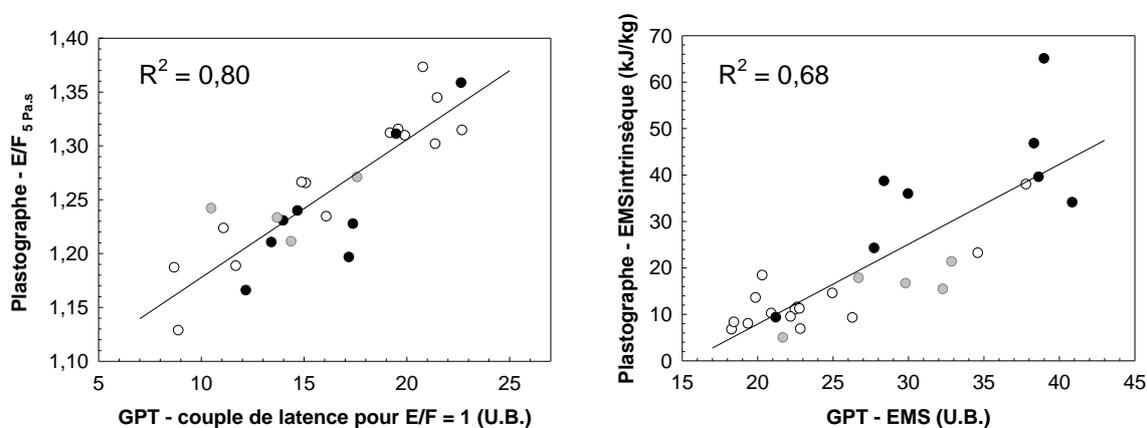


Fig. III.33. Relation entre Γ_{GPT} et $E/F_{5Pa.s,Plastographe}$ (a) et entre EMS_{GPT} et l'EMS intrinsèque au Plastographe (b).

○ Variétés « 2/12 » ; ● Variétés « 5/10 » ; ● Mélanges industriels.

Des relations significatives relient le couple de latence au GPT et $E/F_{5Pa.s}$ ($r^2 = 0,80$, $n = 26$) et l'EMS au GPT avec l'EMS intrinsèque ($r^2 = 0,68$, $n = 28$). La précision de la prédiction de $E/F_{5Pa.s}$ et de l'EMS obtenue avec le GPT est de l'ordre de celle obtenue par la détermination biochimique dans le chapitre IIIB : en se basant sur les teneurs en AE et en AX_{sol} , on prédit $E/F_{5Pa.s}$ avec $R^2 = 0,85$ (Tableau III.19) contre $R^2 = 0,80$ avec le GPT; à partir

de la teneur en UPP, on détermine l'EMS intrinsèque avec $R^2 = 0,76$ (Fig. III.15) contre $R^2 = 0,68$ ici. Le GPT permet par ailleurs de discriminer les mélanges industriels entre eux. On peut déduire de ces corrélations deux relations prédictives reliant le couple de latence au GPT et E/F_5 (éq. 15) et l'EMS au GPT avec l'EMS intrinsèque (éq. 16).

$$E/F_{5 \text{ Pa.s}} = 0,013 \times \Gamma_{\text{GPT}} + 1,05 \quad (\text{éq. 15})$$

$$\text{EMS}_{\text{intrinsèque}} = 1,7 \times \text{EMS}_{\text{GPT}} - 26,5 \quad (\text{éq. 16})$$

Un test dans ces conditions (3000 rpm, $E/F = 1$) avec le GPT permet de caractériser la viscosité de la pâte et la demande en énergie intrinsèque pour développer la pâte, et donc potentiellement d'ajuster les conditions de mélange. L'intérêt de cet appareil est qu'il permet d'accéder en quelques minutes à ces deux informations, ce qui rend le test applicable en routine à l'entrée du procédé. Il ne permet cependant pas de déterminer la puissance seuil, et ne donne donc pas de clés pour le contrôle de la phase de repos de la pâte. Le potentiel de détermination de la qualité des farines avec le GPT en regards d'autres caractéristiques classiques est traité dans le chapitre IIIC2.

Chapitre C.2

Comparaison de différents dispositifs
mesurant les propriétés des farines

IIIC2 Comparaison de différents dispositifs mesurant les propriétés des farines

Pour faire face à la diversité des blés à l'entrée des procédés céréaliers, de nombreux appareils comme l'Alvéographe ou le Farinographe permettent de mesurer des paramètres sensés refléter leurs qualités d'usage. Si certains auteurs émettent des réserves sur le potentiel prédictif de ces appareils ou préconisent des ajustements du test à l'Alvéographe (Khattak, Appolonia et al. 1974; Rasper, Pico et al. 1986; Dexter, Preston et al. 1994) ou au Farinographe (Tanaka et Tipples 1969; Zounis et Quail 1997), ces appareils restent largement utilisés. Dans le cas du procédé amidonnier, il n'existe pas de critères communément admis pour définir la qualité d'usage d'une farine, ni de consensus sur le lien entre la qualité boulangère d'une farine et sa qualité d'usage en amidonnerie (Vanderborght, Goesaert et al. 2005). L'étude réalisée dans les chapitres IIIA et IIIB montre par ailleurs le caractère multi-factoriel de cette notion. On cherche ici à préciser les liens entre les paramètres d'utilisation de la farine dans le procédé amidonnier décrit précédemment (viscosité de la pâte, demande en énergie et en puissance de mélange, rendement mesuré à t_{pic}) avec différents appareils de mesure de la qualité boulangère (Alvéographe, Farinographe et Gluten Peak Tester) et avec la composition de la farine. Cette étude pourrait permettre de mieux interpréter les paramètres mesurés par les différents appareils, dans l'optique de la sélection des blés ou du contrôle qualité par exemple.

(a) Etude de corrélations entre les paramètres issus de différents tests technologiques et la composition biochimique des farines.

Au vu du nombre de paramètres technologiques et de composants biochimiques, on choisit en première approche de comparer les critères technologiques entre eux (Tableau III.21) puis les facteurs de compositions biochimiques (Tableau III.22) pour les 28 farines des récoltes 2006 et 2008 (données manquantes remplacées par la valeur moyenne). On note en gras les relations significatives à 0,1% ($r > 0,58$).

• **Corrélations entre les paramètres technologiques**

Les paramètres définis au Plastographe sont indépendants les uns des autres, mis à part une relation partielle entre E et P_{seuil} , discuté dans le chapitre IIIB1. Le paramètre $E/F_{5 \text{ Pa.s}}$ est relié au couple de latence au GPT ($r = 0,7$) et à l'absorption d'eau pour 500 B.U. au Farinographe ($r = 0,6$). L'EMS intrinsèque au Plastographe est reliée à l'EMS mesurée au GPT comme il a été montré dans le chapitre IIIC1, et de manière plus inattendue au P/L et à l'indice d'élasticité à l'Alvéographe.

On note l'absence de liens forts entre la force boulangère W mesurée à l'Alvéographe et les paramètres mesurés au Plastographe. La qualité boulangère et amidonnière d'une farine paraissent être ici deux critères relativement distincts. Différents auteurs s'affrontent sur l'existence d'une relation entre qualité boulangère et rendement d'extraction du gluten. Dans la littérature existante sur l'extraction du gluten, on rapporte des travaux allant dans le sens d'une relation entre qualité boulangère et rendement (Davin, Godon et al. 1984; Roels, Sindic et al. 1998) et d'autres soutenant l'absence de relation (Hamer 1989), en accord avec nos travaux. La force boulangère est par contre corrélée de façon importante à l'augmentation de couple au GPT ($r = 0,8$).

Les paramètres définis au GPT sont reliés avec différents paramètres mesurés avec les autres appareils. En plus des relations déjà discutées avec le Plastographe et l'Alvéographe ($E - EMS_{\text{GPT}}$, $E/F_{5 \text{ Pa.s}} - \Gamma_{\text{GPT}}$ et $W - \Delta\Gamma_{\text{GPT}}$), on note également des liens entre le GPT et le Farinographe. Le couple pendant la phase de latence au GPT est ainsi partiellement relié à l'absorption d'eau pour 500 B.U. au Farinographe ($r = 0,6$) et l'élévation du couple relié au temps de développement au Farinographe ($r = 0,7$).

Tableau III.21. Corrélations entre les paramètres mesurés par les différents appareils.

	Plastographe				Alvéographe			Gluten Peak Tester				Farinographe			
	E/F _{5Pas}	E	P _{seuil}	GPR	P/L	I.E.	W	t _{pic}	EMS	Γ	ΔΓ	WAM	DDT	S	DS
E/F _{5Pas}	-	0,0	0,0	0,1	0,4	0,0	0,4	-0,6	-0,3	0,7	0,3	0,6	0,4	0,1	-0,2
E		-	0,5	-0,4	0,8	0,7	0,3	0,3	0,5	0,0	0,1	0,0	-0,3	-0,3	0,0
P _{seuil}			-	-0,1	0,4	0,7	0,5	0,4	0,6	0,0	0,2	0,0	-0,2	-0,2	0,0
GPR				-	-0,4	0,1	0,5	-0,4	-0,3	0,4	0,5	0,3	0,5	0,4	-0,1
P/L					-	0,5	0,2	0,2	0,5	0,1	-0,1	0,2	-0,3	-0,4	0,1
IE						-	0,7	0,2	0,5	0,1	0,5	0,1	0,1	0,1	-0,3
W							-	-0,3	0,2	0,5	0,8	0,4	0,5	0,4	-0,4
t _{pic}								-	0,8	-0,8	-0,5	-0,5	-0,6	-0,4	0,3
EMS									-	-0,3	-0,1	-0,2	-0,5	-0,4	0,2
Γ										-	0,6	0,6	0,5	0,2	-0,3
ΔΓ											-	0,5	0,7	0,6	-0,6
WAM												-	0,7	0,4	-0,5
DDT													-	0,8	-0,7
S														-	-0,8
DS															-

Plastographe : E/F_{5Pas} : Rapport E/F correspondant à une viscosité de 5 Pa.s ; E : Energie mécanique spécifique intrinsèque ; P_{seuil} : Puissance seuil ; GPR : Rendement d'extraction du gluten rapporté à la teneur en protéines de la farine ; **Alvéographe** : P/L : rapport tenacité / extensibilité ; IE : indice d'élasticité ; W : force boulangère ; **Gluten Peak Tester** : t_{pic} : Durée de développement ; Γ : Couple de latence ; EMS : Energie mécanique spécifique intrinsèque ; ΔΓ : Elévation du couple ; **Farinographe** : WAM : Absorption d'eau à 500 U.B. ; DDT : Durée de développement ; S : Stabilité de la pâte ; DS : Affaiblissement de la pâte.

Tableau III.22. Corrélations entre les composants biochimiques et les paramètres technologiques.

	Plastographe				Alvéographe			Gluten Peak Tester				Farinographe			
	E/F _{5Pas}	E	P _{seuil}	GPR	P/L	I.E.	W	t _{pic}	Γ	EMS	ΔΓ	WAM	DDT	S	DS
MS	-0,3	-0,6	-0,7	0,2	-0,7	-0,6	-0,3	-0,3	0,0	-0,5	-0,1	-0,3	0,1	0,2	0,2
P	0,3	0,2	0,1	0,5	0,0	0,6	0,8	-0,4	0,5	-0,1	0,9	0,4	0,6	0,6	-0,5
cd	0,1	-0,1	-0,4	-0,2	0,0	-0,2	-0,1	-0,1	0,0	0,0	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1	0,1
AX _S	0,2	0,4	0,1	-0,8	0,6	0,0	-0,3	0,2	-0,1	0,2	-0,4	-0,1	-0,4	-0,5	0,0
AX _T	0,2	0,0	-0,3	-0,4	0,3	-0,2	-0,3	0,1	-0,1	0,1	-0,2	0,0	-0,2	-0,2	0,1
AE	0,8	0,2	0,4	0,2	0,4	0,4	0,7	-0,5	0,7	0,0	0,5	0,6	0,3	0,1	-0,2
Upp	0,0	0,8	0,7	0,0	0,5	0,9	0,6	0,3	0,0	0,6	0,4	0,0	-0,1	0,0	-0,2
Fi	0,1	0,7	0,6	0,2	0,4	0,9	0,7	0,1	0,2	0,5	0,5	0,1	0,0	0,1	-0,2
glu.	0,2	0,1	0,1	0,5	0,0	0,3	0,5	-0,2	0,4	0,0	0,4	0,2	0,3	0,4	-0,3
gli.	0,0	-0,3	-0,3	0,4	-0,4	-0,1	0,1	-0,3	0,1	-0,4	0,4	0,1	0,4	0,3	-0,1
glu/gli	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2	0,3	0,3	0,0	0,2	0,2	0,1	0,1	0,0	0,1	-0,1
al+gl	-0,2	0,1	0,1	-0,7	0,3	-0,2	-0,6	0,5	-0,5	0,4	-0,7	-0,3	-0,6	-0,5	0,3

MS : Matière sèche ; P : Teneur en protéines ; cd : Taux de cendres ; AX_S : Teneur en arabinoxylanes solubles ; AX_T : Teneur en arabinoxylanes totaux ; AE : Teneur en amidons endommagés ; UPP : Protéines polymériques non extractible ; Fi : fraction insoluble dans la farine ; glu . : Gluténines ; gli. : Gliadines ; glu/gli : Rapport gluténines/gliadines ; al+gl : Albumines + globulines.

Les différents paramètres mesurés au Farinographe paraissent reliés les uns aux autres. La corrélation entre durée de développement, stabilité et affaiblissement de la pâte est pleinement en accord avec les observations de Wilson (Wilson, Wooding et al. 1997). Les relations les plus significatives des paramètres du Farinographe avec ceux des autres appareils

sont entre l'absorption d'eau à 500 B.U., $E/F_{5Pa.s}$ (Plastographe) et Γ_{GPT} (GPT) et entre le temps de développement au farinographe et l'élévation du couple au GPT. Les durées de développement au GPT et au Farinographe sont anti-corrélées ($r = -0,6$).

- **Corrélations entre facteurs biochimiques et paramètres technologiques**

Deux corrélations existent entre la teneur en matière sèche des farines et les paramètres P_{seuil} et P/L. Ces relations sont cependant difficiles à interpréter car comme il a été vu dans la section matériel et méthode (IIA1), les blés soft et les blés industriels ont été conditionnés à des teneurs en eau différentes du reste des échantillons. Il est donc difficile de discerner l'effet réel de l'humidité des farines de l'effet « lot ».

La teneur en protéines n'est pas reliée de manière significative aux paramètres définis sur le Plastographe. Elle impacte la force boulangère de l'alvéographe et l'élévation de couple au GPT de manière forte (resp. $r = 0,8$ et $r = 0,9$), expliquant le lien entre ces deux paramètres. La teneur en protéines impacte également les critères du Farinographe, notamment la durée de développement et la stabilité de la pâte.

Le taux de cendres et la teneur en AX totaux ne semblent affecter aucun des paramètres technologiques, malgré leur gamme de variations d'un facteur deux parmi les farines (respectivement de 0,37 à 0,75% et de 1,45% à 3,45%, cf. Tableau II.1 et Tableau II.2). La teneur en AX soluble a un effet significatif sur la récupération des protéines dans le gluten, évoqué précédemment dans la partie IIIB1(c). La teneur en amidons endommagés impacte de façon significative tous les paramètres liés à la viscosité des pâtes : $E/F_{5Pa.s}$, Γ_{GPT} , WAM, et également la force boulangère.

Les teneur en UPP et en Fi sont reliées à des paramètres importants du Plastographe (E , $r = 0,8$; P_{seuil} , $r = 0,7$), de l'Alvéographe ($I.E$, $r = 0,9$; W , $r = 0,6$) et du GPT (EMS , $r = 0,6$). Elles ne sont pas reliées aux paramètres du Farinographe.

A l'inverse, les différents types de protéines selon la classification d'Osborne ne sont pas reliés aux paramètres technologiques. Ce résultat est relativement inattendu dans la mesure où cette classification, notamment le ratio entre gluténines et gliadines est souvent cité comme un paramètre d'influence (Macritchie 1987; Uthayakumaran, Gras et al. 1999; Veraverbeke et Delcour 2002; Singh et Khatkar 2005). Les corrélations les plus significatives

sont celles obtenues entre la teneur en protéines solubles, la récupération des protéines dans le gluten et l'élévation de couple au GPT ; ces corrélations seraient dues à la relation entre teneur en protéines et teneur en albumines et globulines évoquée précédemment (IIIB1(c)) et signalée dans la présentation des farines dans la section matériel et méthode (IIA5). Le classement des protéines par SE-HPLC semble ici plus informatif que la classification d'Osborne.

(b) Viscosité de la pâte

Les paramètres mesurant la capacité de la pâte à former une pâte visqueuse au Plastographe, GPT et Farinographe (respectivement $E/F_{5Pa.s}$, Γ_{GPT} et WAM) sont corrélés entre eux et semblent dépendre essentiellement des teneurs en amidons endommagés ($r \sim 0,8$) et secondairement en protéines ($r \sim 0,6$). Cette dépendance est en accord avec le chapitre IIIB2 et la littérature (Larsen 1964; Bushuk 1966; Farrand 1969; Farrand 1972; Sollars 1973; Dexter, Preston et al. 1994). Afin d'illustrer l'importance relative des différents facteurs biochimiques sur ces trois paramètres ($E/F_{5Pa.s}$, Γ_{GPT} et WAM), on reprend la démarche utilisée dans le chapitre IIIB2 pour définir quels composants permettent la meilleure détermination de $E/F_{5Pa.s}$, Γ_{GPT} et WAM. A partir des mesures de $E/F_{5Pa.s}$, Γ_{GPT} et WAM réalisées pour chaque farine et de la composition des farines en amidons endommagés, protéines et arabinoxylanes solubles, on calcule l'effet de chaque composant en minimisant l'écart entre modèle et expérience. Pour chaque paramètre, on compare trois modèles : prédiction à l'aide de la teneur en AE seule, à l'aide des teneurs en AE et P et à l'aide des teneurs en AE et AX_{sol} . On compare alors les coefficients de corrélations entre modèles et expériences pour chaque modèle (Tableau III.23).

Tableau III.23. Modélisation de E/F_{5Pa.s} (Plastographe) , du couple pour E/F=1 (GPT) et de l'absorption d'eau pour 500 BU (Farinographe) à l'aide des teneurs en AE, P et AX_{sol}.

(a) Modélisation du rapport E/F_{5Pa.s} au Plastographe

Meilleur modèle	R ²
$E/F_{5Pa.s} = 1,05 + 3,3.AE$	0,66
$E/F_{5Pa.s} = 1,08 + 3,4.AE - 0,3.P$	0,67
$E/F_{5Pa.s} = 0,93 + 2,8.AE + 20,0.AX_{sol}$	0,79

(b) Modélisation du couple pour E/F=1 au GPT

Meilleur modèle	R ²
$\Gamma_{GPT} = 3 + 208.AE$	0,67
$\Gamma_{GPT} = -1,6 + 186.AE + 58.P$	0,69
$\Gamma_{GPT} = -1,6 + 203.AE + 690.AX_{sol}$	0,70

(c) Modélisation de l'absorption d'eau pour 500 BU au Farinographe

Meilleur modèle	R ²
$WAM = 48,6 + 137,7.AE$	0,79
$WAM = 41,7 + 120.AE + 80,3.P$	0,88
$WAM = 47,2 + 131,9.AE + 240,5.AX_{sol}$	0,80

Pour le Plastographe et le GPT, les meilleurs modèles pour prédire E/F_{5Pa.s} et Γ_{GPT} sont obtenus en utilisant comme facteurs biochimiques explicatifs les teneurs en amidons endommagés et en AX solubles. Pour le GPT cependant, l'ajout de la teneur en AX soluble n'augmente pas significativement la qualité du modèle (R² = 0,70 avec AE et AX soluble contre R² = 0,67 avec AE seulement), tandis que pour le Plastographe l'ajout de la teneur en AX soluble augmente significativement le R² de 0,66 à 0,79.

Pour le Farinographe, le meilleur modèle pour prédire l'absorption d'eau est obtenu en prenant comme paramètre la teneur en amidons endommagés et en protéines, à l'inverse des deux autres appareils.

Dans tous les cas, la teneur en AE est le paramètre le plus explicatif des variations de consistance de la pâte parmi les farines, ce qui explique la corrélation entre les trois appareils. La différence entre les trois critères est l'importance plus marquée des protéines avec le Farinographe. Pour cet appareil, la consistance mesurée est celle de la pâte développée, tandis que pour les autres appareils on mesure le couple pendant la phase de latence. L'effet plus marqué de la teneur en protéines sur l'absorption d'eau au Farinographe s'expliquerait par le

fait que l'augmentation de viscosité liée au développement de la pâte serait liée à la teneur en protéines. Le Gluten Peak Tester et le Plastographe paraissent ainsi informatifs pour le contrôle de la viscosité de la pâte lors de l'étape de développement, tandis que le Farinographe renseignerait sur la qualité d'usage de la pâte développée.

(c) Caractéristiques du développement du réseau de gluten

Le GPT et le Farinographe fournissent chacun une durée de développement. Ces valeurs ne sont pas cohérentes entre elles (r négatif). Comme il a été vu dans le chapitre III.C1, le modèle déterministe de t_{pic} réalisé avec le Plastographe et basé sur la demande en EMS de la pâte et le couple de latence est applicable au GPT. L'étude de corrélations (Tableau III.22) le reflète également par la corrélation positive (0,8) entre t_{pic} et l'EMS du GPT et par la corrélation négative entre t_{pic} et le couple de latence au GPT (-0,8).

La durée de développement de la pâte au GPT serait alors liée aux paramètres influençant l'EMS (l'UPP principalement) et le couple de la pâte (la teneur en amidons endommagés de la farine principalement, et secondairement la teneur en protéines). Le déterminisme de t_{pic} est ainsi multifactoriel et aucun facteur biochimique ne se détache.

A l'opposé, l'étude de corrélation précédente montre que la teneur en protéines permet de rendre compte d'une part importante de la variabilité de la durée de développement de la pâte au Farinographe. On représente cette relation avec l'ensemble des farines étudiées avec cet appareil dans la Fig. III.34.

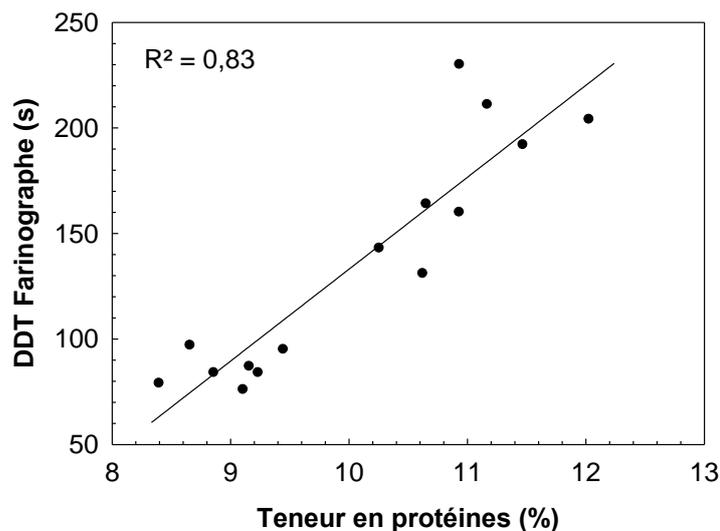


Fig. III.34. Relation entre la teneur en protéines des farines et la durée de développement au Farinographe.

Au Farinographe, la durée de développement serait liée à un déterminisme plus simple qu'au GPT et qu'au Plastographe, la teneur en protéines de la farine ($R^2 = 0,83$). Cette corrélation est en accord avec les travaux de Wilson et al. (Wilson, Wooding et al. 1997) notant un effet significatif de la teneur en protéines sur la durée de développement au Farinographe ($r = 0,596$, $n = 14$).

La différence de déterminisme de la durée de développement sur le Plastographe et le GPT d'un e part et le Farinographe d'autre part souligne la différence de comportement des pâtes diluées (Plastographe, GPT) et concentrées (Farinographe).

L'EMS intrinsèque définie au Plastographe est reliée à l'EMS mesurée avec le GPT (IIC1, Fig. III.33) et à un facteur biochimique commun, l'UPP des farines. La puissance seuil n'est pas reliée aux paramètres du GPT et du Farinographe. D'après l'étude réalisée dans le chapitre IIIA1, les effets de la puissance seuil sont visibles lorsque la puissance de mélange est faible. Le GPT, par la forte vitesse de mélange appliquée, et le Farinographe, par le faible rapport E/F utilisé, induisent des puissances de mélange élevées et une phase de maturation masquée car non-limitante. Ces conditions de mélanges masqueraient les effets de la puissance seuil et la rendraient difficile à appréhender avec ces appareils.

(d) Paramètres de l'Alvéographe

• **Force boulangère**

On note sur le Tableau III.22 que la force boulangère est reliée à la teneur en protéines ($R^2 = 0,6$), et à la teneur en gluténines insolubles, ce qui indiquerait un effet de la quantité totale de gluténines insoluble dans la pâte. On trace en Fig. III.35 la relation entre la quantité de gluténines insolubles dans la farine ($P \times Fi$) avec la force boulangère.

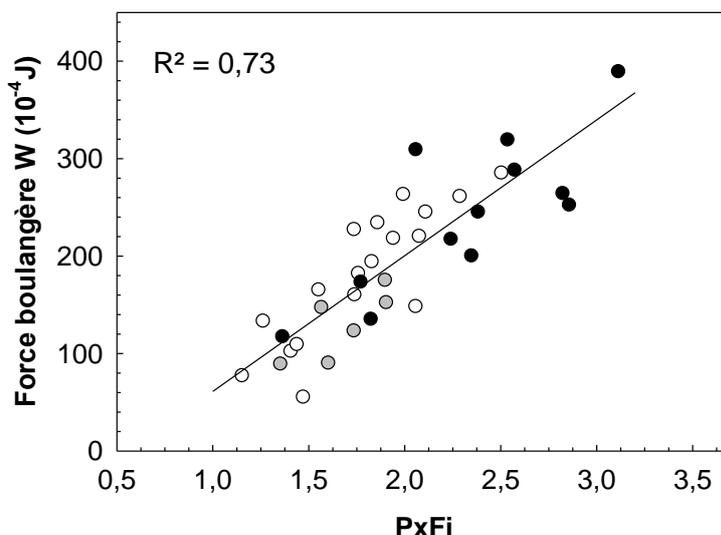


Fig. III.35. Relation entre la quantité de gluténines insolubles dans le SDS dans la farine et la force boulangère.

○ Variétés « 2/12 » ; ● Variétés « 5/10 » ; ● Mélanges industriels

Une bonne corrélation ($R^2 = 0,73$) lie la force boulangère à la quantité de gluténines insolubles dans la farine ($P \times Fi$). Cette relation permet d'unifier plusieurs travaux contradictoires faisant état d'un effet partiel de la teneur en protéines (Rasper, Pico et al. 1986; Vida, Lang et al. 1996), d'une absence d'effet de cette teneur (Bordes, Branlard et al. 2008) ou encore d'un effet partiel de la teneur en protéines polymériques (Ciaffi, Tozzi et al. 1996; Edwards, Gianibelli et al. 2007; Surel, Darde et al. 2007). Cette relation montre que la quantité de gluténines insolubles dans le SDS de la farine est un critère de qualité plus pertinent que la teneur en gluténines totales sur le W ($r = 0,5$ entre glut. et W, soit $R^2 \sim 0,25$, Tableau III.22). Ce faible coefficient de corrélation linéaire entre gluténines totales et W de l'Alvéographe est de l'ordre de ceux donnés dans la littérature ; Pena et al. donnent par

exemple $r = 0,57$ ($R^2 = 0,32$) pour un nombre identique de farines $n = 28$ (Pena, Bernardo et al. 2005).

- **Indice d'élasticité**

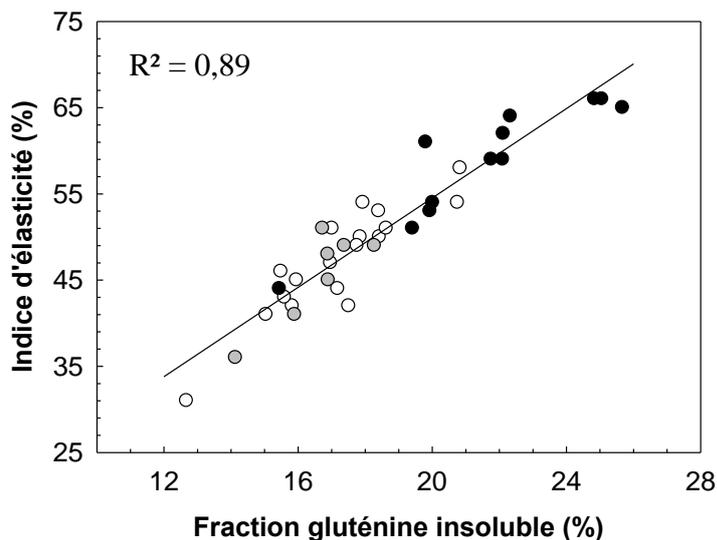


Fig. III.36. Relation entre la teneur en gluténines insolubles dans le SDS et l'indice d'élasticité

○ Variétés « 2/12 » ; ● Variétés « 5/10 » ; ● Mélanges industriels

On observe une corrélation très forte entre la fraction de gluténines insolubles (F_i) et l'indice d'élasticité ($R^2 = 0,89$ pour $n = 37$), valable pour les farines du type 2/12, 5/10 et pour les mélanges (Fig. III.36). Le W serait lié à la fois à la quantité dans la pâte de protéines polymériques non extractibles dans le SDS ($P \times F_i$), tandis que l'I.E. serait lié à la proportion de protéines polymériques non extractibles parmi les protéines (F_i).

Bien que l'I.E. soit moins utilisé que le travail de déformation de la pâte W pour caractériser les farines, plusieurs auteurs montrent que cet indice est fortement relié à la valeur boulangère des farines (Launay, Roussel et al. 1978; Chen et Dappolonia 1985; Addo, Coahran et al. 1990; Kitissou 1995) et notamment à l'élasticité de la pâte. La présence d'une relation aussi forte entre la teneur en F_i de la farine et l'I.E. montre l'importance de cette teneur en F_i sur la rhéologie de la pâte.

Dans la mesure où la teneur en Fi des pâtes diminue lors du pétrissage et où son recouvrement lors du repos de la pâte est partiel dans certaines conditions (IIIA1), il peut paraître surprenant de d'obtenir une corrélation aussi marquée entre la teneur en Fi initiale des farines et les propriétés de la pâte après mélange. Une différence importante entre l'alvéographe et l'étude réalisée au Plastographe dans la partie IIIA1 est que l'essai alvéographique standard utilise une durée de mélange fixe, et non pas une durée de mélange ajustée au développement optimum de la pâte (minimum de Fi toujours atteint). Il a ainsi été montré que la diminution de la teneur en Fi de la pâte jusqu'à la valeur minimale à l'alvéographe nécessite une durée de mélange de 20 minutes (Surel, Darde et al. 2006), bien supérieure à la durée de mélange standard utilisée ici (1 minute de prémélange puis 6 minutes de mélange). La pâte étant laissée à reposer 20 minutes entre le malaxage et le test de déformation, permettant ainsi probablement le recouvrement du Fi, on peut ainsi penser que la teneur en Fi de la pâte lors du test alvéographique est proche de la teneur en Fi initiale de la farine. La teneur en Fi de la pâte déterminerait alors son élasticité, ce qui est un résultat intéressant pour le domaine de la boulangerie. Ce résultat va également dans le sens de travaux précédents montrant que la teneur en Fi des glutens augmente leur élasticité (Auger 2008).

Dans la mesure où l'I.E. des farines est de plus en plus fourni dans la littérature scientifique et techniques, cette corrélation pourrait également être utilisée pour déduire l'UPP et la teneur en Fi d'une variété (éq. 17 et 18 déduites de la Fig. III.36).

$$\text{UPP} = 10,8 + 0,66 \times \text{I.E.} \quad (\text{éq. 17})$$

$$\text{Fi} = 0,34 \times \text{I.E.} + 1,17 \quad (\text{éq. 18})$$

(e) Détermination de la qualité boulangère de la farine à l'aide du Gluten Peak Tester

Dans le chapitre IIIC1, on est parvenu à relier les propriétés du développement de la pâte à partir du test au GPT. Le Tableau III.21 montre l'existence de corrélations entre le couple de latence au GPT et l'absorption d'eau et entre l'élévation du couple au GPT et la force boulangère W. L'accès à l'évolution du couple au cours du développement au GPT permettrait ainsi d'accéder à certaines caractéristiques de la qualité boulangères. On présente ces corrélations dans la Fig. III.37.

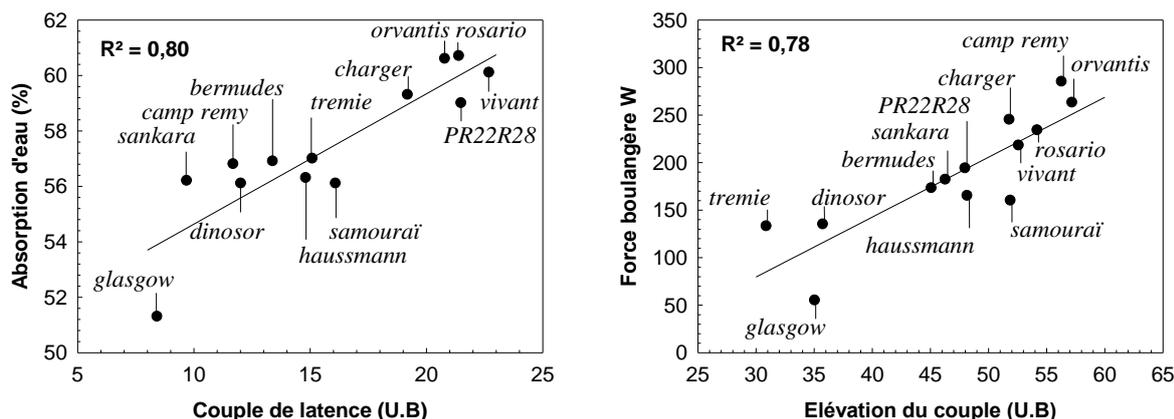


Fig. III.37. Relations entre le couple de latence au GPT et l'absorption d'eau et entre l'élévation du couple au GPT et la force boulangère.

La valeur du couple pendant le mélange et son élévation pendant la formation du réseau varient fortement parmi les farines testées (Fig. III.37): le couple de latence varie sur une plage de 8 à 23 U.B, l'élévation du couple de 31 à 58 U.B. La valeur du couple de latence est corrélée à l'absorption d'eau obtenue au Farinographe ($R^2 = 0,80$). L'écart entre le couple maximum et le couple de latence est relié à la force boulangère (W) mesurée par l'Alvéographe ($R^2 = 0,78$). Cette augmentation du couple lors de la formation du réseau serait liée également à la quantité de gluténines insolubles dans la pâte comme la force boulangère. Ces deux corrélations permettent d'obtenir en un test rapide avec le GPT une prédiction de l'absorption d'eau du Farinographe et de la force boulangère à l'Alvéographe (éq. 19 et 20).

$$WAM = 0,5 \times \Gamma_{GPT} + 49 \quad (\text{éq. 19})$$

$$W = 5,9 \times \Delta\Gamma_{GPT} - 81,4 \quad (\text{éq. 20})$$

Conclusions

Aucun des critères de la qualité boulangère ne renseigne directement sur l'aptitude de la farine à être fractionnée en gluten et amidon. En revanche, il existe un certain nombre de corrélation entre certains paramètres des appareils classiques et les paramètres d'utilisation de la farine dans le procédé amidonnier.

Les paramètres caractérisant la capacité des farines à former des pâtes de viscosité élevées (absorption d'eau au Farinographe, couple à E/F=1 à 3000 rpm au GPT et E/F_{5Pa.s} au Plastographe) sont bien corrélés entre eux. L'EMS intrinsèque au Plastographe et l'EMS du Farinographe sont reliés entre eux et au paramètre P_{seuil}. On peut les relier globalement à la proportion de gluténines insolubles dans le SDS (UPP, Fi) de la farine. Cette valeur est elle-même reliée de manière très forte à l'indice d'élasticité de l'Alvéographe. La force boulangère est reliée à la teneur de gluténines insolubles dans le SDS de la farine (P x Fi). Cette force du réseau de gluten semble également reliée à l'élévation du couple mesurée au GPT. Mis à part l'absorption d'eau, les paramètres du Farinographe sont corrélés entre eux, et sont liés partiellement à la teneur en protéines.

Cette étude montre que les paramètres de la qualité boulangère (W, P/L, DDT notamment) et de la qualité amidonnière sont relativement déconnectés. Ce résultat est intéressant dans l'optique de la sélection et l'achat de la matière première. Parmi les tests couramment réalisés, un certain nombre de paramètres comme l'indice d'élasticité ou l'absorption d'eau pourraient néanmoins être utilisé avec profit dans le procédé amidonnier.

Enfin, cette comparaison des mélangeurs montre l'intérêt des tests basés sur le suivi de couple au cours du développement comme le GPT, dans la mesure où ils permettent d'accéder à de nombreuses informations de manière ciblées (absorption d'eau, demande en énergie, force du gluten). Au contraire, les critères issus de tests de comportement de la pâte après mélange comme l'Alvéographe seraient liés à l'interaction de nombreux phénomènes et sont plus difficiles à interpréter.

IV Discussion générale

IVA. Contrôle du procédé

IVA1 Adaptation du procédé à la farine

Trois facteurs apparaissent clefs pour le contrôle des étapes de mélange et de repos du gluten : la puissance de mélange (liée à la vitesse de mélange et à la viscosité des farines pour une teneur en eau donnée, indiquée par $E/F_{5Pa.s}$), l'EMS intrinsèque (E) et la puissance seuil (P_{seuil}). Une des difficultés principales quant à l'application de ces critères au contrôle du procédé industriel est de pouvoir les mesurer rapidement. La détermination de ces trois facteurs au Plastographe nécessite plusieurs tests, relativement longs à réaliser par ailleurs. La prédiction de ces caractéristiques à partir de la mesure de la composition biochimique des farines est également possible, mais nécessite plusieurs mesures pour être complète (teneur en UPP, AE, AX_{sol} au minimum). Ces analyses semblent intéressantes pour interpréter un problème en production avec un lot de blé après qu'il ait eu lieu, mais ne permettent pas une aide au contrôle du procédé en routine.

Le Gluten Peak Tester, en permettant de déterminer en un seul test de quelques minutes les paramètres E et $E/F_{5Pa.s}$ avec une précision comparable à l'analyse biochimique constitue un outil intéressant en ce sens. On compare ainsi le classement des 25 farines étudiées avec ces deux appareils (Gluten Peak Tester et Plastographe) vis à vis de leur demande en énergie et de leur viscosité au Plastographe (EMS intrinsèque et E/F_5) et au GPT (EMS et couple pour $E/F = 1$ à 3.000 rpm) en Fig. IV.1 et en Fig. IV.2.

On observe que le positionnement des farines vis à vis de leur demande en énergie et de leur viscosité est comparable avec les deux appareils. La question demeurant est de savoir quelle variation de viscosité et de demande en énergie a des conséquences significatives dans le procédé.

La limite d'utilisation du Gluten Peak Tester est qu'il ne permet pas d'appréhender la phase de maturation. Dans la mesure où la phase de repos n'induit pas de consommation d'énergie importante et ne semble pas induire d'effets délétères, on peut imaginer laisser par défaut une phase de repos dans le procédé ; selon les farines cette phase sera alors utile ou superflue.

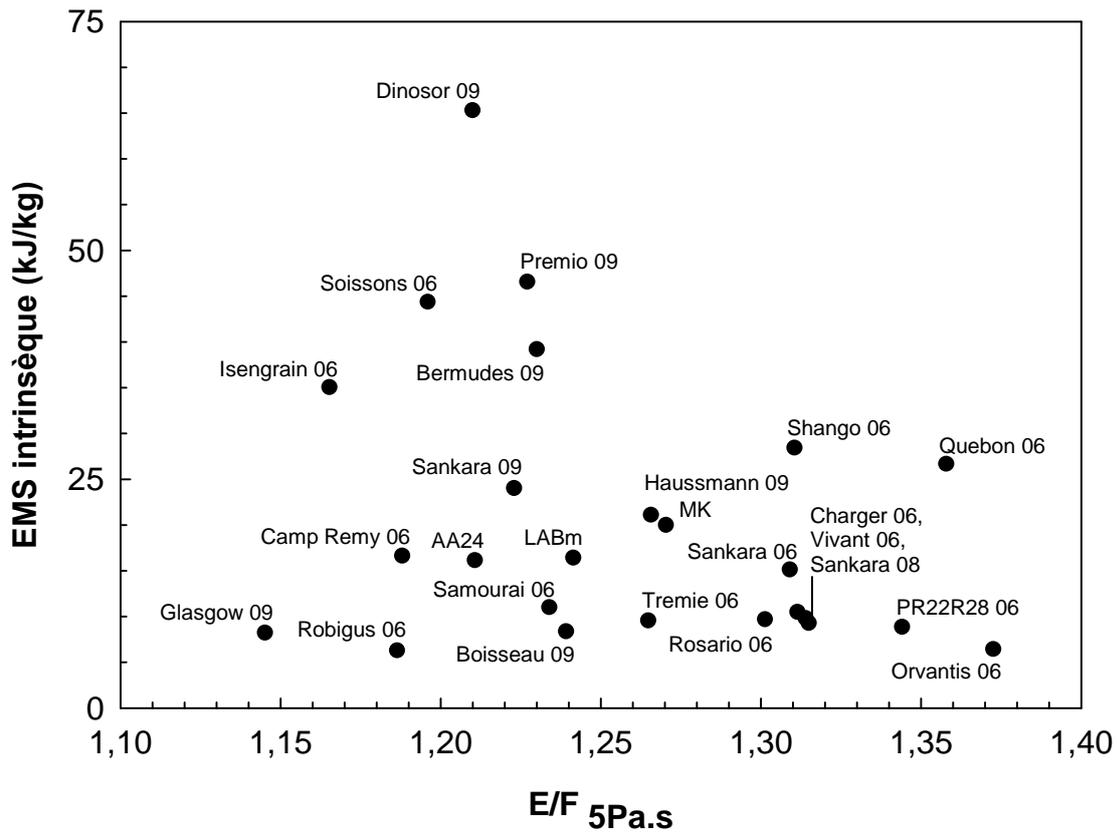


Fig. IV.1. Répartition des farines selon $E/F_{5Pa.s}$ et l'EMS intrinsèque au Plastographe.

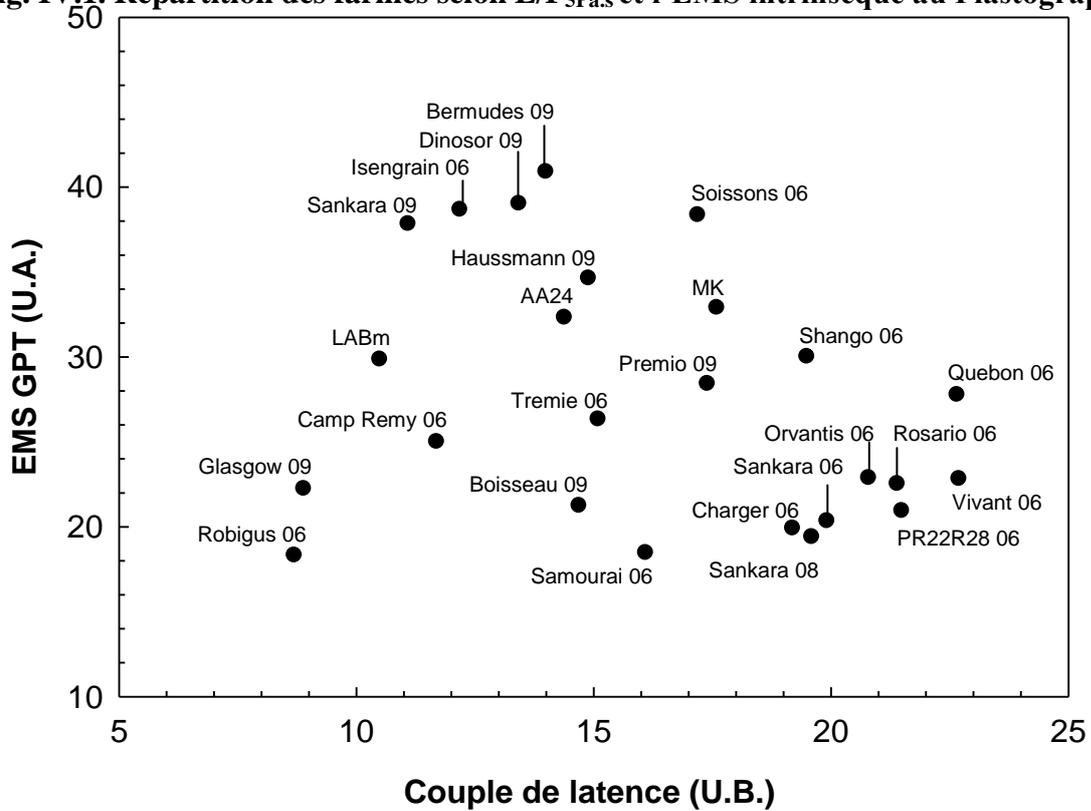


Fig. IV.2. Positionnement des farines vis à vis du couple et de l'EMS avec le GPT.

Le point le plus critique pour l'application de cette étude au contrôle du procédé réel est d'extrapoler les capacités d'extraction des farines à t_{pic} réalisée ici à l'extraction en sous-pétrissage, procédé industriel le plus commun. Des travaux précédents ont montré que les rendements d'extraction des farines en sous-pétrissage dépendaient fortement des variétés (Auger 2008). La question qui se pose désormais est de comprendre les paramètres induisant les variations de rendement en sous-pétrissage parmi les farines, à la lumière de cette étude.

IVA2 Contrôle de la qualité du gluten extrait

En plus du rendement d'extraction, maîtriser la qualité du gluten extrait serait un axe d'amélioration du procédé qui permettrait potentiellement de mieux valoriser ce coproduit. Les chapitres IIIA et IIIB montrent à la fois l'importance des conditions de mélange et de la farine utilisée sur la composition biochimique du gluten.

Le chapitre IIIA montre en particulier l'effet des conditions de mélange sur la teneur en UPP du gluten. Vu l'importance de la teneur en UPP sur le développement du gluten (chapitre IIIB1), sur ses propriétés rhéologiques (Auger 2008) et sur l'indice d'élasticité et la force boulangère des farines à l'Alvéographe (chapitre IIIC2), on peut suspecter que cette teneur ait un impact important sur la qualité d'utilisation du gluten. Le chapitre IIIB1 montre en outre un impact fort de la farine sur divers paramètres de compositions du gluten (UPP, rapport glut./gliad.). L'impact de ces différents paramètres sur les propriétés du gluten récupéré est également à étudier ; on peut imaginer se baser sur certains de ces critères pour segmenter le gluten en produits de qualités d'usage différentes selon les lots de farines à l'entrée du procédé.

Dans la mesure où l'utilisation principale du gluten est d'être un agent correcteur des farines en boulangerie, on peut s'interroger sur son mode d'action en tant que correcteur. L'étude réalisée ici illustre la variété des paramètres en jeu pour déterminer une propriété simple comme le temps de développement du réseau à un rapport E/F donné. L'ajout de gluten en boulangerie doit probablement chercher à améliorer des propriétés de la pâte différentes selon les farines et selon les secteurs (viscosité, W, P/L). Plus que la détermination d'un gluten « meilleur » qu'un autre, la segmentation en gluten selon des critères spécifiques (gluten « de force », gluten « extensible »...) pourrait être un axe de développement pertinent.

IVB. Mesure de la « qualité amidonnaire » des farines

Pour réaliser cette étude, un ensemble important de farines a été constitué et analysé. Une question qui découle de ce travail est de caractériser les farines de bonnes « qualité amidonnaire ». Contrairement au procédé boulanger, il n'existe pas en effet de critères communément admis pour définir la qualité amidonnaire d'une farine. Si l'on se réfère à l'étude réalisée ici, on peut suggérer de qualifier une farine de bonne qualité amidonnaire si elle possède un rendement d'extraction du gluten élevé (ce co-produit ayant la plus forte valeur ajoutée) et si elle nécessite une faible demande d'énergie pour être développée. Ces deux paramètres paraissent les plus critiques car ils ne peuvent pas être modifiés par les conditions de mélange ; à l'inverse, les différences de viscosité parmi les farines à un rapport E/F donné peuvent être contrôlées en ajustant la quantité d'eau rajoutée à la pâte, et la nécessité d'une phase de maturation palliée en ajoutant une phase de repos de la pâte dans le procédé. On cherche ici à classer et organiser les farines en catégories à la lumière des analyses réalisées.

IVB1 Analyse par composantes principales de la qualité des farines

Pour les besoins de l'étude, on a séparé dans ce travail l'analyse du développement et de l'extraction du gluten en plusieurs parties distinctes : analyses biochimiques et technologiques des farines, déterminisme de l'énergie et du temps de développement, viscosité de la pâte, propriétés d'extraction. Pour représenter de manière plus globale les relations entre ces propriétés distinctes, on réalise une analyse en composantes principales des farines à l'aide du logiciel XLstat (Addinsoft, USA) en utilisant l'ensemble des farines utilisées dans cette étude. Compte-tenu du nombre de facteurs et de la présence de données manquantes (remplacées par la moyenne des mesures), cette représentation est moins précise que l'étude détaillée réalisée dans les chapitres précédents, mais permet d'avoir une vue d'ensemble des paramètres de qualité des farines et de leurs relations respectives. On représente la contribution des différents paramètres mesurés sur les deux composantes principales F1 et F2 (calculées par le logiciels pour maximiser la variance) en Fig. IV.3 et en Fig. IV.4.

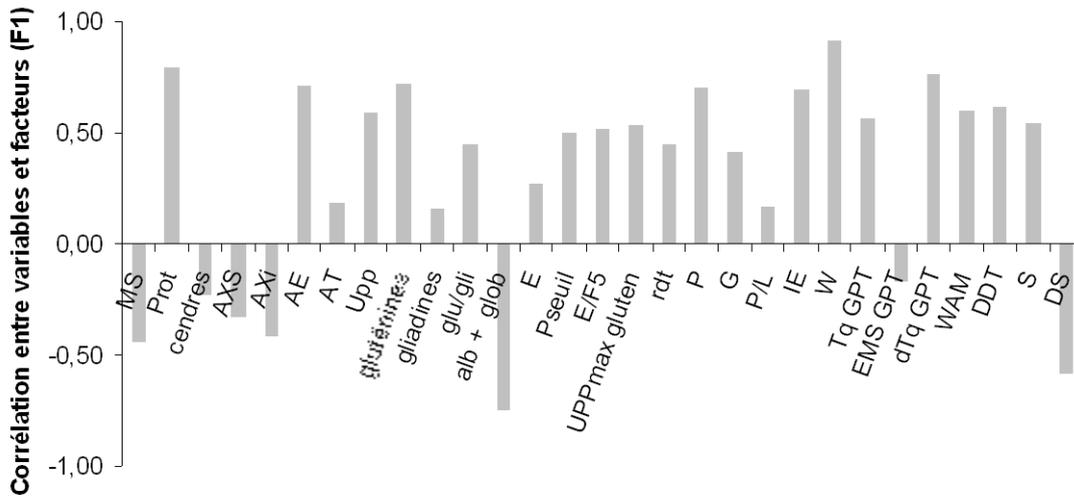


Fig. IV.3. Contributions des variables à l'axe F1 de l'ACP des farines

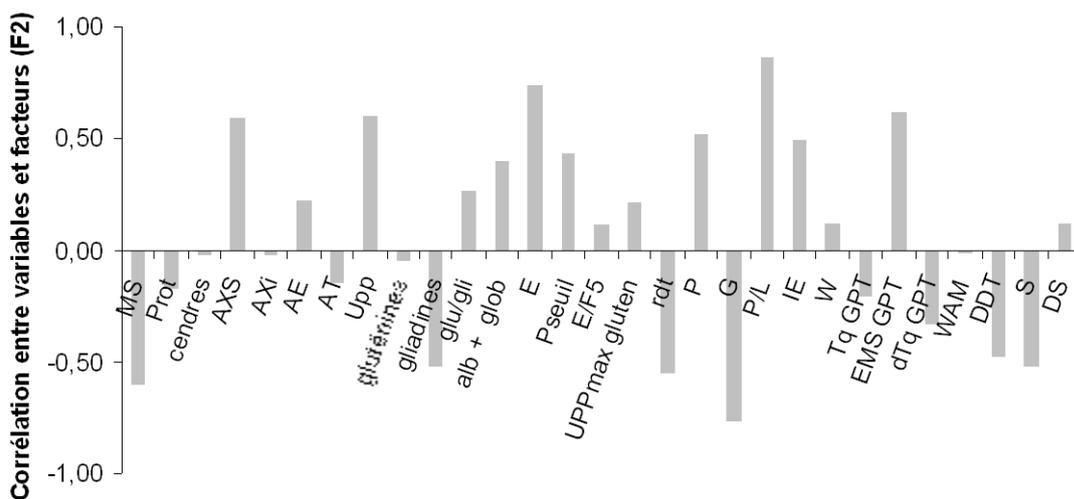


Fig. IV.4. Contributions des variables à l'axe F2 de l'ACP des farines

L'axe F1 est relié positivement à la teneur en protéines des farines et aux paramètres partiellement reliés: W de l'Alvéographe, élévation du couple au GPT, durée de développement et absorption d'eau au Farinographe notamment. Comme il a été vu précédemment (IIIB1(c), (Morel et Bar-L'Helgouac'h 2000)), la teneur en protéines est également anti-corrélée avec les teneurs en albumines et globulines. Le degré d'affaiblissement au Farinographe est également anti-corrélé avec ce paramètre.

L'axe F2 est relié positivement avec les paramètres rendant compte de la demande en énergie pour développer la pâte, comme la teneur en UPP, l'EMS intrinsèque (Plastographe)

et l'EMS du GPT. D'autres paramètres contribuent positivement à cet axe (P/L, AX_{sol}), et négativement (G), de façon plus difficile à interpréter.

On représente graphiquement la distribution des paramètres et des farines sur ces deux axes respectivement en Fig. IV.5 et Fig. IV.6.

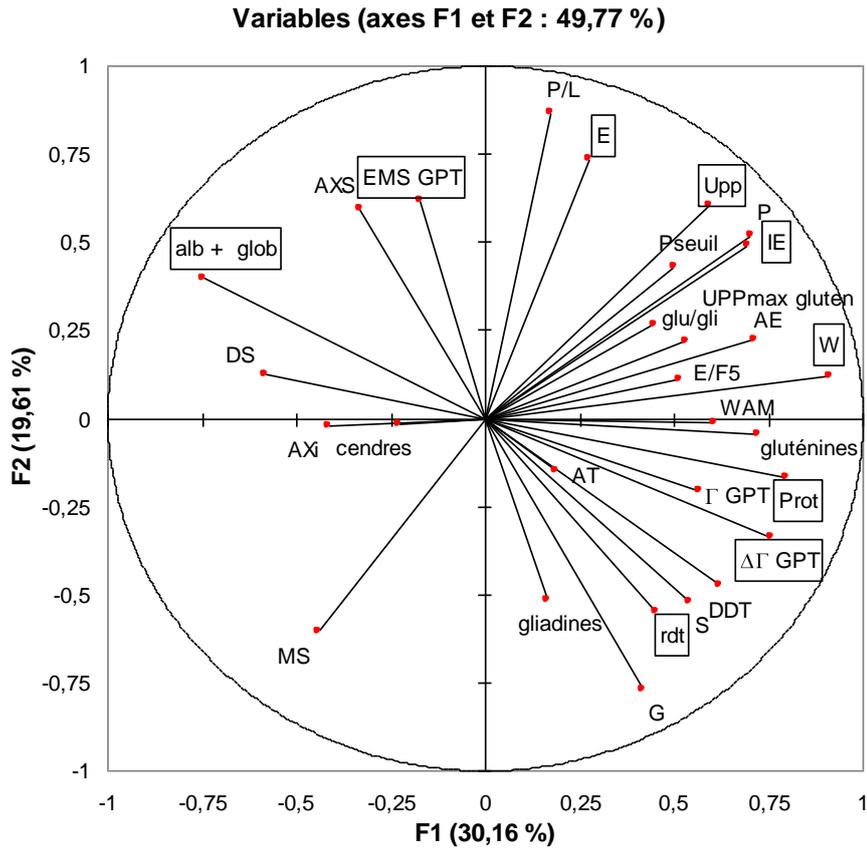


Fig. IV.5. Analyse par composantes principales des facteurs discriminants des farines

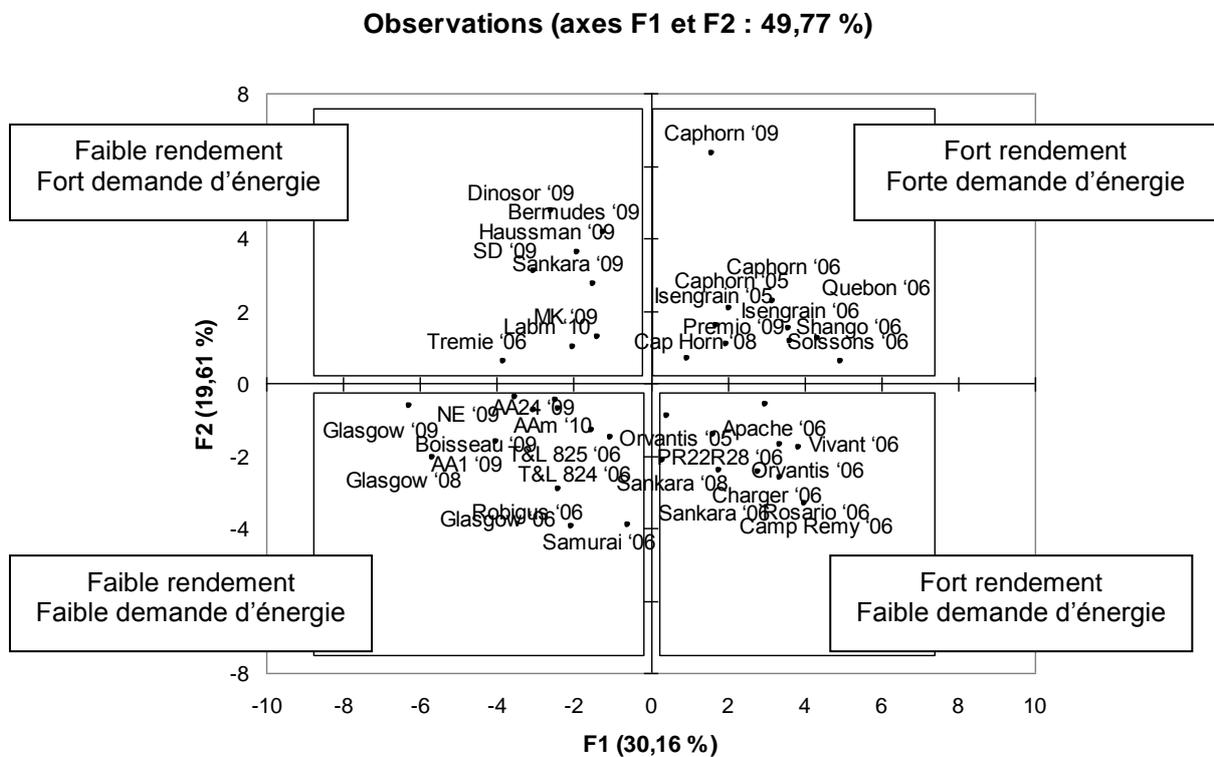


Fig. IV.6. Répartition des farines sur les axes F1 et F2 de l'ACP

Comme le laissent suggérer les résultats précédents, le facteur rendement (rdt) est orthogonal avec l'énergie intrinsèque (E), ce qui signifie que ces deux critères sont décorrélés. Cette absence de corrélation est un résultat très important car il signifie qu'il est possible de trouver des farines satisfaisant ces deux critères d'extraction.

Comme il a été noté dans la Fig. III.18, les farines présentant les rendements d'extraction des protéines les plus élevés sont celles possédant les plus fortes teneurs en protéines. En accord avec le chapitre IIIC2, la Fig. IV.5 illustre que ces caractéristiques se traduisent également par une forte élévation du couple au GPT, un temps de développement élevé au farinographe ou une faible teneur en protéines solubles (alb + glob.). La demande en énergie est quant à elle reliée essentiellement à la teneur en UPP des farines, ce qui correspond à un faible indice d'élasticité à l'alvéographe et une faible EMS au GPT. Dans la Fig. IV.6 sont représentées la position des farines vis-à-vis de ces deux critères.

Au coin inférieur droit (axe F1 « protéines » positif, axe F2 « demande en énergie » négatif), plusieurs farines respectent ces deux conditions, à savoir un rendement élevé et une faible demande en énergie : orvantis 2006 et 2008, camp remy 2006, sankara 2006 et 2008, charger 2006, rosario 2006, vivant 2006, PR22R28 2006. Ces farines possèdent toutes l'appartenance au génotype HMW-GS 2/12 (associé à une faible teneur en UPP, IIIB1) et au type hard /mid-hard (les farines soft possédant des teneurs en protéines faibles, IIIB1).

Au coin supérieur droit (F1 positif, F2 positif), se trouvent les farines de bons rendements mais nécessitant des apports d'énergie élevés : l'ensemble des farines Caphorn (2005, 2006, 2008, 2009), isengrain 2005 et 2006, quebon 2006, shango 2006, premio 2009 soissons 2006. Ces farines sont toutes de type 5/10, donc d'UPP élevée. Parmi toutes les farines testées et à notre connaissance le type 5/10 n'est jamais associé au phénotype soft.

Au coin inférieur gauche (F1 négatif, F2 négatif) se trouvent les farines de mauvais rendements et de faibles demandes en énergie : glasgow 2006, 2008 et 2009, robigus 2006, samourai 2006, boisseau 2009 et la majorité des farines industrielles : AA1, AA24, t&l 824 et t&l 825, NE 2009 et AAm 2010. glasgow, robigus et samourai sont des blé soft à tendance biscuitière, de faible teneurs en protéines. Boisseau est une farine particulière, 5/10 mais porteuse d'une translocation 1BL/1RS. Le paramètre « matière sèche » est associé à cette position. Ce paramètre ne serait pas causal, mais associé au fait que les farines softs et les

farines industrielles (majorité de cette catégorie) ont été conditionnées à des teneurs en eau différentes des autres farines.

Au coin supérieur gauche (F1 négatif, F2 positif) se trouvent les farines de mauvais rendements et nécessitant des fortes énergies de développement. On note une sur-représentation des farines de la récolte 2009 dans ce groupe : bermudes 2009, dinosor 2009, haussman 2009, sankara 2009), à la fois des farines 5/10 et 2/12. Se trouvent également quelques farines industrielles (SD 09, MK 09, LABm 10) et tremie 2006 (farine non soft mais de faible teneur en protéines) dans cette catégorie. Ces farines possèdent généralement des teneurs élevées en AX solubles et en protéines solubles (albumines et globulines).

Une autre information intéressante de cette analyse, déjà évoqué, est la déconnexion partielle de la force boulangère (W de l'alvéographe) avec la qualité amidonnière définie précédemment. La force boulangère étant proportionnelle au produit $P \times Fi$ (Fig. III.35), cette grandeur est intermédiaire entre l'EMS intrinsèque et le rendement, deux facteurs antagonistes dans la qualité amidonnière. On pourra éviter les farines de W les plus faibles (farines soft, de faibles teneurs en protéines et d'UPP faibles) et les plus forts (teneurs en protéines élevées et UPP élevées également).

IVB2 Détermination de méthodes rapides de qualification de la qualité des farines

On a montré dans le chapitre IIIC2 que dans les conditions fixées, l'EMS mesurée avec le GPT est reliée à l'EMS intrinsèque au Plastographe et l'élévation du couple à la teneur en protéines. Le Gluten Peak Tester permet d'apporter en un test la position approximative d'une farine dans ce classement : l'EMS doit alors être la plus faible possible (E faible) et l'élévation du couple le plus élevé possible (forte teneur en protéines). On représente dans la Fig. IV.7 le classement ainsi obtenu avec les 26 farines étudiées avec le GPT.

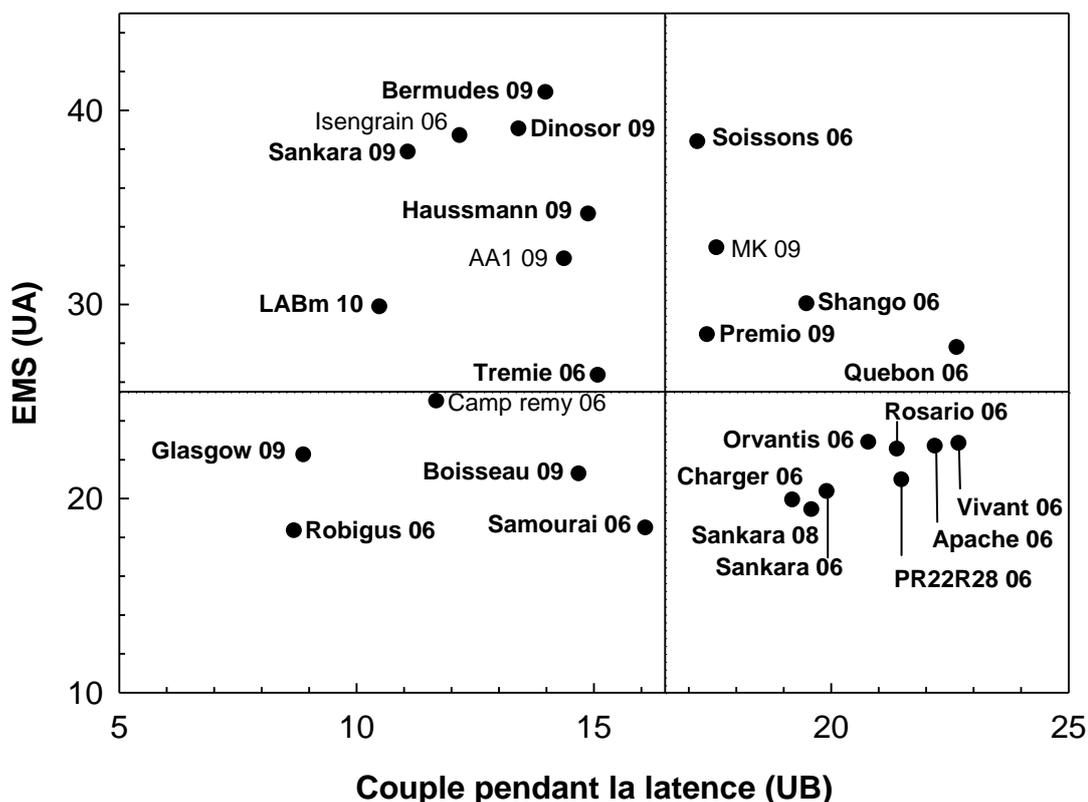


Fig. IV.7. Classement des farines selon leur couple pendant la latence et leur EMS avec le Gluten Peak Tester

Les valeurs d'EMS et de couple sont mesurées avec le GPT pour E/F=1 (b.h.) et N=3000rpm. On note en gras les farines positionnées dans le même quart que dans la Fig. IV.6.

On parvient à classer les farines à l'aide de ces deux paramètres seulement (couple et EMS au GPT pour E/F=1 et N=3000 rpm) dans la même catégorie que dans la Fig. IV.6 avec

l'ensemble des analyses pour 22 des 26 farines testées avec le GPT. Utilisée de cette manière, le GPT permettrait donc de discriminer la qualité amidonnaire des farines de manière rapide et pertinente. En suivant la même démarche, on pourrait utiliser des couples de données alvéographiques (rapport W/I.E. ; I.E.) ou encore (teneur en protéines ; I.E.) pour classer les farines de manière similaire. L'intérêt cette fois est de pouvoir prédire approximativement la qualité de blés à partir de données documentées.

IVC. Implications sur l'étude des mécanismes de développement du gluten

- **Implication sur l'étude du développement du gluten et des paramètres associés**

Une avancée de l'étude est d'être parvenu à découpler clairement trois caractéristiques des farines : leur aptitude à former une pâte de viscosité élevée (effet des AX et des amidons endommagés) ; la quantité d'énergie minimale à apporter pour les développer (effet de la teneur en UPP) ; la nécessité d'une phase de maturation (effet partiel de l'UPP, du NEMI, de la dimédone). Compte-tenu du nombre de tests réalisés pour mettre en place et valider ce modèle, il n'a pas été possible de réaliser une étude exhaustive des effets des paramètres du mélange et des additifs, et l'on s'est focalisé sur les composants de la farine et sur quelques additifs ciblés. Cette démarche pourrait être utilisée avec profit pour tester l'effet de différents auxiliaires technologiques utilisés classiquement dans le procédé, ainsi que pour tester les effets de divers paramètres du procédé comme la température ou la dureté de l'eau d'empilage. Le premier enjeu de cette étude serait de cerner le mode d'action des auxiliaires technologiques, afin de maîtriser leur utilisation. Par exemple, l'utilisation d'un additif permettant de s'affranchir de la phase de repos serait efficace dans un procédé utilisant une pâte peu consistante (procédé batter par exemple) et inefficace avec des pâtes consistantes (procédé dough). Le second prolongement possible serait d'utiliser des additifs de mode d'action précis à la manière du chapitre IIIA2 pour chercher à cerner un phénomène particulier, la nature du développement temporel du gluten notamment.

- **Mise en évidence d'un développement mécanique et temporel du gluten**

L'objectif principal de cette étude est de comprendre l'implication des paramètres du procédé et des composants de la farine sur le développement du gluten et sur son extraction. Ces résultats permettent cependant également d'éclairer certains phénomènes ayant lieu lors du développement du réseau gluten. Un résultat original de cette étude est notamment la mise en évidence d'un phénomène de développement mécanique du gluten, liée à la teneur en UPP des farines, et d'un phénomène temporel, partiellement lié à l'UPP et sensible au NEMI et à la

dimédone. L'importance respective de ces deux phénomènes serait fonction des conditions de mélange, le phénomène temporel se caractérisant par une augmentation de l'EMS.

Cas où le développement mécanique est limitant (EMS = EMS intrinsèque)

L'énergie intrinsèque correspondrait à l'énergie nécessaire pour réaliser l'ensemble des phénomènes nécessitant un apport de cisaillement et/ou d'élongation du gluten et de distribution des composants dans la pâte : agglomération des protéines, diminution du Fi, distribution des filaments protéiques pour former un réseau cohérent.

Lors du mélange de la pâte, certaines de ces transformations seraient relativement concomitantes (agglomération des protéines, diminution du Fi), la filamentation étant la dernière étape. La relation partielle entre UPP et EMS intrinsèque (Fig. III.17) indiquerait plusieurs déterminismes différents.

Pour les farines de faibles teneurs en UPP (inférieures à 42% environ), le phénomène de diminution de l'UPP ne serait pas limitant et la demande en énergie intrinsèque de la farine correspondrait à la quantité d'énergie nécessaire à agglomérer et distribuer les protéines pour former un réseau ; cette demande en énergie serait de l'ordre de 10 kJ/kg. La diminution du Fi étant non limitante, un délai aurait lieu entre le moment où le Fi atteint sa valeur minimum et t_{pic} .

Pour les farines à forte UPP (supérieures à 42%), la diminution de l'UPP serait le phénomène limitant vis à vis des autres transformations nécessitant un apport d'énergie. La valeur d'EMS intrinsèque augmenterait globalement avec l'UPP de la farine (Fig. III.17). Dans ce cas, le temps de développement optimum de la pâte coïnciderait avec le moment où la teneur en Fi atteindrait sa valeur minimale.

Cas où la réaction de maturation est influente (EMS > EMS intrinsèque)

Le positionnement de la phase dite de maturation vis-à-vis de la diminution du Fi n'est pas claire. On peut faire deux hypothèses quant à ses relations : la maturation pourrait être une réaction successive totalement dissociée de la diminution de Fi, ou bien une réaction qui

viendrait contrecarrer et ralentir la diminution de Fi au cours du mélange.

La relation entre recouvrement du Fi et la phase de développement temporel est également complexe à interpréter. Des travaux précédents ont montré que l'ajout de NEMI avait pour effet de diminuer significativement la capacité de recouvrement de la fraction insoluble (Auger 2008). L'effet marqué du NEMI pourrait laisser penser que cet additif agirait en bloquant la réaction de reformation du Fi au cours du développement, accélérant ainsi la cinétique de diminution du Fi. Les tests d'arrêt du mélange réalisés dans le chapitre IIIA2 montre cependant que l'inclusion d'une période d'arrêt ne diminue pas la capacité de recouvrement du Fi. Il semble donc que le Fi ne soit pas le seul paramètre entrant en jeu. On peut faire l'hypothèse que la quantité de Fi et sa capacité de recouvrement ne soit pas le seul paramètre influant, mais que la teneur en Fi et sa capacité de recouvrance soit le reflet d'un ensemble de réactions plus complexe.

Par ailleurs, comme le montre le positionnement partiellement relié des farines sur les diagrammes E / P_{seuil} et cet effet ambigu du NEMI, il est possible que le développement mécanique et le développement temporel soit relié par un facteur commun au sein d'un mécanisme plus complexe. Une étude plus exhaustive des effets d'additifs et en particulier de l'environnement oxydo-réducteur sur la cinétique de diminution et de recouvrement de Fi pourrait permettre de mieux cerner ces relations.

V Conclusions et perspectives

L'objectif de cette étude a été de comprendre et de modéliser les interactions entre les conditions de mélange et les composants de la farine sur le développement et l'extraction du gluten. Pour réaliser cet objectif, la stratégie mise en œuvre a été de bâtir un modèle général pour le développement du gluten faisant apparaître des critères propres aux farines. On a ensuite testé la validité de ce modèle avec un ensemble conséquent de farine et avec un mélangeur de géométrie différente (Gluten Peak Tester). La dernière étape a été de relier les composants biochimiques de la farine aux paramètres caractéristiques du développement et de l'extraction du gluten (rendement d'extraction, composition du gluten). On a enfin cherché à déterminer ces paramètres à l'aide de différents mélangeurs permettant une détermination plus rapide des propriétés de la farine en vue du contrôle qualité à l'entrée du procédé ou de la sélection variétale.

En s'appuyant sur les travaux précédents (Auger 2008), un modèle reliant la durée et l'énergie pour le développement du gluten aux conditions de mélange a été réalisé (éq. 10). L'avancée de ce modèle est de parvenir à une relation simple permettant de prendre en compte les effets de la teneur en eau de la pâte et la vitesse de mélange sur le développement, mais aussi de faire émerger des critères propres au développement: l'EMS intrinsèque et la puissance seuil. Par rapport aux travaux existants, ce modèle permet d'appréhender le développement du gluten sur une large gamme de conditions de mélange, ce qui permet de donner une cohérence à des résultats apparemment contradictoires. De ce point de vue, les caractéristiques du développement des pâtes boulangères (EMS constante, recouvrement de l'UPP) peuvent s'appréhender comme un cas particulier valable pour les puissances de mélange élevée (rapport E/F faible).

Sur le plan opérationnel, ce modèle permet de rationaliser le contrôle des opérations de malaxage et de repos de la pâte. Ce travail apporte par ailleurs des bases pour l'étude des mécanismes de développement du gluten. Un résultat original est notamment d'avoir mis en lumière un phénomène de développement temporel du gluten qui vient s'ajouter pour les faibles puissances de mélange au développement mécanique. Si les réactions liées au mélange de la pâte sont documentées (diminution de la teneur en Fi/UPP, agglomération et filamentation du gluten), la nature des phénomènes ayant lieu lors de la réaction temporelle reste quant à elle à élucider. L'étude des effets du NEMI et de la dimédone laisse supposer

l'existence d'un phénomène mettant en œuvre des mécanismes d'oxydo-réduction, mais cette étude reste à ce stade des résultats préliminaires. L'étude des effets d'additifs ciblés sur le développement mécanique et temporel du gluten permettrait d'éclairer cette phase.

En plus de fournir des clefs pour le contrôle du procédé, cette étude fait apparaître des critères de caractérisation des farines spécifiques au développement et à l'extraction du gluten et correspondant chacun à un phénomène bien défini : la demande énergétique pour développer les pâte issues de chaque farine (EMS intrinsèque), le développement temporel de la pâte (P_{seuil}), la viscosité caractéristique de la pâte ($E/F_{5Pa.s}$ et $E/F_{20Pa.s}$), le rendement d'extraction à t_{pic} (rdt) et la capacité de recouvrement maximale de l'UPP (UPP_{max}). Ces paramètres sont intrinsèques aux farines et ne dépendent pas des conditions de mélange (teneur en eau de la pâte, vitesse de mélange) à la différence des paramètres traditionnels comme par exemple la durée de développement la plupart des critères de qualité boulangère. Une autre avancée de cette étude a été de relier ces paramètres à la composition des farines, avec un bon coefficient de détermination pour la plupart. Parmi les relations observées, on peut retenir l'importance des gluténines de hauts poids moléculaires (type « 5/10 » ou « 2/12 ») et de l'UPP sur l'EMS intrinsèque et la puissance seuil ; le déterminisme de la viscosité de la pâte pendant la phase de latence par les teneurs en amidons endommagés et en arabinoxylanes solubles ; le déterminisme très fort du rendement d'extraction du gluten à t_{pic} par la teneur en protéines de la farine ; le déterminisme du recouvrement maximal de l'UPP du gluten par l'UPP initiale de la farine.

Un frein à l'application en routine de ces analyses pour l'adaptation du procédé à la farine entrante est la durée nécessaire à la réalisation de ces mesures. Le développement du Gluten Peak Tester comme outil prédictif des propriétés des farines montre qu'il est possible d'accéder à la plupart de ces paramètres avec une précision comparable à leur prédiction à partir de la composition biochimique. L'intérêt du Gluten Peak Tester est qu'il permet cette détermination à l'aide d'un test de pétrissage de quelques minutes seulement, ce qui rend ce test potentiellement applicable en contrôle qualité à l'entrée du procédé réel.

Enfin, la comparaison des critères mesurés par les différents mélangeurs montre qu'il est possible d'accéder à différents critères de la « qualité amidonnaire » des farines à l'aide de critères classiques ciblés au Farinographe ou à l'alvéographe. La prédiction des critères

pertinents du procédé amidonnier (énergie nécessaire au développement, rendement maximal d'extraction par exemple) à partir de critères classiques pourrait servir de support intéressant à l'achat des blés et à la sélection variétale.

L'application de cette étude au procédé réel doit encore cependant lever plusieurs barrières. En ce qui concerne le contrôle du procédé, l'analyse des échantillons industriels a révélé une variabilité beaucoup plus faible de ces farines par rapport aux farines issues de variétés pures. Il reste donc à déterminer quelle écart de variation de la qualité de la farine (EMS, $E/F_{5Pa.s}$) est significatif dans le procédé réel, et vérifier la capacité des différents outils développés dans cette étude à discriminer ces écarts de qualité. Un second point important est l'extrapolation des capacités d'extraction des farines à t_{pic} réalisée ici à l'extraction en sous-pétrissage, procédé industriel le plus commun. Des travaux précédents ont montré que les rendements d'extraction des farines en sous-pétrissage dépendaient fortement des farines. La question qui se pose désormais est de comprendre les paramètres induisant les variations de rendement en sous-pétrissage parmi les farines à la lumière de cette étude.

En plus de l'adaptation du procédé aux propriétés de la farine et l'exclusion de variétés, un autre axe d'amélioration possible serait de chercher à améliorer les farines dites « difficiles », par le procédé ou l'utilisation d'additifs. Si l'on peut pallier aux différences de nécessité d'un temps de maturation des farines (P_{seuil}) en ajoutant une phase de repos au procédé, on ne sait pas diminuer la demande en énergie (EMS intrinsèque) des farines les plus difficiles. Un autre axe d'amélioration possible serait de chercher à améliorer le rendement maximal d'extraction du gluten, en cherchant à diminuer les pertes de protéines solubles par exemple.

Un dernier point intéressant est la différence de composition des glutens, notamment en terme de teneur en UPP et en rapport gluténines/gliadines. Dans un but de diversification du gluten en produits de différentes qualités d'utilisation, il serait intéressant de chercher l'impact de ces teneurs sur la qualité d'utilisation du gluten.

Références bibliographiques

- Aamodt, A., E. M. Magnus et E. M. Færgestad (2003). "Effect of Flour Quality, Ascorbic Acid, and DATEM on Dough Rheological Parameters and Hearth Loaves Characteristics." Journal of Food Science **68**(7): 2201–2210.
- Aamodt, A., E. M. Magnus, K. Hollung, A. K. Uhlen et E. M. Færgestad (2005). "Dough and Hearth Bread Characteristics Influenced by Protein Composition, Protein Content, DATEM, and Their Interactions." Journal of Food Science **70**(3): 214–221.
- Addo, K., D. R. Coahran et Y. Pomeranz (1990). "A new parameter related to loaf volume based on the 1st derivative of the Alveograph curve." Cereal Chemistry **67**(1): 64–69.
- Amend, T., H. D. Belitz, R. Moss et P. Resmini (1991). "Microstructural studies of gluten and a hypothesis on dough formation." Food Structure **10**(4): 277–288.
- Anderson, R. A., Lancaster, E.B. (1957). "Recording apparatus for measuring some mixing characteristics of flour-water batters." Cereal Chemistry **34**: 379–388.
- Anderson, R. A., Pfeifer, V.F., Lancaster, E.B. (1958). "Continuous batter process for separating gluten from wheat flour." Cereal Chemistry **35**: 449–457.
- Anderson, R. A., Pfeifer, V.F., Lancaster, E.B., Vojnovich, C., Griffin, E.L. (1960). "Pilot-plant studies on the continuous batter process to recover gluten from wheat flour." Cereal Chemistry **37**: 180–188.
- Anderssen, R. S., P. W. Gras et F. MacRitchie (1998). "The rate-independence of the mixing of wheat flour dough to peak dough development." Journal of Cereal Science **27**(2): 167–177.
- Appolonia, B. L. d. et K. A. Gilles (1971). "Effect of various starches in baking." Cereal Chemistry **48**(6): 625–636.
- Appolonia, B. L. d. et K. A. Gilles (1971). "Pentosans associated with gluten." Cereal Chemistry **48**(4): 427–436.
- Auger, F. (2008). Etude des mécanismes d'agglomération du gluten au cours du pétrissage de suspensions farine - eau (Thèse), Montpellier Supagro, France.
- Auger, F., M.-H. Morel, M. Dewilde et A. Redl (2009). "Mixing history affects gluten protein recovery, purity, and glutenin re-assembly capacity from optimally developed flour-water batters." Journal of Cereal Science **49**(3): 405–412.
- Auger, F., M. Morel, J. Lefebvre, M. Dewilde et A. Redl (2008). "A parametric and microstructural study of the formation of gluten network in mixed flour-water batter." Journal of Cereal Science **48**(2): 349–358.
- Aussenac, T., J. L. Carceller et D. Kleiber (2001). "Changes in SDS solubility of glutenin polymers during dough mixing and resting." Cereal Chemistry **78**(1): 39–45.

- Baig, M. M. et R. C. Hosoney (1977). "Effects of mixer speed, dough temperature, and water absorption on flour-water mixograms." Cereal chemistry **54**(3): 605–615.
- Baltsavias, A., A. Jurgens et T. van Vliet (1999). "Large deformation properties of short doughs: Effect of sucrose in relation to mixing time." Journal of Cereal Science **29**(1): 43–48.
- Beccari, J. (1745). "*De frumento.*" De Bononiensi Scientarium et Artium Instituto atque Academia Comentariorum(2): 122–127.
- Bekes, F., F. Macritchie, J. F. Panozzo, I. L. Batey et L. O'Brien (1992). "Lipid mediated aggregates in flour and in gluten" Journal of Cereal Science **16**(2): 129–140.
- Bekes, F., U. Zawistowska et W. Bushuk (1983). "Lipid-mediated aggregation of gliadin." Cereal Chemistry **60**(5): 379–380.
- Bekes, F., U. Zawistowska et W. Bushuk (1983). "Protein-lipid complexes in the gliadin fraction." Cereal Chemistry **60**(5): 371–378.
- Bekes, F., U. Zawistowska, R. Zillman et W. Bushuk (1983). "Prediction of breadmaking quality of wheat cultivars from lipid content and composition." Cereal Foods World **28**(9): 565.
- Belton, P. (2007). "Letter to the editor." Journal of Cereal Science **46**(1): 97–98.
- Belton, P. S. (1999). "On the elasticity of wheat gluten." Journal of Cereal Science **29**(2): 103–107.
- Belton, P. S. et B. J. Dobraszczyk (2006). "Letter to the editor." Journal of Cereal Science **43**(2): 258–258.
- Berland, S. et B. Launay (1995). "Shear softening and thixotropic properties of wheat flour doughs in dynamic testing at high shear strain." Rheologica Acta **34**(6): 622–628.
- Bernardin, J. E. et D. D. Kasarda (1973). "The microstructure of wheat protein fibrils." Cereal Chemistry **50**: 735.
- Bietz, J. A. et J. S. Wall (1972). "Wheat gluten subunits: molecular weights determined by sodium dodecyl sulphate-polyacrylamide gel electrophoresis." Cereal Chemistry **49**(4): 416–430.
- Blakeney, A. B., P. J. Harris, R. J. Henry et B. A. Stone (1983). "A simple and rapid preparation of alditol acetates for monosaccharide analysis." Carbohydrate Research **113**(2): 291–299.
- Bloksma, A. H. (1990). "Dough structure, dough rheology, and baking quality." Cereal Foods World **35**(2): 237–244.

- Bohn, L. J. B., C. H. (1936). "Effect of mixing on the physical properties of dough." Cereal Chemistry **13**: 389–409.
- Bordes, J., G. Branlard, F. X. Oury, G. Charmet et F. Balfourier (2008). "Agronomic characteristics, grain quality and flour rheology of 372 bread wheats in a worldwide core collection." Journal of Cereal Science **48**(3): 569–579.
- Borneo, R. et K. Khan (1999). "Protein changes during various stages of breadmaking of four spring wheats: Quantification by size-exclusion HPLC." Cereal Chemistry **76**(5): 711–717.
- Bottomley, R. C., H. F. Kearns et J. D. Schofield (1982). "Characterization of wheat-flour and gluten proteins using buffers containing sodium dodecyl-sulfate." Journal of the Science of Food and Agriculture **33**(5): 481–491.
- Bushuk, W. (1966). "Distribution of water in dough and bread." Baker's Digest **40**: 38–40.
- Bushuk, W., R. L. Hay, N. G. Larsen, R. G. Sara, L. D. Simmons et K. H. Sutton (1997). "Effect of mechanical dough development on the extractability of wheat storage proteins from bread dough." Cereal Chemistry **74**(4): 389–395.
- Bushuk, W., Wrigley, C.W. (1974). "Proteins: composition, structure and function." In: Wheat: Production and Utilization, ed G.E. Inglett, Avi. Pub. Co., Westport, CT: 119–145.
- Campos, D. T., J. F. Steffe et P. K. W. Ng (1997). "Rheological behavior of undeveloped and developed wheat dough." Cereal Chemistry **74**(4): 489–494.
- Chamberlain, N., Collins, T.H., Elton, G.A.H. (1967). "The Chorleywood bread process: effect of rate of dough mixing." FMBRA Report No 1, Flour Millers and Bakers Research Association, Chorleywood, UK.
- Chandi, G. K. et K. Seetharaman (2012). "Optimization of gluten peak tester: a statistical approach." Journal of Food Quality **35**(1): 69–75.
- Chen, J. et B. L. Dappolonia (1985). "Alveograph studies on hard red spring wheat-flour." Cereal Foods World **30**(12): 862–867.
- Chin, I. L. et G. M. Campbell (2005). "Dough aeration and rheology: Part 1. Effects of mixing speed and headspace pressure on mechanical development of bread dough." Journal of the Science of Food and Agriculture **85**(13): 2184–2193.
- Christophersen, C., Andersen, E., Jakobsen, T.S., Wagner, P. (1997). "Xylanases in wheat separation." Starch - Stärke **49**: 5–12.
- Chung, O. K. et C. C. Tsen (1975). "Change in lipid-binding and distribution during dough mixing." Cereal Chemistry **52**(4): 533–548.

- Ciaffi, M., L. Tozzi et D. Lafiandra (1996). "Relationship between flour protein composition determined by size-exclusion high-performance liquid chromatography and dough rheological parameters." Cereal Chemistry **73**(3): 346–351.
- Cuq, B., N. Gontard et S. Guilbert (1998). "Proteins as agricultural polymers for packaging production." Cereal Chemistry **75**(1): 1–9.
- Danno, G. et R. C. Hoseney (1982). "Effects of dough mixing and rheologically active compounds on relative viscosity of wheat proteins." Cereal Chemistry **59**(3): 196–198.
- Davin, A., B. Godon, M. Nicolas et Y. Popineau (1984). "Incidences variétales sur le rendement d'extraction et les caractéristiques technologiques du gluten de blé." Industries des Céréales **29**: 5–13.
- Dexter, J. E., Matsuo, R.R. (1979). "Effect of water content on changes in semolina proteins during dough-mixing." Cereal Chemistry **56**: 15–19.
- Dexter, J. E., K. R. Preston, D. G. Martin et E. J. Gander (1994). "The effects of protein-content and starch damage on the physical dough properties and bread-making quality of canadian durum wheat." Journal of Cereal Science **20**(2): 139–151.
- Dik, T., F. Yondem-Makascioglu, C. H. Aytac et N. S. Kincal (2002). "Wet separation of wheat flours into starch and gluten fractions: the combined effects of water to flour ratio-dough maturation time and the effects of flour aging and ascorbic acid addition." Journal of the Science of Food and Agriculture **82**(4): 405–413.
- Dimler, R. J. (1963). "Gluten - The key to wheat's utility." Baker's Digest **37**: 52-57.
- Domenek, S., Brendel, L., Morel, M.H., Guilbert, S. (2004). "Swelling behavior and structural characteristics of wheat gluten polypeptide films." Biomacromolecules **5**: 1002–1008.
- Don, C. (2005). Factors affecting the hyper-aggregation of glutenin particles (Thesis), Wageningen University, The Netherlands.
- Don, C., W. J. Lichtendonk, J. J. Plijter, T. van Vliet et R. J. Hamer (2005). "The effect of mixing on glutenin particle properties: aggregation factors that affect gluten function in dough." Journal of Cereal Science **41**(1): 69–83.
- Edwards, N. M., M. C. Gianibelli, T. N. McCaig, J. M. Clarke, N. P. Ames, O. R. Larroque et J. E. Dexter (2007). "Relationships between dough strength, polymeric protein quantity and composition for diverse durum wheat genotypes." Journal of Cereal Science **45**(2): 140–149.
- Elhaddad, L., T. Aussenac, J. L. Fabre et A. Sarrafi (1995). "Relationships between polymeric glutenin and the quality characteristics for 7 common wheats (triticum-aestivum) grown in the field and greenhouse." Cereal Chemistry **72**(6): 598–601.

- Endo, S., K. Tanaka et S. Nagao (1985). "Studies on dough development. 2. Effects of mixing apparatus and mixing speed on the rheological and analytical properties of heated dough." Cereal Chemistry **62**(4): 272–275.
- Every, D., L. Motoi, S. Rao, S. Shorter et L. Simmons (2008). "Predicting wheat quality – consequences of the ascorbic acid improver effect." Journal of Cereal Science **48**(2): 339–348.
- Farahnaky, A. et S. E. Hill (2007). "The effect of salt, water and temperature on wheat dough rheology." Journal of Texture Studies **38**(4): 499–510.
- Farrand, E. A. (1969). "Starch damage and alpha amylase as bases for mathematical models relating to flour water absorption." Cereal Chemistry **46**: 103.
- Farrand, E. A. (1972). "Controlled Levels of Starch Damage in a Commercial United Kingdom Bread Flour and Effects on Absorption, Sedimentation Value, and Loaf Quality." Cereal Chemistry **49**: 479–488.
- Fellers, D. A. (1973). "Fractionation of wheat into major components." In: Industrial Uses of Cereals, ed Y. Pomeranz, AACC, St Paul, MN.: 207–228.
- Frazier, P. J., Daniels, N.W.R., Russell-Eggitt, P.W. (1975). "Rheology and the continuous breadmaking process." Cereal Chemistry **52**: 106–130.
- Frederix, S. A., C. M. Courtin et J. A. Delcour (2004). "Influence of process parameters on yield and composition of gluten fractions obtained in a laboratory scale dough batter procedure." Journal of Cereal Science **39**(1): 29–36.
- Frederix, S. A., Courtin, C.M., Delcour, J.A. (2003). "Impact of xylanases with different substrate selectivity on gluten–starch separation of wheat flour." Journal of Agricultural and Food Chemistry **51**: 7338–7345.
- French (1984). Organisation of starch granules. In: Starch: Chemistry and Technology Industrial Aspects, vol. II. A. P. eds R.L. Whistler and E.F. Paschall, New York: 183–212.
- Godon, B., M.-P. Leblanc et Y. Popineau (1983). "A small scale device for wheat gluten separation." Plant Foods for Human Nutrition (Formerly Qualitas Plantarum) **33**(2): 161–168.
- Graveland, A., P. Bongers et P. Bosveld (1979). "Extraction and fractionation of wheat-flour proteins." Journal of the Science of Food and Agriculture **30**(1): 71–84.
- Graveland, A., P. Bosveld, W. J. Lichtendonk, J. P. Marseille, J. H. E. Moonen et A. Scheepstra (1985). "A model for the molecular-structure of the glutenins from wheat-flour." Journal of Cereal Science **3**(1): 1–16.
- Greer, E. N. et B. A. Stewart (1959). "The water absorption of wheat flour: Relative effects of protein and starch." Journal of the Science of Food and Agriculture **10**(4): 248–252.

- Grosch, W. et H. Wieser (1999). "Redox Reactions in Wheat Dough as Affected by Ascorbic Acid." Journal of Cereal Science **29**(1): 1–16.
- Gupta, R. B., I. L. Batey et F. Macritchie (1992). "Relationships between protein-composition and functional-properties of wheat flours." Cereal Chemistry **69**(2): 125–131.
- Gupta, R. B., K. Khan et F. Macritchie (1993). "Biochemical Basis of Flour Properties in Bread Wheats. I. Effects of Variation in the Quantity and Size Distribution of Polymeric Protein." Journal of Cereal Science **18**(1): 23–41.
- Hamer, R. J. et T. van Vliet (2000). Understanding the structure and properties of gluten: An overview. Wheat Gluten. P. R. Shewry and A. S. Tatham. Cambridge, Royal Soc Chemistry: 125–131.
- Hamer, R. J., T. van Vliet et J. Lefebvre (2005). "Letter to the Editor." Journal of Cereal Science **42**(3): 344–345.
- Hamer, R. J., Weegels, P.L., Marseille, J.P., Kelfkens, M. (1989). "A study of the factors affecting the separation of wheat flour into starch and gluten." In: Pomeranz, Y. (Ed.). Wheat is Unique: Structure, Composition, Processing, End-use Properties, and Products. AACC, St Paul, MN: 467–477.
- Haraszi, R., P. W. Gras, S. Tomoskozi, A. Salgo et F. Bekes (2004). "Application of a micro Z-arm mixer to characterize mixing properties and water absorption of wheat flour." Cereal Chemistry **81**(5): 555–560.
- He, G., H. Jones, R. Dovidio, S. Masci, M. Chen, J. West, B. Butow, O. Anderson, P. Lazzeri et R. Fido (2005). "Expression of an extended HMW subunit in transgenic wheat and the effect on dough mixing properties." Journal of Cereal Science **42**(2): 225–231.
- Hilbert, G. E., Dimler, R.J., Rist, C.E. (1944). "Wheat flour – A potential raw material for the expanded production of starch and sirups." American Miller **72**: 78–80.
- Hlynka, I. (1962). "Influence of temperature, speed of mixing, and salt on some rheological properties of dough in the farinograph." Cereal Chemistry **39**: 286–303.
- Hoseney, R. C. et D. E. Rogers (1990). "The formation and properties of wheat-flour doughs." Critical Reviews in Food Science and Nutrition **29**(2): 73–93.
- Huang, D. Y. et K. K. (1997). "Quantitative Determination of High Molecular Weight Glutenin Subunits of Hard Red Spring Wheat by SDS-PAGE. II. Quantitative Effects of Individual Subunits on Breadmaking Quality Characteristics." Cereal Chemistry **74**(6): 786–790.
- Huebner, F. R., J. A. Bietz, T. Nelsen, G. S. Bains et P. L. Finney (1999). "Soft Wheat Quality as Related to Protein Composition." Cereal Chemistry **76**(5): 650–655.

- Huebner, F. R. et J. S. Wall (1976). "Fractionation and quantitative differences of glutenin from wheat varieties varying in baking quality." Cereal Chemistry **53**(2): 258–269.
- Huebner, F. R. et J. S. Wall (1980). "Wheat glutenin - Effect of dissociating agents on molecular-weight and composition as determined by gel-filtration chromatography." Journal of Agricultural and Food Chemistry **28**(2): 433–438.
- Hunwick, R. J. (1980). "The separation of carbohydrate and protein from wheat for the production of energy and food - conventional and proposed processes." Food Technology in Australia **32**(9): 458.
- IACST, Ed. (1992). Method for using the Chopin Alveograph. ICC Standard Method. Vienna, Austria.
- Jelaca, S. (1971). "Wheat flour pentosans and their effect on the rheological properties of dough." Hrana i Ishrana **12**(7/8): 384–390.
- Jelaca, S. L. et I. Hlynka (1971). "Water-binding capacity of wheat flour crude pentosans and their relation to mixing characteristics of dough." Cereal Chemistry **48**(3): 211–222.
- Johnston, P. H., Fellers, D.A. (1971). "Process for protein–starch separation in wheat flour, 2. Experiments with a continuous decanter-type centrifuge." Journal of Food Science **36**: 649–652.
- Kasarda, D. D., J. E. Bernardin et C. C. Nimmo (1976). "Wheat proteins." Advances in Cereal Science and Technology **1**: 158–236.
- Kaufman, S. P., R. C. Hoseney et O. Fennema (1986). "Dough rheology - A review of structural models and the role of disulfide interchange reactions." Cereal Foods World **31**(11): 820–824.
- Kelfkens, M., Hamer, R.J. (1991). "Agronomic factors related to the quality of wheat for the starch industry. Part I: sprout damage." Starch - Stärke **43**: 340–343.
- Kempf, W., Röhrmann, C. (1989). "Process for the industrial production of wheat starch from whole wheat." In: Pomeranz, Y. (Ed.). Wheat is Unique: Structure, Composition, Processing, End-use Properties, and Products. AACC, St Paul, MN.: 521–540.
- Khattak, S., B. L. d. Appolonia et O. J. Banasik (1974). "Use of the alveograph for quality evaluation of hard red spring wheat." Cereal Chemistry **51**(3): 355–363.
- Kilborn, R. H. et K. H. Tipples (1972). "Factors affecting mechanical dough development. I. Effect of mixing intensity and work input." Cereal Chemistry **49**: 34–47.
- Kilborn, R. H., Tipples, K. H. (1972). "Factors affecting mechanical dough development. II. implications of mixing at a constant rate of energy input." Cereal Chemistry **49**: 48–53.

- Kitissou, P. (1995). "Un nouveau paramètre alvéographique: L'indice d'élasticité (Ie)." Industries des Céréales **92**: 9–17.
- Knight, J. W., Olson, R.M. (1984). Wheat starch: production, modification, and uses. v. I. In: Starch: Chemistry and Technology Industrial Aspects, eds R.L. Whistler and E.F. Paschall, Academic Press, New York: 491–506.
- Kuktaite, R., H. Larsson et E. Johansson (2004). "Variation in protein composition of wheat flour and its relationship to dough mixing behaviour." Journal of Cereal Science **40**(1): 31–39.
- Kuktaite, R., H. Larsson et E. Johansson (2007). The Influence of Dough Mixing Time on Wheat Protein Composition and Gluten Quality for Four Commercial Flour Mixtures. Wheat Production in Stressed Environments. H. T. Buck, J. E. Nisi and N. Salomón, Springer Netherlands. **12**: 543–548.
- Kulp, K. (1968). "Pentosans of wheat endosperm." Cereal Science Today **13**: 414.
- Larsen, N. G., Greenwood, D.R. (1991). "Water addition and the physical properties of mechanical dough development of doughs and breads." Journal of Cereal Science **13**: 195–205.
- Larsen, R. A. (1964). "Hydration as a factor in bread flour quality." Cereal Chemistry **41**: 181–187.
- Larsson, H., Eliasson, A.C. (1996). "Phase separation of wheat flour dough studied by ultracentrifugation and stress relaxation. II. Influence of mixing time, ascorbic acid, and lipids." Cereal Chemistry **73**: 25–31.
- Launay, B., P. Roussel et J. Bure (1978). Propriétés rhéologiques des pâtes et valeur boulangère des farines de blé de variétés pures. Communication ICC Winnipeg - Sept. 1978.
- Lefebvre, J., A. Pruska-Kedzior, Z. Kedzior et L. Lavenant (2003). "A phenomenological analysis of wheat gluten viscoelastic response in retardation and in dynamic experiments over a large time scale." Journal of Cereal Science **38**(3): 257–267.
- Letang, C., M. Piau et C. Verdier (1999). "Characterization of wheat flour-water doughs. Part I: Rheometry and microstructure." Journal of Food Engineering **41**(2): 121–132.
- Macritchie, F. (1975). "Mechanical degradation of gluten proteins during high-speed mixing of doughs." Journal of Polymer Science Part C-Polymer Symposium **49**: 85–90.
- Macritchie, F. (1980). "Studies of gluten protein from wheat flours." Cereal Foods World **25**(7): 382–385.
- Macritchie, F. (1987). "Evaluation of contributions from wheat-protein fractions to dough mixing and breadmaking." Journal of Cereal Science **6**(3): 259–268.

- MacRitchie, F. (2007). "Letter to the editor." Journal of Cereal Science **46**: 96–97.
- Mecham, D. K., Sokol, H.A., Pence, J.W. (1962). "Extractable protein and hydration characteristics of flours and doughs in dilute acid." Cereal Chemistry **39**: 81–93.
- Melnyk, J. P., J. Dreisoerner, F. Bonomi, M. F. Marcone et K. Seetharaman (2011). "Effect of the Hofmeister series on gluten aggregation measured using a high shear-based technique." Food Research International **44**(4): 893–896.
- Meredith, P. (1966). "Dependence of water absorption of wheat flour on protein content and degree of starch granule damage." New Zealand Journal of Science **9**: 324.
- Metzner, A. B., Otto, R.E. (1957). "Agitation of non-Newtonian fluids." Journal of American Institute of Chemical Engineers **3**: 3–10.
- Meuser, F., Althoff, F., Huster, H. (1989). "Developments in the extraction of starch and gluten from wheat flour and wheat kernels." In: Wheat is Unique, ed Y. Pomeranz, AACC, St Paul, MN: 479–499.
- Morel, M. H. et C. Bar-L'Helgouac'h (2000). Reliable estimates of gliadin, total and unextractable glutenin polymers and total protein content, from single SE-HPLC analysis of total wheat flour protein extract. Wheat Gluten. P. R. Shewry and A. S. Tatham: 140–143.
- Morel, M. H., P. Dehlon, J. C. Autran, J. P. Leygue et C. Bar-L'Helgouac'h (2000). "Effects of temperature, sonication time, and power settings on size distribution and extractability of total wheat flour proteins as determined by size-exclusion high-performance liquid chromatography." Cereal Chemistry **77**(5): 685–691.
- Noort, M. W. J., D. J. v. Haaster, Y. Hemery, H. A. Schols et R. J. Hamer (2010). "The effect of particle size of wheat bran fractions on bread quality: Evidence for fibre protein interactions." Journal of Cereal Science **52**(1): 59–64.
- Oliver, J. R. et H. M. Allen (1992). "The prediction of bread baking performance using the farinograph and extensograph." Journal of Cereal Science **15**(1): 79–89.
- Orth, R. A. et W. Bushuk (1972). "A comparative study of proteins of wheats of diverse baking qualities." Cereal Chemistry **49**(3): 268–275.
- Osborne, B. G. (1907). The proteins of the wheat kernel. W. Publ. 84. Carnegie Inst., DC.
- Paredeslopez, O. et W. Bushuk (1983). "Development and undevelopment of wheat dough by mixing - Microscopic structure and its relations to bread-making quality." Cereal Chemistry **60**(1): 24–27.
- Paredeslopez, O. et W. Bushuk (1983). "Development and undevelopment of wheat dough by mixing – physicochemical studies." Cereal Chemistry **60**(1): 19–23.

- Peighambardoust, S., A. Vandergoot, T. Vanvliet, R. Hamer et R. Boom (2006). "Microstructure formation and rheological behaviour of dough under simple shear flow." Journal of Cereal Science **43**(2): 183–197.
- Peighambardoust, S. H., A. J. van der Goot, R. J. Hamer et R. M. Boom (2005). "Effect of simple shear on the physical properties of glutenin macro polymer (GMP)." Journal of Cereal Science **42**(1): 59–68.
- Pena, E., A. Bernardo, C. Soler et N. Jouve (2005). "Relationship between common wheat (*Triticum aestivum* L.) gluten proteins and dough rheological properties - Gluten proteins and rheological properties in wheat." Euphytica **143**(1-2): 169–177.
- Peressini, D., S. Peighambardoust, R. Hamer, A. Sensidoni et A. Vandergoot (2008). "Effect of shear rate on microstructure and rheological properties of sheared wheat doughs." Journal of Cereal Science **48**(2): 426–438.
- Petrofsky, K. E. et R. C. Hosney (1995). "Rheological properties of dough made with starch and gluten from several cereal sources." Cereal Chemistry **72**(1): 53–58.
- Pomeranz, Y. (1965). "Dispersibility of wheat proteins in aqueous urea solutions - New parameter to evaluate bread-making potentialities of wheat flour." Journal of the Science of Food and Agriculture **16**: 586–593.
- Prieto, J. A., M. Kelfkens, P. L. Weegels et R. J. Hamer (1992). "Variations in the gliadin pattern of flour and isolated gluten on nitrogen application - Implications for baking potential and rheological properties." Zeitschrift Fur Lebensmittel-Untersuchung Und-Forschung **194**(4): 337–343.
- Rasper, V. F., M. L. Pico et R. G. Fulcher (1986). "Alveography in quality assessment of soft white winter-wheat cultivars." Cereal Chemistry **63**(5): 395–400.
- Redgwell, R. J., J. H. de Michieli, M. Fischer, S. Reymond, P. Nicolas et D. Sievert (2001). "Xylanase Induced Changes to Water- and Alkali-Extractable Arabinoxylans in Wheat Flour: Their Role in Lowering Batter Viscosity." Journal of Cereal Science **33**(1): 83–96.
- Rist, C. E. (1949). "Batter process makes wheat flour source of gluten and starch." Sugar Journal **11**: 26.
- Robertson, G. H. et T. Cao (1998). "Substitution of concentrated ethanol for water in the laboratory washing fractionation of protein and starch from hydrated wheat flour." Cereal Chemistry **75**: 508–513.
- Roels, S. P., Cleemput, G., Vandewalle, X., Nys, L., Delcour, J.A. (1993). "Bread volume potential of variable-quality flours with constant protein level is determined by factors governing the mixing time and baking absorption levels." Cereal Chemistry **70**: 318–323.

- Roels, S. P., M. Sindic, C. Deroanne et J. A. Delcour (1998). "Protein Composition and Agglomeration Tendency of Gluten Isolated from European Wheats (*Triticum aestivum* L.) in a Batter System." Journal of Agricultural and Food Chemistry **46**(4): 1344–1349.
- Roman-Gutierrez, A. D., S. Guilbert et B. Cuq (2002). "Distribution of Water between Wheat Flour Components: A Dynamic Water Vapour Adsorption Study." Journal of Cereal Science **36**(3): 347–355.
- Seguchi, M. (1993). "Effect of wheat-flour aging on starch-granule surface-proteins." Cereal Chemistry **70**(3): 362–364.
- Seguchi, M., M. Hayashi, K. Kanenaga, C. Ishihara et S. Noguchi (1998). "Springiness of pancake and its relation to binding of prime starch to tailings in stored wheat flour." Cereal Chemistry **75**(1): 37–42.
- Shewry, P. R., Y. Popineau, D. Lafiandra et P. S. Belton (2001). "Wheat glutenin subunits and dough elasticity: findings of the EUROWHEAT project." Trends in Food Science & Technology **11**: 433–441.
- Shewry, P. R., A. S. Tatham, J. Forde, M. Kreis et B. J. Mifflin (1986). "The classification and nomenclature of wheat gluten proteins - A reassessment." Journal of Cereal Science **4**(2): 97–106.
- Shuey, W. C. (1975). "Practical instruments for rheological measurements on wheat products." Cereal Chemistry **52**(3): R42–R81.
- Sindic, M., O. Chevalier, J. Duculot, M. Foucart et C. Derouanne (1993). "Fractionnement du froment d'hiver : influences variétale et phytotechnique." Industries des Céréales **2**: 3–7.
- Singh, M. et B. S. Khatkar (2005). "Structural and functional properties of wheat storage proteins: A review." Journal of Food Science and Technology-Mysore **42**(6): 455–471.
- Singh, N. K., K. W. Shepherd et G. B. Cornish (1991). "A simplified SDS-page procedure for separating LMW subunits of glutenin." Journal of Cereal Science **14**(3): 203–208.
- Skeggs, P. K. (1985). "Mechanical dough development - dough water level and flour protein quantity." Cereal Chemistry **62**(6): 458–462.
- Skeggs, P. K. et K. Kingswood (1981). "Mechanical Dough Development - Pilot Scale Studies." Cereal Chemistry **58**: 256–260.
- Skerritt, J. H., L. Hac et F. Bekes (1999). "Depolymerization of the Glutenin Macropolymer During Dough Mixing: I. Changes in Levels, Molecular Weight Distribution, and Overall Composition." Cereal Chemistry Journal **76**(3): 395–401.

- Sollars, W. F. (1973). "Water-Retention Properties of Wheat Flour Fractions." Cereal Chemistry **50**: 717–722.
- Stamberg, O. E. et C. H. Bailey (1938). "Relationship of mixing speed to dough development." Cereal Chemistry **15**: 739–748.
- Surel, O., O. Darde et D. Kleiber (2007). "Rearrangement of SDS insoluble glutenins in flour blends: relationships with technological parameters." European Food Research and Technology **226**(1-2): 113–119.
- Surel, O., O. Darde, I. Tea, F. Violleau et D. Kleiber (2006). "Behaviour of wheat protein during dough mixing: comparison of three mixers." Sciences Des Aliments **26**(3): 247–258.
- Tanaka, K., Bushuk, W. (1973). "Changes in flour proteins during dough-mixing. I. Solubility results." Cereal Chemistry **50**: 590–596.
- Tanaka, K. et K. H. Tipples (1969). "Relation between farinograph mixing curve and mixing requirements." Cereal Science Today **14**(9): 296–300.
- Tipples, K. H. et R. H. Kilborn (1975). "'Unmixing'— the disorientation of developed bread doughs by slow speed mixing." Cereal Chemistry **52**: 248–262.
- Tipples, K. H., Kilborn, R.H. (1977). "Factors affecting mechanical dough development. V. Influence of rest period on mixing and "unmixing" characteristics of dough." Cereal Chemistry **54**: 92–109.
- Tipples, K. H., J. O. Meredith et J. Holas (1978). "Factors affecting Farinograph and baking absorption II. Relative influence of flour components." Cereal Chemistry **55**(5): 652–660.
- Tsen, C. C. (1967). "Changes in flour proteins during dough mixing." Cereal Chemistry **44**: 308–317.
- Uthayakumaran, S., P. W. Gras, F. L. Stoddard et F. Bekes (1999). "Effect of varying protein content and glutenin-to-gliadin ratio on the functional properties of wheat dough." Cereal Chemistry **76**(3): 389–394.
- van Vliet, T. et R. J. Hamer (2007). "Letter to the editor." Journal of Cereal Science **46**(1): 98–99.
- Vanderborght, A., H. Goesaert, W. Veraverbeke et J. Delcour (2005). "Fractionation of wheat and wheat flour into starch and gluten: overview of the main processes and the factors involved." Journal of Cereal Science **41**(3): 221–237.
- Veraverbeke, W. S. et J. A. Delcour (2002). "Wheat protein composition and properties of wheat glutenin in relation to breadmaking functionality." Critical Reviews in Food Science and Nutrition **42**(3): 179–208.

- Vida, G., L. Lang et Z. Bedo (1996). "Use of principal component analysis in correlation studies between alveograph values and other breadmaking quality traits in winter wheats." Novénytermeles **45**(5-6): 435–443.
- Wang, M., R. J. Hamer, T. van Vliet et G. Oudgenoeg (2002). "Interaction of Water Extractable Pentosans with Gluten Protein: Effect on Dough Properties and Gluten Quality." Journal of Cereal Science **36**(1): 25–37.
- Wang, M., T. v. Vliet et R. J. Hamer (2004). "Evidence that pentosans and xylanase affect the re-agglomeration of the gluten network." Journal of Cereal Science **39**(3): 341–349.
- Weegels, P. L., R. J. Hamer et J. D. Schofield (1997). "Depolymerisation and Re-polymerisation of Wheat Glutenin During Dough Processing. II. Changes in Composition." Journal of Cereal Science **25**(2): 155–163.
- Weegels, P. L., J. P. Marseille et H. R. J. Hamer (1988). "Small Scale Separation of Wheat Flour in Starch and Gluten." Starch - Stärke **40**(9): 342–346.
- Weegels, P. L., Marseille, J.P., de Jager, A.M., Hamer, R.J. (1990). "Structure–function relationships of gluten proteins." In: Bushuk, W., Tkachuk, R. (Eds.). Gluten Proteins. American Association of Cereal Chemists, St Paul, MN. : 98–111.
- Weegels, P. L., A. M. van de Pijpekamp, A. Graveland, R. J. Hamer et J. D. Schofield (1996). "Depolymerisation and Re-polymerisation of Wheat Glutenin During Dough Processing. I. Relationships between Glutenin Macropolymer Content and Quality Parameters." Journal of Cereal Science **23**(2): 103–111.
- Wilson, A. J., M. P. Morgenstern et S. Kavale (2001). "Mixing Response of a Variable Speed 125 g Laboratory Scale Mechanical Dough Development Mixer." Journal of Cereal Science **34**(2): 151–158.
- Wilson, A. J., A. R. Wooding et M. P. Morgenstern (1997). "Comparison of work input requirement on laboratory-scale and industrial-scale mechanical dough development mixers." Cereal Chemistry **74**(6): 715–721.
- Wooding, A. R., S. Kavale, F. MacRitchie, F. L. Stoddard et A. Wallace (2000). "Effects of nitrogen and sulfur fertilizer on protein composition, mixing requirements, and dough strength of four wheat cultivars." Cereal Chemistry **77**(6): 798–807.
- Wooding, A. R., S. Kavale, A. J. Wilson et E. L. Stoddard (2000). "Effects of nitrogen and sulfur fertilization on commercial-scale wheat quality and mixing requirements." Cereal Chemistry **77**(6): 791–797.
- Wooding, A. R., Kavale, S., MacRitchie, F., Stoddard, F.L (1999). "Link between mixing requirements and dough strength." Cereal Chemistry **76**(5).
- Wootton, M., Mahdar, D. (1993). "Properties of starches from Australian wheats. Part 1: separation of starch and gluten." Starch-Starke **45**: 255–258.

- Wrigley, C. W. (1996). "Biopolymers - Giant proteins with flour power." Nature **381**(6585): 738–739.
- Yin, Y. et C. E. Walker (1992). "Pentosans from Gluten-Washing Wastewater: Isolation, Characterizations, and Role in Baking." Cereal Chemistry **69**: 592–596.
- Yondem-Makascioglu, F., T. Dik et N. S. Kincal (2002). "Separation of bread wheat flours into starch and gluten fractions: effect of water temperature alone or in combination with water to flour ratio." Journal of the Science of Food and Agriculture **82**(4): 414–420.
- Zawistowska, U., F. Bekes et W. Bushuk (1985). "Involvement of carbohydrates and lipids in aggregation of glutenin proteins." Cereal Chemistry **62**(5): 340–345.
- Zounis, S. et K. J. Quail (1997). "Predicting test bakery requirements from laboratory mixing tests." Journal of Cereal Science **25**(2): 185–196.

Travaux relatifs à cette étude

Publication acceptée

Baudouin, F., Leite Nogueira, T., Frederix, S., Redl, A., Morel, M.-H. (2012).
"Caractérisation de la qualité technologique des farines." Industries des Céréales **176**:
11-13.

Publications en préparation

Baudouin, F., Leite Nogueira, T., Frederix, S., Redl, A., Morel, M.-H. "Inter-comparison of technological parameters obtained with various wheat-quality measuring devices in relations with flour biochemical composition." *En préparation*

Baudouin, F., Leite Nogueira, T., Frederix, S., Redl, A., Morel, M.-H. "Interaction between flour components and water content on dough viscosity." *En préparation*

Communication orale

Baudouin, F., Redl, A., Wagner, A., Morel, M.-H. (2009) "Use of highly hydrated dough to study gluten development mechanisms using a multi-scale approach", Xth International Gluten Workshop, 7-9 Septembre 2009, Clermont-Ferrand, France. In : Gluten Proteins 2009, eds INRA, 95-99.

Poster

Baudouin, F., Leite Nogueira, T., Frederix, S., Redl, A., Morel, M.-H. "Caractérisation de la qualité technologique des farines", 62^{ème} Journées Techniques des Industries Céréalières, 13-14 Octobre 2011, Reims, France.

Influence des paramètres du procédé et des composants de la farine de blé sur la formation du réseau de gluten et son extraction

L'extraction du gluten et de l'amidon de la farine de blé est un procédé en pleine expansion avec le renchérissement des usages non-alimentaires de ces deux produits. Ce procédé repose sur l'aptitude des protéines du blé à former un réseau au cours du malaxage de suspensions farine / eau. Une difficulté majeure auquel ce procédé est confronté est la variabilité de cette aptitude selon la farine. L'enjeu de notre étude est de faire émerger les critères de composition des farines qui déterminent leur comportement dans le procédé amidonnier et de proposer des conduites du procédé adaptées. L'étude s'appuie sur un panel de 40 farines provenant de différents génotypes de blés dont on a déterminé la composition biochimique. On utilise un mélangeur planétaire (P600) couplé à une station de contrôle de la vitesse de mélange et instrumenté en couple et température pour développer le réseau de gluten (Plastographe, Brabender). Les essais sont réalisés à 25°C, pour des vitesses variables (50-110 rpm) et des teneurs en eau contrastées (rapports eau/farine de 70 à 120 g/g). Une relation reliant la durée de développement du réseau de gluten à la puissance de mélange a d'abord été établie. Cette relation fait apparaître deux paramètres propres aux farines, la quantité d'énergie et la puissance de mélange minimale pour développer le gluten. Ces paramètres sont fortement associés au locus glu-1D et à la teneur en protéines polymériques non extractibles au SDS. Par ailleurs, l'inclusion de temps d'arrêt dans le procédé et l'étude des effets d'agents chimiques interférant avec les fonctions thiols nous permet d'affirmer que la mise en place du réseau de gluten obéit successivement à un contrôle temporel puis énergétique. Dans la mesure où la viscosité des suspensions impacte également le procédé, une équation prédictive de celle-ci a été réalisée. Elle prend en compte les teneurs en amidon endommagé et en arabinoxylanes solubles, dans des proportions variables selon la teneur en eau de la pâte. Le rendement en gluten s'est enfin révélé sensible uniquement à la teneur en protéine, pour autant que l'extraction soit réalisée à l'atteinte de l'optimum de développement du réseau. De façon à disposer d'outils prédictifs faciles à mettre en œuvre industriellement, on a évalué les performances de plusieurs tests de qualité d'usage des farines (Farinographe, Alvéographe) et d'un mélangeur récemment développé (Gluten Peak Tester, Brabender). On montre qu'il est possible d'accéder à la plupart des paramètres définis dans ce travail à l'aide de cet appareil. Cette étude fournit ainsi un ensemble de relations pour contrôler le procédé et l'adapter à la farine utilisée.

Mots-clefs : farine, suspension, réseau de gluten, extraction du gluten, malaxage, viscosité, énergie mécanique, protéines polymériques, Gluten Peak Tester.

Influence of process parameters and wheat flour components on gluten network formation and extraction

Gluten and starch extraction out of wheat flour is a developing process due to the growing use of these two products for non-alimentary uses. This process is based on wheat protein abilities to form a network when flour and water are mixed. A difficulty that this process has to face is the variability of this ability among flours. The scope of our work is to determine the flour components that determine their behaviour in the gluten/starch separation process and to propose adapted process control. This study is based on a pool of 40 flours from various wheat genotypes and known biochemical composition. A planetary mixer (P600) coupled with a station controlling mixing speed and measuring torque has been used to develop gluten network (Plastograph, Brabender). Tests were performed at 25°C for varying mixing speeds (50-110 rpm) and contrasted dough water contents (water/flour ratio varying from 70 to 120g/g). A relation predicting mixing duration for network formation according to mixing power has been established. From this relation two parameters characterising flours have been isolated, energy demand and minimum mixing power to develop gluten network. These parameters are strongly linked with locus glu-1D and to SDS-unextractable polymeric protein content (UPP) in the flour. Besides, the inclusion of mixing stops in the process and the study of the effects of thiol-interfering chemical reactant has demonstrated that gluten development including successively a temporal and an energetic phenomenon. As dough viscosity also strongly impacts process, a predictive equation of viscosity has been determined. Viscosity is obtained from the calculated effects of damaged starch and soluble arabinoxylans contents, varying with dough water content. Finally, it was shown that gluten extraction yield depends only of flour protein content when extraction is performed out of optimally developed dough. In order to get tools applicable industrially, the predictive performance of two devices measuring flour quality (Farinograph, Alveograph) and of a novel mixer (Gluten Peak Tester, Brabender) was evaluated. Most of the relevant parameters defined in this work could be obtained out of that novel apparatus. This study hence gives relations to control the process and adapt it to the flour.

Mots-clefs : flour, suspension, gluten network, gluten extraction, dough mixing, viscosity, mechanical energy, polymeric proteins, Gluten Peak Tester.