

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

*MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE*

**INSTITUT NATIONAL AGRONOMIQUE
EL- HARRACH – ALGER**

THESE

DOCTORAT D'ETAT

Spécialité : Sciences Agronomiques

**INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE SECHAGE ET DE LA
SUPPLEMENTATION PROTEIQUE SUR LA QUALITE DES PATES
ALIMENTAIRES**

Par OUNANE Ghania

Soutenue le Décembre 2007 devant le jury

**Pr BELLAL M.M.
Pr AZZOUT B.
Pr ASSAMI K.M.
Pr GUEZLANE L.**

**Président
Directeur de thèse
Examinateur
Examinateur**

Résumé:

Ce travail consiste, à caractériser 18 variétés de blé dur (différences quantitatives et qualitatives des fractions protéiques et lipidiques) cultivées sur deux années, à suivre l'incidence des traitements thermiques (température : 55°C, 70°C et 90°C pendant des durées : 30, 60, 90 et 120mn) sur la qualité des produits finis et sur leurs constituants protéiques et lipidiques. L'étude des types d'interactions et de liaisons impliquées, par des essais de reconstitution et de supplémentation est entreprise.

Sur l'ensemble des variétés analysées, une variabilité protéique et lipidique importante est observée. L'analyse de la variance met en évidence un effet hautement significatif de la variété sur les différentes caractéristiques des protéines et des lipides étudiées.

Le fractionnement électrophorétique des protéines (Acide-PAGE et SDS-PAGE) permet de distinguer deux types génétiques de blé (γ -42 et γ -45) et d'identifier 5 HMWG (6, 7, 8, 15, 20). Les diagrammes basés sur la mobilité des HMWG (7+8), (6+8) et 20 codées par les allèles Glu-B1b, Glu-B1d et Glu-B1e sont présents respectivement en proportions de 44%, 22% et 22% des variétés étudiées. Concernant les LMWG, une nette prédominance des diagrammes aaa (88%) par rapport à bba (12%) est constatée.

L'analyse de la composition des sous unités des gluténines met en évidence l'étroite relation entre les allèles des LMWG contrôlés par le locus Glu-B3 et la force du gluten évaluée par le volume de sédimentation SDS et le temps de développement du mixographe.

L'étude par SE-HPLC permet de différencier les semoules issues de blés de type γ -45 et celles de type γ -42 (Waha et Sahel): les semoules Waha et Sahel ont la teneur en protéines solubles la plus élevée, les proportions d'agrégats de gluténines (F1 et F2) les plus faibles et les proportions de F3 (ω -gliadines), de F4 (α , β , γ -gliadines) et de F5 (albumines et globulines) les plus élevées.

La qualité culinaire des pâtes qu'elle soit appréciée par l'indice de viscoélasticité ou par la mesure de l'état de surface est maximale pour les échantillons séchés à 90°C. Le séchage à très haute température (90°C) entraîne un renforcement du réseau protéique et une amélioration de la qualité culinaire (augmentation de la fermeté et diminution du collant), en particulier dans le cas des semoules de qualité insuffisante.

Sous l'effet des traitements thermiques, les protéines subissent des modifications structurales qui se traduisent notamment au niveau de leurs propriétés de solubilité et de leur capacité à former des agrégats. En effet, la disparition des composants électrophorétiques dans la zone des « LMW et HMW », après séchage à haute température, montre que ces protéines sont plus sensibles à la dénaturation thermique. La restitution de la solubilité obtenue en présence de SDS-ME permet d'affirmer que l'insolubilisation des protéines implique la formation de ponts disulfures qui affectent une grande partie des protéines de réserve et des protéines solubles. Seules les ω -gliadines sont stables sous l'action du séchage à très haute température.

Les essais de reconstitution des pâtes et de supplémentation de la semoule par différentes fractions protéiques confirment l'insolubilisation des HMWG et des LMWG sous l'action de la chaleur et la stabilité de certaines gliadines (ω -gliadine). L'existence d'une relation entre les LMVG et l'indice de viscoélasticité des pâtes alimentaires est mise en évidence.

Les différences de solubilités dans l'acide acétique indiqueraient une participation des lipides dans ces structures par formation de liaisons hydrophobes. Les agrégats ainsi formés seraient très compacts avec peu de liaisons hydrogènes, ce qui permettrait au réseau protéique de résister à la pénétration de l'eau au cours de la cuisson.

ABSTRACT

This work consists in the characterization of 18 durum wheat varieties (quantitative and qualitative differences of the proteinic and lipidic fractions) cultivated over two years, to follow the incidence of the heat treatments (temperature: 55°C, 70°C and 90°C for lengths of time: 30, 60, 90 and 120mn) on the quality of the end products and their proteinic and lipidic components. The study of the types of interactions and the implied connections by tests of reconstitution and supplementation is undertaken.

On the whole of the analyzed varieties, an important proteinic and lipidic variability is observed. The analysis of variance highlights a highly significant effect of the variety on various characteristics of the studied proteins and lipids.

The electrophoretic fractionation of proteins (acid-PAGE and SDS-PAGE) makes it possible to distinguish two genetic types of wheat (γ -42 and γ -45) and to identify 5 HMWG (6, 7, 8, 15 and 20). Diagrams based on the mobility of the HMWG (7+8), (6+8) and 20 coded by the alleles Glu-B1b, Glu-B1d and Glu-B1e are present respectively in proportions of 44%, 22% and 22% of the studied varieties. Concerning the LMWG, a clear prevalence of the aaa diagrams (88%) compared to bba (12%) is noted.

The analysis of the composition of the under units of glutenins highlights the close relation between the alleles of the LMWG controlled by the locus Glu-B3 and the force of the gluten evaluated by the volume of sedimentation SDS and the time of development of the mixograph.

The study by SE-HPLC allowed to differentiate the semolinas resulting from wheat of the γ -45 type and those from the γ -42 type (Waha and Sahel): Waha and Sahel semolinas have the highest soluble proteins content, the weakest proportions of glutenins aggregates (F1 and F2) and the highest proportions of F3 (ω -gliadins), F4 (α , β , γ -gliadins) and of F5 (albumins and globulins).

The culinary quality of doughs appreciated either by the viscoelasticity index or the measurement of the surface quality is maximum for the dried samples at 90°C. Drying at very high temperature (90°C) involves a reinforcement of the proteinic network and an improvement of culinary quality (increase in firmness and reduction in sticking), in particular in the case of insufficient quality semolinas.

Under the heat treatments effect, the proteins undergo structural modifications which are translated in particular on the level of their solubility properties and their capacity to form aggregates. Indeed, the disappearance of the electrophoretic components in the zone of the "LMW and HMW", after drying at high temperature, shows that these proteins are more sensitive to the thermal denaturation. The restitution of the solubility obtained in the presence of SDS-ME makes it possible to affirm that the protein insolubilisation implies the formation of bonds disulphides which affect most of the reserve proteins and soluble proteins. Only the ω -gliadins are stable under the action of drying at very high temperature.

Dough tests of reconstitution and supplementation of the semolina by various proteinic fractions confirm the insolubilisation of the HMWG and the LMWG under the heat action and the stability of some gliadins (ω -gliadin). The existence of a relation between the LMWG and the viscoelasticity index of the alimentary pasta is highlighted.

Solubility differences in the acetic acid would indicate a participation of the lipids in these structures by formation of hydrophobic bonding. The aggregates thus formed would be very compact with few hydrogen bonds, which would allow the proteinic network to resist the penetration of water during cooking.

)

18

(°90 °70 °55)

(

(120 60 30)

.

.

.

(SDS-PAGE Acide-PAGE)

(20 15 8 7 6) HMWG 5

(γ-42 γ-45)

20 (β+6) (β+7) HMWG

22 22 44

Glu-B1e Glu-B1d Glu-B1b

aaa 88

LMWG

.

.bbb 12

.SDS

Glu-B3

γ-42 γ-45

SE-HPLC

.()

.()

(gliadins γ β α)

(gliadins ω)

. °90

(°90)

.

.

.

ME-SDS

ω-gliadines

.

.

LMWG HMWG ω-gliadines

.

.

SOMMAIRE :	
INTRODUCTION	1
SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	4
I – LE BLE	4
I- 1- Place dans l'alimentation humaine	4
I-2- Structure du grain et génétique	
I-3- Les protéines	4
I-3-1-Protéines du gluten : gliadines et gluténines	5
I-3-1-1-Les gliadines	5
I-3-1-2-Les gluténines	6
I-4 – Les lipides du blé	8
I-4-1- Teneur en lipides du blé	8
II – LES PATES ALIMENTAIRES	9
II-1- Fabrication des pâtes alimentaires.	10
II-1-1- Technologie de fabrication et paramètres de qualité	10
II-1-1-1- Mélange et mise en forme	10
II-1-1-2- Séchage	10
II-1-1-3- Séchage à haute (HT) et à très haute température (THT)	10
II-2- Composition des pâtes alimentaires	11
II-3- Notion de qualité	11
II- 4- Rôle des constituants biochimiques dans la qualité culinaires des pâtes alimentaires	12
II-4-1- Rôle des protéines	12
II-4-2- Rôle des lipides	14
II-4-2-1-Interaction des lipides avec les constituants du grain	15
III- EVOLUTION DE LA COMPOSITION SOUS L'EFFET DU SECHAGE	16
- Sur les protéines	16
- Sur la qualité	18
IV- CONCLUSION	20
MATERIEL ET METHODES	21
I – ORIGINE ET PREPARATION DU MATERIEL	21
I-1 - Matériel d'étude	21
I-2- Fabrication des pâtes alimentaire	21
I-3- Séchage et traitement thermique des pâtes alimentaires	21
II- ANALYSES TECHNOLOGIQUES	22
II-1- Analyses sur semoules	22
II-1-1- Viscoélasticité du gluten	22
II-1-2- Teneur en gluten sec, gluten humide et gluten index.	22
II-1-3- Test de sédimentation	22
II-1-4- Mixographe (Norme AA CC 54-40A)	23
II - 2- Analyse des pâtes alimentaires	23
II-2-1-. Cuisson des pâtes.	23
II-2-2- Appréciation des caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires	23
II-2-2-1- Etat de surface.	23
II-2-2-2-Appréciation de la viscoélasticité des pâtes cuites	24
II-2-2-3- Pertes à la cuisson.	24
II-2-2-4- Capacité de fixation d'eau	24

III- ANALYSES BIOCHIMIQUES	25
III-1- Analyse des protéines	25
III-1-1- Extraction des protéines par différents solvants	25
III-1-1-1- Extraction séquentielle des groupes protéiques	25
III-1-1-2-Extraction des gliadines et des gluténines	25
III-1-1-3- Extraction des protéines et des lipides dans l'eau et dans l'acide acétique	26
III-1-2- Fractionnement électrophorétique des protéines	26
III-1-2-1- Electrophorèse des gliadines pH 3,1	26
III-1-2-2- Electrophorèse des gluténines pH 8,4 (SDS-PAGE)	27
III- 1- 2- 4- Electrophorèse des protéines (Acide PAGE)	29
III- 1-3- Fractionnement chromatographique (SE-HPLC).	30
III- 2 – Dosage des lipides	31
III- 2-1- Extraction des lipides	31
III- 2-2- Fractionnement des lipides	32
IV- ANALYSES DIVERSES	33
IV-1- Dosage de la teneur en eau (AFNOR V03-707).	33
IV-2- Dosage de la teneur en protéines totales (AFNOR V03-050).	33
V- ETUDE STATISTIQUE	33

RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE I : ETUDE DE LA MATIERE PREMIERE	34
I -1- Caractéristiques physico-chimiques des semoules	34
I -2 - Teneurs en lipides des semoules des variétés de blé dur	36
I-2-1 - Caractérisation des lipides libres	36
I-2-2 - Caractérisation des lipides liés	37
I-3- Caractérisation électrophorétique et chromatographique des protéines	39
I-3-1- Analyses électrophorétiques.	39
I-3-1-1- Electrophorèse des gliadines de blés durs	39
I-3-1-2 - Electrophorèse des protéines totales réduites SDS-PAGE	41
I-3-1-3- Composition en HMW-G des semoules	42
I-3-1-4- Les LMWG des semoules des variétés étudiées	42
I-3-1-5- Corrélations entre les électrophorogrammes des protéines et les caractéristiques physicochimiques des semoules de blé dur.	44
I-3-1-5-1- Sous unités gluténines de haut poids moléculaire.(HMWG)	44
I-3-1-5-2- Gliadines (γ -gliadine ₄₂ et γ -gliadine ₄₅)	45
I-3-1-5-3- Sous gluténines de faible poids moléculaire (LMWG).	46
I-3-1-6 - Discussion	47
I-3-2- Chromatographie d'exclusion-diffusion à haute performance.	48
I-3-2-1 - Profil d'élution d'extraits protéiques de	48
I-3-2-2 - Caractérisation des fractions HPLC par électrophorèse	49
I-3-2-3 - Etude par SE-HPLC des fractions protéiques.	49
I-3-2-4 - Effet respectif du génotype et de l'année de culture.	51
I-3-2-5 - Estimation de la fraction insoluble.	51
I-3-2-6 - Effet de la sonication.	52
I-3-2-7 - Etude des corrélations des fractions SE-HPLC avec les caractéristiques technologiques	53
I-3-2- 8 - Discussion	54

CHAPITRE II : ETUDE DES PATES ALIMENTAIRES	55
II-1 - Influence des traitements thermiques sur la qualité culinaire des pâtes alimentaires.	55
II-1-1-Influence de la température sur la qualité culinaire des pâtes alimentaires	56
II-1-2 - Influence de la variété et de la température de séchage	57
II-1-3- Influence de la durée du séchage sur la qualité culinaire des pâtes altes.	58
II-1-4- Relation entre les paramètres de la qualité culinaire et les tests technologiques	59
II-2-Influence de la fabrication sur la quantité et sur les caractéristiques du gluten.	60
II - 2 -1-Variation de la quantité de gluten	60
II - 2 -2 – Composition électrophorétique	61
II - 3 - Discussion	61
CHAPITRE III: INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LA QUANTITE ET LES CARACTERISTIQUES DES PROTEINES	65
III -1- Influence de la fabrication	65
III-1-1 Evolution quantitative de la solubilité des protéines dans différents solvants	66
III-1-2 - Evolution des protéines par électrophorèse (PAGE-SDS)	67
III-1-3- Evolution des protéines par SE-HPLC	67
III-1-4 - Discussion	67
III-2- Etude de l'effet des traitements thermiques sur les constituants protéiques des pâtes alimentaires	68
III-2-1 - Influence de la température de séchage	69
III-2-1-1- Evolution quantitative des protéines solubles dans les solvants	69
III-2-1-2 - Evolution des fractions protéiques par SE-HPLC	70
III-2-1-3-Influence des traitements thermiques sur le comportement électrophorétique	70
III -2-2 - Influence de la durée de séchage	71
III -2 -3 - Nature des interactions responsables de l'insolubilisation des protéines sous l'effet du séchage à haute et très haute température	72
III-2-3-1- Solubilisation en tampon borate-SDS	73
III-2-3-2- Solubilisation en tampon borate SDS – ME	74
III-2- 4 - Discussion	75
CHAPITRE IV : INFLUENCE DE LA SUPPLEMENTATION PROTEIQUE SUR QUELQUES PROPRIETES DES PATES ALIMENTAIRES TRAITÉES THERMIQUEMENT.	78
IV-1- Evolution de l'extractibilité et des propriétés du gluten	80
IV-1-1- Influence de l'addition des pâtes traitées thermiquement (I, II, III)	80
IV-1-2 - Influence de l'addition des fractions protéiques	81
IV-1-3- Essais de reconstitution des produits à partir de leurs fractions constitutives.	82
IV-1-4- Essais de supplémentation protéique des produits.	82
IV-1-5-Influence de la supplémentation et du séchage sur la composition électrophorétique des fractions protéiques	83
IV-1-6- Discussion	84

IV-2- Relation entre les propriétés viscoélastiques des pâtes alimentaires et la composition protéique	85
IV-3- Discussion	86
CHAPITRE V : MODIFICATION DES LIPIDES DES PATES ALIMENTAIRES SOUS L'EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES	88
V-1- Effet du séchage sur teneur et la composition lipidique des pâtes alt	89
V-1-1- Sur les lipides libres et liés.	89
V-1-2- Discussion :	90
V- 2 - Fractionnement des produits délipidés	90
V-2-1- Evolution de la répartition des protéines au cours des traitements thermiques	90
V-2-2- Evolution de la répartition des lipides dans les fractions protéiques	91
V-3- Discussion	92
CONCLUSION GENERALE	94
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	100
ANNEXE A	114
ANNEXE B	117
ANNEXE C	119
ANNEXE D	121

Abbreviations:

AG: acide gras

A-PAGE: Acid Polyacrylamide Gel Electrophoresis

APE: N-Acylphosphatidylethanolamine

DGDG: digalactosyldiglycérine

DPG: Diphosphatidylglycérol

DSG: Durum rich Sulfur Glutenin

ES : Etat de surface

Gly: glycolipides

HMWG: High Molecular Weight Glutenin

HT: haute température

ITGC : Institut Technique des Grandes Cultures d'Alger

IV: Indice de viscoélasticité

LaPE : N-Acyllysophosphatidylethanolamine

LB : Lipides liés

LF : Lipides libres

LMWG: Low Molecular Weight Glutenin

LNP lipides non polaires

LP : lipides polaires

LPC : lysophosphatidylcholine

ME- mercapto-éthanol

MNDG : monogalactosyldiglycérine

PC : Phosphatidylcholine

PE : Phosphatidylethanolamine

PGI : phosphatidylglycérol

Pho: phospholipides

SDS: sodium dodecyl sulfate

SE-HPLC : Size-Exclusion High Performance Liquid Chromatography

THT : très haute température

INTRODUCTION

Le blé dur, produit et consommé traditionnellement, tient une place de choix dans l'alimentation des algériens. Avec une consommation record de 200Kg /hab/an, les besoins annuels sont estimés à quelques 6 millions de tonnes dont plus de la moitié est importée. Durant les neuf premiers mois de l'année 2006, l'Algérie a importé 36,25 millions de quintaux, pour une valeur de 715,49 millions de dollars (FAO, 2006).

En Algérie, le blé dur est utilisé essentiellement pour la fabrication des pâtes alimentaires et du couscous. L'industrie des pâtes alimentaires occupe un marché d'environ 124 millions de Dinars, ce qui représente 2% du marché économique (Anonyme, 2006). L'élargissement de ce marché qui ne cesse d'évoluer, demande une maîtrise parfaite des matières premières et de la conduite des procédés de fabrication et une optimisation des coûts industriels.

L'objectif de ce travail à sa conception était de préciser le rôle et de déterminer l'évolution et les modifications des principaux constituants (protéines et lipides) des semoules lors de leur transformation, notamment les interactions moléculaires qui se développent au cours du séchage et qui sont susceptibles d'expliquer la qualité des pâtes alimentaires.

Des différentes composantes de la qualité des pâtes alimentaires, organoleptiques (aspect, coloration, qualité culinaire), nutritionnelle et hygiénique, seule la qualité culinaire a été prise en compte dans cette étude.

La qualité culinaire est une notion difficile à appréhender ; elle repose sur le temps minimal de cuisson, le gonflement ou absorption d'eau durant la cuisson, la texture des produits cuits (fermeté, viscoélasticité, masticabilité), l'état de surface des produits cuits (collant, délitescence), l'arôme et le goût (Feillet, 2000).

Bien que la semoule de blé dur reste la matière première principale de la fabrication des pâtes alimentaires, la valorisation de ce produit passe par le bon choix des variétés les mieux adaptées aux impératifs de la fabrication. En effet, la fabrication des pâtes alimentaires est une opération simple dont le principe est de mettre sous une autre forme l'albumen vitreux du blé dur. La semoule obtenue est malaxée avec de l'eau, extrudée et séchée. De ces trois étapes, celle ayant le plus d'influence sur la qualité finale du produit est incontestablement le séchage.

Etape clé de la fabrication, le séchage constitue l'une des opérations la plus délicate dans ce processus. Il doit être conduit de manière contrôlée afin d'éviter une rupture dans le gradient d'humidité qui s'installe entre les parties internes et périphériques des pâtes. De très nombreux travaux ont porté sur l'optimisation des effets du séchage, sur les mécanismes de ces

effets et leurs conséquences sur la qualité et la valeur nutritive des pâtes. Mais, jusqu'à l'heure actuelle les mécanismes biochimiques, en relation avec l'amélioration de la qualité des pâtes séchées à haute et très haute température, ne sont pas totalement élucidés.

Les études des effets du séchage à haute température sur les constituants des pâtes alimentaires ont porté essentiellement sur les protéines, qui conditionnent largement les propriétés particulières des pâtes et leur qualité culinaire. Il est généralement admis qu'au cours des transformations technologiques (hydratation, pétrissage, séchage), les protéines tendent à donner des agrégats, des réseaux viscoélastiques, des complexes insolubles conférant aux pâtes leurs caractéristiques rhéologiques particulières. De nombreuses théories ont ainsi été avancées pour rendre compte de la nature des différentes interactions impliquées dans le phénomène physico-chimique précurseur de l'insolubilisation à savoir la dénaturation. L'énorme complexité de la pâte et les interactions entre ses composants ne permet pas toujours de relier directement les événements biochimiques simples à chaque effet macroscopique. L'étude des mécanismes impliqués dans l'agrégation des protéines sous l'effet des traitements thermiques et leurs conséquences sur les propriétés rhéologiques des pâtes alimentaires constitue un enjeu scientifique important. Il existe de nombreux travaux dans la littérature scientifique abordant la problématique liée à la dénaturation.

Sous l'effet des températures élevées, les protéines sont dénaturées sur toute la gamme des poids moléculaires ; néanmoins les gluténines sont plus sensibles à la chaleur que les autres constituants protéiques (Cubadda et al., 2007). Par conséquent, le séchage à haute température (70°C à 100°C) entraîne un renforcement du réseau protéique de la pâte fraîche et une amélioration de la qualité culinaire (augmentation de la fermeté et diminution du collant) de la pâte sèche, en particulier lorsque la semoule est de mauvaise qualité (Zweiffel et al., 2003 ; Cubadda et al., 2007).

Si les protéines jouent un rôle primordial dans la formation du réseau de gluten, l'action d'autres constituants (lipides notamment) est loin d'être négligeable. En outre, l'incidence de la température du séchage sur les modifications structurales et moléculaires de la pâte est, là aussi, loin d'être élucidée.

Afin de mieux comprendre les différentes conditions du séchage et d'optimiser la qualité culinaire des pâtes alimentaires, un traitement thermique à haute et à très haute température a été appliqué pour induire des modifications dans le réseau protéique de la pâte et fournir des indications nouvelles sur la structure de celui-ci et la nature des liaisons impliquées.

La démarche expérimentale de ce travail repose sur une étude de la qualité culinaire des pâtes alimentaires fabriquées et sur leurs propriétés viscoélastiques. Les propriétés des pâtes ont

été caractérisées par une approche dynamique et statique et analysées en prenant en considération l'influence de la température et de la durée du séchage. Les aspects dynamiques ont été abordés par des études de fractionnement, de reconstitution et de supplémentation par des fractions protéiques. L'autre, statique, s'est limitée à la recherche de corrélation entre les propriétés viscoélastiques et les constituants protéiques.

Enfin, sans minimiser pour autant l'intervention possible de constituants non protéiques, notamment lipidiques, dans l'explication des différences de qualité, nous avons centré notre étude sur certains aspects physico-chimiques et structuraux des lipides et tenté de montrer leur aptitude à établir des liaisons avec les protéines au cours du séchage des pâtes.

Cette étude a été structurée de la façon suivante :

- ❖ Après une synthèse bibliographique sur les protéines et les lipides, sur les bases biochimiques de la qualité culinaire et l'incidence des traitements thermiques sur les propriétés des pâtes alimentaires;
- ❖ Le chapitre I concerne l'étude physicochimique des variétés de blé dur ;
- ❖ Le chapitre II traite de la caractérisation culinaire des pâtes alimentaires et de l'influence de la température et de la durée du séchage sur le réseau glutineux et la qualité culinaire ;
- ❖ Le chapitre III traite des propriétés d'extractibilité et de solubilité des protéines dans différents milieux ;
- ❖ Le chapitre IV a pour objet l'étude des aspects dynamiques et statiques des propriétés viscoélastiques des protéines par des essais de supplémentation et de reconstitution;
- ❖ Le chapitre V concerne les modifications physicochimiques des différentes classes lipidiques et les différentes liaisons impliquées au cours du séchage.
- ❖ Le dernier chapitre est consacré à la présentation des principales conclusions.

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I – Le blé

I-1- Place dans l'alimentation humaine.

Parmi les espèces végétales les plus cultivées dans le monde, les céréales occupent la première place. Bien que moins riches en protéines que les légumineuses (7 à 15% du poids total pour les céréales au lieu de 20% et plus pour les légumineuses), les céréales sont la principale source protéique de l'alimentation humaine. Le blé est la première céréale produite dans le monde avec l'ordre de 600 millions de tonnes par an (FAO, 2006). Le blé dur représente 6% de la production mondiale et plus de 45% de la consommation en Algérie. D'où l'importance des protéines de blé dans l'alimentation humaine et l'économie mondiale. On comprend donc que d'innombrables travaux aient porté sur les caractéristiques de ces protéines et sur leur amélioration quantitative et qualitative.

I-2- Structure du grain et génétique

Le grain de blé ou caryopse est constitué de trois parties (Figure 1) : les enveloppes propres au caryopse, l'albumen farineux entouré de sa couche à aleurone et l'embryon ou germe. Le genre *Triticum* (blé) renferme le blé dur (*Triticum durum* Desf.) et le blé tendre (*Triticum aestivum* L.).

- Le blé dur est une espèce tétraploïde possédant 2 génomes diploïdes différents (A et B) constitué chacun de 7 paires de chromosomes ($2n=28$).

- Le blé tendre est hexaploïde ($2n=42$) et possède en plus le génome D.

Parmi les autres caractéristiques du grain qui les distinguent, la texture vitreuse de l'amande et sa composition biochimique, (plus riche en pigments caroténoïdes et en protéines dotées de propriétés fonctionnelles particulières), font du blé dur la matière première de choix pour la fabrication des pâtes alimentaires.

I-3- Les protéines

La teneur en protéines du blé dur varie de 9 à 18% en fonction des variétés et des facteurs agroclimatiques.

Depuis les travaux d'Osborne (1907), les protéines du blé sont classées en quatre groupes sur la base de leur solubilité : les albumines (solubles dans l'eau), les globulines (solubles dans les solutions salines diluées), les gliadines (solubles dans l'éthanol à 70%) et les gluténines (insolubles dans les solvants précédents et partiellement solubles dans les acides et les bases diluées). Les albumines et les globulines sont des protéines cytoplasmiques

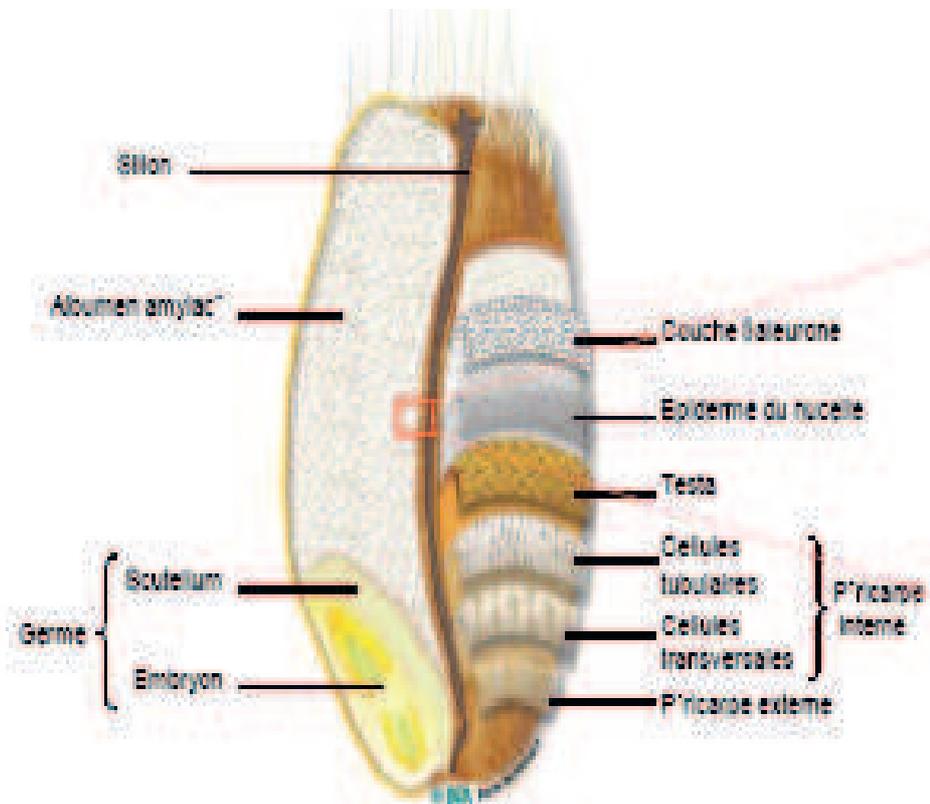


Figure 1: Coupe longitudinale d'un grain de blé

Tableau 1 : Caractéristiques des protéines de réserve du blé

Prolamin group	S-poor	S-rich			HMW subunits of glutenin
Classical nomenclature	ω -gliadins	α -type gliadins	γ -type gliadins	Aggregated gliadin (LMW subunits of glutenin)	
Partial amino acid composition (mol.%)					
Glx	41 – 53	36 – 12	39 – 40	38	34 – 39
Pro	20 – 30	15 – 16	18 – 19	15	13 – 16
Gly	0.9 – 1.4	1.9 – 2.7	2.7	3.3	14 – 20
Phe	8.1 – 9.0	3.7 – 3.9	1.4 – 1.7	4.7	0.3 – 1.1
Cys	0	1.8 – 1.9	1.9 – 2.0	2.7	0.4 – 1.5
Met	0 – 0.1	0.9 – 1.2	0.9 – 1.2	0.6	0.4
Molecular weights by SDS-PAGE	44 – 74.000	32.000	38 – 42.000	36 – 44.000	95- 136000
Sequencing	-	31.000	-	33.000	64 – 70000
Structural locus					
Designation	Gli-1	Gli-2	Gli-1	Glu-3	Glu-1,
Location	1AS, 1BS 1DS	6AS, 6BS 6DS	1AS, 1BS 1DS	1AS, 1BS, 1DS	1AL, 1BL, 1DL

Shewry et al., (1986)

ou métaboliques. Elles représentent 15 à 20 % des protéines totales. Ce sont des protéines globulaires pauvres en acide glutamique et proline, mais riches en acides aminés basiques. Elles sont constituées de protéines se différenciant par leurs propriétés physico-chimiques (PM, pI, acides aminés) et fonctionnelles (activités enzymatiques: α - et β -amylase, protéases, oxydo-réductases ; inhibiteurs d'enzymes, pouvoirs émulsifiant et moussant...). Les gliadines et les gluténines sont des protéines de réserve, elles sont les principaux constituants du gluten.

Mais l'évolution des techniques de fractionnement et d'analyse a permis une classification plus fine des protéines, basées sur leurs caractéristiques structurales et génétiques (Mifflin et al., 1983 ; Shewry et al., 1986). Les gliadines et les gluténines sont regroupées au sein de la famille des prolamines. Elles même subdivisées en 3 groupes en fonction de leur composition en acides aminés soufrés et de leur degré de polymérisation (**Tableau 1**).

I-3-1-Protéines du gluten : gliadines et gluténines

Le gluten est un complexe protéique viscoélastique obtenu par lixiviation d'une pâte de blé tendre ou de blé dur. Constitué principalement de protéines (75 à 85% M.S. selon les conditions de fabrication), il contient aussi de l'amidon (8 à 10% m.s.), des sucres réducteurs (1 à 2% M.S.), des lipides (5 à 10% M.S.), des pentosanes (2% M.S.) et des matières minérales (1% M.S.). La fraction protéique du gluten est constituée des gliadines, qui lui confèrent ses propriétés d'extensibilité, et des gluténines, qui contribuent à sa ténacité et à son élasticité (Schofield et Booth, 1983).

La principale différence entre les gliadines et les gluténines repose sur le fait que les gliadines sont des chaînes de polypeptides monomériques associées par des ponts hydrogène et hydrophobe alors que les gluténines sont constituées de multiples chaînes liées entre elles par des ponts disulfures (Mac Ritchie, 1992).

I-3-1-1-Les gliadines :

Représentent 40 à 45% des protéines totales, de poids moléculaires compris entre 25.000 et 70.000Da. Elles présentent un grand polymorphisme d'origine génétique. On distingue 3 types de gliadines : les α/β , les γ et les ω gliadines qui représentent respectivement 44-60%, 30-46% et 6-20% des gliadines totales (Wieser et al., 1994a). Leur masse moléculaire estimée par électrophorèse en présence de SDS est comprise entre 30.000 et 40.000Da pour les α/β -, et γ -gliadines et entre 60.000 et 80.000 Da pour les ω -gliadines. Les gliadines se caractérisent généralement par une très grande richesse en glutamine et en proline et une très faible teneur en acides aminés basiques.

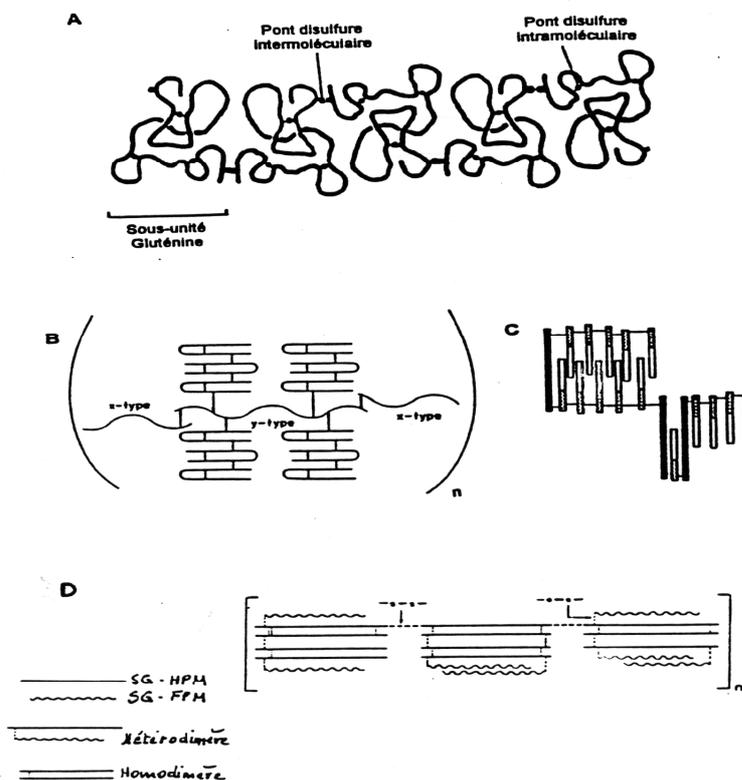


Figure 2. Comparaison des principaux modèles de polymères de gluténines.

A : Modèle de gluténine linéaire proposé par Ewart (1979) où chaque sous-unité est liée par un pont disulfure intermoléculaire à une autre sous-unité.

B : Modèle de Graveland *et al.* (1985) où chaque SG-HPM de type y est liée à deux SG-HPM de type x.

C : Modèle de Kasarda (1989) où les SG-HPM (longs batonnets noirs) sont liées indirectement par des SU-FPM (bâtonnets courts).

D : Modèle de Gao *et al.* (1992) où le gluten est formé de motifs élémentaires (constitués d'homo- ou hétéro-dimères), par des ponts disulfures.

Tableau 2 : Répartition des lipides dans les fractions du grain de blé (en % de la fraction considérée).

Fractions de blé	Lipides neutres	Glycolipides	Phospholipides
Germe	79 – 85	< 4	13 - 17
Aleurone	72 – 83	2 – 10	14 - 18
Endosperme non amidonneux:	33 – 47	20 – 35	22 - 35
Amidon	4 – 6	1 – 7	89 - 94
Grain entier	44 – 57	8 – 14	31 - 42

Elles adoptent une structure globulaire, riche en hélice α et / ou en coudes β , exceptée pour les ω -gliadines, la chaîne polypeptidique unique est repliée sur elle-même et maintenue par des ponts disulfures intramoléculaires (Shewry et Tatham, 1990).

I-3-1-2-Les gluténines :

Représentent 25 à 40% des protéines totales, résidu insoluble après extraction des autres types protéiques, elles ont un poids moléculaire de plusieurs millions. Moins riches en acide glutamique et en proline que les gliadines, elles le sont davantage en arginine, lysine et tryptophane. Ce sont des gros polymères, qui seraient liés entre eux par deux ponts disulfures intercaténaux et deux ou trois ponts intracaténaux (Shewry et al., 1995). Leur structure secondaire admet de nombreux coudes β . Les ponts disulfures intra et intermoléculaires jouent un rôle majeur dans l'établissement de la structure tridimensionnelle des sous unités de gluténines et de leur degré de polymérisation (Shewry et al., 1995).

Les gluténines présentent un polymorphisme aussi important en raison de leur tendance à s'associer par l'intermédiaire d'interactions hydrophobes, de liaison hydrogènes et de ponts disulfures intermoléculaires (Shewry et al., 1995). Après rupture des liaisons disulfures à l'aide d'un agent réducteur, l'électrophorèse en gel de polyacrylamide en milieu dénaturant montre que la fraction gluténine est constituée de 2 types de sous-unités: SG-FPM (Sous unités de Faible Poids Moléculaire) ou LMWG (Low Molecular Weight Glutenin) de poids moléculaires compris entre 30 et 70 KDa et les SG-HPM (Sous unités Gluténines de Haut Poids Moléculaire) ou HMWG (High Molecular Weight Glutenin), de poids moléculaires compris entre 95 et 130 KDa (Payne et al., 1980).

✚ Les LMWG ont été fort peu étudiées car longtemps confondus avec les α - β - et γ -gliadines dont elles se rapprochent par leur composition (richesse en S), leur structure secondaire et leur propriétés physico-chimiques (Tatham et al., 1987). Elles sont en particulier plus hydrophobes que les HMWG (Burnouf et Bietz, 1984). Les LMWG sont codées par des gènes situés sur le bras court des chromosomes 1A et 1B. Il s'agit de 2 loci nommés Glu-A3 et Glu-B3 proches mais distincts de ceux codant la synthèse des gliadines (Gli-A1 et Gli-B1) (Shewry et al., 1986).

✚ Les HMWG sont des polypeptides pauvres en S, présentent un fort pouvoir agrégatif lié à leur haut poids moléculaire et à la présence de résidus cystéines localisés à chaque extrémité des polypeptides (Feillet, 2000). Les HMWG sont codées par 2 groupes de gènes constituant les loci Glu-A1 et Glu-B1 et localisés respectivement sur les bras longs des chromosomes 1A et 1B (Payne et al., 1984) (**Tableau 1**).

Les sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMWG)

Représentent environ les 2/3 de l'ensemble des gluténines, le 1/3 est constitué par les HMWG (Wieser et al., 1994a). Leur polymorphisme est moins important que celui des gliadines: 7 à 16 sous unités gluténines à faible poids moléculaires (LMWG) dans une variété (Gupta et Shepherd, 1990). La composition en acide aminé des LMWG est proche de celle des gliadines avec une teneur plus élevée en serine. Leur point isoélectrique est situé entre pH 6 et 8 (Feillet, 2000). Les travaux de Shewry et Tatham (1997) sur la détermination des liaisons disulfures ont montré que le groupement SH dans la région N-terminale des LMWG est impliqué dans les liaisons inter-chaines. Ce type de liaison permet aux sous-unités de gluténine de se lier entre elles pour former des polymères. La structure secondaire des LMWG est caractérisée par la présence d'hélice β dans le domaine répétitif et d'hélice α dans le domaine C-terminal, ce qui permet le développement d'une structure tertiaire qui contribue à la fois à l'élasticité et à la viscosité du gluten. Les LMWG possèdent un fort pouvoir agrégatif qui se manifeste au cours de la transformation de la semoule en pâtes. Ces propriétés agrégatives contribuent à la formation du réseau protéique qui confère à la pâte ses propriétés viscoélastiques (Autran et Berrier, 1984).

- Les sous unités gluténines à haut poids moléculaires (HMWG)

Les sous unités gluténines à haut poids moléculaires ont fait l'objet de très nombreux travaux notamment dans le cas du blé tendre (Shewry et al., 1992). On leur attribue un rôle déterminant dans les propriétés technologiques des farines. Ce sont les prolamines qui présentent le plus faible polymorphisme. Leur composition en acides aminés est riche en glutamine, en glycine et en soufre, mais pauvre en proline et en glutamine. Elles possèdent une hydrophobicité estimée d'après leur comportement en chromatographie en phase inverse, plus faible que celles des LMWG et voisine de celle des ω -gliadines (Shewry et al., 2001). De plus, la présence des résidus de cystéine dans les régions N-terminale et C-terminale favorisent d'avantage l'agrégation et améliore la qualité rhéologique du gluten.

Malgré le peu d'informations existant sur la formation des ponts disulfures entre HMWG, plusieurs modèles structuraux des gluténines ont été proposés, mais aucun ne fait actuellement l'unanimité (Figure 2).

Selon Ewart (1988), une molécule de gluténine serait constituée par l'association de plusieurs sous-unités sous une forme appelée concaténation. Chaque sous-unité serait liée à une autre par un pont disulfure unique intercaténaire. Elle posséderait en outre un deuxième pont S-S intracaténaire. L'enchevêtrement des concaténations formerait un réseau qui confère au gluten ses propriétés viscoélastiques.

Pour Graveland et al., (1985), les sous-unités HMW sont liées les unes aux autres par des ponts disulfures intermoléculaires et forment le squelette linéaire des polymères de gluténine. Ce modèle diffère de celui d'Ewart par l'existence de ramifications formées par les LMWG liées aux résidus cystéines libres des HMWG par des liaisons disulfures.

Kasarda (1989), s'oppose aux précédents dans la mesure où les sous-unités gluténines, stabilisées par des ponts disulfures intermoléculaires dans une configuration spécifique, sont associées uniquement par des liaisons secondaires. Ce modèle, qui néglige l'importance des ponts disulfures intermoléculaires, est difficilement compatible avec les propriétés biochimiques et rhéologiques connues des gluténines.

Gao et Bushuk (1992), estiment que le gluten est formé de motifs élémentaires reliés par des ponts disulfures. Chaque motif serait constitué de deux ou plusieurs homo (HMWG-HMWG) ou hétéro (HMWG-LMWG) dimères. Les réducteurs affecteraient d'abord les liaisons unissant les motifs principaux, puis les liaisons inter-dimères et enfin les liaisons intra-dimère.

Néanmoins la plupart des chercheurs s'accordent sur le fait que les polymères de gluténine sont constitués de sous-unités HMW et LMW reliées par des ponts disulfures intermoléculaires. Toutefois les divergences subsistent encore au niveau de l'arrangement même des sous unités et de l'importance des liaisons disulfures par rapport aux liaisons secondaires.

I-4 – Les lipides du blé

Les lipides regroupent un ensemble très diversifié d'espèces moléculaires insolubles dans l'eau, mais très solubles dans les solvants organiques non polaires ou polaires.

Présents en faibles quantités dans les céréales, les lipides jouent un rôle relativement effacé du point de vue nutritionnel. Par contre, leur intervention sur l'ensemble des autres qualités des produits de transformation est loin d'être négligeable (Drapron et Genot, 1979).

I-4-1- Teneur en lipides du blé

La teneur en lipides varie selon les fractions du grain. Le germe et la couche à aleurone sont les fractions les plus riches en lipides (respectivement 28 et presque 10% du poids sec de ces fractions), l'albumen contient à peine 2% (Morrison, 1978).

Les lipides représentent 0,8 à 2% en poids sec de la semoule, et sont pour une part associés à l'amidon et pour une autre part insérés dans la matrice protéique (Morrison et al.,

1975). Ces derniers vont contribuer à l'expression des propriétés viscoélastiques du gluten (Morrisson, 1978; Berger, 1982; Chung, 1986; Ohm et al., 1999; Ohm et Chung, 2002).

Les lipides complexés à l'amidon représentent la moitié des lipides de l'albumen, ce sont essentiellement des lysophospholipides qui sont associés aux hélices d'amylose des granules d'amidon.

Les lipides non complexés à l'amidon sont classés en deux groupes selon leurs caractéristiques de solubilité dans les solvants organiques: les lipides libres, extractibles par les solvants apolaires (pentane, hexane, éther de pétrole), les lipides liés, extractibles avec des solvants polaires tels le méthanol ou le butanol saturé d'eau.

Les compositions des lipides libres et liés sont différentes : alors que les deux tiers des lipides libres sont neutres (triglycérides, stérols, stérylesters et pigments), les deux tiers des lipides liés sont polaires (glycolipides et phospholipides) (Chung, 1986).

Selon Morrisson (1977), d'un point de vue qualitatif, les lipides du germe sont surtout des lipides neutres, alors que dans l'endosperme, les lipides associés aux protéines sont surtout des glycolipides, et ceux associés à l'amidon sont des phospholipides, avec une proportion de lipides neutres allant de 33 à 48 % (Tableau 2).

Bien qu'aucune relation significative n'ait été trouvée entre la teneur ou la composition des lipides libres et la qualité boulangère des variétés de blé tendre, Chung et al., (1982) trouvent que différentes fractions lipidiques solubles dans l'éther de pétrole (ou leurs proportions respectives) sont fortement corrélées à des différences génétiques et peuvent moduler les temps de pétrissage et le volume potentiel du pain. Par ailleurs, Morrison et al., (1989) ont montré que la proportion de lipides polaires extraits à l'hexane est contrôlée par au moins deux gènes présents sur le bras court du chromosome 5D. Les lignées ne possédant pas ce fragment de chromosome présentent une teneur plus faible en lipides polaires libres et donnent des pains de faible volume. D'après, les travaux de Mc Cormack et al., (1991) un rapport lipides polaires/lipides non polaires élevé, privilégie les interactions lipides-protéines au cours du pétrissage et aura un effet bénéfique sur les propriétés rhéologiques de la pâte.

II – LES PÂTES ALIMENTAIRES

Les pâtes alimentaires sont des produits obtenus par hydratation, extrusion et séchage de mélange de semoule et d'eau avec éventuellement d'autres additifs (œuf, épinards, tomate,...). En Algérie, les pâtes alimentaires sont à base de blé dur. La diversification des pâtes proposées ainsi que leurs qualités hygiénique et nutritionnelle (riches en glucides lents et pauvres en lipides), font de ces produits un aliment diététique de choix (Feillet, 2000).

II-1- Fabrication des pâtes alimentaires.

II-1-1- Technologie de fabrication et paramètres de qualité

II-1-1-1- Mélange et mise en forme

Les pâtes alimentaires sont fabriquées en mélangeant de la semoule, de l'eau, éventuellement des œufs dans un malaxeur ; la quantité d'eau ajoutée est d'environ 280 litres par tonne de semoule de manière à ce que la teneur en eau finale soit voisine de 33% (M.H.). Le produit obtenu, constitué de grumeaux plus ou moins gros, est repris par une vis sans fin qui force la pâte à travers un moule sous une pression qui peut dépasser les 100 Kg/cm². A ce stade et parfois dès le malaxage le vide est appliqué de manière à éviter les oxydations et chasser les bulles d'air. La forme des filières et la vitesse à laquelle les pâtes sont découpées à la sortie de la presse déterminent le format. Les pâtes obtenues sont séchées.

II-1-1-2- Séchage

Le séchage consiste à abaisser le taux d'humidité des pâtes alimentaires jusqu'à 12.5% (M.H.), de manière à stabiliser le produit et à assurer une meilleure conservation.

Le séchage est l'opération la plus délicate dans le processus de fabrication des pâtes alimentaires (Feillet, 2000 ; Cubadda, 2007). Il doit être conduit de manière contrôlée, surtout dans le cas des pâtes longues : trop rapide, il provoque une rupture dans le gradient de l'humidité qui s'installe entre les parties internes et périphériques des pâtes, ce qui engendre des gerçures.

II-1-1-3- Séchage à haute (HT) et très haute température (THT).

On désigne par séchage à haute température (HT), l'utilisation d'un cycle de séchage comportant un stade avec une température comprise entre 65°C et 85°C. Le séchage à très haute température (THT) désigne un cycle comportant un stade avec une température égale ou supérieure à 85°C.

Pendant longtemps les pâtes alimentaires ont été séchées à des températures inférieures à 60°C pour éviter la dénaturation des protéines et la gélatinisation de l'amidon et

respecter le mieux possible l'intégrité physique et biochimique des produits. Pour satisfaire la demande croissante et les exigences des consommateurs, l'industrie a mis au point de nouvelles technologies de dessiccation à haute et très haute température. En dépit d'une légère diminution de la valeur nutritionnelle des produits finis (due à une moindre disponibilité de la lysine), le séchage à haute température a contribué à améliorer la qualité organoleptique et hygiénique des pâtes.

- De passif (élimination de l'eau sans modification des macromolécules glucidiques et protéiques de la pâte), le séchage à haute température devenait ainsi une opération active ayant non seulement pour objectif de ramener les produits finis à la teneur en eau requise mais également celui de provoquer une profonde transformation des caractéristiques physicochimiques des matières premières de manière à améliorer tout autant l'aspect que le comportement durant la cuisson (Feillet, 2000, Zweifel et al., 2003).

- D'un point de vue économique et technique, l'augmentation des températures de séchage présente de nombreux avantages. Elle permet de réduire les temps de séchage et donc la taille des séchoirs. D'un temps de séchage de 10 à 15 heures à 50/60°C, on est passé progressivement jusqu'à moins de 2 heures avec les Très Hautes Températures (THT jusqu'à 130°C). Outre l'économie d'échelle sur les séchoirs, il permet une diminution des dépenses énergétiques (de 10% à 20%) et un accroissement de la capacité des séchoirs (Frances et Ollivier, 1985).

II-2- Composition des pâtes alimentaires

Les constituants majeurs de la pâte alimentaire qui font preuve d'un grand rôle fonctionnel, sont les protéines (12 à 14% de M.S.) et l'amidon (70% M.S.). C'est à l'issue d'une compétition physique pour l'eau entre ces deux constituants que seront obtenues, lors du séchage puis de la cuisson, des pâtes fermes ou des pâtes collantes et délitescentes. Les protéines vont en effet former un réseau insoluble qui enserrera plus ou moins efficacement les grains d'amidon, qui au cours de la cuisson vont rompre progressivement des liaisons et entraîner une délitescence de la pâte.

II-3- Notion de qualité

A elle seule, la notion de qualité recouvre plusieurs aspects (nutritionnel, hygiénique et surtout organoleptique). Les critères de qualité des pâtes alimentaires doivent répondre aux exigences des consommateurs auxquelles sont soumis les sélectionneurs, les producteurs et les industriels de la transformation.

- Sur le plan nutritionnel, les pâtes alimentaires sont des aliments énergétiques et constituent un apport protéique non négligeable.

- La qualité hygiénique des pâtes alimentaires ne pose pas de problème particulier surtout depuis l'utilisation des techniques de séchage à haute et très haute température.

- La qualité organoleptique est déterminée par deux caractéristiques, l'aspect des pâtes à l'état cru avec la couleur et le comportement à la cuisson (qualité culinaire).

La couleur, le produit doit être de couleur jaune ambrée, sans coloration brune ou rougeâtre. D'autre part, la pâte alimentaire sèche ne doit pas présenter de défaut visuel (gerçures, piqûres et texture superficielle).

La qualité culinaire repose sur le temps minimum, optimal et maximal de cuisson, le gonflement ou absorption d'eau durant la cuisson, la texture des produits cuits (fermeté, viscoélasticité, masticabilité), l'état de surface des produits cuits (collant, delitescence), l'arôme et le goût (Feillet et Dexter, 1996). Il est reconnu que celle-ci est pour une large part tributaire de la composition biochimique du grain de blé (Feillet, 2000).

II-4- Rôles des constituants biochimiques dans la qualité culinaires des pâtes alimentaires

De nombreux travaux ont montré que les constituants biochimiques de la semoule (protéine, amidon, lipide) ainsi que les composants mineurs (pentosanes, enzyme, ...) jouent un rôle déterminant dans la qualité du produit fini.

II-4-1- Rôle des protéines:

Les protéines de la semoule de blé dur jouent un rôle prépondérant dans la qualité culinaire des pâtes alimentaires (Feillet, 1984 ; Feillet, 2000), intervenant à la fois dans l'état de surface des pâtes cuites et dans le développement de leurs propriétés viscoélastiques. D'Egidio et al., (1979) et Feillet (1984) ont montré que ces deux paramètres sont indépendant l'un de l'autre.

La recherche de relations simples entre la composition protéique des blés et la qualité culinaire a fait l'objet de nombreuses études.

Les études de Matveef (1966) ont montré une relation entre la teneur en protéines du blé et la qualité culinaire des pâtes alimentaires; une teneur supérieure à 13% était considérée comme nécessaire pour l'obtention d'un produit de qualité satisfaisante, et une teneur inférieure à 11% donne un produit de mauvaise qualité.

D'après Damidaux et Feillet (1978), la qualité culinaire est d'autant meilleure que la teneur en protéines et la recouvrance élastique du gluten sont élevées. Ils ont montré que la teneur en protéine était responsable de 30 à 40% de la variabilité de la qualité culinaire. Les propriétés du gluten sont aussi considérées comme un facteur essentiel de la qualité culinaire (Matveef, 1966 ; Sheu et al., 1967 ; Matsuo et Irvine, 1970 ; Grzybowski et Donnelly, 1979 ; Irvine, 1979). Ainsi, Damidaux et Feillet (1978) ont montré l'existence d'une relation entre les propriétés rhéologiques des pâtes alimentaires et les propriétés viscoélastiques du gluten. Ces propriétés constituent selon ces auteurs des caractéristiques variétales. Les variétés donnant un gluten de forte recouvrance élastique permettaient de fabriquer des pâtes de bonne qualité. La teneur en protéines et la qualité du gluten restent donc les deux critères de base nécessaires à la prédiction de la qualité des pâtes, pour des pâtes séchées à basse température (40°C), d'après D'Egidio et al., (1990). Ces auteurs constatent que, pour des pâtes séchées à haute température (80°C), le processus technologique semble prévaloir sur la qualité intrinsèque; le meilleur critère de prédiction à retenir est alors la teneur en protéines. Parmi les quatre groupes protéiques définis précédemment, les gluténines sont reconnues comme jouant un rôle clé dans les propriétés rhéologiques de la semoule (Feillet, 2000).

Pour Walsh et Gilles (1971), ils semblent qu'une teneur élevée en gluténines confère à la pâte une bonne qualité culinaire. Selon Dexter et Matsuo (1980), un rapport élevé entre gluténines et gliadines est un bon indice pour prévoir une bonne qualité culinaire. D'autres travaux (Payne et al., 1984 ; Pogna et al., 1990; Abecassis et al., 1990) ont montré une liaison génétique étroite entre la γ -gliadine 42 et un quadruplet de la sous unités gluténines de faibles poids moléculaires (LMWG1) et d'autre part entre la γ -gliadine 45 et un triplet de sous unités gluténines de faibles poids moléculaires (LMWG2). Ces LMWG possèdent un fort pouvoir agrégatif qui se manifeste au cours de la transformation de la semoule en pâte. Ces propriétés agrégatives contribuent à la formation du réseau protéique qui confère à la pâte ses propriétés viscoélastiques. Cependant, aussi bien en raison de leur importance quantitative que sans doute également de leurs propriétés spécifiques, ces protéines peuvent contribuer de manière significative à ce qu'il est convenu d'appeler, dans une acceptation très large, la qualité technologique des blés et des farines (Melas et al., 1993). En 1987, Autran et al., ont mis en évidence des différences quantitatives entre les sous unités gluténines de faibles poids moléculaires associées aux γ -gliadine 42 et γ -gliadine 45 (LMWG 1 et LMWG2 représentent 15% et 28% respectivement, des protéines totales) et ont montré que la γ -gliadine 45 n'est que le marqueur génétique de la fonctionnalité d'une autre famille de protéines, les gluténines de faibles poids moléculaires (LMWG) (Pogna et al., 1990).

L'effet de la composition protéique sur la qualité du blé dur a été mis en évidence à travers les corrélations existantes entre les gliadines et gluténines et les différents tests d'évaluation de la force de gluten. Damidaux et al., (1980) ont noté une relation entre la composition des diagrammes électrophorétiques des gliadines et la recouvrance élastique du gluten. Ainsi, la présence de la γ -gliadine 45 est associée à une bonne viscoélasticité du gluten alors que les cultivars possédant la γ -gliadine 42 ont un gluten de faible viscoélasticité. Des travaux ultérieurs ont confirmé cette correspondance sur un très grand nombre de cultivars (Du Cros et al., 1982 ; Payne et al., 1984).

Les facteurs rendant compte de l'état de surface (collant et délitescence) ont fait l'objet de quelques travaux (Wasik, 1978; Dexter et Matsuo, 1979; D'Egidio et al., 1979; Matsuo et al., 1982) mais sont encore à discuter. Ils relèvent de l'aptitude des protéines à s'insolubiliser pendant la cuisson. Kobrehel et Alary (1989) ont mis en évidence une relation entre la teneur en SH plus SS de deux gluténines de faible poids moléculaire (DSG-1 et DSG-2 pour Durum rich Sulfur Glutenin) et l'état de surface des pâtes cuites. Ces DSG contribuent à la formation d'un réseau protéique solide, retenant les granules d'amidon au cours de la cuisson selon l'hypothèse formulée par Resmini et Pagani (1984). Cependant, selon Chardard (1991) ces protéines agiraient en tant que catalyseur des réactions de réduction des gluténines lors de l'hydratation des semoules et que seul le traitement thermique provoquerait l'implication des liaisons disulfures intramoléculaires pour former des agrégats avec d'autres constituants.

II-4-2- Rôle des lipides

Le rôle des lipides dans l'expression de la qualité des pâtes n'a fait l'objet que de très peu d'études. Feillet (1984) rapporte que certaines classes de lipides contribuent à la cohésion du réseau glutineux et à l'intégrité des pâtes durant la cuisson.

D'après Laignelet (1983b), la qualité culinaire des pâtes serait améliorée par l'oxydation des lipides du gluten. De même Matsuo et al (1986), ont montré que les lipides exercent une influence sur la qualité culinaire des spaghetti et ce sont les monoglycérides qui sont responsables de la résistance des spaghetti à la surcuisson tout en limitant les pertes en amylose. Les monoglycérides avec les acides gras saturés sont très efficaces dans la complexation de l'amylose dans les solutions aqueuses à 60°C.

Au cours de la pastification, les lipides libres de la semoule se lient aux protéines et à l'amidon pour former un complexe amidon – glycolipides – protéines (Chung et al., 1978). Ce phénomène est très important lors du séchage des pâtes (Barnes et al., 1981; Laignelet, 1983);

90% des lipides libres se lient durant la mise en forme et surtout le séchage, à cause de la perte d'eau ; ils ne représentent plus que 5% de la fraction lipidique totale des pâtes. Les triglycérides participent pour une grande part à ce phénomène. Le séchage aurait pour effet d'enchâsser les lipides dans une matrice amidon-protéine déshydratée de telle sorte que seuls les solvants aptes à réhydrater la matrice permettent l'extraction des lipides liés.

II-4-2-1-Interaction des lipides avec les constituants du grain

❖ Interaction lipide – fraction protéique

Selon Wehrli et Pomeranz (1970), les lipides se lient aux gluténines par l'intermédiaire des phospholipides et aux gliadines par le biais des glycolipides (les monogalactosyldiglycérides et les digalactosyldiglycérides).

D'après Chung (1986), la distribution des lipides dans les différentes fractions dépend des conditions de fractionnement (**Tableau 3**). Les lipides liés aux gliadines sont exclusivement des lipides polaires et le digalactosyldiglycéride est le glycolipide prédominant suivis par le monogalactosyldiglycéride.

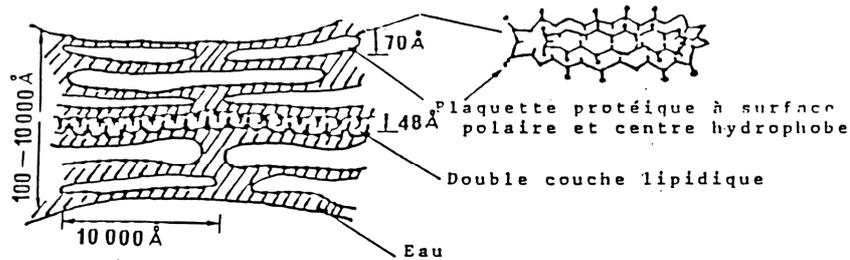
❖ Interaction lipide – amidon

L'amidon renferme sous forme d'inclusion jusqu' à 1 % de lipides totaux qui se répartissent en lipides neutres (6 à 9 %), glycolipides (3 à 5 %) et phospholipides (86 à 91 %) (Morrison et al., 1975). Selon Morrison (1988), les lipides complexés à l'amidon sont si intimement liés au sein des granules d'amidon qu'ils ne semblent pas avoir de rôle actif dans la pâte, sauf au niveau de la gélatinisation de l'amidon lors de la cuisson. Par contre les lipides non complexés à l'amidon participent à des processus chimiques et physiques en panification. Au cours du pétrissage, les lipides joueraient le rôle d'agent de liaison entre l'amidon et les protéines par l'intermédiaire de phospholipides. L'étude de l'interaction glycolipide-protéine par (Wehrli et Pomeranz, 1970) sur l'amidon natif et gélatinisé et sur l'interaction glycolipides-gliadines montre que les glycolipides se lient aux gliadines et à l'amidon gélatinisé par des liaisons hydrogènes (hydrophiles) et aux gluténines par des liaisons hydrophobes.

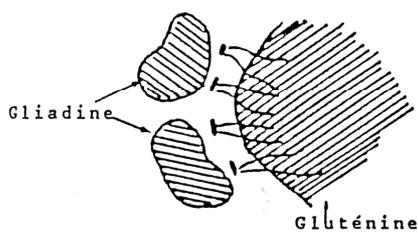
Tableau 3: Composition lipidique des gluténines et gliadines du gluten obtenu par deux méthodes de fractionnement.

Méthode de Fractionnement	Fractions de gluten	Lipides (% ms)			
		Libres	liés	totaux	% de lipides dans le gluten
Fractionnement Avec 70% d'éthanol	Gladines	4.3	3.9	8.2	68
	Gluténines	1.4	3.0	4.4	32
Fractionnement acide (pH de précipitation)	Gladines	-	-	1.5	6
	Gluténines	-	-	20.0	82

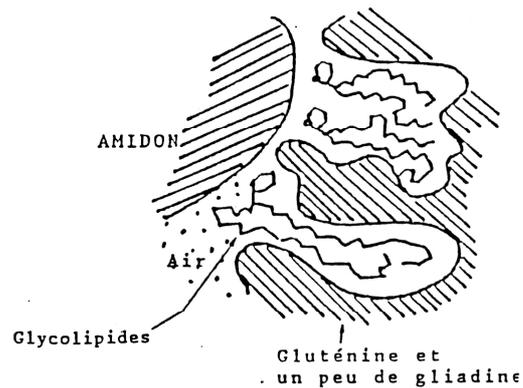
Chung, 1986



MODELE DE GROSSKREUTZ (1961)



MODELE DE HOSENEY (1970)



MODELE DE WHERLI ET POMERANZ (1970)

Figure 3: Différents modèles de complexes lipoprotéiques formés avec les protéines de réserve du blé

Ainsi, les travaux effectués par les différents auteurs, même s'ils aboutissent parfois à des résultats contradictoires, mettent en évidence l'importance des interactions entre lipides et protéines, des liaisons hydrophobes en particulier, sur les phénomènes d'agrégation des protéines du gluten et leur solubilité.

Ces études biochimiques, jointes aux observations faites en microscopie ont conduits différents auteurs à proposer plusieurs modèles de formation de complexes lipoprotéiques (Figure 3).

Dans le modèle de Grosskreutz (1961), les phospholipides formeraient un feuillet bimoléculaire orienté vers le gluten, les lipoprotéines occuperaient 2 à 5 % de la structure du gluten, les chaînes protéiques étant sur la face externe des feuillets lipidiques. De l'étude des interactions des glycolipides avec les macromolécules protéiques et glucidiques, Hosney et al., (1970), propose un modèle constitué d'un complexe gliadines-glycolipides-gluténines, alors que Wehrli et Pomeranz (1970) propose un complexe amidon- glycolipides-gluten, les glycolipides se lient aux gliadines et à l'amidon par des liaisons hydrogènes et aux gluténines par des liaisons hydrophobes. Les interactions entre les lipides, protéines, amidon ont été résumées par Chung et al (1978), qui ont établi un modèle de ces interactions. Dans ce modèle, la molécule anionique Na-Stearyl-2 lactyllactate forme un complexe rigide avec les gluténines et l'amidon et réagit par ailleurs entre les gluténines et les gliadines pour former un agrégat amidon-protéine stable.

III- Evolution de la composition sous l'effet du séchage

De toutes les étapes de fabrication, celle ayant le plus d'effet sur la qualité finale du produit est incontestablement le séchage (Feillet, 2000 ; Cubadda et al., 2007).

Les conditions de séchage ont des répercussions spectaculaires sur la qualité du produit fini. Les principaux facteurs à prendre en compte sont la température maximum atteinte, la durée de traitement et l'humidité de la pâte lors de ces maxima. De très nombreux travaux ont porté sur l'optimisation des effets du séchage sur les pâtes, sur les mécanismes de ces effets et leurs conséquences sur la qualité et la valeur nutritive des pâtes.

❖ Sur les protéines

- Quantitativement, le séchage n'a aucune influence sur la teneur en protéines (Resmini et al., 1976 ; Feillet, 2000 ; D'Egidio et al., 1996 ; Cubadda et al., 2007).

- Qualitativement, sous l'effet de traitements hydrothermiques, le gluten subit une thermocoagulation, conséquence de la dénaturation irréversible des protéines et de leur agrégation. Ce mécanisme met en jeu des liaisons intermoléculaires qui induisent la

polymérisation des protéines du gluten. Les propriétés mécaniques et rhéologiques en sont profondément modifiées ((Slade et Levine, 1994).

La sensibilité d'une protéine à la dénaturation thermique est fonction de la vitesse avec laquelle la chaleur va rompre les interactions ou liaisons qui stabilisent les structures secondaires, tertiaires ou quaternaires, variables suivant les protéines (Cheftel et al., 1985).

Les liaisons de faible énergie jouent un rôle important au niveau des interactions protéiques. Près de 60% des acides aminés des protéines du gluten sont capables de former des liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires. Les liaisons hydrogènes contribuent aux propriétés rhéologiques des pâtes ; elles participent à la stabilisation des domaines répétitifs sans que soit rompue leur structure en spirale et favorisent les interactions entre protéines et eau environnante. Parmi les interactions faibles possibles, les interactions hydrophobes jouent un rôle prépondérant dans le maintien des sous-unités. Elles résultent de l'association des chaînes apolaires qui évitent le contact avec les solvants polaires (eau en particulier). Elles sont renforcées par la température jusqu'à 60-90°C (Damodaran, 1988). Ces liaisons se forment au sein des agrégats protéiques et avec les lipides environnants. Autran et al., (1989) ont montré que les α -, β - et γ -gliadines monomériques s'agrègent par ces deux types de liaisons faibles.

Les liaisons covalentes, et notamment les ponts disulfures, sont responsables de la structure agrégée des protéines du gluten (Ewart 1988 ; Edwards et al., 2001). Les ponts S-S induisent le maintien de la protéine dans un état stable et lui confère des propriétés de thermorésistance (Whitaker, 1977). Mais ceux-ci peuvent être rompus par la chaleur puis se reformer pour former des liaisons intermoléculaires ou intramoléculaires. La formation de ponts disulfures entre molécules de protéines contribue de façon très importante à la fonctionnalité de ces protéines et en particulier à leur aptitude à se polymériser. Le nombre et la localisation des résidus cystéines sur les chaînes polypeptidiques sont des paramètres fondamentaux pour expliquer l'aptitude de ces protéines à s'associer par des liaisons disulfures inter et intramoléculaires (Shewry et Tatham, 1997). Les conditions suivant lesquelles les réactions d'échanges entre groupements thiols et liaisons disulfures se font et se défont peuvent expliquer le comportement rhéologique de la pâte au cours des procédés de fabrication. D'après Autran et al., (1989), deux phénomènes se produisent simultanément au niveau des monomères: le dépliement de la protéine qui provoque de nouvelles interactions hydrogènes et hydrophobes et la formation de nouvelles liaisons disulfures intermoléculaires qui stabilisent thermodynamiquement les agrégats. Feillet (2000) propose une classification

des protéines en fonction de leur aptitude à entrer dans de telles réactions (**Tableau 4**). Une schématisation des réactions est proposée sur la **Figure 4**.

De nombreuses études sur l'insolubilisation des protéines du blé concernent les protéines du gluten en solution ou le gluten lui-même (Pence et al., 1953 ; Booth et al., 1980 ; Schofield et al., 1983 ; Weegels et al., 1994a). Booth et al., (1980), ont montré qu'en solution, les gluténines sont plus facilement dénaturées que les gliadines (à 100% de la teneur initiale contre 75% respectivement pour un traitement de 90°C). Les HMWG sont plus affectées que les LMWG (Autran et Berrier, 1984 ; Kasarda, 1989). Ce sont les HMWG qui forment les plus gros agrégats. Selon Shewry et al., (1983), ceci relève de leur important poids moléculaire. Pour Moonen et al. (1983), leur caractère agrégatif est plus ou moins prononcé selon le nombre et la position de leurs résidus cystéines. Les HMWG ont leurs résidus cystéines localisés aux extrémités N- et C- terminales ce qui conduit à un arrangement tête-bêche (Shewry et al., 1983; Pogna et Mellini, 1988) et une structure répétitive en β -spirale de leur domaine central (Shewry et al., 1986). Kasarda (1989) explique la différence de sensibilité par la position des résidus cystéines sur chaque extrémité pour les HMWG et en extrémité C-terminale pour les LMWG. D'après les études de Tatham et Shewry (1985), les ω -gliadines sont particulièrement résistantes, elles sont hydrophobes, dépourvues de résidus cystéines et donc de pont disulfure, ont une conformation en pelote statistique riche en coudes β . Une augmentation de 20 à 80°C d'une solution de gliadines s'accompagne d'un changement conformationnel (à partir de 60°C) avec augmentation de la structure β pour les ω -gliadines et une diminution de la teneur en α -hélices pour les α -, β - et γ -gliadines. Globalement, les structures en hélice α laissent place aux structures en pelote statistique.

Dans le cas des pâtes alimentaires, les liaisons mises en jeu dans l'agrégation des protéines (gliadines et gluténines) (**Tableau 5**), est un sujet largement étudié mais les responsabilités des unes et des autres sont encore discutées.

La principale conséquence de cette agrégation-dénaturation est l'insolubilisation croissante des protéines en fonction de l'intensité et de la durée des traitements. Lors des traitements thermiques au delà de 75 à 80°C, ce sont principalement les groupements -SH qui, par réarrangement des ponts disulfures inter-protéiques entraînent l'insolubilisation des protéines (Feillet et al., 1989; Favier et al., 1996). Les protéines sans cystéine (ω -gliadine) sont très stables chimiquement et donc particulièrement résistantes aux dénaturations thermiques (Autran et al., 1989 ; Favier et al., 1996). Pour un même traitement thermique, l'insolubilisation des protéines sera plus poussée pour les pâtes séchées à forte humidité (Chardard, 1991; Favier et al., 1996).

Tableau 4 : Participation des groupements -SH des protéines des farines à la formation d'un réseau protéique (Feillet, 2000)

Type de protéine	Disponibilité des groupements -SH	Effet sur la formation de liaisons covalentes (S-S)
Albumines	Elevée	Réactions d'échange
Gliadines	Aucune	Nul
SG-HPM	-SH disponibles en nombre pair à une extrémité de la chaîne	Augmentation de la compacité des agrégats
SG-HPM	-SH disponibles à chaque extrémité de la chaîne	Elongateur de chaîne : poursuite de la polymérisation
SG-FPM	-SH disponibles à une seule extrémité de la chaîne (C-terminale)	Arrêt de la polymérisation

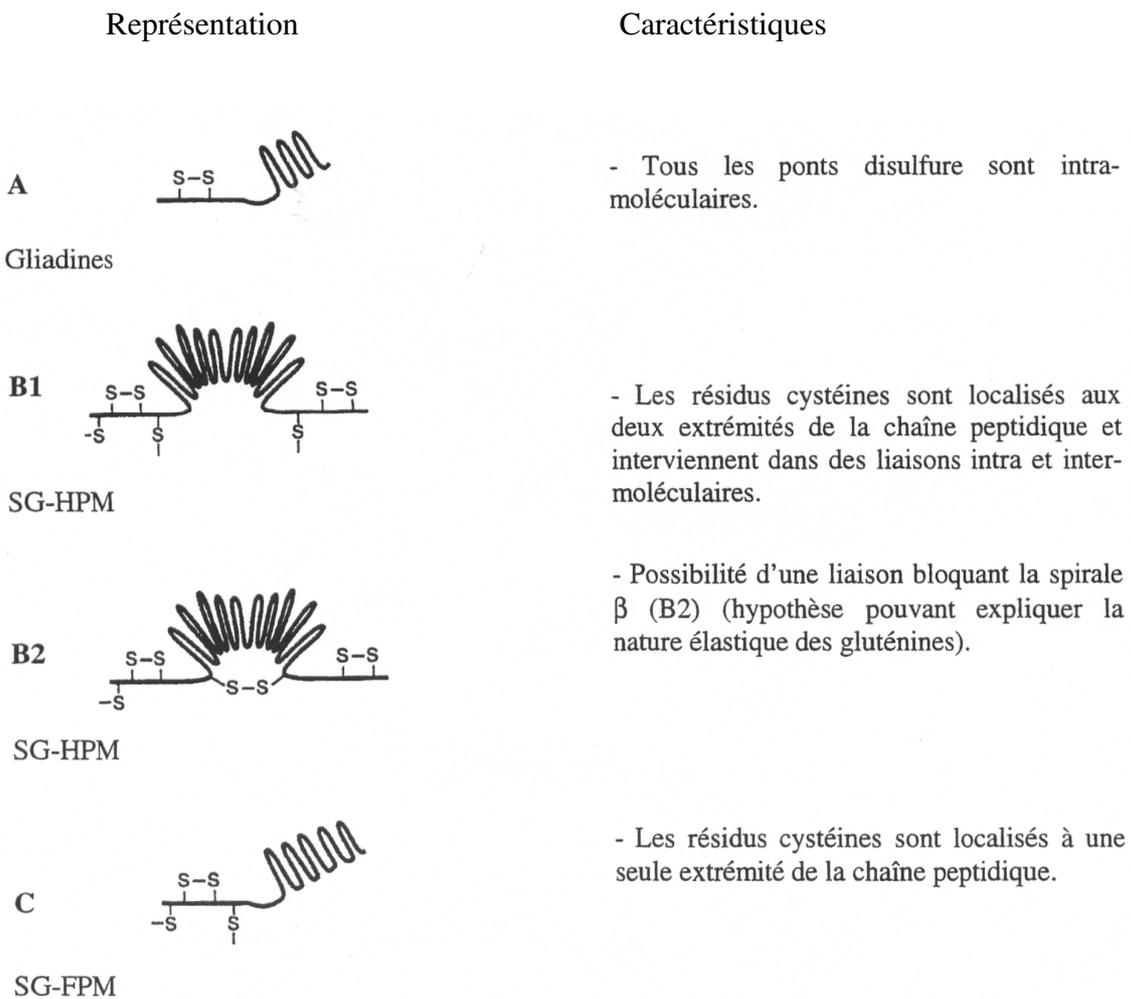


Figure 4 : Représentation schématique des protéines du gluten (adapté de Stauffer, 1998 in Feillet, 2000)

Tableau 5 : Nature des liaisons entre les protéines de la pâte (Feillet, 2000)

Nom des liaisons ou interactions	Nature	Groupes fonctionnels impliqués	Energie de rupture (kJ/mole)	Agents de rupture	Agents de renforcement
Covalentes	Mise en commun d'électrons entre atomes liés	Liaisons peptidiques Liaisons disulfure (cystine)	100 à 800	Protéases Réducteurs Cisaillement	
Ioniques	Attraction entre charges électriques opposées	Groupements acides et basiques chargés	40 à 100	Eau PH acide Force ionique élevée	
Hydrogène	Attraction entre un atome d'hydrogène et un atome électronégatif	Acide glutamique sous forme amidée (glutamine), acides aminés non polaires.	10 à 40	Eau Urée Solvants polaires Elévation de température	Froid
Hydrophobes	Agrégation de groupements non polaires	Alanine, isoleucine, valine, phénylalanine.	4 à 12	Eau Solvants apolaires Détergents Baisse de température	Chaleur
Van der Waals	Attractions	Dipôle permanent ou induit	1 à 9	/	/

L'ensemble des protéines des pâtes alimentaires est globalement affecté par les traitements hydrothermiques. Selon Autran et Bernier (1984), ce sont les gluténines de haut poids moléculaire (HMWG) qui sont le plus rapidement dénaturées jusqu'à l'insolubilisation, puis suivent les gluténines de faible poids moléculaire (LMWG), puis les α -, β - et γ -gliadines.

❖ Sur la qualité

- La matrice compacte du réseau de gluten se forme pendant la mise en forme (malaxage et extrusion). Le gluten est un système très amorphe, multi-polymérique, plastifiable mais non soluble dans l'eau, capable de former des réseaux et des films continus, multidimensionnels et viscoélastiques (Slade et Levine. 1994). Le traitement thermique diminue l'extensibilité et accroît la dureté des films de gliadines dans une pâte (Schofield et al., 1983). Les gluténines de haut poids moléculaire forment un réseau plus élastique et plus rigide après agrégation (Shewry et al., 1983). Au total, l'effet du traitement hydrothermique sur le gluten des pâtes se traduit par un réseau plus ferme, moins extensible et plus élastique.

- Les conditions de séchage ont un effet sur la valeur nutritionnelle des pâtes. Dans l'ensemble, on observe plutôt une diminution de cette valeur avec les traitements thermiques. Ainsi, la lysine disponible, qui est déjà un acide aminé peu présent dans les pâtes, diminue avec les traitement thermiques (Dexter et al., 1984). Ces effets négatifs peuvent être minimisés en contrôlant convenablement les conditions d'application des traitements thermiques (durée et humidité de la pâte). Par ailleurs, les séchages à haute température améliorent la qualité microbiologique des pâtes (Feillet, 2000).

- La qualité des pâtes est améliorée par les traitements thermiques. Tous les critères organoleptiques (pâtes cuites: état de surface, collant, fermeté) et visuels (pâtes crues: couleur) sont améliorés par ces traitements (De Stefanis et Sgrulletta, 1993). D'après Ait Mouh (1989), l'incidence de la température de séchage sur chaque critère dépend du taux d'humidité auquel elle a été appliquée: la couleur est améliorée pour des traitements thermiques appliqués en début de séchage, (forte teneur en eau) tandis que la qualité culinaire l'est après des traitements thermiques appliqués en fin de séchage (faible teneur en eau).

- Les mécanismes biochimiques, en relation avec l'amélioration de la qualité des pâtes HT et THT, ne sont pas totalement élucidés. L'énorme complexité de la pâte et des interactions entre ses composants ne permet pas toujours de relier directement des événements biochimiques simples à chaque effet macroscopique. L'événement biochimique le plus notable observé au cours des traitements thermiques est l'insolubilisation progressive des protéines. De Stefanis et Sgrulletta (1993) trouvent une corrélation positive ($r=0.99$, $P<0.01$)

entre la proportion de protéines insolubles dans l'acide acétique et la qualité culinaire des pâtes. La formation d'enveloppes protéiques agrégées protégerait les grains d'amidon lors de la cuisson, empêchant leur dissolution en empois (Ait Mouh, 1989). Une corrélation positive a été trouvée entre la qualité culinaire des variétés des blés et la quantité de fonction –SH et S-S contenue dans les protéines (Alary et Kobrehel, 1987). En ce qui concerne l'amélioration de la couleur, il semble que ce soit l'inactivation des peroxydases qui empêche l'apparition du brunissement (Kobrehel et Abecassis, 1985). Les lipides subissent également des réarrangements lors du séchage mais leur influence n'a que peu été liée à la qualité des pâtes (Feillet, 2000).

IV- Conclusion

Cette revue bibliographique, montre que des facteurs physiques tels que l'activité de l'eau, la température, la durée appliquées à la pâte lors du séchage influencent directement le devenir des interactions protéines/protéines et lipides/protéines dans les pâtes et leur qualité.

Les traitements thermiques provoquent un remaniement des structures protéiques et lipidiques en favorisant la formation d'agrégats se traduisant par une amélioration de la qualité culinaire des produits finis. Les mécanismes biochimiques mis en jeu lors des traitements à haute température et à très haute température sont complexes et encore mal compris. Cependant, l'insolubilisation par agrégation des protéines soufrées semble être un élément déterminant des effets améliorants de ces traitements. Le rôle fonctionnel des lipides dans les pâtes dépend en grande partie des interactions qui s'établissent avec les autres constituants et en particulier avec certaines protéines. Ils pourraient jouer un rôle important dans les phénomènes d'agrégation des protéines et dans l'évolution des propriétés rhéologiques des pâtes alimentaires. Il apparaît évident que la qualité culinaire ne dépend pas d'un constituant particulier des semoules, mais vraisemblablement des interactions entre les différents constituants et de leur évolution au cours des procédés de transformation. En effet, les liaisons mises en jeu dans l'agrégation des protéines du gluten (gliadines et gluténines) sont un sujet largement étudié mais les responsabilités des unes et des autres sont encore discutées. Plusieurs auteurs ont rapportés que la stabilité de la structure agrégée relève des ponts disulfures établis entre radicaux sulfhydrils libres et que en général, une faible teneur en eau associée à des traitements thermiques à haute température, induisent la formation de ponts covalents préférentiellement aux liaisons non covalentes.

MATERIEL ET METHODES

I – Origine et préparation du matériel

I-1 - Matériel d'étude

L'étude a porté sur 18 variétés de blé dur inscrites au catalogue Officiel National : Waha, Vitron, Mohamed Ben Bachir (Mbb), Bidi17, Hedba3, Chen's, Kebir, Oumrabi, Ofanto, Polinicum, Simeto, Ost, Sahel, Korifla, Oued Zenati, Belikh2, Duilio, Cham3. Ces variétés, cultivées sur deux années, ont été mises à notre disposition par l'Institut Technique des Grandes Cultures d'Alger (ITGC). Les variétés ont été choisies de manière à couvrir une gamme qualitative aussi large que possible (**Tableau 6**).

- La mouture des grains de blé en semoule a été effectuée à l'aide d'un moulin d'essai CD2 Chopin. Les taux d'extraction s'échelonnent de 51 à 66%. Les semoules obtenues sont stockées à 4°C.

- La coloration des semoules est variable : l'indice de brun est compris entre 5 (Hedba 3) et 16 (Bidi 17) ; l'indice de jaune varie de 15 (Belikh2) à 28 (Korifla).

- La teneur en protéines des grains de blés couvre une gamme étendue de 11,49% (Korifla) à 17,36% (Belikh2).

I-2- Fabrication des pâtes alimentaires

Les pâtes alimentaires de format spaghetti (diamètre après séchage de 1,5mm) ont été fabriquées dans une presse semi industrielle (Demaco S.25). La semoule est hydratée à 32% M.H, malaxée pendant 5min à 120 tr/min, puis 20mn à 60 tr/min. Le mélange est ensuite extrudé sous vide avec une pression comprise entre 90 et 110 bars et une température maintenue à 40°C.

I-3- Séchage et traitement thermique des pâtes alimentaires

Le séchage et les traitements thermiques sont réalisés dans une étuve expérimentale.

Les pâtes fabriquées à partir des différents échantillons de semoule ont été divisées en trois lots et chaque lot de pâte a été séché dans des conditions différentes.

Le premier lot de pâtes a été séché à basse température (55°C) pendant 20h avec un air dont l'humidité relative a été progressivement ramenée de 95% à 75%. Le deuxième lot de pâtes, après un préséchage, a été séché à 70°C pendant 12h en maintenant l'humidité relative de l'air à 75%. Le troisième lot de pâtes a été séché à 90°C pendant 2heures et 75% d'humidité relative.

Tableau 6: caractéristiques physico-chimiques des variétés de blé utilisées

Variétés	PMG (g)	Taux de mitadinage (%)	Teneur en cendre grains (%MS)	Taux d'extraction (%)	Teneur en protéines du grain (%MS)	IJ semoule	IB semoule
Waha	42,95	12,3	1,87	64,66	12,98	26	7
Vitron	45,86	8,1	1,89	64,54	13,74	24	6
Mbb	34,75	7,25	1,65	65,96	13,22	26	10
Hebda3	53,54	1,85	1,53	55,24	13,56	23	5
Bidi17	48,32	3,21	2,1	66,25	16,66	25	16
Chen's	46,78	7,25	2,21	62,42	14,85	25	8
Polinicum	47,86	2,12	1,53	60,25	16,21	20	8
Duilio	48,23	1,52	1,54	60,62	15,23	20	9
Sahel	38,96	5,42	1,85	62,58	11,96	21	8
Simeto	35,86	1,42	2,45	63,12	15,85	19	10
Ofanto	37,15	1,32	2,35	59,56	13,54	18	10
Ost	40,22	4,21	1,98	61,35	14,21	24	10
Kebir	52,21	15,3	1,52	63,21	14,65	25	10
Korifla	45,78	16,1	1,89	51,15	11,49	28	7
O zenati	52,42	1,78	2,21	64	14,78	27	7
Omrabi	43,29	2,94	2,11	64,35	14,95	26	9
Cham3	44,35	1,75	2,68	62,98	16,67	19	11
Belikh2	40,76	1,45	2,54	62	17,36	15	10
Moyenne	44,41	5,29	1,99	61,90	14,55	22,83	8,94
Ecart Type	5,65	4,85	0,36	3,72	1,63	3,63	2,41

Pour l'étude de la durée, les produits sont soumis à un traitement thermique à haute (70°C) et à très haute température (90°C) pendant des durées égales à 30mn, 60mn, 90mn et 120mn. Au cours de cette opération, l'humidité de l'air de séchage est modifiée de manière à éviter toute variation de teneur en eau des produits. En fin de traitement, la température est ramenée à 55°C et le cycle de séchage est poursuivi jusqu'à ce que la teneur en eau des pâtes alimentaires soit égale à 12%.

II- Analyses Technologiques

II-1- Analyses sur semoules

II-1-1- Viscoélasticité du gluten

L'extraction du gluten est réalisée à partir de 10g de semoule par lixiviation manuelle dans les conditions décrites par Mauze et al., (1972).

Les propriétés viscoélastiques (fermeté et recouvrance absolue) du gluten thermoformé sont déterminées avec le viscoélastographe (charge de 600g) sur des pastilles de gluten thermoformées suivant la méthode de Damidaux et Feillet (1978).

Les valeurs suivantes sont déterminées :

- e_1 : épaisseur résiduelle qui est reliée à la fermeté (mm).
- $e_2 - e_1$: recouvrance absolue qui rend compte de l'élasticité (mm).

II-1-2- Teneur en gluten sec, gluten humide et gluten index.

La méthode utilisée est celle de Cubadda et al., (1992). Le gluten est extrait automatiquement à partir de 10g de semoule et 5 ml d'eau distillée à 25% de NaCl. Le gluten obtenu est centrifugé dans le rotor perforé de l'appareil. Pesée de la fraction (1) du gluten qui traverse la grille du rotor et de la fraction (2) du gluten qui ne traverse pas la grille. Le total des deux fractions (1) + (2) correspond au gluten humide total. Le rapport de la fraction (2) au total (1 + 2) donne le gluten index. Le gluten sec total est calculé après dessiccation du gluten humide.

II-1-3- Test de sédimentation

Le test de sédimentation dans le sodium dodecyl sulfate (SDS) est réalisé selon la méthode proposé par Axford et al., (1978).

5 g de semoule sont mis en suspension avec 60 ml d'eau distillée dans une éprouvette graduée de 100 ml. Une agitation manuelle est effectuée pendant 15 secondes aux temps 0, 2, 4 et 6mn. Immédiatement après la dernière agitation, on ajoute 50 ml d'une solution contenant (20g/l de SDS et 20 ml /l d'acide lactique dilué au 1/8). Après une alternance d'agitation et

de temps de repos de l'éprouvette, on lit le volume du sédiment obtenu dans l'éprouvette après un repos de 20 mn, les résultats sont exprimés en ml.

II-1-4- Mixographe (Norme AA CC 54-40A).

10 g de semoule sont hydratés en fonction de leur teneur en protéine et ramenés à une humidité de 14%. Le malaxage s'effectue dans un bol du mixographe. L'enregistrement se fait pendant 8 mn et les paramètres à étudier sont :

- le temps de développement (mixing time) caractérise la force de la pâte.
- la hauteur de la pente correspond à la viscosité de la pâte.

II - 2- Analyse des pâtes alimentaires.

La qualité culinaire des pâtes alimentaires a été déterminée dans les conditions décrites par Abecassis et al., (1984).

II- 2-1- Cuisson des pâtes.

Cent grammes de pâtes sèches coupés en brins de 20 cm environ sont versés dans 3 litres d'eau minérale (pH= 7,7) salée à 7g /l et maintenue à franche ébullition. Le temps minimum de cuisson T (min) est déterminé en prélevant des brins de spaghetti en cours de cuisson, en les écrasant entre deux plaques de verre et en suivant la disparition d'une ligne centrale blanche dont la présence témoigne de ce que l'amidon situé au cœur de la pâte est encore cru. Le temps optimal de cuisson varie selon les habitudes alimentaires de chaque individu, et se situe généralement entre T+1 et T+6, le temps T+11 correspond à une surcuisson. La cuisson est poursuivie jusqu'à des temps : T+6 et T+11.

II-2-2- Appréciation des caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires

II-2-2-1- Etat de surface.

Après les temps T+6 et T+11 minutes de cuisson, l'état de surface des pâtes est apprécié par analyse sensorielle par un jury de 3 personnes minimum. Les pâtes sont notées de 1 à 9 (1= très mauvais, 9= excellent) sur la base des seuls caractères de délitescence et tendance à coller: la notation est effectuée par comparaison avec les photos témoins de la norme ISO DIS 7304. On calcule la valeur moyenne de l'état de surface (ES).

$$ESG = (ES (T+6) + ES (T+11))/2$$

II-2-2-2-Appréciation de la viscoélasticité des pâtes cuites

Cinq brins de 4 à 5cm de long sont découpés, puis conservés pendant 60mn avant mesure dans une boîte de pétri en atmosphère saturée d'eau.

Les propriétés viscoélastiques des produits cuits sont déterminées avec un viscoélastographe (longueur des brins 2 cm, charge appliquée 500g) (Feillet et al 1977a). Pour chaque temps de cuisson, la même mesure est répétée sur 5 brins différents. Les valeurs moyennes des paramètres E (épaisseur initiale), e_1 (épaisseur mesurée après 40sec de charge) et e_2 (épaisseur mesurée 20sec après le retrait de la charge) sont déduites. Les propriétés viscoélastiques sont évaluées à partir de : e_1 (la fermeté) ; $e_2 - e_1$ (valeur de la déformation recouvrable ou élasticité). Un indice de viscoélasticité (IVT) est calculé pour chaque temps de cuisson par l'équation : $IV = (10R/C)$, indice de viscoélasticité avec $R = (E - e_1)/E$ (valeur de la déformation de la tendreté ou compressibilité).

La moyenne des moyennes des indices de viscoélasticité aux deux temps (T+6) et (T+11) est utilisé pour exprimer le résultat final, soit : $IVG = (IV (T+6) + IV (T+11)) / 2$

II-2-2-3- Pertes à la cuisson. (PC).

Les pertes à la cuisson (PC) représentent la quantité de matière sèche perdue par 50 g (M.S.) de pâtes crues durant la cuisson. Après homogénéisation de l'eau de cuisson pendant 30sec (Ultra Turrax) et transférée dans une éprouvette de 2litres (Volume Vf). 25 ml de Vf sont prélevés et transférés dans une coupelle en verre tarée. Après séchage durant 2heures dans un four infra-rouge puis 1heure dans une étuve à 130°C, l'extrait sec est pesé. Les pertes à la cuisson (PC) sont mesurées à partir de l'équation : $PC = ES \times (Vf/25) \times (100/100 - H)$

ES = poids de l'extrait sec (en gramme)

V = volume final de l'eau de cuisson (en ml)

H = teneur en eau des pâtes crues.

II-2-2-4- Capacité de fixation d'eau.

La capacité de fixation d'eau (C) rend compte de l'aptitude de la pâte cuite à retenir plus ou moins l'eau. Elle est calculée grâce à l'équation : $C = (P-100) \times 100/(100 - H - PC)$

P : Poids des pâtes cuites (g)

PC : Pertes à la cuisson (g)

H : Teneur en eau des pâtes crues.

III- Analyses Biochimiques

III-1- Analyse des protéines

III-1-1- Extraction des protéines par différents solvants

III-1-1-1- Extraction séquentielle des groupes protéiques.

La méthode utilisée est celle de Feillet et al., (1977b). Le protocole expérimental utilisé est schématisé sur la **Figure 5**.

Un gramme d'échantillon est mis en suspension dans 20 ml de solvant (NaCl, éthanol, tampon borate avec 0,5 % de dodécyl sulfate de sodium, tampon borate avec 0,5 % de dodécyl sulfate de sodium et 1% de mercaptoéthanol) ; après agitation (agitateur rotatif : 60 t/mn) pendant une nuit à 4°C, les tubes sont centrifugés à 38.000g pendant 30mn. Les culots obtenus sont lavés 2 fois avec 10ml de solvant agités pendant 1 heure puis centrifugés dans les conditions précédentes.

Les surnageants de la première extraction et les lavages correspondants (même solvant) sont regroupés pour doser l'azote extrait.

III-1-1-2- Extraction des gliadines et des gluténines.

Le procédé d'extraction des protéines mis au point par Charbonnier (1970), modifié par Autran (1979) a été utilisé :

Cent grammes de semoule ou de pâtes sont mis en suspension dans 500ml d'éthanol à 60%, sous agitation magnétique, pendant 90mn à température ambiante. La suspension est ensuite centrifugée à 38.000g pendant 20mn à 4°C. Le surnageant est dilué trois fois avec une solution de NaCl à 1,5% et laissé en contact pendant une nuit à 4°C. Cette solution a pour effet de précipiter les gliadines. Après centrifugation à 38 000g pendant 20mn. Le culot est repris par une solution d'acide acétique 0,01M après dialyse (3jours à 4°C), les gliadines dissoutes sont congelées et lyophilisées.

Les gluténines sont extraites du culot résiduel par l'acide acétique 0,01M et dialysées contre l'eau distillée pendant 48h. Le résidu final contient les gluténines insolubles.

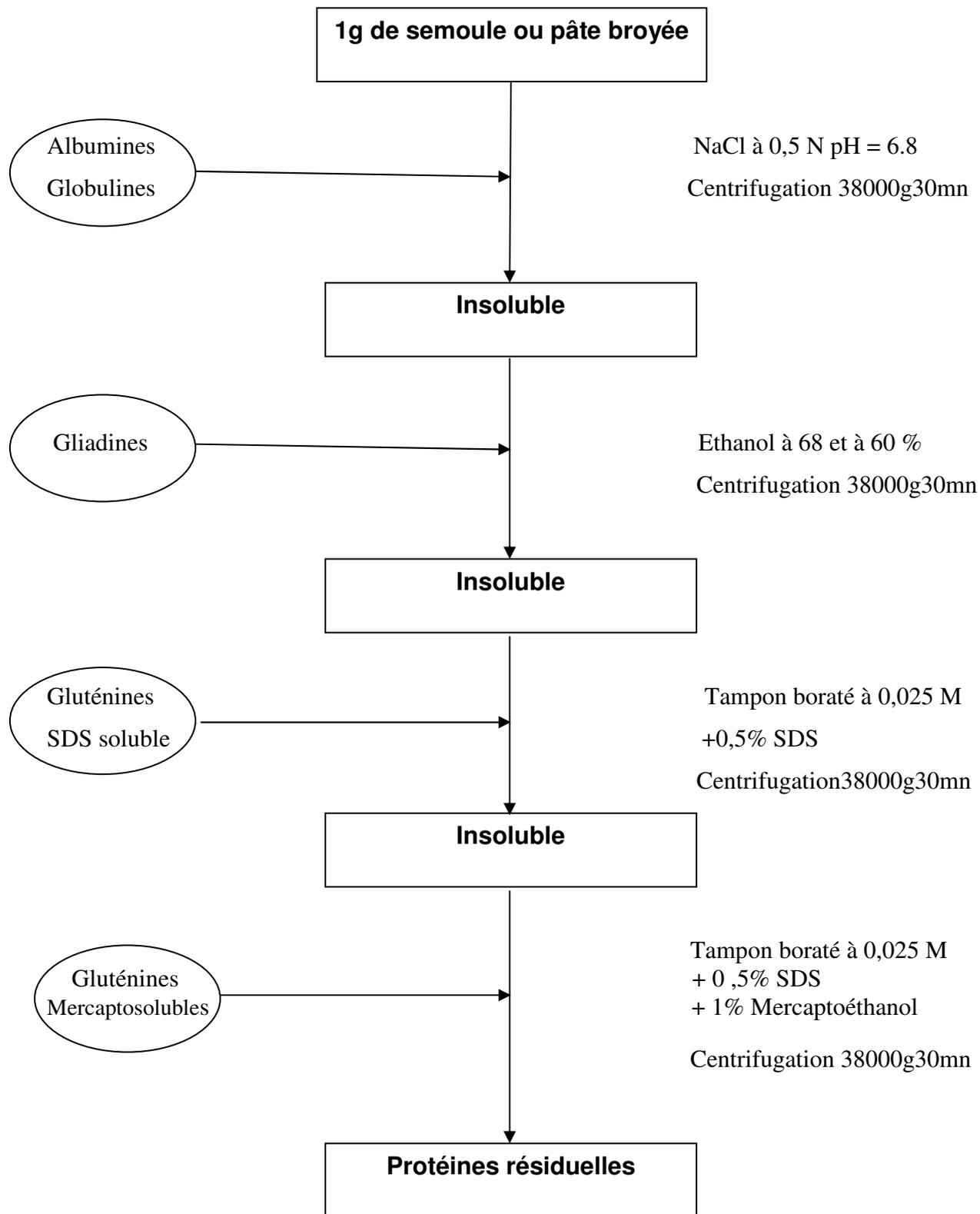


Figure 5 : Extraction séquentielle des protéines (Feillet et al. 1977b)

III-1-1-3- Extraction des protéines et des lipides dans l'eau et dans l'acide acétique

L'extraction des protéines et des lipides dans l'eau et dans l'acide acétique a été réalisée selon le protocole décrit par Laignelet et Dumas (1984) dans les conditions schématisées sur la **Figure 6**.

10g de semoule et/ou de pâtes cuites après délipidation sont mis en suspension dans 30ml d'eau distillée; après une heure d'agitation, on centrifuge pendant 30mn à 30.000g. Les surnageants sont récupérées et l'extraction séquentielle a lieu ensuite telle qu'elle est décrite (**Figure 6**) sur les fractions insolubles. Les fractions solubles et insolubles récupérées sont congelées, lyophilisées et utilisées pour le dosage des protéines et des lipides.

✚ Délipidation des semoules et des pâtes

Le protocole suivi est adapté de celui décrit par Lin et al., (1974). 200mg de semoule sont mis en suspension dans 200ml d'éther de pétrole (40-60°C) et agités 15mn à la température ambiante. Après 15mn de centrifugation à 20000g, le culot de centrifugation est repris par 200ml de solvant, agité et centrifugé dans les mêmes conditions puis séché à l'air libre à la température ambiante.

III-1-2- Fractionnement électrophorétique des protéines

III-1-2-1- Electrophorèse des gliadines pH 3,1 (PAGE acide).

✚ Principe:

Dans cette technique, le critère de discrimination réside dans l'encombrement moléculaire et la charge électrique des protéines. A pH acide, les gliadines sont chargées positivement. Elles se comportent comme des cations et migrent dans un champ électrique vers la cathode.

✚ Conditions :

L'électrophorèse des gliadines en gel de polyacrylamide a été effectuée dans les conditions décrites par Bushuk et Zillman (1978). Les gliadines sont extraites à partir de la semoule par contact pendant 2 heures avec une solution de chloro-2-éthanol à 25 p.100 contenant 30 p.100 de saccharose et 0,02 p. 100 de pyronine G.

Le fractionnement est réalisé en plaques horizontales de 170x120x6 mm de gel de polyacrylamide à 6 p.100.

Le gel est préparé à partir d'une solution de 200 ml contenant:

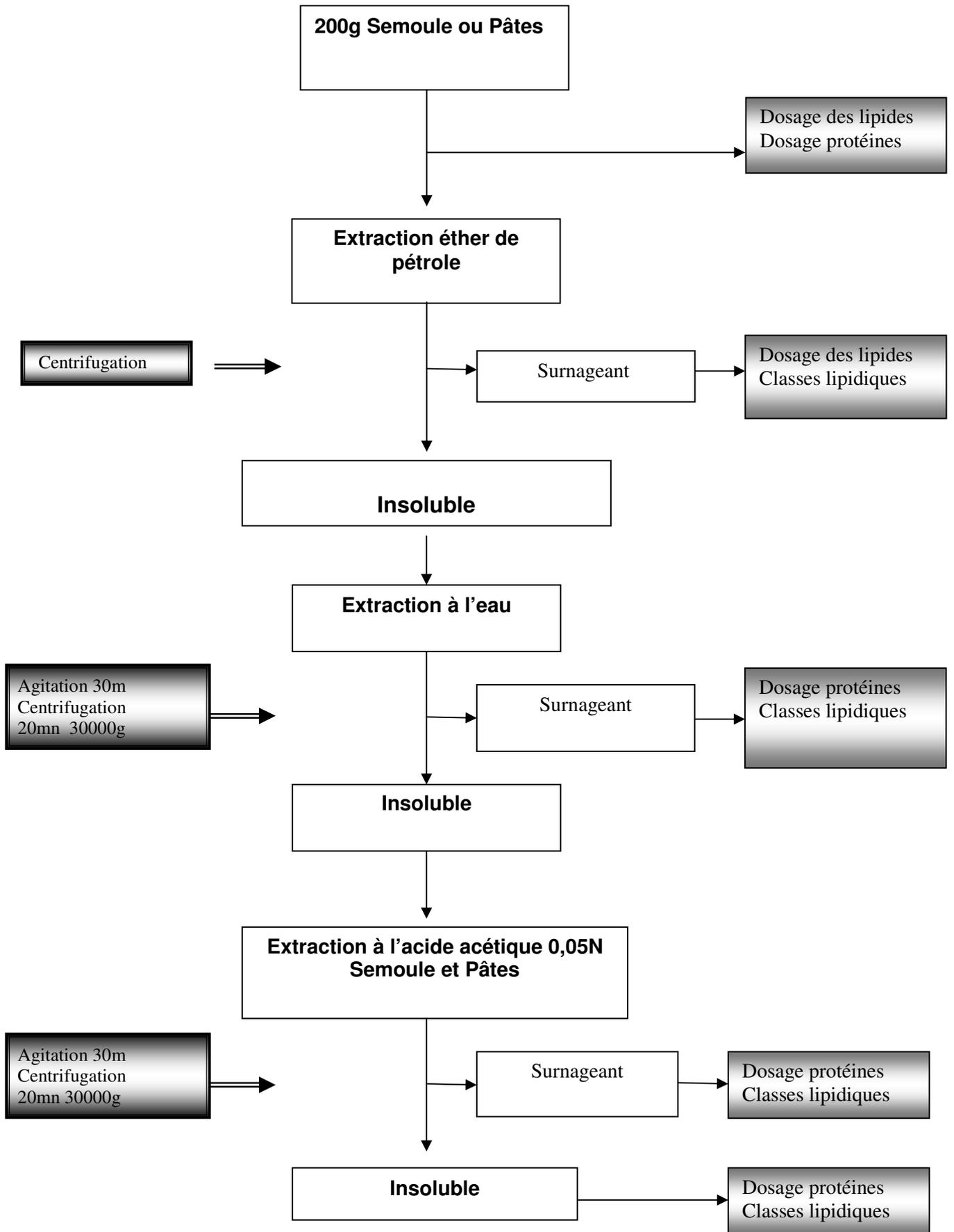


Figure 6: Fractionnement des Protéines et des lipides (Lin et al., 1974 ; Laignelet et Dumas, 1984).

- Acrylamide12g
- NN' méthylène-bis-acrylamide..... 0,6g
- Acide ascorbique.....0,2g
- Sulfate ferreux.....0,005g
- Lactate d'aluminium.....0,5g
- Acide Lactique pour amener la solution à pH 3,1

La polymérisation s'effectue à partir de cette solution en ajoutant 0,7ml d'eau oxygénée à 3p.100.

Les échantillons sont déposés à l'aide d'une microseringue (5µl par dépôt). La migration se déroule à intensité constante de 70 mA jusqu'à ce que le marqueur coloré Pyronine G ait parcouru 17cm (4h45mn en moyenne).

Le liquide de refroidissement est maintenu à 21°C afin d'assurer une vitesse de migration et une qualité des diagrammes aussi constante que possible. Après la fin de la migration et avant la coloration, le tiers supérieur du gel est découpé afin d'améliorer la précision des diagrammes par élimination des traînées présentes en surface et pour accélérer la coloration.

Le gel est enfin immergé dans le colorant (0,05p.100 de bleu de Coomassie R250, 5p.100 d'éthanol et 12p.100 d'acide trichloacétique).

L'identification des principales bandes est possible après environ 24heures.

Après un bain dans une solution de conservation (glycérol, 1% et éthanol 70%) les gels sont séchés.

III-1-2-2- Electrophorèse des gluténines pH 8,4 (SDS-PAGE) à 13% d'acrylamide

Principe:

Les protéines complexées au SDS acquièrent une charge uniforme et sont séparées uniquement en fonction de leur taille moléculaire.

Conditions :

Le fractionnement a été réalisé selon la méthode de Payne et al., (1979) modifiée par Autran et Berrier (1984).

Préparation des gels de polyacrylamide :

Le support électrophorétique (Appareillage LKB 2001) est formé d'un gel de concentration (stacking gel) contenant 3,5 p.100 d'acrylamide, 0,05 p.100 de bisacrylamide (Bis) tamponné à pH 6,8 et d'un gel de séparation (gel principal) contenant 13 p.100

d'acrylamide, 0,1 p.100 de bisacrylamide tamponné à pH 8,8. Les deux gels sont coulés l'un après l'autre entre deux plaques de verres verticales (140x140x 1,5mm).

✚ Extraction des protéines.

50 mg de semoule ou de pâtes broyées sont mis en contact pendant 2 h avec 0,8ml d'une solution d'extraction contenant du dodecyl sulfate de sodium 2 p.100, du 2-mercaptoéthanol 5 p.100, du glycérol 10 p.100, de la pyronine 0,01p.100 en tampon Tris-HCl pH 6,8. La réduction des protéines est obtenue en plongeant l'échantillon dans un bain-marie d'eau bouillante pendant 2,5mn. Après centrifugation, 10µl de surnageant sont déposés à l'aide d'une microséringue.

✚ Migration.

Elle s'effectue pendant la nuit en tampon Tris-SDS-glycine de pH 8,4 contenant 0,1 p.100 de SDS sous une intensité constante de 9 mA par plaque. La migration est arrêtée lorsque la coloration quitte le gel.

✚ Coloration.

Les gels fixés par une solution de TCA à 15 p.100 et colorés au bleu de Coomassie R-250 sont analysés par le densimètre laser LKB modèle 2202 ultrosan. L'intégration des résultats se fait grâce au logiciel Nelson Analytical Chromatographic Software. Les chromatogrammes obtenus permettent la quantification de bandes électrophorétiques. Après un bain dans une solution de glycérol (1 p.100) et d'éthanol (70 p.100), les gels sont séchés et conservés.

➤ **Détermination des poids moléculaires.**

Le poids moléculaire des protéines est estimé par comparaison de leur mobilité électrophorétique avec celle des protéines standards de poids moléculaires connus "Kit Pharmacia" préalablement réduites et composées de Phosphorylase b (PM= 94000Da), Serum albumine (PM= 67000Da), Ovalbumine (PM= 43000Da), Anhydrase carbonique (PM= 30000Da), Inhibiteur trypsine (PM= 20000Da) et α -Lactalbumine (PM= 14400Da).

La droite de calibration des PM est obtenue d'après la relation suivante: $RT = \log PM$. (Figure 7).
-RT : temps de rétention lu sur le densitogramme, correspondant au positionnement des bandes protéiques sur le diagramme électrophorétique (RT transcrit en fait la mobilité électrophorétique).

-PM : poids moléculaires des marqueurs

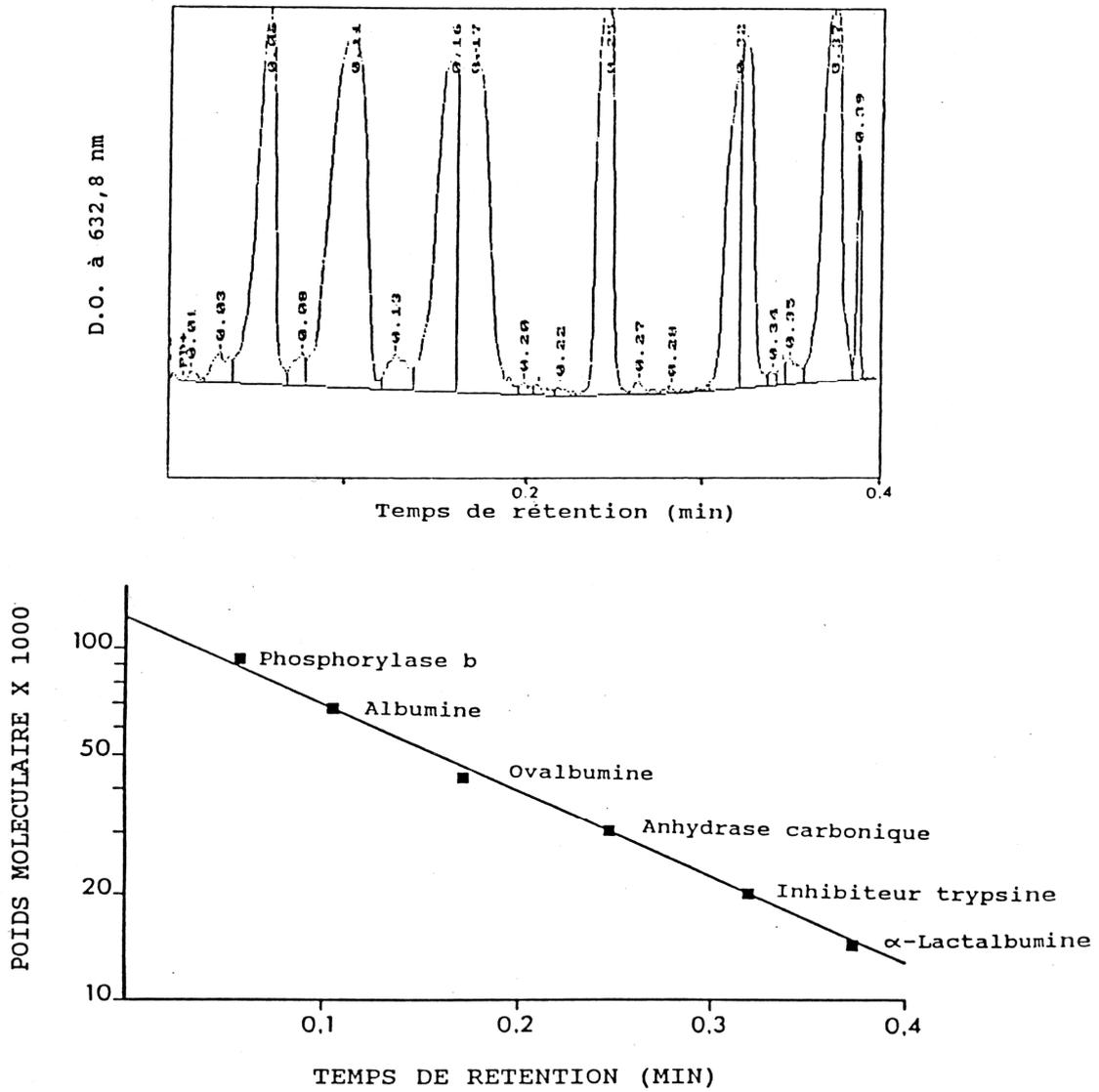


Figure 7 : Droite de calibration des poids moléculaires à partir de la courbe densitométrique des marqueurs protéiques (Bénétrix et al., 1994)

Les poids moléculaires des différentes fractions protéiques séparées par SDS-PAGE sont déterminées en reportant leur temps de rétention RT sur la droite de calibration et en lisant la valeur du PM correspondante sur l'échelle semi-logarithmique. Les PM des principales fractions protéiques sont ainsi estimés. Les valeurs obtenues correspondent globalement à celles de la littérature. HMWG (92 à 96 KDa), ω -gliadines (71KDa), LMWG (48 à 53 KDa), α -, β - et γ -gliadines (34 à 45 KDa).

III – 1-2- 3- Electrophorèse des protéines (Acide PAGE)

L'électrophorèse des protéines en gel de polyacrylamide (Acide PAGE) a été effectuée dans les conditions décrites par Morel, (1994).

✚ Extraction des gliadines

Les gliadines sont extraites à partir de la semoule (100mg) par contact pendant une heure avec une solution d'éthanol à 70 p.100 et centrifugation (10mn, 14000trs/mn, 20°C). A 100 μ l du surnageant on ajoute 50 μ l de la solution d'extraction (urée 2M dans un mélange glycérol 20%, acide acétique glacial 0,15% (v/v). Après agitation sur agitateur type (vortex) pendant 15mn, 10 μ l sont prélevés et déposés au niveau du gel d'électrophorèse.

✚ Préparation des LMWG.

Les LMWG et les HMWG sont séparées par précipitation sélective à l'acétone (Morel 1994).

150 μ l du surnageant incubé à 60°C et équilibré à la température ambiante sont précipités par 750 μ l d'acétone avec un temps de contact de 10mn minimum, à 20°C. Après centrifugation (12 000g, 4°C, 10mn), le culot est lavé avec 1ml d'acétone 80%. Après centrifugation (12 000g, 4°C, 10mn), le surnageant est éliminé, le culot est mis à sécher une nuit sous la hotte. Le culot sec est repris avec 50 μ l de la solution d'extraction A. Les LMWG se retrouvent dans le deuxième culot.

✚ solution d'extraction A

- Urée (6M).....36g
- Glycérol (20%).....20g
- CH₃COOH glacial.....142 μ l
- Vert de méthyle.....qq. Cristaux
- H₂O qsp.....100ml

✚ Le gel est préparé à partir d'une solution de 200 ml contenant de :

- Urée.....9,6g
- Acrylamide9,3g
- Bis acrylamide.....0,3g

- Acide ascorbique.....80mg
- Sulfate ferreux.....3,5g
- Acide acétique.....600µl
- H₂O qsp.....80ml

La polymérisation s'effectue à partir de cette solution en ajoutant 55µl d'H₂O₂.

Les échantillons sont déposés à l'aide d'une microseringue (5µl par dépôt). La migration se déroule à intensité constante de 34 mA pendant environ 4 heures.

Le liquide de refroidissement est maintenu à 18°C.

- ✚ Coloration : Le gel est immergé dans la solution (0,05% de bleu de coomassie R250 et TCA 60%).
- ✚ L'identification des principales bandes est possible après environ 24heures.

Après un bain dans une solution de conservation (glycérol, 1% et éthanol 70%) les gels sont séchés.

III-1-3- Fractionnement chromatographique (SE-HPLC).

✚ Principe:

La chromatographie liquide à haute performance de tamisage moléculaire (SE-HPLC : Size-Exclusion High Performance Liquid Chromatography) est une technique de séparation des macromolécules basée sur leur encombrement (fonction du poids moléculaire) et utilisant des pressions élevées pour accélérer cette séparation dans un gel de remplissage de la colonne de structure poreuse.

Les petites molécules rentrent dans les pores de sorte que leur progression est retardée ; les molécules les plus encombrantes sont exclues du gel et sont éluées en premier. Entre ces limites, les poids moléculaires des protéines peuvent être estimés à partir des volumes d'éluion ou des temps de rétention.

La méthode utilisée est celle de Dachkevitch et Autran (1989), cette technique a l'avantage d'être automatique, répétable, rapide et d'offrir une bonne résolution.

Préparation de l'extrait protéique :

80 mg de semoule ou de pâtes broyées sont mis en suspension dans 10 ml de tampon d'extraction phosphate de sodium 0,1M pH 6,9 à 2 p.100 de SDS pendant 2h à 60°C sur agitateur rotatif (60 tr/mn). Après centrifugation pendant 30mn à 35.000g à 20°C, une partie aliquote de 20µl de surnageant est injectée (injection automatique).

Les protéines sont éluées par un tampon phosphate de sodium 0,1M pH 6,9 en SDS 0,1% qui a été filtré sur millipore 0,22 µl et dégazé.

✚ Matériel:

-Injecteur : La chaîne HPLC est équipée d'un injecteur automatique (Spark-Holland SPH 125). sa boucle d'injection a un volume de 20 μ l.

- Colonne: la colonne utilisée est de type TSK G 4000 SW garnie d'un gel de silice dont les particules font 3 μ m de diamètre et la porosité est de 450 Å (limites d'exclusion entre 5 et 1000KDa). Le gel est greffé avec un groupement particulièrement hydrophobe qui élimine l'activité des groupements silanols résiduels. Le rendement de la colonne (récupération des protéines) est supérieur à 95%. Son diamètre est de 7,5ml, sa longueur de 300mm et son volume mort de 13,5 ml. La précolonne est de type TSK G 3000 SW, de même structure mais de porosité inférieure, 250 Å. Ses dimensions 7,5mm de diamètre, 75 mm de long et 13,5 ml pour le volume mort. Elle protège la colonne en filtrant les agrégats mal solubilisés.

Une pompe (Beckman model 1/0A) délivre le tampon d'élution à un débit de 0,7ml/min programmé par un contrôleur de pompe pour les analyses et de 0,2ml/mn pour les rinçages de la colonne.

- La détection : les protéines sont détectées par un lecteur UV à 214 nm.

- Le logiciel Nelson Analytical Chromatography Software permet d'enregistrer, d'intégrer et de stocker les chromatogrammes. Il permet aussi de programmer et de contrôler l'ensemble des paramètres de fractionnement.

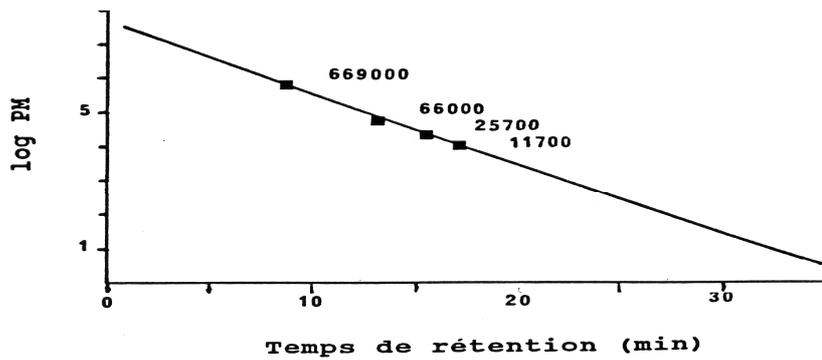
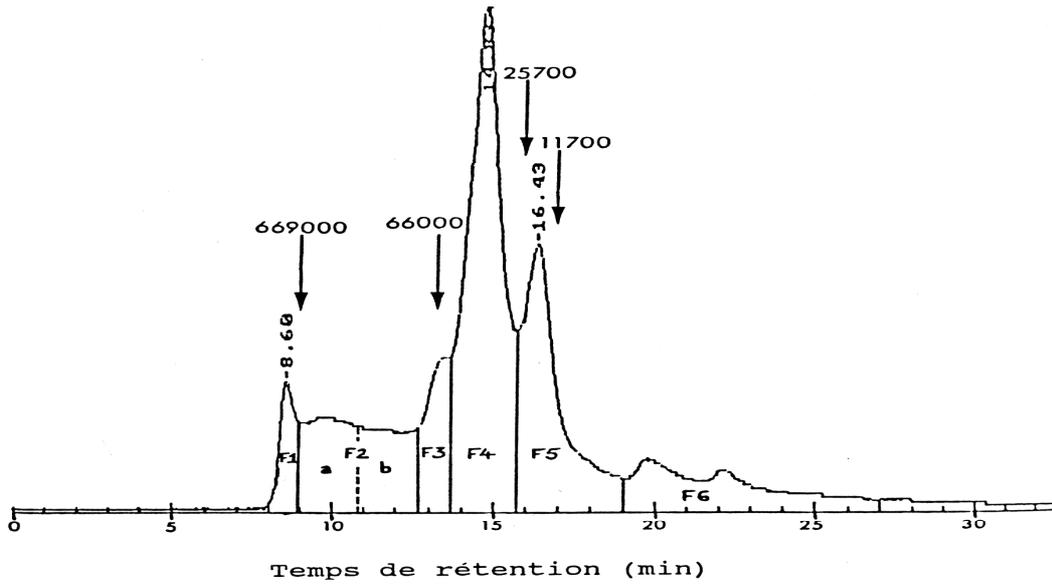
➤ **Profil d'élution d'extraits protéiques de semoule**

A une longueur d'onde de détection de 214 nm, les chromatogrammes issus de la SE-HPLC analytique sont constitués de cinq (5) fractions F1, F2, F3, F4 et F5, dont les limites d'exclusion estimées d'après la courbe de calibrage. La courbe de calibration des poids moléculaires correspondants est représentée en **Figure 8**.

III-2 - Dosage des lipides

III-2-1- Extraction des lipides

L'extraction des lipides libres (LF) des semoules de blé dur (10g) a été réalisée dans un appareil Soxhlet pendant 3 h à 40°C avec du n-Hexane. Après distillation du solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide et élimination des dernières traces sous un courant d'azote, la quantité de lipides est déterminée par gravimétrie. L'extraction des lipides liés (LB) sur les semoules est effectuée avec du butanol saturé d'eau après extraction des lipides



Masse moléculaire des différentes fractions SE-HPLC

Fractions	Gamme de masses moléculaires
F1	Mr > 600 000
F2	100 000 < Mr < 600 000
F3	55 000 < Mr < 100 000
F4	20 000 < Mr < 55 000
F5	Mr < 20 000

Figure 8 : Courbe de calibration des poids moléculaire des fractions SE-HPLC (Bénétrix et al., 1994)

libres dans les conditions décrites par Bekes et al., (1983). La somme des lipides libres et des lipides liés donne les lipides totaux (LT).

III-2-2- Fractionnement des lipides

Le fractionnement des lipides libres et liés, en lipides non polaires (LNP), glycolipides (Gly) et phospholipides (Pho) a été effectué par chromatographie sur colonne dans les conditions décrites par Békés et al., (1986). L'échantillon dissout dans 5ml de chloroforme est déposé à la surface de la colonne (12x250mm) remplie de 15g de Florisil (silicate de magnésium ; 60-100mesh ; ALDRICH, Germany). Trois fractions sont obtenues après élution séquentielle avec du chloroforme (lipides non polaires), de l'acétone (glycolipides) et du méthanol (phospholipides). Après évaporation des solvants, les différentes fractions lipidiques sont pesées. Les résultats sont exprimés en % de matière sèche de la semoule initiale. Les mesures sont faites en double. La somme des glycolipides et des phospholipides donne les lipides polaires (LP).

La séparation et la caractérisation des différentes fractions de lipides ont été effectuées par chromatographie sur couche mince. Les lipides sont déposés au bas d'une plaque de silica gel prête à l'emploi (couche de 0,25mm de silice ALDRICH Germany). Les spots des lipides sont révélés avec un mélange de solvants préconisés par Morrisson et al (1980). Les lipides non polaires sont séparés jusqu'à une hauteur de 12 cm par le mélange diéthyléther/ toluène/éthanol/acide acétique (40/50/2/0,2, v/v/v/v) puis par le mélange diéthylether/n-hexane (6/94, v/v) jusqu'à 18 cm.

Les glycolipides sont préalablement développés jusqu'à une hauteur de 15 cm par la solution de chloroforme/acétone/acide acétique/eau (10/90/2/3, v/v/v/v) ensuite par le mélange diéthyléther/acide acétique (99/1, v/v) jusqu'à une hauteur de 18 cm. Les phospholipides sont finalement séparés par une solution de chloroforme/méthanol/ammoniaque (33%) /eau (65/35/5/2.5, v/v/v/v).

L'identification des composés séparés est effectuée par comparaison avec des étalons spécifiques aux lipides non polaires (triglycérides, diglycérides, monoglycérides, et acides gras libres), aux glycolipides (monogalactosyldiglycérine et digalactosyldiglycérine) et aux phospholipides (phosphatidylcholine, phosphatidylsérine, phosphatidylétanolamine, lysophosphatidylcholine, phosphatidylglycine, phosphatidylinositol). La détermination quantitative est réalisée après révélation par les vapeurs d'iode.

IV Analyses diverses

IV-1- Dosage de la teneur en eau (AFNOR V03-707).

La teneur en eau est déterminée par séchage dans une étuve Chopin réglée à 130°C pendant 2 heures sur 5 g de produit (semoule ou broyat de pâtes).

IV-2- Dosage de la teneur en protéines totales (AFNOR V03-050).

La teneur en protéines est déterminée selon la méthode de Kjeldahl. La minéralisation est réalisée sur 1 g de produit en présence d'acide sulfurique concentré, l'ammoniac libéré par addition de soude et dosé par titrimétrie. Le coefficient de conversion de l'azote en protéine est de 5,7.

V- Etude statistique

Sur l'ensemble des échantillons analysés, nous avons déterminé les moyennes et les écarts-types des caractéristiques de la semoule et des pâtes fabriquées à partir des variétés de blé dur. Les résultats ont été soumis à une analyse de variance (ANOVA-MANOVA) et les corrélations simples effectuées à l'aide du logiciel STATISTICA (version 6.0).

RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE I : Etude de la matière première

Les protéines du blé se différencient des protéines des autres céréales et des protéines végétales en général par leur aptitude à former un réseau viscoélastique insoluble, le gluten. Comme le souligne Godon (1969), cette structure ne semble pas exister sous forme réticulaire dans l'albumen du grain natif. Elle apparaît cependant facilement à la suite d'un simple malaxage d'une farine hydratée sous un filet d'eau.

On considère généralement que les caractéristiques physico-chimiques conditionnent pour une large part les qualités technologiques des blés et des semoules et par là même leur utilisation industrielle et leur valeur commerciale.

La détermination des caractéristiques physico-chimiques des semoules a été effectuée sur 36 variétés.

Les résultats expérimentaux sont donnés dans l'Annexe A :

Tableau A₁ (Caractéristiques physico-chimiques des variétés de blé dur étudiées) ;

Tableau A₂ (Teneur et composition des lipides).

Sur l'ensemble des échantillons analysés, une variabilité importante des caractéristiques physico-chimiques et biochimiques a été observée.

I-1- Caractéristiques physico-chimiques des semoules

L'appréciation des caractéristiques physico-chimiques des semoules de blé dur a été réalisée à partir de la détermination des teneurs en protéines totales, en gluten sec et en gluten humide, de la mesure du gluten index, du volume de sédimentation dans le SDS et des caractéristiques mixographiques. Le **Tableau I-1** rassemble les données moyennes des caractéristiques des semoules sélectionnées et les résultats de l'analyse de la variance. Les variétés de blé étudiées permettent l'obtention de semoules qui se caractérisent par une teneur en protéines comprise entre 10,1 et 15,9% MS (moyenne de 13,5% MS). Ces valeurs se situent dans la gamme des pourcentages « normaux » (9 à 18%) rapportée par Feillet (2000). L'analyse de la variance (**Tableau I-1**) met en évidence un effet hautement significatif ($P < 0,01$) de la variété de blé et de l'année de culture sur la teneur en protéines des semoules; 32,1% de la variabilité sont assignés à la variété et 51,2% à l'année de culture.

La teneur moyenne en gluten sec des semoules issues des différentes variétés de blé dur est de 12,5% MS. L'analyse de la variance met en évidence un effet hautement significatif ($P < 0,05$) de la variété (25%) et de l'année de culture (21,3%). L'examen des

Tableau I-1: Caractéristiques physico-chimiques et analyse de la variance des semoules

		Moyenne	E.Type	Minimum	Maximum	%variabilité	
						Variété (1)	Année (2)
Teneur en protéines (%MS)	PS	13,5	1,76	10,1	15,9	32,1**	51,2**
Propriétés du gluten Teneur gluten sec (%MS) Gluten index	GS	12,5	1,63	9,83	14,8	25,0*	21,3*
	GI	51,1	5,45	43,0	63,0	48,0**	-
Volume sédimentation - SDS (ml)	SDS	62,7	13,9	38,0	84,0	41,0**	-
Mixographe Temps de développement (mn) Hauteur (mm)	DM	5,41	0,87	3,00	6,40	58,2**	-
	HM	71,0	14,3	43,0	94,0	51,0**	-

(1)Analyse de la variance effectuée sur les semoules de 18 variétés de blé dur

(2)Analyse de la variance effectuée sur les semoules de blé dur cultivées durant deux années consécutives.

NS: Non Significatif au seuil de $p < 0.05$

* : Significatif au seuil de $p < 0.05$

** : Hautement significatif au seuil de $p < 0.01$

Tableau I-2: Corrélations linéaires entre les caractéristiques physico-chimiques des semoules

	PS	GS	GI	SDS	DM	H M
Protéines (PS)	1					
Gluten sec (GS)	0.76*	1				
Gluten Index (GI)	0.07	0.12	1			
Volume Sédimentation – SDS (SDS)	0.43	0.49*	0.06	1		
Temps Développement Mixographe(DM)	0.18	0.38	0.03	0.74*	1	
Hauteur Mixographe (HM)	0.47*	0.53*	0.02	0.86*	0.79*	1

*, ** = $P < 0,05$ et $0,01$ respectivement (n = 18)

valeurs minimales et maximales montre des différences importantes entre les variétés de blé dur sélectionnées. Les valeurs du gluten index sont comprises entre 43,0 (pour la variété Vitron) et 63,0 (pour la variété Kebir) avec une moyenne de 51,1. Ces valeurs indiquent que le gluten des semoules est de force moyenne. D'après Cubadda et al., (1992) un gluten de force doit avoir un gluten index compris entre 66 et 85. L'analyse de la variance met en évidence un effet hautement significatif de la variété (48%) sur le gluten index ($P < 0,01$). Il

n'y a pas un effet significatif de l'année de culture. Le gluten index de la semoule apparaît donc plutôt comme une caractéristique variétale et traduit une qualité intrinsèque des blés.

Les valeurs expérimentales relatives au volume de sédimentation dans le SDS s'échelonnent de 38 ml (pour la variété Waha) à 84ml (pour la variété Kebir) avec une moyenne de 62,7ml. Ces valeurs sont proches de celles données par Ames et al., (1999). L'analyse de la variance met en évidence un effet hautement significatif du génotype (41% pour $P < 0,01$).

Les valeurs du temps de développement au mixographe sont comprises entre 3min (pour la variété Waha) et 6,4min (pour la variété Simeto) avec une moyenne de 5,41min. Les valeurs de la hauteur du mixogramme sont comprises entre 43mm (pour la variété Waha) et 94mm (pour la variété Polinicum) avec une moyenne de 71mm. L'analyse de la variance révèle un effet significatif ($P < 0,05$) de la variété pour le temps de développement (58,2%) et pour la hauteur au Mixographe (51%).

La comparaison des différentes caractéristiques physicochimiques des semoules de blé dur peut être réalisée à partir de la matrice de corrélation linéaire (Tableau I-2). Elle révèle des corrélations positives et hautement significatives ($P < 0,05$) entre la teneur en protéines et les teneurs en gluten sec ($r = 0,76$) et en gluten humide ($r = 0,69$), entre la teneur en gluten sec et la teneur en gluten humide ($r = 0,86$). Aucune corrélation significative n'est observée entre le gluten index et la teneur en gluten sec ou la teneur en protéines. Par ailleurs, les volumes de sédimentation dans le SDS sont corrélés positivement au temps de développement ($r = 0,74$) et à la hauteur du mixographe ($r = 0,86$).

Ce résultat est en accord avec Dexter et al., (1980) qui ont montré que le volume de sédimentation dans le SDS permettait une bonne prédiction de la force du gluten et par conséquent de la valeur intrinsèque des variétés de blé dur. Les mêmes observations ont été faites par Ruiz et Carrillo (1995a), Clarke et al., (2000) et Troccoli et al., (2000), qui ont trouvé le volume de sédimentation dans le SDS, fortement corrélé aux paramètres mixographiques..

Le Tableau I-2 montre également des corrélations hautement significatives entre la hauteur au mixogramme et les teneurs en protéines ($r = 0,47$) ou les teneurs en gluten sec ($r = 0,53$).

L'examen du Tableau I-2 montre qu'il existe deux groupes de données apparemment indépendantes. D'une part, les teneurs en protéines, en gluten sec et en gluten humide sont fortement corrélées entre elles de façon positive ; d'autre part, le volume de sédimentation dans le SDS et les caractéristiques mixographiques sont également fortement corrélées entre

elles. Seul le gluten index n'est corrélé à aucune autre caractéristique physico-chimique des semoules (Ounane et al., 2006).

I-2 - Teneurs en lipides des semoules des différentes variétés de blés durs

Le **Tableau I-3** regroupe les principaux résultats concernant les teneurs moyennes en lipides totaux (LT), en lipides libres (LF), en lipides liés (LB) et les teneurs des différentes classes lipidiques ainsi que les résultats de l'analyse de la variance.

Les teneurs en lipides totaux des semoules sont comprises entre 1,76% MS (pour la variété Polinicum) et 2,13% MS (pour la variété Korifla), avec une moyenne de 1,95% MS. L'analyse de la variance (**Tableau I-3**) montre que les teneurs en lipides totaux des semoules ne sont pas influencées par la variété ni par l'année de culture. Les variations constatées entre les différents échantillons analysés pourraient provenir de la contamination de la semoule par les enveloppes périphériques du grain (Hargin et Morrison, 1980 ; Morrison, 1988). La semoule est d'autant plus riche en lipides que son taux d'extraction est élevé (Prabhasankar et Rao, 1999).

I-2-1 - Caractérisation des lipides libres

Les lipides libres constituent en moyenne 59% des lipides totaux de la semoule. L'analyse de la variance (**Tableau I-3**) met en évidence un effet hautement significatif de la variété sur la teneur en lipides libres des semoules (53,4% pour $P < 0,01$).

Les lipides libres de la semoule se répartissent en lipides apolaires et en lipides polaires. La teneur moyenne en lipides libres apolaires des semoules est de 0,70% MS. La variété est responsable de 85,5% de la variabilité observée de la teneur en lipides libres apolaires ($P < 0,05$).

Les lipides libres polaires des semoules varient de 0,34 % MS (pour la variété Bidi17) à 0,59% MS (pour la variété Korifla) avec une moyenne de 0,45% MS. Il faut noter que la teneur en lipides libres polaires des semoules est plus faible que la teneur en lipides libres apolaires. Les lipides polaires représentent en moyenne 39 % des lipides libres des semoules.

Tableau I-3: Teneurs et composition des lipides et analyse de la variance des semoules (en %MS)

		moyennes	E.Type	minimum	maximum	% variabilité	
						Variété (1)	Année(2)
Lipides totaux	LT	1.95	0.11	1.76	2.13	-	
Lipides Libres	LF	1.15	0.13	0.92	1.47	53.4**	
Lipides libres apolaires	LFNP	0.70	0.09	0.52	0.87	85.5*	
Lipides libres polaires	LFP	0.45	0.06	0.34	0.59	42.6*	
Glycolipides	Gly	0.32	0.05	0.25	0.41	38.2*	
Phospholipides	Pho	0.13	0.03	0.07	0.19	54.9**	
Lipides liés	LB	0.80	0.13	0.61	0.99	51.8**	
Lipides liés apolaires	LBNP	0.34	0.11	0.08	0.56	-	
Lipides polaires	LBP	0.46	0.06	0.35	0.57	-	

(1)Analyse de la variance effectuée sur les semoules de 18 variétés de blé dur

(2)Analyse de la variance effectuée sur les semoules de blé dur cultivées durant deux années consécutives.

NS: Non Significatif au seuil de $p < 0.05$

* : Significatif au seuil de $p < 0.05$

** : Hautement significatif au seuil de $p < 0.01$

L'analyse de la variance montre que la teneur en lipides libres polaires dépend de la variété (42,6 %, $P < 0,05$).

Les lipides libres de la semoule se répartissent également en glycolipides et en phospholipides. Les semoules se caractérisent par des teneurs en glycolipides comprises entre 0,25% MS (pour la variété Mbb) et 0,41% MS (pour la variété Ofanto). La variabilité de la teneur en glycolipides dépend de la variété (38,2%, $P < 0,05$). Pour les phospholipides, la teneur moyenne des différents échantillons analysés est de 0,13% MS. L'analyse de la variance met en évidence un effet très hautement significatif de la variété sur la teneur en phospholipides (54,9%, $P < 0,01$).

I-2-2-Caractérisation des lipides liés

Les lipides liés des semoules représentent en moyenne 41% des lipides totaux. La semoule obtenue à partir de la variété Vitron, a la teneur en lipides liés la plus élevée (0,99% MS) alors que la variété Ofanto est caractérisée par la teneur la plus faible (0,61% MS), avec une moyenne générale de 0,80% MS. La variété contribue pour 51,8% ($P < 0,05$) au déterminisme de la teneur en lipides liés (**Tableau I-3**).

Les lipides liés de la semoule se répartissent en lipides apolaires et en lipides polaires. La teneur moyenne en lipides liés apolaires des semoules pour l'ensemble des variétés étudiées est de 0,34% MS. Les lipides liés polaires des semoules représentent plus de 57% des lipides liés. On peut noter qu'à l'inverse des lipides libres, les lipides liés des semoules sont moins riches en lipides apolaires. La variété Polinicum permet l'obtention de semoules caractérisée par la teneur en lipides liés polaires la plus élevée (0,57% MS). La variété Belikh donne des semoules avec la teneur en lipides liés polaires la plus faible (0,35% MS), pour une moyenne de 0,46% MS. Le **Tableau I-3** ne fait ressortir aucun effet significatif de la variété et de l'année de culture sur les teneurs en lipides liés apolaires ou polaires.

La comparaison des teneurs des différents types de lipides est proposée à partir de la matrice de corrélation (**Tableau I-4**). La matrice de corrélation révèle une corrélation significative ($P < 0,05$) positive entre la teneur en lipides totaux et la teneur en lipides libres de la semoule ($r = 0,47$). La diversité des teneurs en lipides totaux observée au niveau des différentes semoules semble ainsi dépendre un peu plus de la contribution de la teneur en lipides libres que de la teneur en lipides liés, même si on peut remarquer une corrélation positive significative de la teneur en lipides totaux avec la teneur en lipides liés apolaires ($r = 0,53$). Il est ainsi logique de trouver une corrélation négative ($r = -0,62$) entre la teneur en lipides libres de la semoule et la teneur en lipides liés. On observe sur le **Tableau I-4** des

corrélations hautement significatives et positives entre la teneur en lipides libres et les teneurs en lipides libres apolaires ($r = 0,91$), en lipides libres polaires ($r = 0,81$), en glycolipides ($r = 0,65$) et en phospholipides ($r = 0,73$). L'ensemble des constituants lipidiques impliqués dans les lipides libres (polaires, apolaires, glycolipides et phospholipides) contribue ainsi à la diversité de la teneur totale en lipides libres. De la même manière, on observe des corrélations significatives entre les teneurs des différents constituants impliqués dans les lipides libres, par exemple entre la teneur en lipides libres apolaires et la teneur en lipides libres polaires ($r = 0,49$) ou en phospholipides ($r = 0,61$), ou alors entre la teneur en lipides libres polaires et la teneur en glycolipides ($r = 0,92$) ou en phospholipides ($r = 0,67$).

Au niveau des lipides liés, le **Tableau I-4** révèle des corrélations positives et significatives entre la teneur en lipides liés et les teneurs en lipides liés apolaires ($r = 0,87$) ou en lipides liés polaires ($r = 0,48$) des semoules. La diversité des teneurs en lipides liés des semoules semble ainsi dépendre de la double contribution des lipides liés apolaires et des lipides liés polaires. D'une manière logique, on observe des corrélations négatives entre la teneur en lipides liés et les teneurs en lipides libres ($r = -0,62$), en lipides libres apolaires ($r = -0,53$), en lipides libres polaires ($r = -0,55$) et en phospholipides ($r = -0,53$). Des corrélations négatives similaires sont également observées avec la teneur en lipides liés polaires. On peut également remarquer que la teneur en lipides liés polaires n'est pas corrélée ($r = -0,03$) avec la teneur en lipides liés apolaires, alors qu'il existe une corrélation significative pour les lipides libres polaires et apolaires ($r = -0,53$).

La recherche de corrélations entre les caractéristiques physico-chimiques des semoules et les différentes teneurs en lipides montre qu'au seuil de $P < 0,05$, il n'existe aucune corrélation positive ou négative. L'absence de corrélation entre les teneurs en lipides et les caractéristiques physico-chimiques des semoules est cohérente avec les résultats de Berger (1983), de Fennyvesi-Simon et al., (1992) et de Ounane et al., (2006) qui ont montré l'absence de relations entre les fractions de lipides et les autres constituants de la farine et/ou de la semoule (protéines et gluten). De même, l'absence de corrélation entre les teneurs en lipides polaires et les teneurs en protéines ou en gluten des semoules permet de penser que les associations lipoprotéiques suggérées par de nombreux auteurs dans le cas de la transformation du blé tendre (Frazier et al., 1981 ; Laignelet et Dumas, 1984) n'existent pas dans la semoule et par conséquent ne se formeraient qu'au cours du procédé de fabrication des pâtes alimentaires.

Tableau I-4: Corrélations linéaires entre les teneurs en lipides et les caractéristiques physico-chimiques des semoules.

	LT	LF	LFNP	LFP	Gly	Pho	LB	LBNP	LBP
LT	1								
LF	0.47*	1							
LNP	0.47	0.91**	1						
LP	0.32	0.81**	0.49	1					
Gly	0.28	0.65*	0.31	0.92**	1				
Pho	0.25	0.73**	0.61	0.67*	0.34	1			
LB	0.41	-0.62*	-0.53	-0.55*	-0.42	-0.53*	1		
LNB	0.53*	-0.38	-0.25	-0.44	-0.41	-0.29	0.87**	1	
LPB	-0.12	-0.57	-0.61*	-0.32	-0.11	-0.57*	0.48	-0.03	1
PS	-0.10	-0.06	0.12	-0.29	-0.31	-0.13	-0.03	0.03	-0.03
GS	0.06	0.14	0.26	-0.08	-0.08	-0.10	-0.09	-0.02	-0.09
GH	0.00	0.24	0.37	-0.03	-0.12	0.15	-0.25	-0.19	0.19
GI	0.30	0.22	0.19	0.19	0.28	-0.08	0.04	0.03	0.15
SDS	0.06	0.22	-0.34	-0.03	-0.10	0.11	-0.05	-0.20	0.14
DvtM	0.22	0.25	0.32	0.06	0.06	0.02	-0.06	-0.19	0.08
HM	-0.06	0.02	0.13	-0.13	-0.06	-0.22	-0.08	-0.18	0.03

*, ** = P<0,05 et 0,01 respectivement (n = 18)

I-3- Caractérisation électrophorétique et chromatographique des protéines des variétés de blé dur.

Deux approches ont été utilisées:

- ✚ une caractérisation des sous unités protéiques par électrophorèse en gel de polyacrylamide (SDS-PAGE) et (ACIDE PAGE).
- ✚ une détermination du profil d'agrégation des protéines par chromatographie liquide à haute pression (SE-HPLC).

I-3-1 - Analyses électrophorétiques.

Les protéines du gluten présentent un polymorphisme électrophorétique intervariétal très élevé et leurs diagrammes sont considérés comme indépendants des facteurs agro climatiques. Cette caractéristique a été montrée chez les gliadines (Autran et al., 1982 ; Monneveux, 1984) et chez les gluténines (Payne et al., 1981; Branlard et Le Blanc, 1985), et a permis d'identifier les variétés de blé par électrophorèse (Autran et al., 1982).

I-3-1-1- Electrophorèse des gliadines de blés durs.

Les électrophorégrammes des gliadines des variétés de blé dur analysées sont donnés dans la **Figure** I-1 (a et b).

Les gliadines ont été analysées par la technique A-PAGE (Acid Polyacrylamide Gel Electrophoresis) dans le but d'identifier les variétés possédant ou non les bandes γ -gliadines 42 et 45. L'absence du génome D chez les blés durs se traduit par l'inexistence de certaines gliadines à faible mobilité (Bandes 12 et 18). La tabulation de toutes les mobilités et intensités relatives n'a pas été faite et le schéma de discrimination entre les variétés n'a pas été élaboré. Nous nous sommes intéressés uniquement à l'absence ou à l'existence des bandes gliadines γ -42 et γ -45. Ces deux bandes sont les principales gliadines dont la présence ou l'absence sont liées à la valeur pastière des blés durs (Damidaux, 1979 ; Bakhella et Branlard, 1997 ; Carillo et al., 2000). Les valeurs numériques 42 et 45 représentent les mobilités relatives des bandes protéiques déterminées selon la méthode de Wrigley et al., (1982).

Les diagrammes électrophorétiques des gliadines (**Figures** I-1a et I-1b) des semoules des variétés étudiées présentent des différences assez nettes.

- ✚ L'ensemble des composants se situe dans une zone de mobilité comprise entre 20 et 87

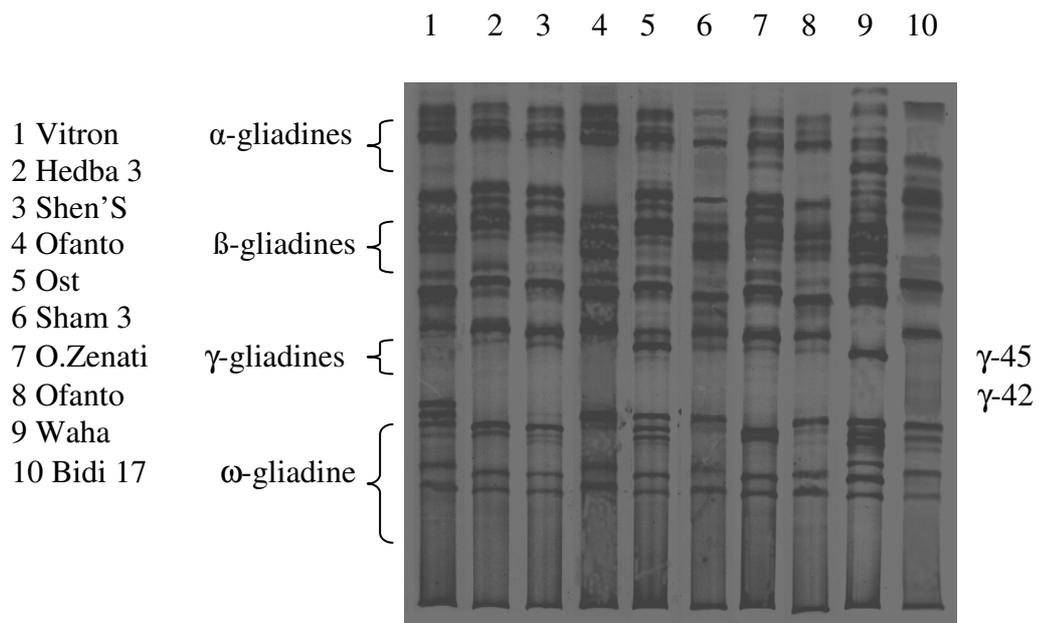


Figure I-1 a : Electrophoregramme (Acide-PAGE) des gliadines des variétés de blé dur

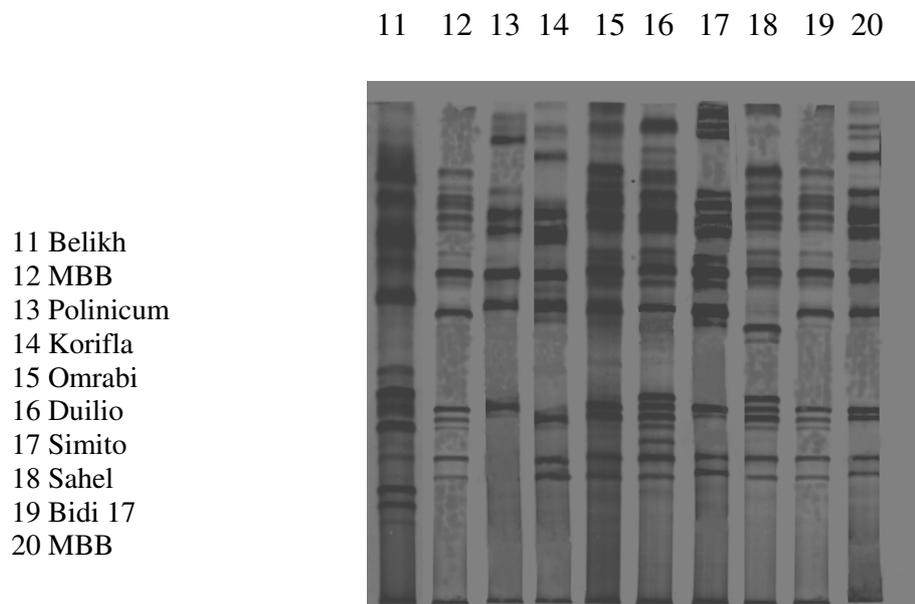


Figure I-1b: Electrophoregramme (Acide-PAGE) des gliadines des variétés de blé dur

- ✚ Pour une variété donnée, le diagramme des gliadines en gel de polyacrylamide comprend 25 à 30 bandes en moyenne. Ces bandes se caractérisent par leur mobilité électrophorétique et leur concentration.
- ✚ Il n'existe aucune bande dans la zone de mobilité 11 – 17 ; c'est une caractéristique des variétés de blé dur.

L'observation visuelle des électrophorogrammes des gliadines permet de les décomposer en quatre (4) zones: α , β , γ et ω (Bushuk et Zillman 1978).

Les quatre groupes ω , γ , β et α se séparent de la façon suivante :

- ω mobilité de 20 à 38 ; γ mobilité de 40 à 53 ; β mobilité de 55 à 67 ; α mobilité de 76 à 87

L'examen de la zone des γ -gliadine (bandes de 40 à 53) des différentes semoules des variétés de blé dur analysées fait apparaître :

- un type 42, caractérisé par la présence de la bande 42(+++) et par l'absence de la bande 45. Sa présence est liée à celles des bandes 33 (+), 35 (+) et 38(++).
- un type 45, caractérisé par la présence de la bande 45(+++) et par l'absence de la bande 42. Il faut noter l'existence d'une bande 43 (+), d'intensité moindre, qui lui est associée. Ce type est couramment associé à la présence de la bande 35 (++)
- Les bandes 20 et 23 (ω -gliadines) sont présentes sur la quasi totalité des diagrammes ; sur les diagrammes correspondant au type 45, la bande 23 apparaît moins concentrée que sur les types 42.
- Sur la plupart des diagrammes, on note la présence de la bande 51 (γ -gliadine), à une forte concentration.

Les variétés Waha et Sahel sont du type 42 tandis que les autres variétés sont toutes du type 45 (Bidi 17, Vitron, Hedba3, Chen's, Polinicum, Duilio, Simeto, Ofanto, Kebir, Korifla, Oued zenati, Omrabi, Mbb, Cham3 et Belikh2) (Tableau I-5). Il convient de signaler que la variété Ost possède un diagramme très particulier, dans la zone des γ -gliadines ; on note la présence des deux bandes associées γ -gliadine 42 et γ -gliadine 45. L'analyse électrophorétique en gel de polyacrylamide à pH 8,4 en présence de SDS a aussi, permis de séparer les deux constituants (42 et 45). Ecartant ainsi l'hypothèse de l'artefact, on peut admettre l'existence de ces deux constituants chez cette variété. Nachit et al., (2000), ont

Tableau I-5 : Composition protéique et allélique (entre parenthèse) des protéines des semoules. (N= allèle nul)

Variétés	HMW-G		LMW-G			Gliadines	
	Glu-A ₁	Glu-B ₁	Glu-A ₃	Glu-B ₃	Glu-B ₂ LMW	γ	ω
Korifla	N _(c)	7 + 8 _(b)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Shen's	N _(c)	7 + 8 _(b)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Cham3	N _(c)	6 + 8 _(d)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Ofanto	N _(c)	6 + 8 _(d)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Mbb	N _(c)	7 + 15 _(z)	6 _(a) LMW-2	2+4+14+15+19 _(c)	12 _(a)	45	35
Waha	N _(c)	7 + 8 _(b)	5 _(b) LMW-1	8+9+13+16 _(b)	12 _(a)	42	33, 35, 38
Sahel	N _(c)	7 + 8 _(b)	5 _(b) LMW-1	8+9+13+16 _(b)	12 _(a)	42	33, 35, 38
Ost	N _(c)	7 + 8 _(b)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	42 + 45	33, 35
Polinicum	N _(c)	20	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Bidi17	N _(c)	20	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Omrabi	N _(c)	6 + 8 _(d)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Vitron	N _(c)	7 + 8 _(b)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Hedba3	N _(c)	20	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Simeto	N _(c)	7 + 8 _(b)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Kebir	N _(c)	6 + 8 _(d)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Duilio	N _(c)	7 + 8 _(b)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Oued zenati	N _(c)	20	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35
Belikh2	N _(c)	7 + 8 _(b)	6 _(a) LMW-2	2+4+15+19 _(a)	12 _(a)	45	35

signalé la présence de ces deux constituants dans 20% d'espèces autochtones méditerranéennes étudiées. La présence simultanée de ces deux bandes peut être due à une variation intravariétale, c'est-à-dire la présence de plusieurs biotypes au sein d'une variété conformément à l'hypothèse émise par Sozinov et Poperella (1980) dans le cas du blé tendre.

I-3-1-2 - Electrophorèse des protéines totales réduites par SDS-PAGE.

L'électrophorèse en gel de polyacrylamide en présence de SDS représente un outil puissant d'estimation des poids moléculaires des protéines, par comparaison de leur mobilité électrophorétique avec celle des protéines standard de PM connus (in matériel et méthodes). On rappelle que le SDS est un anion qui peut se fixer sur les molécules protéiques, leur conférant une forte charge négative. Le fractionnement électrophorétique obtenu dans ce milieu est alors fondé sur les seules différences d'encombrement moléculaire.

La simple comparaison visuelle des diagrammes électrophorétiques montre que toutes les variétés paraissent posséder des électrophorégrammes identiques, constitués d'une région de faible mobilité, d'une région moyenne très intense et d'une région de mobilité élevée et que l'on peut rapprocher de ceux obtenus par Autran et Galterio (1989).

Identification des constituants protéiques sur les électrophorégrammes (Figures I-2 a et I-2b).

Dans l'ensemble nous constatons :

- des bandes 257 à 400 \cong : HMWG type A
 - des bandes 400 à 650 \cong : HMWG type B
 - des gliadine (correspondance 566- ω gliadine 35)
 - des bandes 650 à 800 : LMWG et ω -gliadine
 - des bandes 800 à 1100 : gliadines- γ , β et α . (839 \rightarrow γ -gliadine 42 ; 847 \rightarrow γ -gliadine 45).
 - les albumines et les globulines au delà de 1200 \rightarrow Région de mobilité élevée
- } Région de faible mobilité
- } Région de mobilité moyenne

Généralement, les différences variétales ne sont pas nettes dans la zone des gliadines-albumines. La zone médiane des gliadines, incomplètement résolue, ne révèle pas de différences majeures entre les différentes variétés; c'est la zone des bandes à haut poids moléculaire qui a été utilisée pour caractériser les variétés et rechercher des liens possibles avec leur qualité technologique.

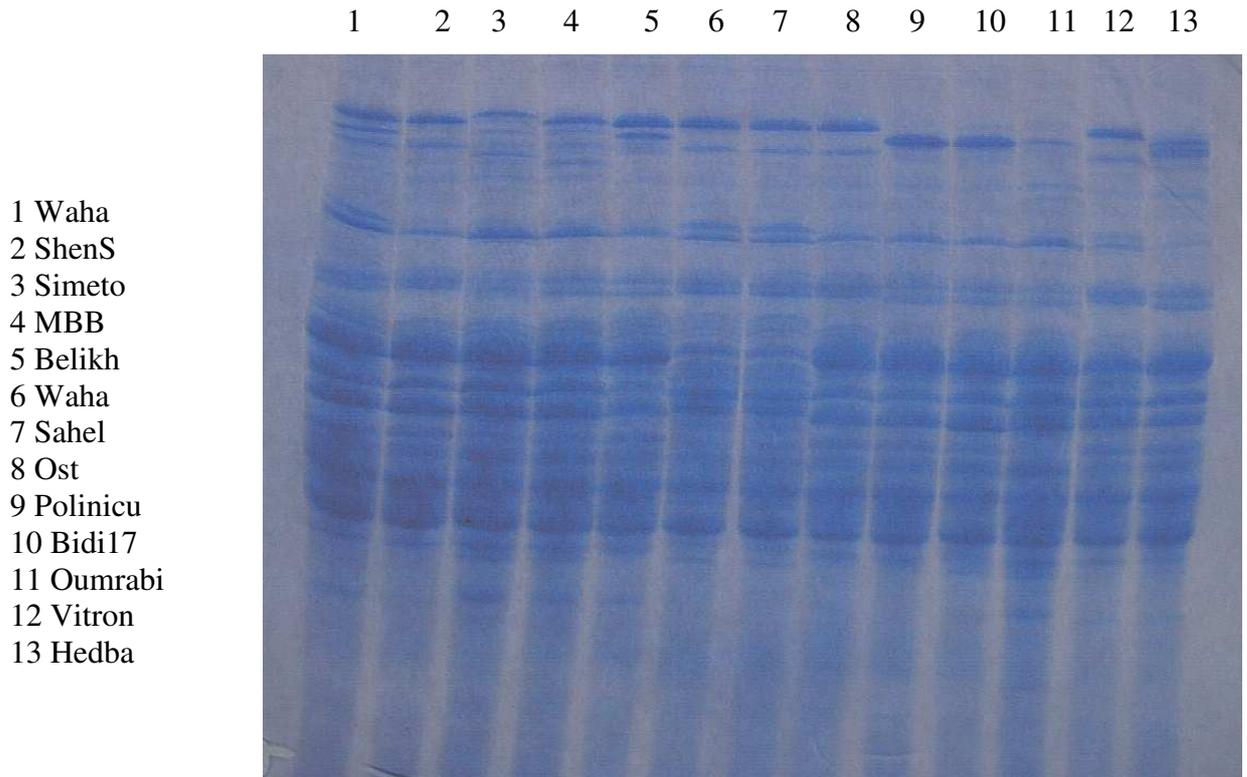


Figure I- 2 a : Electrophorèse SDS PAGE des variétés de blé dur

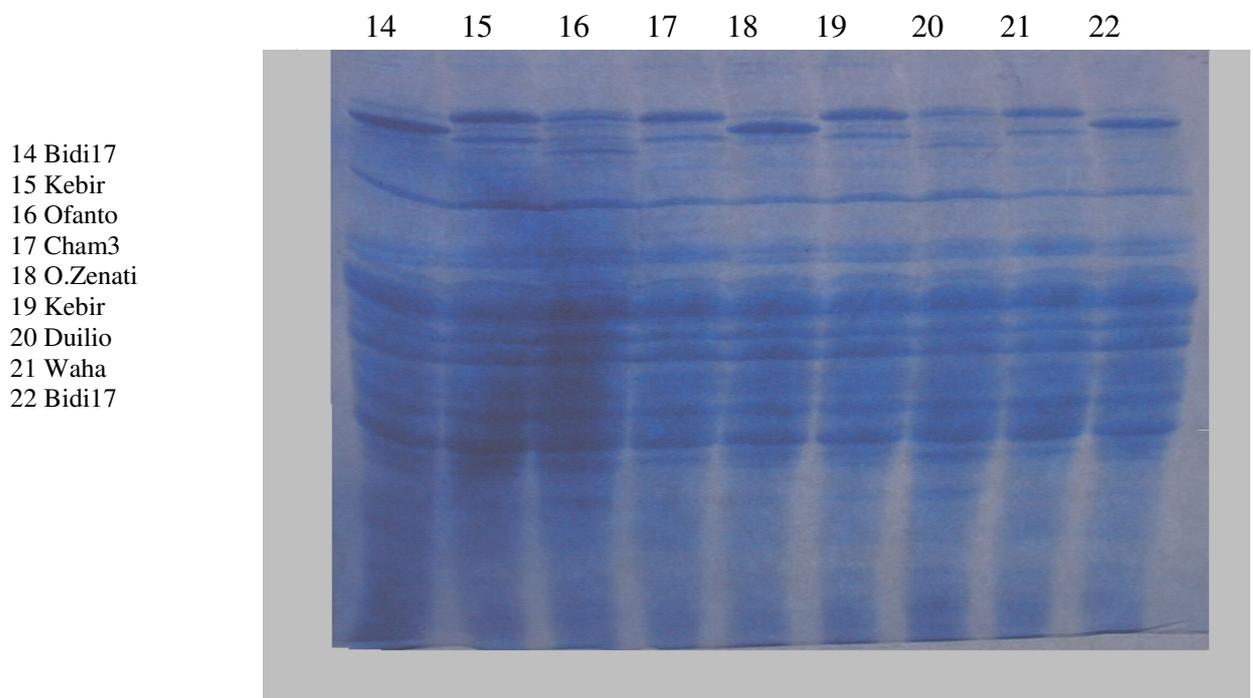


Figure I- 2 b : Electrophorèse SDS PAGE des variétés de blé dur

I-3-1-3- Composition en HMW-G des semoules

Les diagrammes électrophorétiques des sous unités gluténines de haut poids moléculaire (HMW-G) des semoules sont présentés dans le **Tableau I-5** et dans la **Figure I-2(a et b)**.

Dans le cas des blés durs, les bandes qui sont sous la dépendance du chromosome Glu-D1 sont absentes (Branlard et Le Blanc, 1985). Il s'agit des bandes 2, 3, 4, 5, 10, 11 et 12.

L'examen des HMW-G par SDS-PAGE montre que les différentes variétés de blé dur analysées possèdent chacune une à deux bandes bien intenses et facilement repérables. Les bandes faiblement visibles, n'ont pas été prises en considération (**Figures I-2a et I-2b**). Sur l'ensemble des variétés testées, seulement cinq bandes différentes ont été identifiées (**Figure I-3**); il s'agit des bandes 6, 7, 8, 15, 20, numérotées selon la nomenclature de Payne et Lawrence (1983) et Nieto-Taladriz et al., (1997). Elles sont sous la dépendance des chromosomes Glu-A1 et Glu-B1. A ces bandes s'ajoutent plusieurs bandes généralement faiblement concentrées dont la mobilité est comprise entre celles des bandes 20 et 10. Quatre allèles ont pu être identifiés; il s'agit de Glu-A1c, Glu-B1b, Glu-B1d et Glu-B1e (**Tableau I-5**). Toutes les variétés de blé dur analysées possèdent l'allèle Glu-A1c (allèle nul). Les allèles Glu-B1b (bandes 7+8), Glu-B1d (bandes 6+8) et Glu-B1e (bandes 20) sont présentés en proportions de 50%, 22% et 22% des variétés étudiées.

Bakhella et al., (1992) rapportent que les variétés Bidi17 et Oued zenati possèdent une seule HMW-G numéroté 20. Nos résultats confirment ces observations ainsi que celles de Cherdouh et al., (2000) pour les variétés Waha, Chen's, Vitron et Duilio concernant les HMW-G (7+8), de Impiglia et al., (1995) pour les variétés Omrabi, Belikh et Waha et de Sapirstein et al., (2007) pour les variétés Simeto et Ofanto.

I-3-1-4- Les LMWG des semoules des variétés étudiées

Concernant les sous unités gluténines de faible poids moléculaire (PM) nommées LMW-1 et LMW-2 (Payne et al., 1984), nous avons constaté (**Figures I-2a et I-2b**) que toutes les variétés possédant la bande γ -42 possèdent le groupe des gluténines LMW-1, alors que toutes celles possédant la γ -gliadine 45 contiennent les gluténines LMW-2.

Les LMW-2 apparaissent sous la forme d'un triplet et les LMW-1 sous la forme d'un quadruplet dans la région des poids moléculaires 44500 – 51500 (**Figures I-2a et I-2b**).

Tableau I-6: Estimation globale par SDS- PAGE des pourcentages relatifs des HMWG, LMWG et des gliadines de deux variétés (Bidi 17 et Waha)

	Variétés Bidi17 (type 45)	Variété Waha (type 42)
HMWG (%)	12,9	14,4
ω gliadine (%)	3,80	4,50
LMWG } (%)	21,40	7
γ gliadine		

Tableau I-7: Coefficients de corrélation entre les sous unités gluténines, les gliadines et les paramètres de qualité du gluten des semoules.

Locus	Prolamines/allèles	Pro	SDS	GS	GI	HM	TM
GluA ₁	Nul						
GluB ₁	7 + 8						
	6 + 8						
	20						
	7 + 15						
LMW1	2 + 4 + 15 + 19 _(a)		-0,63*				-0,56*
LMW2	8 + 9 + 13 + 16 _(b)		0,63*				0,56*
Gli-B ₁	γ -42						
	γ -45				-0,55*		

* Valeurs significatives (P<0,05)

La concentration relative des bandes protéiques est utilisée pour déterminer, par étude densitométrique, l'intensité relative des différents constituants. Bien que cette intensité dépende à la fois du colorant et de la capacité à le fixer (bleu de coomassie), la proportion de chaque constituant protéique des différentes variétés étudiées a été estimée.

Les résultats obtenus après analyse densitométrique des principales fractions protéiques sont consignés dans le **Tableau I-6**.

Nous observons pour les deux types de variétés (γ -42 et γ -45) un pourcentage relatif en sous unités HMW-G beaucoup plus faible chez le type γ -45 par rapport au type γ -42. Corrélativement à cette diminution et selon les variétés, la teneur en LMW-G et en γ -gliadine augmente chez le type γ -45. D'après Autran et al., (1987), les différences quantitatives des LMW-G pourraient expliquer, à elles seules, les différences de qualité des glutens des deux types génétiques de blé dur (type γ -42 et γ -45).

Les premiers travaux sur les sous unités glutenines de haut poids moléculaire (HMW-G), ont mis en évidence leur variation allélique et leur importance technologique (Payne et al., 1981). Mais l'étude des HMW-G ne suffit pas à expliquer toutes les variations observées (Hamer et al., 1992, Shewry et al., 1992), aussi de nombreux auteurs se sont intéressés aux sous-unités glutenines de faible poids moléculaire et ont montré l'existence de relations entre les LMW-G et les paramètres de qualité (Autran et Berrier 1984, Kovacs et al., 1995, Nieto-Taladriz et al., 1997, Brites et Carrillo, 2001 ; Martinez et al., 2004 ; Oi et al., 2006, chez le blé dur). Aussi afin d'identifier les allèles LMW-G des variétés étudiées par rapport aux gliadines, la méthode d'extraction (Morel, 1994) et de caractérisation de (Nieto-Taladriz et al., 1997) a été utilisée.

On sait que les LMW-G sont codées par des gènes situés sur les bras courts des chromosomes du groupe 1: 1A et 1B très proches les uns des autres et transmis de génération en génération (Payne et al., 1984a).

L'analyse électrophorétique (**Figure I-3**) a permis de distinguer une plus grande variabilité des LMW-G par rapport aux HMW-G. Le **Tableau I-5** regroupe l'ensemble des diagrammes des LMW-G des différentes variétés étudiées et déterminées grâce à la nomenclature proposée par Nieto-Taladriz et al., (1997).

Sur les différents échantillons étudiés, nous constatons que le génome B code pour un nombre plus élevé de LMW-G par rapport au génome A.

- Au locus A3: 2 allèles ont été identifiées, dont le plus fréquent est le Glu-A3a (6) présent chez 88% et le Glu-A 3b (5) chez 12%.
- Au locus B3 : 3 allèles sont dénombrés avec une nette prédominance de 2 + 4 + 15 + 19 (a) avec une fréquence de 82%, de 8 + 9 + 13 + 16 (b) avec une proportion de 12% et de 2+4 + 14 +15 + 19_(c) de 6%.
- Au locus B2 : 1 allèle est dénombré dont l'allèle a est le plus dominant.

Une nette prédominance des diagrammes aaa (88%) par rapport à bba (12%) est constatée.

I-3-1-5- Corrélations entre les électrophorogrammes des protéines et les caractéristiques physicochimiques des semoules de blé dur.

I-3-1-5-1-Sous unités gluténines de haut poids moléculaire (HMW-G)

Le **Tableau** I-7 rassemble les coefficients de corrélation trouvés entre les sous unités gluténines de haut poids moléculaire et les tests technologiques du gluten. Dans l'ensemble, peu de corrélations sont observées. En effet, aucune des sous unités ne présente de corrélations significatives avec les paramètres du mixographe ou le volume de sédimentation–SDS. Nos résultats corroborent les travaux de Bakhella et Branlard, (1997) sur l'absence de relation entre ces sous unités et la qualité du gluten des variétés marocaines de blé dur. De même Du Cros et al., (1982) ont trouvé que la plupart des sous unités de gluténine de haut poids moléculaire ne semblent pas avoir des effets considérables sur la qualité. Concernant les sous unités codées par le chromosome 1B (6+8, 7+8 et 20) de nombreux auteurs (Boggini et al., 1988 ; Brites et al., 1997 ; Impiglia et al., 1997 ; Brites et Carillo 2001 ; Tarekegne et Labuschagne, 2005) ont montré l'existence d'une relation entre la composition en HMWG et les paramètres de qualité des blés durs.

Des travaux sur des variétés italiennes et espagnoles ont mis en évidence la liaison entre la qualité boulangère des blés durs et la présence des sous unités gluténines (1B) (7+8) par opposition aux sous unités gluténines (20) et (6+8). La présence des sous unités (7+8) s'accompagne d'un volume de sédimentation SDS plus élevé (Boggini et al.,1988 ; Boggini et Pogna 1989). Mais des résultats plus récents (Brites et al., 1997 ; Impiglia et al., 1997 ; Brites et Carillo 2001 ; Moragues, 2006) indiquent que les sous unités (6+8) influeraient de manière équivalente sur la ténacité du gluten déterminée par le volume de sédimentation SDS.

Des variations quantitatives des sous unités des gluténines liées au polymorphisme des HMW-G peuvent modifier profondément les propriétés rhéologiques des glutens (Sing et al., 1990a ; Hailu et al., 2006; Sapirstein et al., 2007).

Dans la mesure où, d'après ces différents travaux, une relation existe entre la composition électrophorétique et la qualité intrinsèque des génotypes, nous avons tenté de relier la somme des concentrations relatives des HMW-G enregistrées au densitomètre, aux critères de qualité du gluten. Les résultats du **Tableau I-8** montrent l'existence de corrélations positives et significatives entre les HMW-G et le volume de sédimentation-SDS ($r=0,54$ $p<0,05$) et la teneur en protéine ($r=0,51$ $p<0,05$). Par conséquent plus la concentration en HMW-G est élevée meilleure sera la force du gluten.

Ainsi, les variétés ayant une concentration plus élevée en HMW-G ont plus de chance d'avoir des glutens forts convenant mieux à la panification. C'est le cas de la variété Waha, en effet d'après Dick et Matsuo (1988) certaines sous unités HMWG, bien que mal corrélées avec la viscoélasticité du gluten, semblent améliorer la force du gluten des variétés du type-42 supposé avoir une faible qualité.

Tableau I-8: Corrélations entre la quantité totale des sous unités gluténines et les paramètres de qualité du gluten

	HMW	PS	GH	GS	GI	SDS	TM	HM
HMW	1							
PS	0,51*	1						
GH		0,68*	1					
GS		0,76*	0,86*	1				
GI					1			
SDS	0,54*			0,49*		1		
TM						0,74*	1	
HM		0,47*		0,53*		0,86*	0,79*	1

* Valeurs significatives ($P<0,05$)

I-3-1-5-2- Gliadines (γ -gliadine42 et γ -gliadine45)

Les résultats des corrélations des bandes gliadines (γ -gliadine42, γ -gliadine45) et les tests technologiques sont donnés au **Tableau I-7**.

Concernant la corrélation des bandes gliadines γ -42 et γ -45 avec les tests technologiques (gluten, mixographe et volume de sédimentation- SDS), il n'a pas été possible de déceler de relation. Seule une corrélation significative et négative entre γ -gliadine 45 et le gluten index a été observée. A la différence de certains auteurs (Damidaux et al., 1980 ; Monneveux, 1984 ; Carcea et Schofield, 1996) qui ont associé un bon gluten aux γ -gliadines de type 45 et un mauvais gluten aux γ -gliadine de type 42, Bakhella et al. (1992) n'ont pas mis en évidence de corrélations entre ces deux bandes et la force du gluten de neuf variétés marocaines de blé dur. L'absence de corrélations entre les tests de qualité du gluten et les bandes électrophorétiques des gliadines peut être expliquée par le fait que les diagrammes électrophorétiques sont indépendants des conditions culturales alors que la qualité est fonction de l'aspect quantitatif des protéines qui est influencé par le milieu de culture. Notons que les études sur les corrélations entre les γ -gliadines et la qualité des blés durs ont emmené certains auteurs à conclure que les gliadines n'influencent pas directement la qualité mais qu'elles se comportent comme des marqueurs de la présence d'autres protéines (LMW-G) jouant un rôle fonctionnel (Payne et al. 1984a et Abecassis et al. 1990).

Plusieurs autres séries d'analyses effectuées sur les blés durs (Autran et al., 1987 ; Pogna et al.,1990, Ruiz et Carrillo,1995a ; Nieto-Taladriz et al., 1997 ; Lerner et al., 2004 ; Martinez et al., 2004; 2005 ; Zhao et al., 2006), ont mis en évidence une liaison entre les sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMWG) et la force du gluten.

I-3-1-5-3- Sous gluténines de faible poids moléculaire (LMWG).

Contrairement aux sous unités HMWG, les sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMWG1 et LMWG2) ont montré de nombreuses corrélations avec la qualité du gluten (**Tableau I-7**).

Les LMWG révèlent des corrélations significatives avec le SDS et le temps de développement au mixographe. Les effets opposés des LMW-1 et LMW-2 se trouvent confirmés. Les LMW-1 sont corrélées positivement et les LMW-2 sont liées négativement à ces tests technologiques.

Les LMW-1 sont associées aux génotypes ayant un gluten de faible qualité alors que les LMW-2 sont caractéristiques des variétés ayant un bon gluten. La force du gluten est sous contrôle génétique. Les variétés de blé dur possédant la γ -gliadine 45 ont un gluten fort tandis que celles qui renferment la γ -gliadine 42 se caractérisent par un gluten faible. Étant donné que ces γ -gliadines (42 et 45) sont génétiquement liées aux LMW-G, de nombreux auteurs (Payne et al., 1980 ; Pogna et al., 1990 ; Abecassis et al., 1990) ont rapportés que ces γ -gliadines ne sont que des marqueurs génétiques de la fonctionnalité des LMW-1 et des LMW-2. De ce fait, les différences existant entre les variétés en ce qui concerne la qualité du gluten, peuvent être plus facilement expliquées par les différences biochimiques entre LMW-1 et LMW-2 et par conséquent par leur composition allélique (Tableau I-7), qu'entre les γ -gliadines 42 et 45 (Carillo et al., 2000). Selon Abecassis et al., (1990), les LMW-G possèdent un fort pouvoir agrégatif qui se manifestent au cours du processus de la transformation de la pâte. Ces propriétés agrégatives contribuent à la formation du réseau protéique qui confère à la pâte ces propriétés viscoélastiques.

Pour leur part, Pogna et al., (1990), Lerner et al., (2004), Martinez et al., (2005), montrent que les blés contenant les LMW-2 (liées génétiquement aux γ -gliadine 45) et les sous unités (7 + 8) des H

MW-G (du locus Glu-B1) ont les meilleures propriétés rhéologiques.

I-3-1-6 - Discussion

Les résultats obtenus par fractionnement électrophorétique des gliadines de blé dur confirment les travaux de Porceddu et al., (1998), Masci et al. (1995), Brites et al., (2000), Masci et al. (2000), Lerner et al., (2004), Martinez et al., (2005). L'observation de la zone des γ -gliadines permet de distinguer deux types principaux de gliadines, γ -42 et γ -45. À chacune de ces bandes sont associées d'autres bandes qui apparaissent avec une certaine intensité de coloration, telles que les ω -gliadines 33-35 et 38 associées à la γ -42 et la 35 associée à la gliadine γ -45.

Les variétés Waha et Sahel sont du type 42 (LMWG-1) tandis que toutes les autres variétés sont du type 45 (LMWG-2). La coexistence de ces 2 bandes dans une variété (OST) a été constatée.

Contrairement aux blés tendres, le polymorphisme des HMW-G des blés durs n'est pas aussi élevé. Chez les variétés de type « γ -45 », il est montré que 67% de la fraction éthanol-soluble (gliadine) correspondent à des monomères donnant lieu à des bandes en

système PAGE, le reste (33%) s'apparentent à des fractions agrégées, essentiellement des gluténines de faible poids moléculaire (LMW-G), ne migrant qu'après action d'un réducteur, en système SDS-PAGE. Ces LMWG constituent par ailleurs 27% des protéines totales et apparaissent sous la forme d'un triplet très intense dans la région des PM 44500 et 51500 des groupes gliadines. Chez le type génétique « γ -42 », les LMWG ont des proportions environ 2 fois plus faibles (18% de la fraction éthanol-soluble, 14% des protéines totales). Cette différence quantitative, associée à leur nature agrégative, amène à les considérer comme les principaux marqueurs fonctionnels de la qualité du gluten, les γ -gliadines 42/45 n'étant que des marqueurs génétiques (Autran et al., 1994). Ainsi, en accord avec Porceddu et al., (1998), Masci et al., (2000) et Tohver, (2007), les différences quantitatives pourraient expliquer à elles seules, les différences de qualité des glutens des deux types génétiques de blé dur. Quant aux autres fractions agrégatives telles que les sous unités HMW-G (contrairement aux cas des blés tendres), elles ne semblent pas jouer un rôle majeur dans l'explication des différences génétiques de qualité des blés durs.

Cette étude, nous a permis de rendre compte de l'influence des LMW-G sur les paramètres technologiques bien liés à la force du gluten. Des variations quantitatives des sous unités des gluténines liées au polymorphisme des HMW-G existent. De telles variations peuvent modifier profondément les propriétés rhéologiques des glutens.

Cette étude a permis aussi, de mettre en évidence l'existence de relations entre les sous unités gluténines de faible poids moléculaire et la qualité des blés durs. Cependant, elle ne permet pas de connaître l'origine de ces relations. C'est pourquoi une caractérisation des protéines par SE-HPLC a été effectuée.

La SE-HPLC peut séparer des complexes de taille relativement élevée et d'obtenir certaines informations sur les bases physicochimiques de la qualité des blés.

I-3-2- Chromatographie d'exclusion-diffusion à haute performance (SE-HPLC).

La chromatographie d'exclusion-diffusion encore appelée filtration sur gel, apparaît comme la technique la mieux adaptée à l'étude des agrégats protéiques. Elle permet la séparation des complexes protéiques en fonction de leur taille moléculaire, après une extraction ménagée des protéines par un tampon phosphate-SDS (le SDS utilisé permet la rupture des interactions hydrophobes).

Afin d'examiner l'aptitude des critères HPLC à prédire la qualité des différents génotypes, le protocole mis au point par Dachkevitch et Autran, (1989) a été utilisé.

Les profils d'élution des extraits protéiques des variétés étudiées sont consignés en Annexe D.

I-3-2-1 - Profil d'élution d'extraits protéiques de semoule préparés et élués en tampon phosphate de sodium, SDS pH 6,9.

Les profils d'élution présentés sur la **Figure** I-4 et la **Figure** I-5 sont classiquement découpés en cinq fractions ou pics (F1 à F5) dont les gammes de masses moléculaires correspondent à celles adoptées par Dachkevitch et Autran (1989) sur le blé tendre et Benetrix et al., (1994) sur le blé dur après calibration de la colonne de chromatographie par analyse de protéines standards de masses moléculaires connue (§ **Figure** 11, Matériel et méthodes).

On distingue donc dans un premier temps une fraction soluble et une fraction insoluble : la fraction soluble (FS) contient les agrégats protéiques dont la masse moléculaire varie entre 10 et 1000KDa (Benetrix et al., 1994). Après élution, la fraction soluble est divisée en 5 fractions F1 à F5, correspondant à des agrégats de différentes tailles moléculaires et à une composition protéique variable. Les fractions F1 et F2 ont été définies comme les fractions contenant des gluténines, ou plus précisément des polymères de sous-unités de gluténines de haut et de faible poids moléculaire. La fraction F3 contient des agrégats principalement constitués de gliadines, la fraction F4 des gliadines et des protéines solubles, la fraction F5 principalement des protéines solubles.

Figure I- 4 : Caractérisation des fractions SE-HPLC de la variété Bidi 17

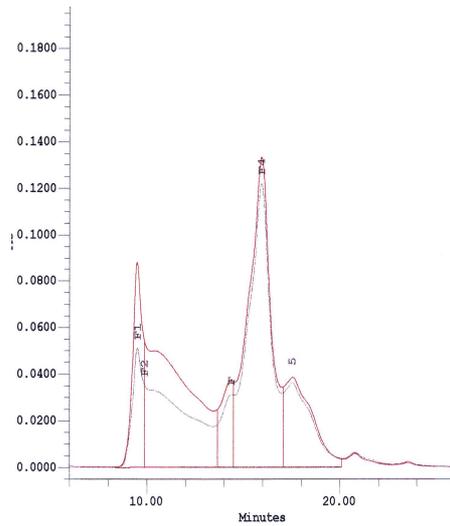
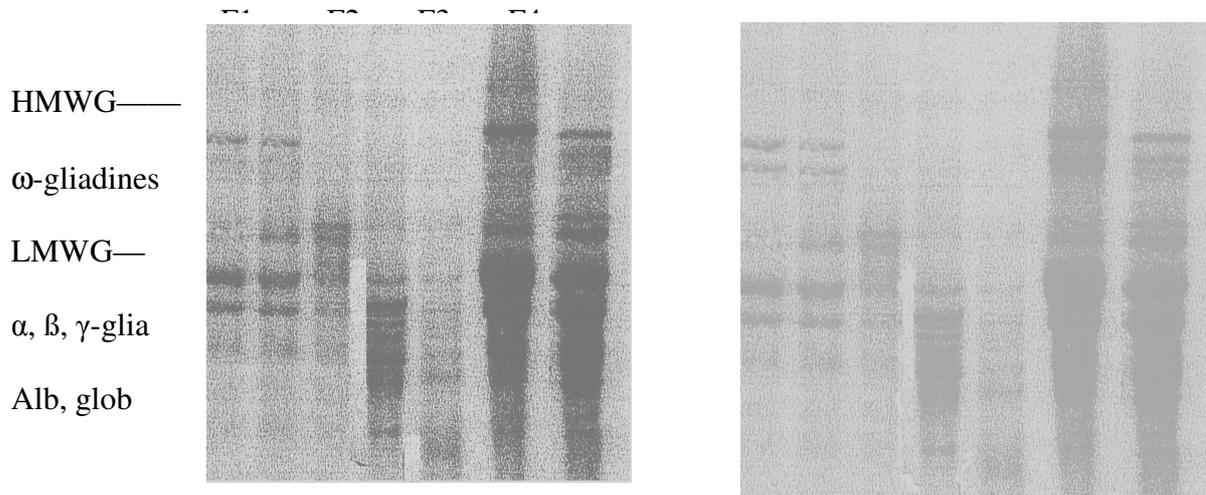


Figure I- 4 : Caractérisation des fractions SE-HPLC de la variété Bidi 17

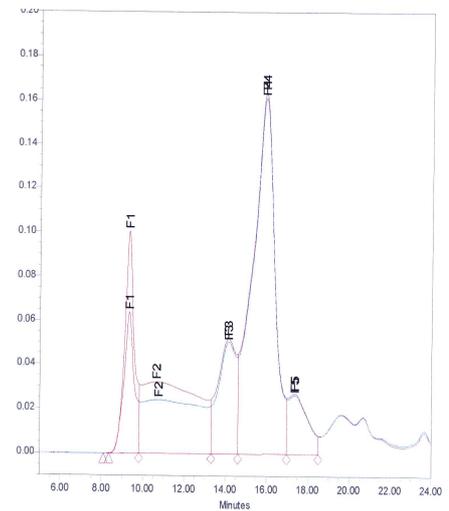


Figure I- 5: Caractérisation des fractions SE-HPLC de la variété Waha

I-3-2-2-Caractérisation des fractions HPLC par électrophorèse

Cette étude a été effectuée sur deux variétés Bidi 17 et Waha.

Les diagrammes électrophorétiques réalisés pour les deux variétés sont quasiment similaires (Figures I-4 et I-5).

La semoule totale est constituée de la fraction protéique soluble (FS) dans le tampon phosphate-SDS, et du résidu d'extraction (Fi).

Fi se caractérise par sa richesse en sous unités gluténines (HMW-G et LMW-G) par rapport au surnageant (FS). La composition de la fraction soluble (FS) (semblable à celle de la semoule totale) diffère seulement par une plus faible intensité des bandes. La fraction n°1 correspond approximativement à la fraction F1, se caractérise par sa concentration importante en sous unités HMWG (PM >90 KDa) et en sous unités LMWG et, par l'absence de gliadines.

La fraction n°2 (F2) (PM: 60KDa – 90KDa) est surtout riche en sous unités LMWG. Elle contient également des sous unités HMWG et des α , β , γ -gliadines mais en faibles proportions. La fraction F3 contient essentiellement des protéines monomériques de 60 à 90KDa tels que les ω -gliadines. L'étude de la fraction suivante (F4) montre d'une part, la disparition des sous unités HMWG, LMWG et un appauvrissement en ω -gliadines, et d'autre part, un enrichissement en α , β , γ -gliadines de poids moléculaire compris entre 20 et 60KDa.. Enfin la fraction F5 contient des protéines de très faible mobilité électrophorétique (albumines et globulines) de PM < à 20KDa. Ces observations sont en accord avec les résultats de plusieurs auteurs (Pasaribu et al., 1992 ; Benetrix et al., 1994 et Ciaffi et al., 1996).

L'hétérogénéité de chaque fraction est due à une contamination de chaque fraction par la fraction voisine, qui conduit à un recouvrement des diagrammes, mais aussi à la diversité des protéines impliquées dans les agrégats.

I-3-2-3-Etude par SE-HPLC des fractions protéiques.

L'extraction ménagée des protéines dans le tampon phosphate-SDS entraîne la dissociation des interactions hydrophobes ainsi que les liaisons faisant intervenir la charge de la protéine; les liaisons disulfures sont par contre préservées.

La moyenne des résultats complets des analyses HPLC en pour-cent de l'aire totale des pics d'élution (représentant la quantité totale de protéines solubles et insolubles) est donnée dans le Tableau I-9.

Tableau I-9 : Aire des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) exprimées en % de l'aire totale des pics des semoules

Variétés	F1	F2	F3	F4	F5	F2/F4	F1+F2/F3+F4	FS
Waha	6,65	19,18	7,01	52,39	16,97	0,37	0,43	91,52
Vitron	7,51	23,10	6,42	45,14	18,03	0,51	0,59	90,01
Mbb	5,39	20,02	6,22	50,27	16,65	0,39	0,45	88,33
Hedba3	6,61	23,24	5,96	46,03	18,71	0,50	0,57	89,16
Bidi17	8,75	26,95	5,81	42,71	16,08	0,63	0,74	85,97
Chen's	7,38	23,91	5,92	47,04	16,05	0,51	0,59	88,49
Dulio	6,54	24,13	6,19	46,66	16,32	0,52	0,58	90,89
Siméto	6,36	24,12	6,16	47,94	15,70	0,50	0,56	87,85
Ost	7,05	23,04	6,43	48,39	15,47	0,48	0,55	90,89
Polinicum	9,03	24,52	8,05	42,88	15,09	0,57	0,66	86,67
Sahel	5,98	19,07	7,11	51,66	15,96	0,37	0,43	91,67
Kebir	9,64	24,30	9,25	44,01	13,65	0,55	0,64	87,67
Omrabi	9,46	22,90	6,04	45,07	13,36	0,51	0,63	87,06
Korifla	11,07	23,49	8,09	44,98	9,04	0,52	0,65	88,43
O. Zenati	9,64	22,88	8,34	45,63	9,95	0,50	0,60	85,24
Cham3	8,08	25,45	5,98	45,96	15,10	0,55	0,65	87,55
Belikh2	7,90	23,34	6,35	52,01	10,40	0,45	0,54	89,34
Ofanto	10,85	23,00	7,25	45,20	8,83	0,51	0,65	90,89
Moyenne	7,99	23,14	6,81	46,88	14,52	0,50	0,58	88,76
Ecart Type	1,63	1,94	0,98	2,90	2,94	0,07	0,08	1,93

Tableau I-10 : Distribution des moyennes des Aire des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) relatives aux génotypes et aux années de culture

Caractères HPLC	Distribution			% de la variabilité assignée à :	
	Genotype n = 18	Année de culture n=2	Moyenne	Variété	Année
%F1	5,39 - 11,07	5,71 - 10,82	7,99	55,70**	20,41**
%F2	19,07 - 26,95	17,79 - 25,84	23,14	85,89**	1,56
%F3	5,81 - 9,25	5,98 - 9,57	6,81	46,39**	2,36
%F4	42,71 - 52,39	42,90 - 48,82	46,88	43,79**	11,88*
%F5	8,83 - 18,71	10,79 - 13,21	14,52	41,92**	14,03*
F2/F4	0,37 - 0,63	0,38 - 0,61	0,49	55,79**	15,68*
Aire totale	18230100 - 32479389	17103707 - 31192268	23604894	-	-

* : Significatif au seuil de $p < 0.05$

** : Hautement significatif au seuil de $p < 0.01$

Sur l'ensemble des échantillons analysés, il ressort des différences importantes dans les proportions respectives des fractions SE-HPLC.

La fraction protéique soluble FS des semoules (quantité totale de protéines solubles dans la solution d'extraction), varie avec le type de semoule. FS est analogue pour les semoules des variétés de type γ -45, elle représente environ 88% des protéines totales, alors que pour les semoules des variétés de type γ -42, FS est beaucoup plus élevée (92% de la fraction protéique totale). Les variations de FS correspondent à des répartitions différentes des fractions protéiques (F1 à F5). Pour des teneurs analogues de la fraction soluble totale FS, la semoule de la variété Bidi 17 se différencie de la semoule de la variété Hedba 3 par une proportion plus élevée de la fraction F2 et de la fraction F1 et une proportion plus faible de la fraction F5 et de la fraction F4, alors que la fraction F3 est équivalente. Les semoules de Waha et Sahel se démarquent des deux autres semoules par des proportions des fractions F1 et F2 plus faibles d'environ 3 à 6 points; les proportions des fractions F3, F4 et F5 sont plus élevées, ce qui explique une proportion plus élevée de la fraction soluble totale FS. Le rapport F2/F4 qui revient à étudier l'évolution des protéines monomériques, F4 (principalement composées des α , β et γ -gliadines) par rapport à la fraction F2 la plus agrégée, permet de distinguer les variétés dont le rapport est inférieur à 0,40 et celles dont le rapport est supérieur à 0,50. En effet, une variété comme Bidi17 reconnue pour posséder de bonnes propriétés viscoélastiques, contient plus de LMWG que la variété Waha ou Sahel (27% contre 19%) (Tableau I-9). Ces résultats sont en bon accord avec ceux d'Autran et al., (1987) qui après avoir caractérisé et quantifié les LMWG des blés durs recommandent de prendre en compte le rapport protéines agrégées/gliadines monomériques (F2/F4) ou le rapport de la somme des protéines agrégées/la somme des gliadines monomériques (F1+F2/F3+F4) pour prédire de manière plus efficace la qualité du gluten des blés durs en cours de sélection variétale. Les différences entre les valeurs du rapport F1+F2/F3+F4 sont encore plus importantes puisque ce dernier est égal à 0,43 pour Sahel et Waha et 0,73 pour Bidi 17 (Tableau I-9); il n'est pas sans intérêt de rappeler que l'on considère habituellement ce rapport comme un bon indice de la qualité culinaire chez le blé dur: la force du gluten serait d'autant meilleure que ce rapport serait plus élevé (Feillet, 2000).

Classement des variétés en fonction du rapport F2/F4 :

- F2/F4 < 0,4 : Waha, Mbb et Sahel.
- F2/F4 > 0,5 : Bidi17, Omrabi, Cham3, Kebir, Polinicum, Vitron, Chen's, Duilio et Korifla.

I-3-2-4-Effet respectif du génotype et de l'année de culture.

Le **Tableau** I-10, présente la distribution des valeurs moyennes pour chaque caractère HPLC étudié, selon les variétés et les années de culture. Il en ressort que les valeurs moyennes des fractions F2 et F4 (23,14 et 46,88%) sont très largement supérieures par rapport aux autres fractions F1; F3 et F5 (en moyenne 7,99; 6,81 et 14,52 respectivement).

La comparaison entre variétés (**Tableau** I-9) fait ressortir que les principales différences variétales se situent au niveau des fractions F4 et F2. La fraction F4 varie de 52,39% pour Waha à 42,71% pour Bidi17 et inversement la fraction F2 varie de 19,18% pour Waha à 26,95% pour Bidi17 (**Figures** I-4 et I-5).

L'analyse de la variance montre que tous les caractères HPLC étudiés sont significativement dépendants de la variété et de l'année (**Tableau** I-10). Les fractions F2 et F3 sont les seules variables pour lesquelles l'année de culture n'a pas d'effet significatif. Il apparaît clairement que pour une même année de culture, le génotype a un effet très hautement significatif dans l'explication des variations de la proportion de la fraction F2 et F2 /F4.

Ainsi, la variation de la proportion de la fraction F2 et F2 /F4 est expliquée respectivement à 85,88% et 55,79 % par le génotype.

En ce qui concerne les fractions F1, F4 et F5, l'analyse de la variance confirme l'influence à la fois de la variété et de l'année de culture. Néanmoins, il faut souligner que l'influence de l'année de culture sur ces fractions reste très limitée par rapport à l'effet variétal.

I-3-2-5-Estimation de la fraction insoluble.

Le tampon phosphate de sodium à 2% de SDS permet de solubiliser 70% à 90% des protéines totales du grain, selon les variétés des blés (Dachkevitch et Autran, 1989).

La partie insoluble (Fi) est caractérisée par des poids moléculaires supérieurs pouvant atteindre plusieurs millions de daltons. A défaut de pouvoir étudier directement par SE-HPLC les protéines insolubilisées, le chromatogramme permet de quantifier la proportion de cette fraction insoluble Fi. La quantification de l'insoluble est en effet une donnée indispensable à la prédiction de la qualité d'un blé. L'estimation indirecte de l'insoluble est réalisée d'après la relation linéaire ($r=0,92$; $p<0,01$) mise en évidence entre la quantité d'azote totale de la semoule (évaluée par la méthode Kjeldahl) et l'aire totale du chromatogramme (TA) à 214nm (Dachkevitch, 1989).

D'après la **Figure I-6**, le taux d'extraction dans les différentes variétés avoisine les 90%. La proportion de la fraction insoluble varie en moyenne de 8 à 15% avec un taux d'extraction des protéines s'étendant de 85 à 92%. La solubilisation des protéines dans le tampon phosphate – SDS est beaucoup plus complète que dans le cas du blé tendre.

La comparaison entre les variétés (**Figure I-6**) montre une proportion en fraction insoluble F_i beaucoup plus importante dans les semoules des variétés de type γ -45 que dans les semoules des variétés de type γ -42 (Waha et Sahel).

Les protéines des variétés de meilleure qualité présentent un comportement plus agrégatif que celles des variétés de faible valeur pastière. Ceci se traduit par une plus forte teneur de l'insoluble et au niveau du chromatogramme, par une plus grande proportion de F1 et de F2, et une diminution plus marquée de F3 et F4. En effet, plus les complexes protéiques sont agrégés, plus ils sont difficiles à solubiliser et donc plus la proportion de F_i est grande.

Afin d'augmenter l'extractibilité des protéines et de réduire la taille des agrégats protéiques des sous unités gluténines HMW et LMW, un traitement aux ultrasons a été appliqué à quelques variétés de blés durs. En effet, Singh et al., (1990b) sont parvenus à extraire jusqu'à 100% des protéines de la farine grâce à une sonication des extraits protéiques.

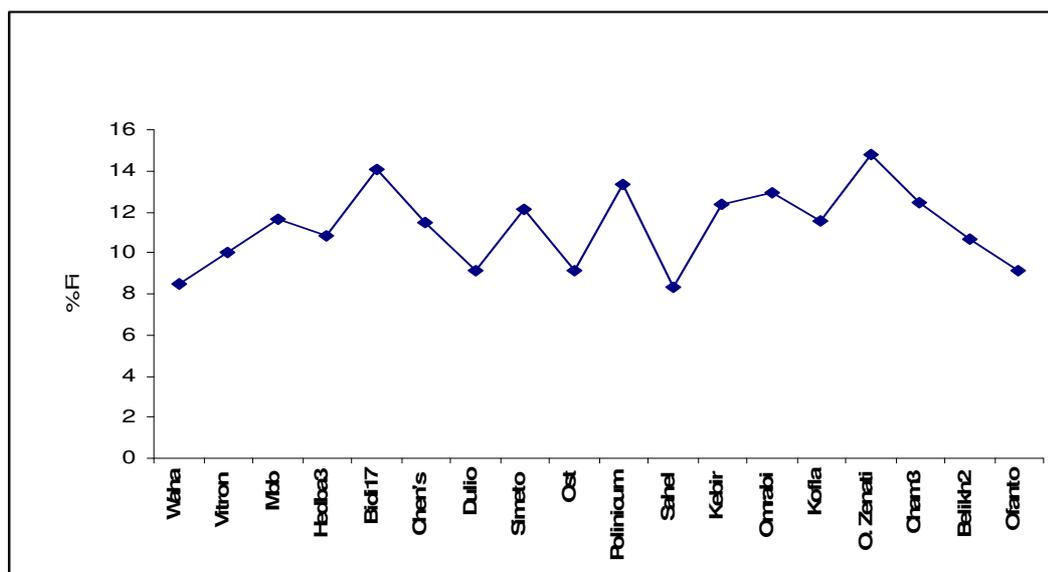


Figure I-6: Evolution du pourcentage estimé des protéines insolubles (Fi) dans le tampon phosphate-SDS des différentes variétés.

Tableau I-11: Aire des pics d'éluion SE-HPLC (F1 à F5) exprimées en % de l'aire totale des pics des semoules après sonication

Variétés	Résultats des surfaces F(%) obtenues après sonication					
	F1	F2	F3	F4	F5	F2/F4
Waha	8,68	21,75	11,63	44,35	8,81	0,49
Vitron	11,91	23,89	11,45	45,34	7,8	0,53
Mbb	10,47	20,96	9,7	42,14	7,54	0,50
Hedba3	9,47	23,29	12,99	45,37	9,88	0,51
Bidi17	13,09	29,34	10,56	38,33	8,68	0,77
Chen's	13,73	27,04	10,62	40,28	8,33	0,67
Kebir	12,75	27,32	11,49	39,69	8,75	0,69
Korifla	12,79	26,12	12,11	40,26	8,73	0,65
Omrabi	9,73	23,04	13,5	45,65	9,07	0,50
Moyenne	11,40	24,75	11,56	42,38	8,62	0,59
Ecart type	1,84	2,83	1,20	2,85	0,69	0,10

-Effet de la sonication.

Les profils des extraits protéiques ayant subi une sonication sont consignés en Annexe D.

En ce qui concerne les fractions sonifiées (Tableau I-11), l'effet solubilisant est très marqué sur les complexes protéiques de la fraction F1 (région des HMWG) et de la fraction F2 (région des LMWG) induisant ainsi des changements plus profonds dans la distribution des complexes protéiques. En effet, on constate une augmentation notamment des fractions F1 et F2 des extraits sonifiés qui peut être expliquée par une solubilisation des protéines qui les composent en de petits agrégats de taille inférieure. Les fractions F4 et F5 diminuent simultanément (Figures I-7 a et b).

Les Figures I-7 (a et b), qui représentent les profils d'élution des variétés Bidi 17 et Waha, avant et après sonication montrent qu'il y'a une redistribution des protéines au profit des complexes protéiques de plus grande et plus faible masse moléculaire (F1 et F2), ainsi que de la fraction (F3) au détriment des monomères de la fraction F4 et de la fraction F5. L'inversion de pente observée pour la courbe de la variété Waha est caractéristique de ce glissement vers les fractions de plus faible masse moléculaire (F2 et F3).

La quantification des aires de chacun des pics SE-HPLC a été réalisée, avec la comparaison de deux variétés Bidi 17 et Waha. Les résultats sont consignés sur la Figure I-8a pour les fractions (F1, F2, F3, F4 et F5) et sur la Figure I-8b pour l'aire totale des chromatogrammes. L'accroissement de l'aire SE-HPLC (24% en moyenne) se répartit particulièrement sur les pics F1, F2 et F3 et une diminution des pics F4 et F5 (17% en moyenne). L'examen des extraits des variétés Bidi 17 et Waha après sonication (Figure I-8a), montre que le traitement aux ultrasons entraîne des remaniements majeurs dans le profil d'agrégation des protéines, mais surtout un affaiblissement des pics des fractions F4 et F5 (affaiblissement encore plus marqué chez la variété Waha que la variété Bidi 17).

En accord avec (Dachekevitch et Autran, 1989), les différences d'aptitude des semoules à résister plus ou moins à la sonication viendraient de la "réactivité" des résidus SH des polypeptides libérés lors de cette opération. Les résidus SH de la meilleure variété (Bidi 17) permettraient, parce que plus nombreux ou accessibles par exemple, la formation de complexe de haut et de bas poids moléculaire (la proportion des fractions F1 et F2 augmentent) en s'associant avec les protéines des fractions F4 et F5 (qui diminuent). Pour la variété faible (Waha), les possibilités d'agrégation seraient plus restreintes ou bien les interactions seraient plus fragiles.

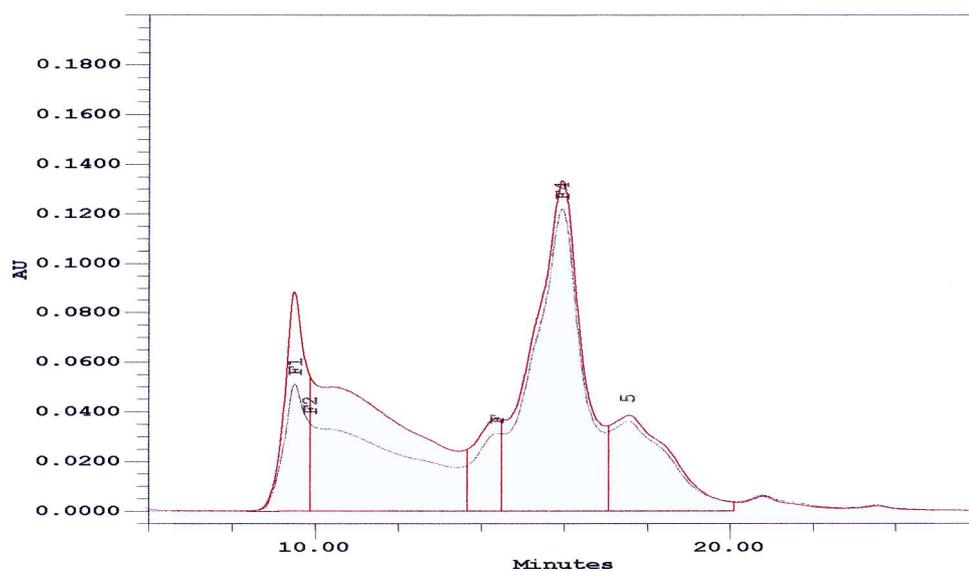


Figure I-7a : profils d'élutions de la variété Bidi 17 avant et après sonication.

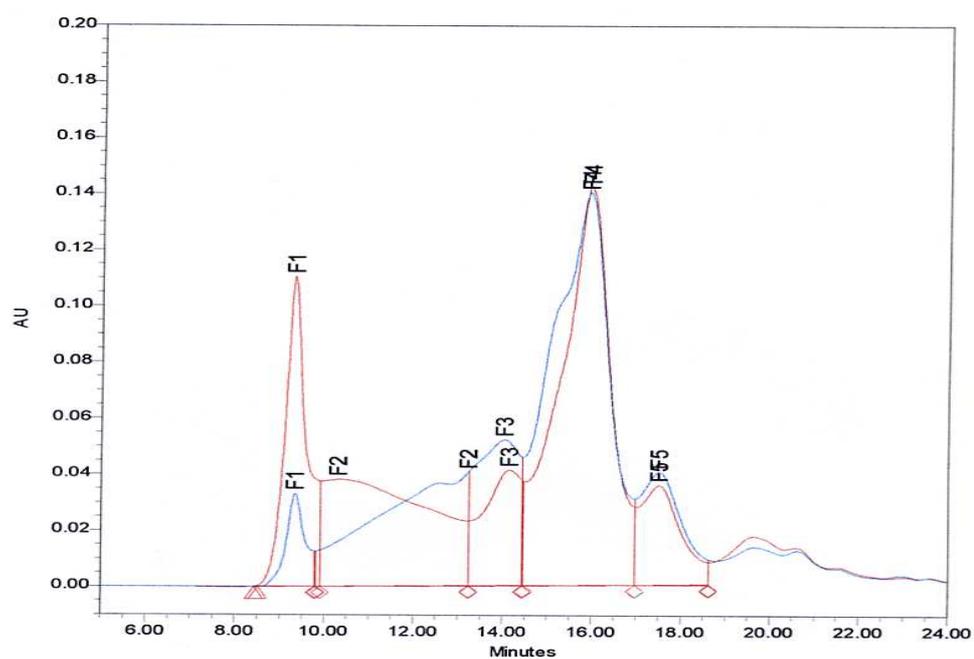


Figure I-7 b : profils d'élutions de la variété Waha avant et après sonication.

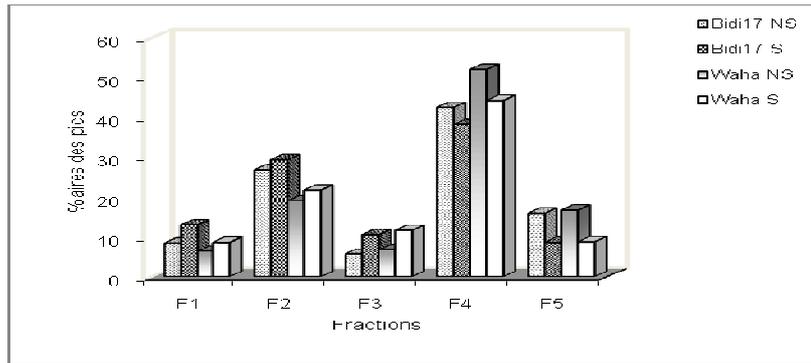


Figure I-8a: Evolution des fractions protéiques de deux variétés (Bidi 17 et Waha) avant (NS) et après sonication (S).

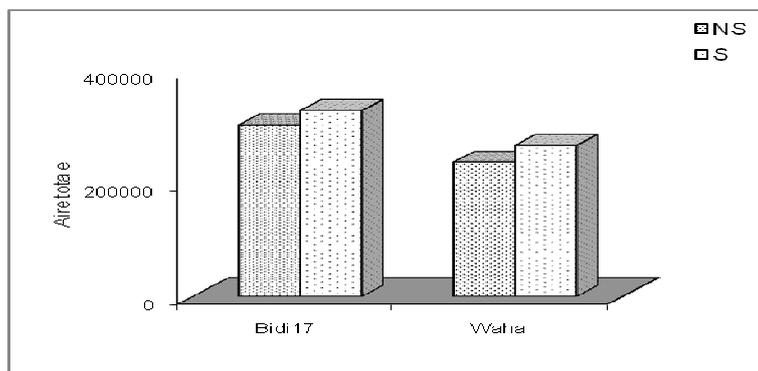


Figure I-8b: Evolution de l'aire totale de deux variétés (Bidi 17 et Waha) avant (NS) et après sonication (S).

Tableau I-12 : Coefficients de corrélations entre les critères HPLC et les principaux tests d'appréciation de la qualité technologique

	Aire totale	F1	F2	F3	F4	F5	F2/F4
PS	0,78**						0,61*
GS				-0,59*			
SDS			0,70**	-0,62*			0,56*
GI			0,57**				0,56*
HM			0,55*	-0,55*			
TM		0,61*					

*, ** = P<0,05 et 0,01 respectivement (n = 18)

I-3-2-7-Etude des corrélations des fractions SE-HPLC avec les caractéristiques technologiques.

Les résultats des corrélations des fractions SE-HPLC avec les caractéristiques technologiques sont consignés dans le **Tableau I-12**.

L'aire totale du chromatogramme est étroitement corrélée et positivement à la teneur en protéines (coefficient de corrélation significatif au seuil de risque de 0,01%).

Contrairement au blé tendre (Ciaffi et al., 1996), il n'a pas été possible de mettre en évidence de corrélation entre les aires des différents pics (fractions) et la teneur en protéines totales des semoules. De même, nous n'avons pas pu mettre en évidence de corrélations avec les teneurs en glutens sec. Parmi les paramètres SE-HPLC, le rapport F2/F4 et surtout la proportion de F2 sont les mieux corrélés aux principaux critères d'appréciation de la force du gluten (volume de sédimentation-SDS, la hauteur de la pente du mixogramme et le gluten index).

I-3-2-8-Discussion

L'absence de corrélation entre la teneur en protéines et les différentes proportions des fractions HPLC confirme les travaux de Kovacs et al., (1995) sur la semoule des blés durs et infirme ceux de Ciaffi et al., (1996) sur la farine des blés tendres.

Ainsi, le rapport F2/F4 et le pourcentage de la fraction F2 sont dans l'ensemble les critères qui permettent la meilleure prédiction de la force du gluten.

Le fait que la meilleure prédiction de la qualité fasse intervenir un rapport de 2 fractions introduit la notion d'équilibre dans l'explication de la qualité. On attribue aux gluténines des propriétés de ténacité et d'élasticité des pâtes alors que les gliadines sont plutôt responsables de leur extensibilité. En effet, d'après Shewry et al (1983), les complexes protéiques de haut poids moléculaire confèrent au gluten ses propriétés de ténacité et d'élasticité tandis que les agrégats de taille plus modestes, formés de gliadines sont responsables de sa viscosité, son extensibilité et sa plasticité (Feillet, 2000).

Plusieurs travaux font également état d'une relation entre la proportion de la fraction F2 (ou LMWG) des semoules et leur qualité d'utilisation. Selon Gupta et al., (1992), Kovacs et al., (1995), Elouafi et al., (2000), D'Ovidio, (2004), une corrélation hautement significative existe entre la fraction F2 solubilisée dans le tampon phosphate SDS et la force du gluten. D'autre part, la mise en évidence de la relation entre la fraction F1 et le temps de développement au mixographe montre que la force du gluten dépend aussi de la distribution en taille des polymères de gluténines. Plus nombreux sont les polymères de plus grande taille

et plus forte sera la viscoélasticité du réseau (Cornec et al., 1994; Uthayakumaran et al., 2006). Ainsi, la viscoélasticité du gluten dépend de son état de polymérisation et des interactions entre polymères. C'est pourquoi la variation des proportions de gliadines et de gluténines ainsi que celles de la distribution en taille des gluténines modifient les propriétés rhéologiques du gluten (Gupta et al., 1993 ; Cornec, 1994 ; Arfvidsson et al., 2004 ; Uthayakumaran et al., 2006).

CHAPITRE II : Etude des pâtes alimentaires

Les pâtes alimentaires sont dites de bonne qualité culinaire quand elles possèdent l'aptitude de conserver une bonne cohésion et une fermeté satisfaisante même après une cuisson prolongée.

Selon Feillet (1984), la notion de qualité culinaire rend compte du comportement de la pâte pendant et après la cuisson. Son évaluation peut se faire à travers l'examen de l'ensemble des paramètres suivants :

- ✚ le temps minimal de cuisson est le temps nécessaire pour gélatiniser totalement l'amidon. Il est plus ou moins long selon la matière première utilisée, le format des pâtes et les conditions de fabrication.
- ✚ le gonflement ou absorption d'eau pendant la cuisson.
- ✚ les pertes à la cuisson déterminées par la quantité des matières organiques entraînées dans les eaux de cuisson.
- ✚ la texture des produits cuits qui rend compte de la fermeté et de la masticabilité des pâtes après cuisson et que l'on peut déterminer par des mesures rhéologiques (fermeté, viscoélasticité).
- ✚ l'état de surface ou de désintégration des produits cuits qui dépend du degré d'adhésion des pâtes entre elles (collant) et de l'aspect plus ou moins lisse des produits cuits (notion de délitescence).
- ✚ l'arôme et le goût qui peuvent dépendre en partie des conditions de séchage.

Parallèlement à la gélatinisation de l'amidon, la cuisson se traduit par une modification profonde des propriétés physicochimiques et une transformation de la texture de la pâte.

II-1-Influence des traitements thermiques sur la qualité culinaire des pâtes alimentaires.

Le séchage qui constitue une des phases essentielle et critique dans les processus technologiques a été utilisé en vue de créer des modifications au niveau des complexes macromoléculaires (protéines et lipides) et d'avoir ainsi accès aux structures pour améliorer la qualité des produits finis.

Il est couramment admis que les constituants macromoléculaires (protéines, amidon et lipides) et les caractéristiques organoleptiques des produits finis subissent des modifications importantes sous l'effet des traitements hydrothermiques (Resmini et al., 1976; Dexter et al., 1981; Mariani et al., 1995; Kovacs et al., 1997 ; Zweifel et al., 2003 ; Cubadda et al., 2007).

Les spaghetti fabriqués sont soumis aux conditions de séchage décrites in (matériel et méthodes). L'influence des paramètres suivants a été examinée : température (55°C, 70°C, 90°C) et durée (30mn, 60mn, 90mn et 120mn).

La qualité culinaire des spaghetti est évaluée par l'état de surface (collant et délitescence) et les propriétés viscoélastiques apparentes (indice de viscoélasticité) aux temps (T+6mn) et (T+11mn).

Les résultats obtenus sont consignés en Annexe B, (B₁ : Caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires séchées à 55°C, 70°C, 90°C à (T+6mn) et (T+11mn); B₂ : Caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires séchées (moyenne des paramètres culinaires à (T+6mn) + (T+11mn)).

II-1-1 - Influence de la température sur la qualité culinaire des pâtes alimentaires

La cuisson constitue le traitement hydrothermique « obligatoire » que l'on impose aux pâtes sèches pour en évaluer la qualité. Ce traitement a pour but de transformer l'amidon cru en amidon digestible (temps minimal de cuisson). Il conduit simultanément aux modifications des propriétés plastiques des pâtes que l'on estime sur les pâtes cuites par la mesure de paramètres physiques tels que la viscoélasticité, l'aspect à l'œil nu ou encore les pertes de matières sèches dans l'eau de cuisson. Ces paramètres physiques sont le reflet d'un état conformationnel précis des constituants biochimiques responsables de la qualité du produit fini.

Compte tenu du grand nombre de données disponibles pour chacun des paramètres étudiés, nous n'avons considéré dans notre discussion que la valeur moyenne des mesures effectuées aux différents temps de cuisson. Les valeurs moyennes des paramètres de la qualité culinaire des spaghetti soumis à des températures de séchage (55°C, 70°C et 90°C), sont illustrées dans la **Figure II-1**.

La qualité culinaire appréciée par l'indice général de viscoélasticité et par la mesure de l'état de surface est optimale pour les spaghetti séchés à 90°C et minimale pour les produits séchés à 55°C.

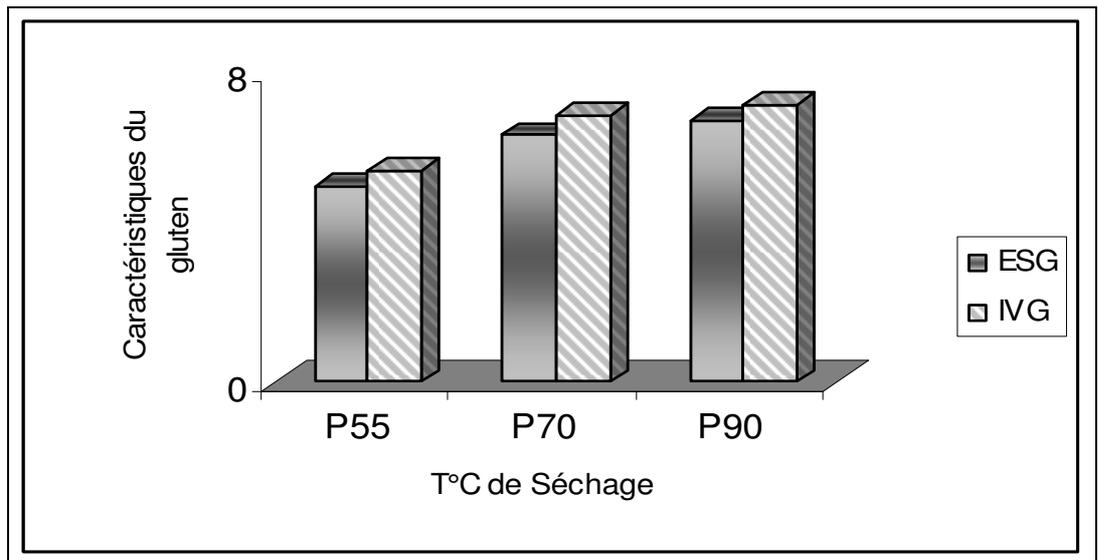


Figure II-1: Caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires séchées à 55°C, 70°C et 90°C
 ESG : Moyenne Etat de surface (T+6mn) et (T+11mn) pour les pâtes séchées à 55°C; 70°C et 90°C.
 IVG : Moyenne Indice de viscoélasticité (T+6mn) et (T+11mn) pour les pâtes séchées à 55°C; 70°C et 90°C.

Tableau II-1 : Analyse de la variance

	Qualité culinaire des pâtes alimentaires	
	Indice de viscoélasticité (IVG)	Etat de surface (ESG)
Echantillon	68**	14,83
Traitement (T° séchage)	20*	45,23**

* : Significatif au seuil de $p < 0.05$

** : Hautement significatif au seuil de $p < 0.01$

❖ Etat de surface (ES) des pâtes alimentaires après cuisson

L'état de surface (délicescence et collant) des produits après cuisson, apprécié par analyse sensorielle, varie en fonction de la température de séchage. Alors que les pâtes séchées à 55°C se délitent progressivement en cours de cuisson, celles issues des pâtes séchées à haute et très haute température conservent même après cuisson prolongée un état de surface appréciable. L'effet des températures élevées se traduit par une amélioration de l'état de surface. Cette amélioration est d'autant plus importante que la variété est de qualité insuffisante. Ainsi, les spaghetti issus des semoules de la variété Sahel possèdent un état de surface satisfaisant. L'analyse de la **Figure II-1** montre que les notes sont dans l'ensemble plus élevées dans le cas du séchage à haute et très haute température par rapport au séchage à 55°C.

❖ Indice de viscoélasticité (IV) des spaghetti cuits

L'analyse détaillée des résultats obtenus (**Tableau B₁**, Annexe B) montre que l'application des traitements à haute et très haute température se traduit par une amélioration de l'indice de viscoélasticité des spaghetti, quelle que soit la variété étudiée.

Comme pour l'état de surface, les notes dans l'ensemble, sont plus élevées dans le cas du séchage (90°C) des pâtes par rapport au séchage (55°C) (**Figure II-1**). Les résultats du **Tableau B₁** révèlent également, une nette augmentation de la viscoélasticité des pâtes issues des semoules des variétés (Sahel, Hedba 3 et Ost) par rapport aux pâtes témoins. L'amélioration de la viscoélasticité par l'utilisation des hautes températures a été démontrée par de nombreux auteurs. Manser (1978), améliore la viscoélasticité des pâtes en utilisant un séchage à 70°C, surtout quand les matières premières utilisées sont de qualité inférieure. Une amélioration de la qualité culinaire est obtenue par D'Egidio et al., (1996) en utilisant un séchage à haute température.

II-1-2-Influence de la variété et de la température de séchage

Les résultats de l'analyse de la variance (**Tableau II-1**) indiquent, que pour les paramètres examinés, les facteurs variétaux exercent un effet significatif sur les caractéristiques culinaires des produits finis, notamment l'indice de viscoélasticité. En effet, 68% de la variation totale de l'indice de viscoélasticité sont à attribuer à la variété.

En ce qui concerne l'état de surface, l'analyse de la variance révèle l'influence à la fois de la variété et de la température de séchage. Néanmoins, l'influence de la variété sur cette caractéristique reste limitée (14,83%), par rapport à la température de séchage (45,23%).

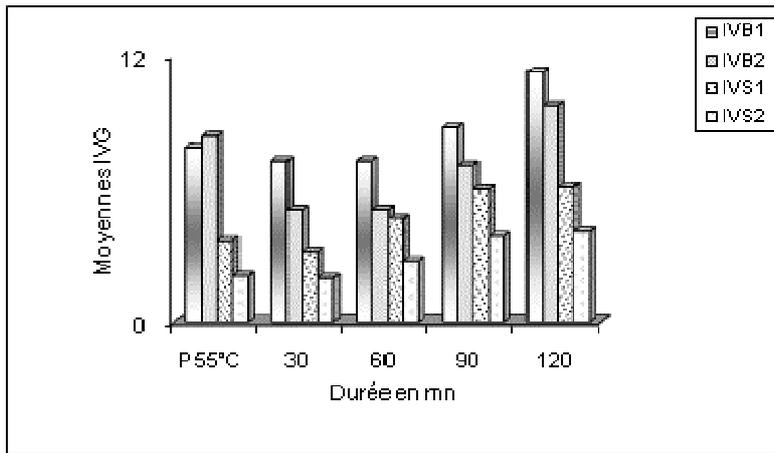


Figure II-2a: Influence de la durée du séchage sur l'indice de viscoélasticité (IV) des pâtes alimentaires (B: Bidi 17 ; S : Sahel) à (T+6mn et T+11mn).

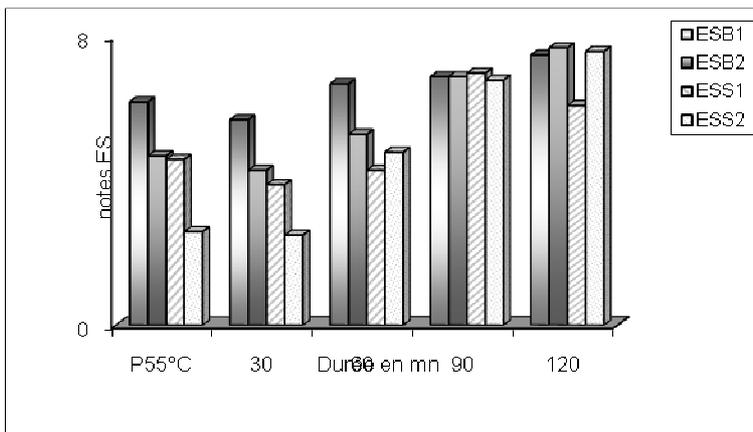


Figure II-2b: Influence de la durée du séchage sur l'état de surface (ES) des pâtes alimentaires (B : Bidi 17; S : Sahel) à (T+6mn et T+11mn).

II-1-3-Influence de la durée du séchage sur la qualité culinaire des pâtes alimentaires.

Les essais sont réalisés à partir des semoules de deux variétés Bidi 17 et Sahel en raison de leurs propriétés viscoélastiques contrastées. Les pâtes fabriquées sont soumises à des traitements thermiques (90°C) de durées variables (30mn, 60mn, 90mn et 120mn). Les résultats des analyses sont illustrés par les Figures (II-2a et IIb).

En ce qui concerne les valeurs des paramètres de la qualité culinaire des produits considérés, l'élévation de la température de séchage entraîne une augmentation de l'état de surface et de l'indice de viscoélasticité qui est d'autant plus importante que la durée du séchage et le temps de cuisson sont élevés.

Comparativement aux pâtes témoins, l'état de surface s'améliore avec l'augmentation de la durée et de la température de séchage, notamment dans le cas d'une cuisson prolongée (T+11mn).

Parallèlement à l'amélioration de l'état de surface, une augmentation de l'indice de viscoélasticité est constatée avec l'accroissement de la durée et de la température de séchage.

Les résultats illustrés par les Figures II-2(a et b), montrent également que la qualité culinaire des pâtes fabriquées avec la variété Sahel est également améliorée après séchage à très haute température. En effet, après séchage à 90°C/120mn, les pâtes de la variété Sahel présentent des notes d'état de surface comparables à celles des spaghetti issus de la variété Bidi 17. Les indices de viscoélasticité des spaghetti de la variété Sahel demeurent insuffisants même après 120mn de séchage à 90°C, par rapport à ceux de la variété Bidi 17.

Pour l'ensemble des caractéristiques mesurées, le traitement thermique de courte durée (30mn) est défavorable à la qualité culinaire, d'autant plus que la variété est de qualité insuffisante, les spaghetti séchés à haute température et pendant de courtes durées deviennent délitescents (note de l'état de surface inférieure au témoin) et perdent leur viscoélasticité. D'une manière générale, toutes les caractéristiques culinaires de la qualité culinaire sont améliorées par l'utilisation de traitements à très haute température et pendant des durées suffisamment longues.

La nécessité d'un traitement thermique suffisamment long, tend à montrer que les phénomènes qui interviennent au cours des traitements intéressent la totalité de la masse de la pâte alimentaire et pas seulement sa surface.

II-1-4-Relation entre les paramètres de la qualité culinaire et les tests technologiques

La matrice de corrélation est donnée dans le **Tableau II-2** et le **Tableau II-3**. Les notes d'état de surface après T+6mn et T+11mn de cuisson sont fortement corrélées entre elles ($r=0,77$; $r=0,78$; $r=0,54$ $p<0,01$) pour les pâtes séchées à (55°C; 70°C et 90°C respectivement). S'il existe une corrélation significative entre les notes des spaghetti séchés respectivement à 55°C et à 70°C et 55°C et 90°C, il n'y a par contre que très peu de concordance entre les pâtes séchées à 70°C et 90°C en raison de la faible signification des écarts de notes pour chacune des fabrications séchées à 70°C et 90°C (**Tableau II-2**).

Les notes d'état de surface n'apparaissent pas associées aux caractéristiques physicochimiques de la semoule (**Tableau II-3**).

Contrairement à ce qui est signalé pour l'état de surface, il existe des corrélations hautement significatives entre les indices de viscoélasticité trouvés sur les pâtes séchées à 70°C et 90°C (**Tableau II-2**). L'indice de viscoélasticité pour les pâtes séchées à très haute température est corrélé de façon significative avec la teneur en protéines ($r=0,47$), le test SDS ($r=0,55$), le gluten index ($r=0,52$) et la hauteur au mixogamme ($r=-0,50$).

Contrairement à la teneur en protéines des pâtes alimentaires, la teneur en protéines des semoules de blé dur apporte une contribution à l'explication des paramètres de la qualité culinaire des spaghetti cuits notamment, les pâtes séchées à très haute température. Ces résultats confirment les travaux de D'Egidio et al., (1990) qui ont constaté que, pour des pâtes séchées à haute température (80°C), la teneur en protéines est le meilleur critère de prédiction de sa qualité culinaire, le processus technologique semblant prévaloir sur la qualité intrinsèque du gluten. Une bonne qualité culinaire serait donc liée à l'aptitude des protéines à former un réseau protéique insoluble lors de la cuisson, capable de piéger les granules d'amidon (Resmini et Pagani, 1983 ; Feillet, 2000). Cette aptitude dépend à la fois de la teneur en protéines et des caractéristiques de celles-ci. Ce réseau provenant de la capacité des protéines à s'associer entre elles par des liaisons disulfures, hydrogènes, hydrophobes ou ioniques serait progressivement rompu au cours de la cuisson à une vitesse qui dépendrait des caractéristiques des semoules mises en œuvre et des conditions de fabrication des pâtes alimentaires (Feillet et Dexter, 1996; Feillet 2000; Cubbada et al., 2007). Un réseau trop lâche laisserait échapper les granules d'amidon qui pourraient former un empois à la surface: les pâtes deviennent collantes, voir même délitescentes et les pertes dans l'eau de cuisson seront élevées (Gianibelli et al., 2005; Vignaux et al., 2005).

Tableau II-2: Corrélations linéaires entre les caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires (Valeurs significatives (P<0,05))

	ES1	ES2	ES3	ES4	ES5	ES6	IV1	IV2	IV3	IV4	IV5	IV6
ES1	1											
ES2	0,59	1										
ES3	0,67	0,45	1									
ES4	0,77	0,55	0,48	1								
ES5	0,46	0,78	0,19	0,66	1							
ES6	0,34	-0,17	0,54	0,45	-0,05	1						
IV1	0,73	0,45	0,68	0,77	0,49	0,59	1					
IV2	0,66	0,56	0,61	0,80	0,65	0,55	0,92	1				
IV3	0,51	0,38	0,61	0,63	0,51	0,66	0,88	0,94	1			
IV4	0,46	0,31	0,40	0,65	0,64	0,56	0,75	0,80	0,87	1		
IV5	0,53	0,44	0,60	0,55	0,59	0,58	0,81	0,84	0,89	0,87	1	
IV6	0,53	0,34	0,62	0,62	0,52	0,69	0,88	0,85	0,89	0,87	0,96	1

1 ; 2 : P (55°C à T+6 et T+11)

3 ; 4 : P (70°C à T+6 et T+11)

5 ; 6 : P (90°C à T+6 et T+11)

Tableau II-3: Corrélations linéaires entre les caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires et les caractéristiques physico-chimiques des semoules (Valeurs significatives (P<0,05)).

	Protéine semoule	GS	GI	SDS	TM	HM	Pertes cuisson	Capacité absorption	Protéine pâtes
ES1	0,32	-0,41	0,18	0,41	0,22	-0,30	0,08	-0,17	0,34
ES2	0,07	-0,23	0,14	0,37	-0,11	-0,43	0,27	0,02	0,47
ES3	0,41	-0,14	0,21	0,00	0,02	-0,40	-0,22	0,07	0,11
IV1	0,22	-0,27	0,22	0,06	-0,06	-0,49	-0,08	0,13	0,18
IV2	0,25	-0,28	0,08	0,00	-0,06	-0,47	-0,05	0,11	0,16
IV3	0,47	-0,19	0,52	0,55	-0,17	-0,50	-0,25	0,06	0,11

Ainsi, les modifications de la qualité culinaire au cours de la fabrication des pâtes alimentaires sont dues probablement à une dénaturation profonde et peut être irréversible des constituants de la semoule. Pour cette raison, l'évolution du gluten a été étudiée pour suivre les modifications susceptibles de se produire au cours de la fabrication.

II-2-Influence de la fabrication sur la quantité et sur les caractéristiques du gluten.

Le gluten est un complexe protéique constitué essentiellement de gliadines et de gluténines en proportions sensiblement égales. Ses propriétés de cohésion, d'élasticité et d'extensibilité à l'état hydraté confèrent à ce complexe un caractère unique parmi les protéines végétales ou animales.

La formation du gluten exige toutefois des conditions bien particulières permettant à certaines liaisons chimiques de se constituer. Or, malgré d'innombrables travaux, le type d'interactions et la nature des constituants qui y sont impliqués sont toujours controversés. Et différents échantillons de semoules ne permettent pas de former, même à teneur en protéines égale, les mêmes quantités de gluten.

L'étude des modifications exercées sur la quantité et les caractéristiques du gluten a été réalisée sur cinq variétés (Bidi 17, Polinicum, Hedba 3, Waha, Sahel).

II-2-1-Variation de la quantité de gluten

Les résultats illustrés par la **Figure II-3**, montrent que dans l'ensemble, nous observons une baisse régulière de l'extractibilité du gluten à partir des spaghetti par rapport à celle de la semoule quelle que soit la variété utilisée. La perte en gluten peut atteindre jusqu'à 85% pour la variété Sahel. Le gluten devient d'autant plus inextractible après séchage (55°C), que la teneur en protéines des semoules mises en œuvre est plus faible. Néanmoins des différences variétales sont observées ; la formation du gluten chez la variété Sahel est ainsi plus affectée par le séchage que la variété Waha. Chez les variétés Waha et Hedba 3, bien que la formation du réseau glutineux devient plus difficile et donne un produit moins cohésif, le gluten reste extractible. Ces différences s'expliquent en partie par les différences des teneurs initiales en gluten sec des semoules, mais surtout par l'aptitude différente de la structure protéique des pâtes alimentaires à résister aux traitements mécaniques et hydrothermiques.

Le comportement des variétés de blé dur étudiées nous conduit à supposer que les agrégats protéiques ont une taille et une solidité plus grande pour un blé de bonne qualité que pour un blé de faible qualité. Pour tenter d'expliquer les résultats observés et vérifier si la composition du gluten varie lorsque son extractibilité décroît, nous avons examiné la composition électrophorétique des glutens extraits des pâtes alimentaires fabriquées.

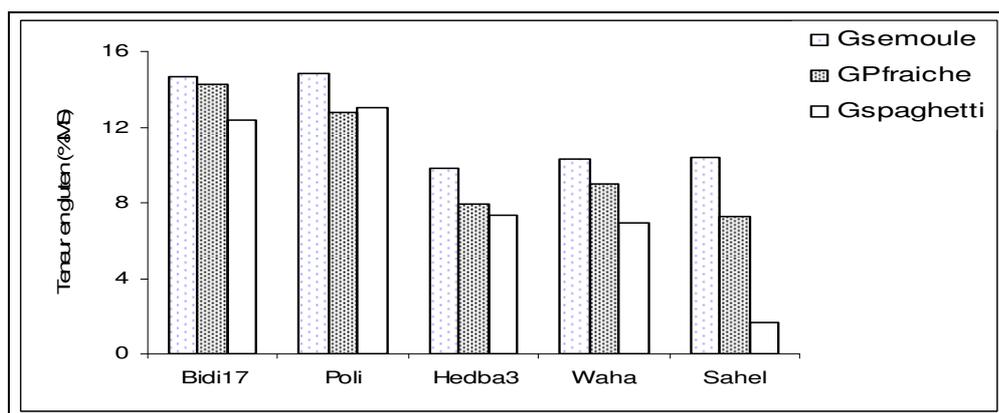


Figure II-3: Teneur en gluten sec en (%MS)

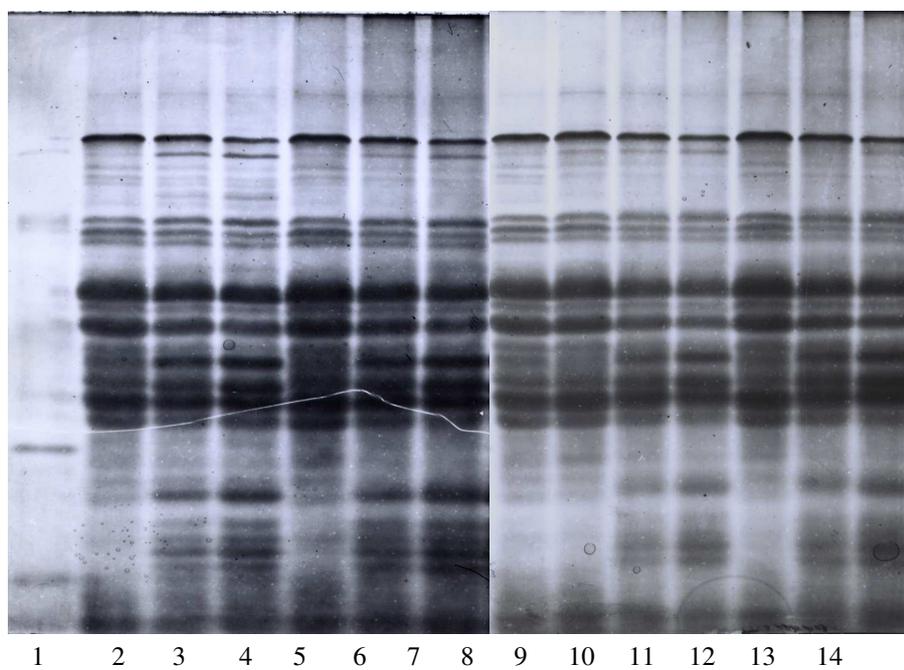


Figure II-4: Electrophorèse en SDS-PAGE des glutens des variétés Bidi 17 et Sahel

1 : Protéines témoins

2 ; 3: Semoules

4 ; 5: Pâtes fraîches

6 ; 7: Gluten

8 ; 9 ; 10 ; 11: Pâtes séchées à 55°C

12 ; 13 ; 14: Glutens des pâtes (55°C)

II-2-2-Composition électrophorétique

Le diagramme électrophorétique en gel (PAGE-SDS) de l'ensemble des sous-unités protéiques extraites de la semoule des deux variétés (Bidi 17 et Sahel), des pâtes fraîches et sèches et des glutens correspondants est représenté sur la **Figure II- 4**. Il ne semble pas ressortir de modification significative au niveau des sous unités observables dans les produits. Les mêmes sous unités de haut poids moléculaire et de poids moléculaire moyen, caractéristiques des différentes protéines du gluten, apparaissent en effet tant chez la semoule (S) témoin, que dans les pâtes fraîches (PF) et sèches (PS), qu'après extraction des glutens. La perte d'extractibilité ne se fait apparemment pas au détriment de certains constituants protéiques.

Les changements structuraux pouvant intervenir au cours de la fabrication d'une pâte ne semblent donc pas être de nature à rendre les différents constituants protéiques inextractibles par le tampon Tris-SDS, en présence de réducteur. De plus, la faible quantité de gluten obtenue après séchage des pâtes de la variété Sahel possède apparemment la même composition protéique que le gluten de la semoule témoin. Il est important de remarquer que les diagrammes électrophorétiques des semoules sont plus nets et renferment moins de traînées que ceux des spaghetti frais, des spaghetti séchés à 55°C et des glutens. Cette constatation pourrait représenter un élément important d'explication de certaines modifications structurales subies par les complexes protéiques au cours de la fabrication.

II-3-Discussion

De nombreux auteurs, (Dexter et al., 1981; Pagani,1986; Feillet et al., 1989) puis (Aktan et Khan, 1992; Zweifel et al., 2000; Manthey et Schorno, 2002 et Vignaux et al., 2005), ont supposés que les conditions de fabrication et de séchage influençaient la qualité culinaire du produit fini. D'une manière générale, les études de l'influence de la transformation des semoules en pâtes et des paramètres du séchage sur les propriétés des pâtes alimentaires ont montré que tous les critères de la qualité culinaires sont détériorés sous l'action des forces de cisaillement appliquées à la pâte (Abraham, 1979; Chardard, 1991 ; Icard-Vernière, 1999 ; Del Nobile et al., 2003) mais sont fortement améliorées par l'application d'un traitement thermique à très haute température et faible humidité (13%) (Ait Mouh, 1989 ; Zweifel et al., 2003 ; Cubbada et al., 2007).

Comparativement au traitement 55°C, le séchage à très haute température (90°C) exerce un effet bénéfique en améliorant de manière significative le comportement à la

cuisson. Les résultats obtenus démontrent nettement que les hautes températures de séchage peuvent modifier considérablement les caractéristiques des produits finis durant la cuisson.

La température de séchage utilisée dans notre étude (90°C) pourrait être responsable de l'amélioration des propriétés viscoélastiques et de l'état de surface des pâtes fabriquées. En accord avec les résultats de Autran et al., (1989) suivant lesquels le séchage modifie profondément les caractéristiques culinaires des pâtes alimentaires, nous constatons que la qualité culinaire des pâtes obtenues augmente avec la durée d'application de la température de séchage notamment, à 90°C. Par ailleurs, il est intéressant de souligner que le séchage à haute température améliore la qualité des pâtes de valeur pastière insuffisante.

Les résultats obtenus au cours de cette étude ont montré que la qualité culinaire est fortement améliorée par des températures élevées appliquées en fin du cycle de séchage (faible humidité). Ces résultats rejoignent ceux présentés par Resmini et Pagani (1983), De Stefanis et Sgrulletta (1993), D'Egidio (2000), Manthey et Schorno (2002) et Cubbada et al., (2007). Pour ces auteurs, l'utilisation des hautes températures au début du cycle de séchage aurait pour effet de faire gonfler les grains d'amidon, ce qui empêcherait la mise en place d'un réseau protéique continu autour de ces grains avec pour conséquence une qualité culinaire insuffisante. En effet, la qualité culinaire est fortement dégradée par les traitements thermiques de courte durée à forte humidité. L'état de surface et l'indice de viscoélasticité des produits soumis à un tel traitement sont nettement inférieurs à ceux des produits témoins. Il est cependant vérifié que l'application postérieure des traitements thermiques sur les pâtes presque sèches exerce une influence très bénéfique (Autran et al., 1988 ; Vansteelandt et Delcour, 1998 ; Marconi et al., 1999 ; Zweifel et al., 2000 et 2003). L'ensemble de cette étude indique que selon le traitement utilisé pour la fabrication des pâtes alimentaires, la qualité de ces dernières peut varier dans de très larges limites tant sur le plan de l'état de surface que de l'indice de viscoélasticité. Ces résultats viennent confirmer ceux d'autres travaux (Dexter et Matsuo, 1981; Resmini et Pagani, 1983, Ait Mouh, 1989, D'Egidio et al., 1993 ; 1996 ; Zweifel et al., 2003 ; Gianibelli et al., 2005) et montrent que même au sein d'une variété, l'état de surface et les propriétés rhéologiques des pâtes cuites sont deux paramètres qui ne recouvrent pas le même aspect de qualité . Il semble donc que l'amélioration de la qualité culinaire des pâtes alimentaires lors de traitements à haute température nécessite la mise en jeu de réactions qui ne peuvent avoir lieu qu'en milieu peu hydraté avec apport d'une assez forte quantité d'énergie probablement une fois que la structure de la pâte ait été tout à fait stabilisée (à l'état élastique). De ce fait, la mesure des propriétés rhéologiques des pâtes cuites

ne peut donc pas permettre, à elles seules de caractériser la qualité culinaire des pâtes alimentaires.

Il est admis que la qualité culinaire des pâtes alimentaires est largement influencée par les caractéristiques du gluten qui dépendent de certaines propriétés physicochimiques des constituants protéiques.

Pour l'ensemble des échantillons analysés, nos résultats font ressortir que l'extractibilité du gluten à partir d'une pâte diminue fortement lorsque celle-ci subit un traitement mécanique et plus particulièrement un traitement thermique même modéré. Cette extractibilité est fonction de la variété et de la teneur en protéines. Toutefois, la diminution de la teneur en gluten ou son inextractibilité sous l'action des traitements thermiques, nous permet de supposer qu'en plus des traitements mécaniques, le séchage a une part importante dans ce phénomène. De plus, le fait que le gluten soit inextractible pour les pâtes séchées à haute température suggère que les effets thermiques sont les facteurs de la dégradation les plus importants.

En effet, de nombreux auteurs ont établi que la fabrication des pâtes alimentaires provoquait une diminution de la taille des agrégats protéiques. Cet effet est attribué soit à un mécanisme de désagrégation (Feillet et al., 1977 ; Fardet et al., 1998 ; Gianibelli et al. 2005), soit à un mécanisme de dépolymérisation des agrégats sous l'action de forces mécaniques (Liu et al., 1996 ; Vignaux et al., 2005), d'où une perte progressive de l'aptitude à rassembler le matériel protéique sous forme de gluten et une perte d'élasticité de ce dernier due à une moins grande probabilité pour des réactions d'échange intermoléculaires de se réaliser (Zweifel et al., 2003; Cubbada et al., 2007). Il est probable que l'inextractibilité du gluten sous l'effet du séchage pourrait être due à une désorganisation de la structure des protéines sous l'effet de l'un des deux mécanismes.

La perte de la quasi-totalité du gluten extractible n'entraîne aucune sélection apparente entre les constituants protéiques. Une pâte dont on ne peut plus extraire le gluten possède un diagramme électrophorétique indifférenciable de celui de la semoule. Cela signifie que malgré les modifications profondes du réseau protéique de la pâte, toutes les sous-unités protéiques restent extractibles par les solvants utilisés dans l'électrophorèse et peuvent être séparées sans changement apparent. Les différences entre protéines natives ou « restructurées », entre agrégats ou complexes déjà « dépolymérisés », n'apparaissent donc pas après électrophorèse.

L'électrophorèse ne constitue donc pas un bon moyen de déceler des différences au plan conformationnel, si ce n'est par la détection de traînées dans les diagrammes, témoignant

de l'existence d'agrégats entre les sous unités donnant lieu à des complexes hautement insolubles. Et, cela nous amène à supposer que l'état de surface et les propriétés rhéologiques des pâtes cuites trouvent leur origine dans des mécanismes physicochimiques qui même s'ils impliquent certains constituants communs, n'en demeure pas moins très différents. Il paraît évidemment intéressant d'engager une étude biochimique plus approfondie, pour parvenir à une meilleure compréhension des mécanismes d'expression de la qualité culinaire des pâtes alimentaires.

CHAPITRE III : Influence des traitements thermiques sur la quantité et les caractéristiques des protéines

Depuis les travaux d'Osborne (1907) les protéines du blé sont classées en quatre groupes sur la base de leur solubilité : les albumines (solubles dans l'eau), les globulines (solubles dans les solutions salines diluées), les gliadines (solubles dans l'éthanol à 70%) et les gluténines (partiellement solubles dans les acides et bases dilués).

Aujourd'hui, cette classification est quelque peu dépassée. D'une part, le pourcentage des groupes protéiques est fonction du protocole utilisé et d'autre part, l'évolution des techniques de fractionnement et d'analyse a permis une séparation plus fine des protéines.

La solubilité des protéines des différents produits (semoule et pâtes séchées à 55°C, 70°C et 90°C) a été déterminée selon le protocole d'extraction défini **Figure 6** (§ matériel et méthode).

Les protéines sont fractionnées en fractions: salino-soluble, éthanol-soluble, SDS-soluble et ME-soluble en faisant référence aux solvants respectivement utilisés (NaCl, éthanol, sodium dodecyl sulfate ou mercapto-éthanol).

Pour chacun de ces groupes protéiques, nous étudierons :

- l'influence de la fabrication
- l'influence de la température et de la durée de séchage.

Au sein de chaque groupe protéique ainsi défini, nous avons enfin recherché par une analyse chromatographique et électrophorétique si les différences quantitatives mises en évidence étaient le fait de sous unités protéiques spécifiques pouvant avoir un rôle fonctionnel.

Les différents produits (semoule et pâtes séchées à 55°C, 70°C et 90°C) ont été fractionnés selon le protocole défini **Figure 6** (§ matériel et méthode).

III -1- Influence de la fabrication

III-1-1 Evolution quantitative de la solubilité des protéines dans différents solvants.

L'ensemble des résultats relatifs à la solubilité des protéines des semoules et des pâtes alimentaires est donné dans les **Tableaux C₁** et **C₂** (Annexe C). Les **Tableaux III-1** et **III-2** rassemblent les moyennes variétales des différentes semoules et pâtes alimentaires analysées.

Quelque soient la variété et le solvant utilisé, tous les produits ont un comportement sensiblement identique. L'analyse des résultats des **Tableaux III-1** et **III-2**, montre que la teneur en protéines salino-solubles des spaghetti est inférieure à celle des semoules correspondantes. La diminution de la fraction salino-soluble est de 17% en moyenne. Dans le

Tableau III-1 : Composition protéique moyenne des semoules en (% des protéines totales)

Semoules	moyennes	minimum	maximum	Ecart type
NaCl-solubles	20,85	14,90	26,20	2,72
Ethanol-solubles	45,81	39,60	51,10	3,12
SDS-solubles	21,57	17,20	25,20	2,30
ME-solubles	11,97	6,80	18,70	3,47
Glu Résiduelles	1,85	1,20	2,10	0,65

Tableau III-2 : Composition protéique moyenne des pâtes en (% des protéines totales)

Spaghetti	moyennes	minimum	maximum	Ecart type
NaCl-solubles	17,02	11,80	21,70	3,66
Ethanol-solubles	51,70	44,20	56,10	3,59
SDS-solubles	13,12	9,60	18,40	2,63
ME-solubles	17,31	10,10	24,20	4,43
Glu Résiduelles	3,84	2,10	6,80	1,22

même temps, excepté pour la variété Bidi 17, où une diminution de 12% est constatée, la teneur en protéines éthanol-solubles des spaghetti est supérieure à celle des semoules correspondantes. Les résultats des **Tableaux** III-1 et III-2 montrent également, que la solubilité des protéines SDS solubles diminue (39% en moyenne) au cours de la fabrication des pâtes alimentaires et la teneur en gluténines ME solubles des spaghetti augmente (35% en moyenne).

La quantité de gluténines résiduelles, non solubles dans les solvants utilisés, est supérieure à celle des semoules correspondantes.

III-1-2-Evolution des protéines par électrophorèse (PAGE-SDS)

Afin de voir si les modifications quantitatives observées pouvaient être reliées à des différences de composition protéiques, nous avons comparé les diagrammes électrophorétiques des pâtes alimentaires et des semoules correspondantes. Les électrophorégrammes en SDS-PAGE sont représentés **Figure** III-1.

Mis à part les différences variétales, aucune différence majeure n'est observée entre les électrophorégrammes d'un point de vue qualitatif, entre les semoules et les spaghetti séchés à basse température. Toutefois une diminution globale de l'intensité des diagrammes est généralement remarquée. De ce fait, l'électrophorèse ne doit pas constituer un bon outil de suivi de l'insolubilisation des différentes fractions protéiques sous l'effet de traitements mécaniques et thermiques car l'extraction et la solubilisation des constituants protéiques entraînent certainement une destruction des complexes existants. La SE-HPLC est la méthode de choix pour l'étude de l'évolution du degré d'agrégation des protéines au cours de la fabrication des pâtes alimentaires et des traitements thermiques (Huebner et Bietz, 1994 ; Samson et Autan, 1997).

III-1-3- Evolution des protéines par SE-HPLC

La comparaison des échantillons de semoules et de pâtes séchées à 55°C, a été réalisée au niveau des profils d'élution des extraits SDS 2%-phosphate de sodium 0,1M séparés par chromatographie haute pression d'exclusion-diffusion (SE-HPLC). Les profils d'élution sont consignés en AnnexeD.

L'expression des résultats des analyses HPLC en pour cent de l'aire totale des pics d'élution est donnée dans le **Tableau** C₃ (Annexe C). Le **Tableau** III-3 regroupe les valeurs moyennes et les écarts types.

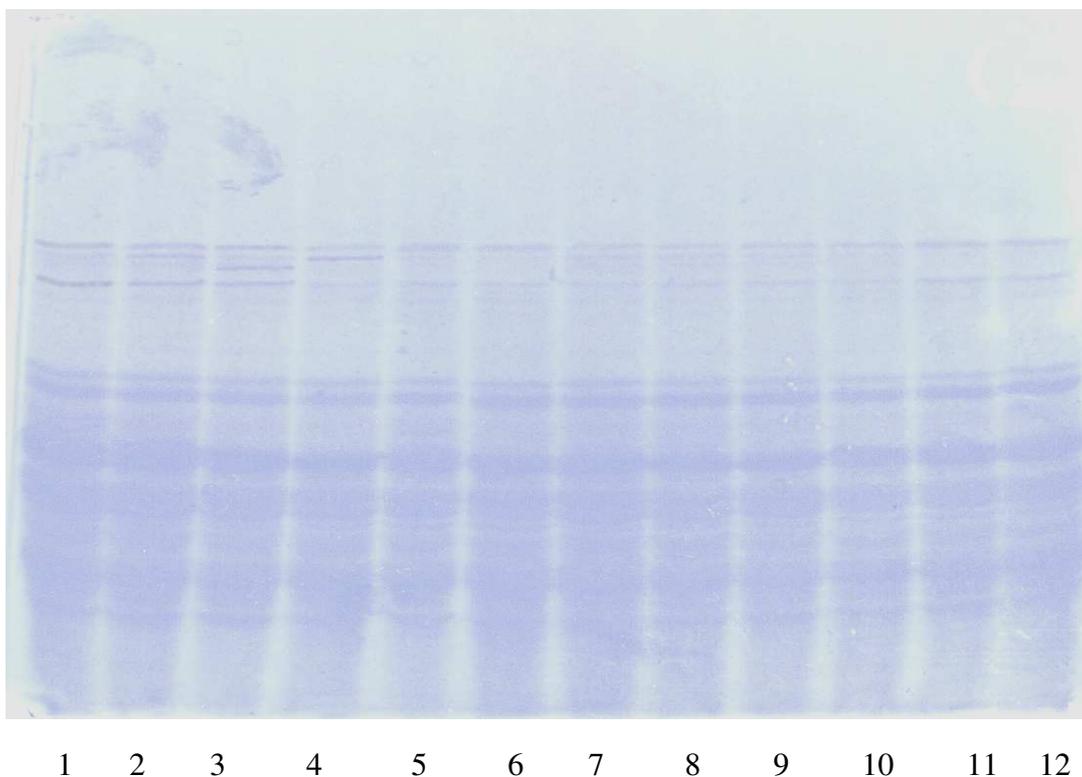


Figure III-1 : électrophorèse (SDS-PAGE) des pâtes alimentaires en milieu réduit
 1 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 : Semoules
 7 ; 8 ; 9 ; 10 ; 11 ; 12 : Pâtes séchées à 55°C

Tableau-III-3 : Moyenne des aires des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) exprimées en % de l'aire totale des pics des pâtes alimentaires (P).

	Moyenne	Minimum	Maximum	Ecart type
PF1	4,06	2,55	5,21	0,68
PF2	18,03	16,33	19,12	0,71
PF3	5,65	4,21	6,45	0,58
PF4	54,52	52,86	56,38	0,99
PF5	18,75	18,12	20,21	0,56
PF2/PF1	4,55	3,56	6,40	0,72

La **Figure III-2** exprime l'évolution des proportions des différents paramètres SE-HPLC au cours de la pastification.

On constate dans l'ensemble que la fabrication des pâtes alimentaires entraîne une diminution des proportions des deux premiers pics (F1 et F2), une augmentation des pics (F4 et F5) et de provoquer par conséquent celle de la surface totale des pics (Annexe C3). L'analyse de la **Figure III-3** montre que, lors de la fabrication des spaghetti, la fraction soluble totale FS varie de 70 à 85 % alors qu'elle avoisine les 90% en moyenne dans les semoules. Ainsi, 30% environ des protéines totales des semoules, se trouvent insolubilisés sous forme d'agrégats insolubles, lors de la pastification.

L'insolubilisation des protéines se caractérise par une diminution de 47% de la fraction F1 des spaghetti séchés à 55°C. Dans le même temps, la fraction F2 diminue d'environ 22% et la fraction F3 de 17% environ. On suppose que les protéines qui les composent, ont été insolubilisées dans de gros agrégats de taille supérieure à la limite d'exclusion de la colonne. On assiste simultanément à une augmentation du pic F4 (14% en moyenne) et du pic F5 (15% en moyenne). La proportion des protéines solubles du gluten (F1 + F2 + F3) diminue globalement lors de la pastification (26% en moyenne). Le rapport entre agrégats de sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMWG) et sous unités gluténines de haut poids moléculaire (HMWG) au niveau des spaghetti (F2 /F1), est plus élevé que dans la semoule (34% environ). A partir des données du **Tableau III-3**, l'insolubilisation générale des protéines lors de la mise en forme et du séchage des pâtes, touche plus particulièrement les HMWG et les LMWG.

III-1-4-Discussion

La modification de la solubilité des protéines provient des changements de la structure des molécules protéiques et du degré d'association de ces dernières. Il est probable que les liaisons hydrogènes, hydrophobes et disulfures sont impliquées dans ce phénomène.

La perte de la quasi-totalité du gluten extractible (notamment dans le cas de la variété Sahel) au cours de la fabrication est due à une diminution de la taille des complexes protéiques, suite à la désagrégation ou à la dépolymérisation des gluténines de haut poids moléculaire (Tanaka et Bushuk, 1973 ; Abraham, 1979 ; Icard-Verniere (1999). Cette diminution n'entraîne aucune sélection apparente entre les constituants protéiques par analyse électrophorétique. En effet, la diminution de la fraction SDS-soluble de la semoule lors de la pastification provient d'une désagrégation des gluténines au cours de la pastification, par

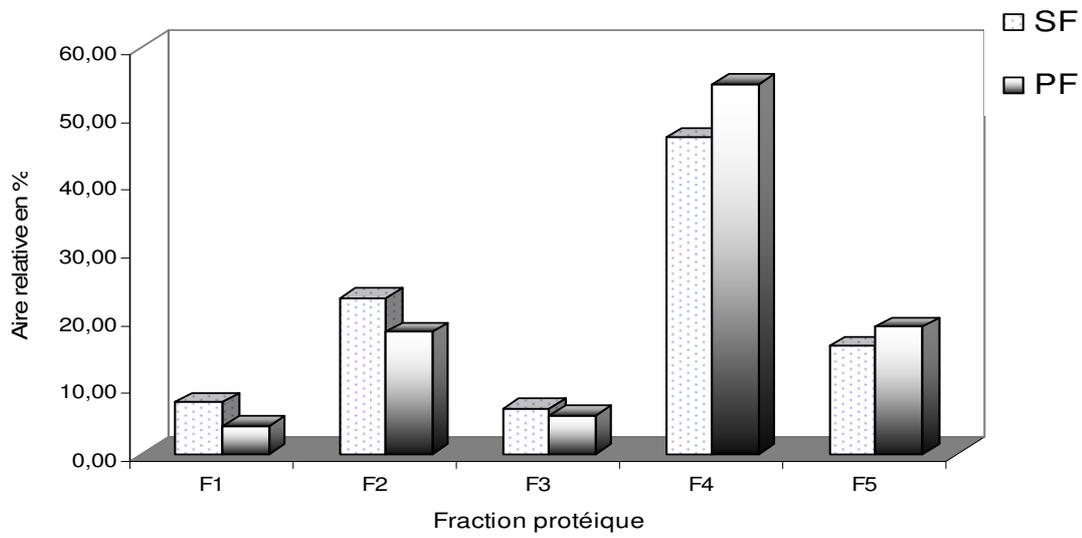


Figure III-2: Evolution des paramètres

SE-HPLC au cours de la pastification (SF: semoule; et PF: pâtes alimentaires).

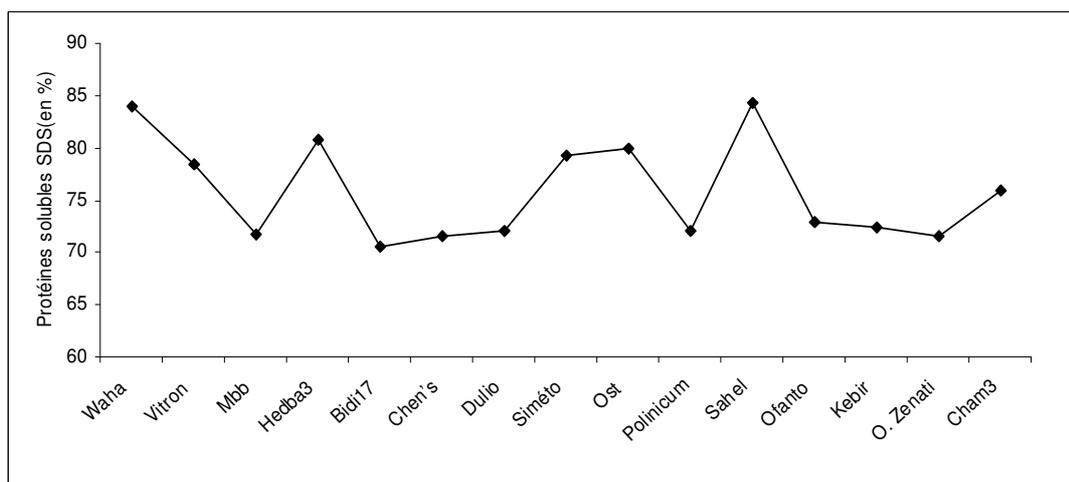


Figure III-3 : Evolution du pourcentage estimé des protéines solubles (FS) dans le tampon phosphate-SDS des pâtes alimentaires.

rupture des liaisons disulfures et les chaînes protéiques ainsi libérées pourraient s'associer entre elles pour former des agrégats insolubles.

De l'ensemble des données électrophorétiques et chromatographiques, il ressort que contrairement à l'électrophorèse où la composition des agrégats reste la même après traitement, la SE-HPLC permet de suivre qualitativement et quantitativement l'insolubilisation des différentes classes protéiques.

La diminution de l'aire totale des différents échantillons de pâtes provient essentiellement de l'insolubilisation partielle des protéines contenues dans les pics F1 et F2 des semoules. On peut donc supposer que la pastification induit une désagrégation partielle des plus gros agrégats de gluténines au profit d'agrégats insolubles, comme le montre l'augmentation de la fraction insoluble Fi.

L'évaluation du degré d'insolubilisation des protéines sous l'effet du séchage à haute et très haute température fera l'objet de l'étude sur l'incidence des traitements thermiques sur l'évolution des constituants protéiques.

III-2- Etude de l'effet des traitements thermiques sur les constituants protéiques des pâtes alimentaires

Les traitements thermiques provoquent une diminution de la solubilité protéique totale (Jeanjean et al., 1980 ; Schofield et al., 1983; Autran et al., 1989 ; Feillet et al., 1989 ; Weegels et al., 1996 ; Zweifel et al., 2003 ; Cubadda et al., 2007). Mais cette diminution ne concerne pas de la même façon tous les groupes protéiques. Afin de savoir quels sont les groupes protéiques les plus affectés par les changements, nous avons utilisé des séquences de solvants différents ayant une action plus ou moins spécifique sur certaines liaisons.

- Le NaCl et l'Ethanol, solvants susceptibles de rompre les liaisons ioniques et hydrogènes.

- Le SDS, solvants susceptibles de rompre les liaisons hydrophobes.

- Le SDS-ME, solvants susceptibles de rompre les liaisons disulfures.

La caractérisation des protéines a été engagée à la fois d'un point de vue quantitatif et qualitatif. Des extractions séquentielles suivies de dosage d'azote ont permis de suivre l'évolution des différentes familles protéiques en cherchant à préciser l'effet des traitements thermiques sur les différentes liaisons chimiques (ionique, hydrophobes ou disulfure). Les sous unités protéiques solubilisées ont été caractérisées par électrophorèse (SDS-PAGE) et par chromatographie SE-HPLC.

III -2-1 - Influence de la température de séchage

III -2-1-1- Evolution quantitative des protéines solubles dans différents solvants

Les spaghetti fabriqués à partir des semoules de deux variétés (Bidi 17 et Sahel), ont été utilisés pour étudier l'influence de la température de séchage (55°C, 70°C et 90°C) sur l'évolution des protéines solubles.

Les résultats regroupés dans les **Figures** III-4a et III-4b, indiquent l'évolution du taux des protéines solubles dans le NaCl, l'Ethanol, le tampon borate SDS et le tampon borate SDS-ME en fonction de la température de séchage.

Pour ces deux variétés et en fonction de la température de séchage, on constate une diminution de la teneur en protéines solubles dans le NaCl, dans l'éthanol et dans le tampon-SDS suivie d'une augmentation de la teneur en protéines-ME solubles. Cette augmentation est d'autant plus importante que la température de séchage des pâtes est élevée.

Les protéines insolubilisées dans le NaCl et l'Ethanol, ne semblent pas avoir été résolubilisées par le SDS, mais uniquement par le SDS-ME, suggérant ainsi l'agrégation des protéines par l'intermédiaire de liaisons disulfures.

III -2-1-2 - Evolution des fractions protéiques par SE-HPLC

Les protéines solubilisées dans un tampon phosphate pH 6,8 en présence de SDS à 1% ont été fractionnées par SE-HPLC.

La **Figure** III-5 rend compte de l'évolution des profils SE-HPLC en fonction de la température de séchage. L'insolubilisation des protéines est mise en évidence par la diminution de l'aire totale des chromatogrammes. Le dosage protéique par la méthode Kjeldahl montre que le taux d'extraction des pâtes séchées à 55°C est de 70% (pâtes Bidi 17) et 84% (pâtes Sahel) des protéines totales pour passer en moyenne à 45% puis à 25% pour les pâtes séchées à 70°C et 90°C respectivement. Cette diminution est d'autant plus importante que la température de séchage est élevée. Ce résultat qui traduit une diminution de la solubilité des protéines dans le tampon phosphate en présence de SDS sous l'effet des traitements thermiques est en accord avec les observations notées auparavant lors de l'étude de l'extraction séquentielle.

La diminution progressive de l'aire des différents pics (F1 à F5) nous permet d'estimer quantitativement le degré d'insolubilisation des différentes classes protéiques (**Tableaux** III-5a et III-5b).

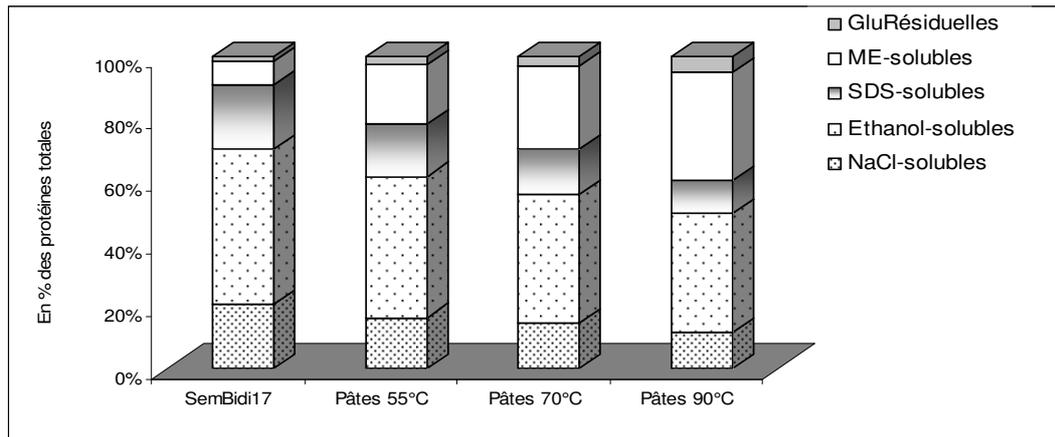


Figure III-4a : Evolution du taux de protéines solubles dans les fractions NaCl, Ethanol, SDS et SDS-ME en fonction de la température de séchage (variété Bidi 17) (En % de protéines totales).

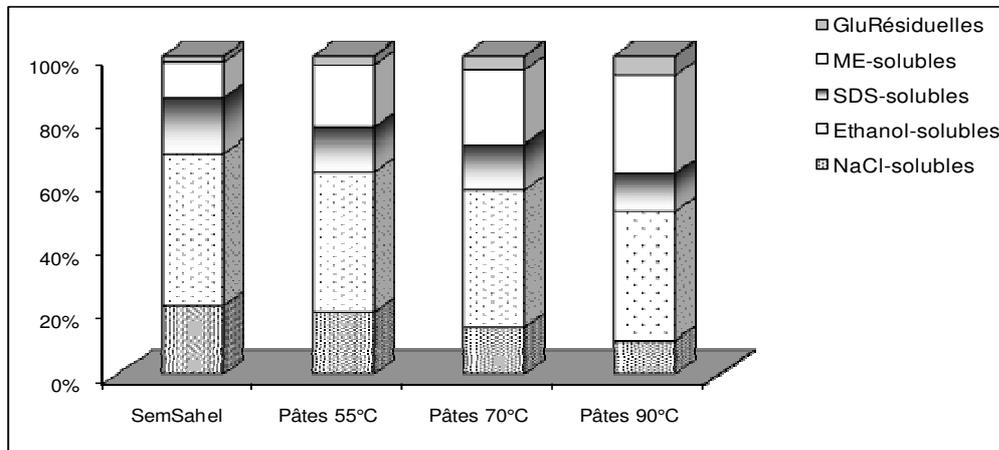


Figure III-4b : Evolution du taux de protéines solubles dans les fractions NaCl, Ethanol, SDS et SDS-ME en fonction de la température de séchage (variété Sahel).

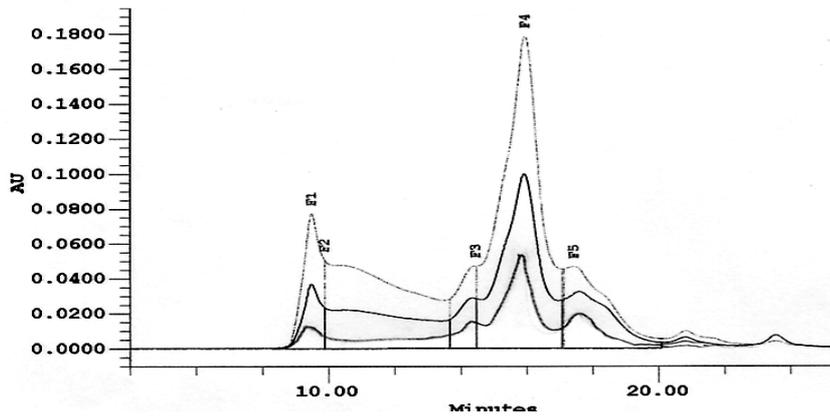


Figure III-5 : Evolution des profils d'élution des pâtes alimentaires séchées à 55°C, 70°C et 90°C

Tableau III-5a: Evolution des aires des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) des pâtes alimentaires (variété Bidi 17) en fonction de la température de séchage, exprimées par rapport à l'aire totale du profil de chaque échantillon (F%).

	F1	F2	F3	F4	F5	F2/F4
Pâtes 55°C	4,96	18,33	5,14	53,53	18,48	0,34
Pâtes 70°C	1,96	9,33	2,67	34,63	19,48	0,27
Pâtes 90°C	0,2	1,2	1,92	24,26	25,54	0,05

Tableau III-5b: Evolution des aires des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) des pâtes alimentaires (variété Sahel) en fonction de la température de séchage, exprimées par rapport à l'aire totale du profil de chaque échantillon (F%).

	F1	F2	F3	F4	F5	F2/F4
Pâtes 55°C	3,80	17,64	6,13	54,69	19,16	0,32
Pâtes 70°C	1,87	8,77	2,97	35,69	20,16	0,25
Pâtes 90°C	0,65	2,35	1,87	25,39	26,35	0,09

On constate que l'extraction des différentes fractions protéiques (F1, F2, F3 et F4) apparaît fortement influencée par les traitements thermiques.

Pour les deux variétés étudiées, on observe que F1 et F2 sont les fractions les plus affectées par la température de séchage. Cette diminution est d'autant plus importante que la température de séchage est élevée, indiquant une grande sensibilité des gluténines à la chaleur. Pour les fractions F3 et F4, une diminution progressive de l'extraction des protéines est observée traduisant une plus ou moins grande résistance des gliadines à la dénaturation due vraisemblablement à la présence des ω -gliadines. Quant à la fraction F5, une augmentation est constatée en fonction de la température de séchage, traduisant une plus grande résistance des albumines et globulines à la dénaturation.

III-2-1-3- Influence des traitements thermiques sur le comportement électrophorétique

On sait qu'en présence de dodécyl sulfate de sodium (SDS) la mobilité électrophorétique relative des protéines réduites (ponts disulfures réduits à l'état sulfhydryle) ne dépend que de leurs masses moléculaires (Autran et Morel, 1997). Ainsi, la formation de ponts covalents intermoléculaires entre chaînes protéiques doit forcément entraîner une modification du comportement électrophorétique. La formation de ponts covalents intramoléculaires peut d'ailleurs aussi modifier la mobilité relative d'une protéine (Griffith, 1972).

Nous avons donc utilisé l'électrophorèse sur gel de polyacrylamide en présence de SDS et de mercaptoéthanol (ME) pour vérifier la formation de ponts covalents au cours des traitements thermiques des pâtes alimentaires.

L'évolution de la composition protéique des pâtes séchées à (55°C, 70°C et 90°C) est présentée sur la **Figure III-6**.

La simple comparaison visuelle des diagrammes électrophorétiques entre les pâtes séchées à haute température (70°C et 90°C) et les pâtes témoins (séchées à 55°C) ne montre pas de différences notables, confirmant la plupart des travaux antérieurs (Autran et Berrier, 1984; Autran et al., 1989; De Stephanis et Sgrutella, 1993). En effet, il ne semble pas ressortir de modifications au niveau des sous unités observables dans les produits traités à haute température par rapport au témoin. Il apparaît que la composition des agrégats reste la même après un traitement thermique à 70°C. Néanmoins, une diminution globale de l'intensité des diagrammes, en particulier pour les produits séchés à 90°C est observée.

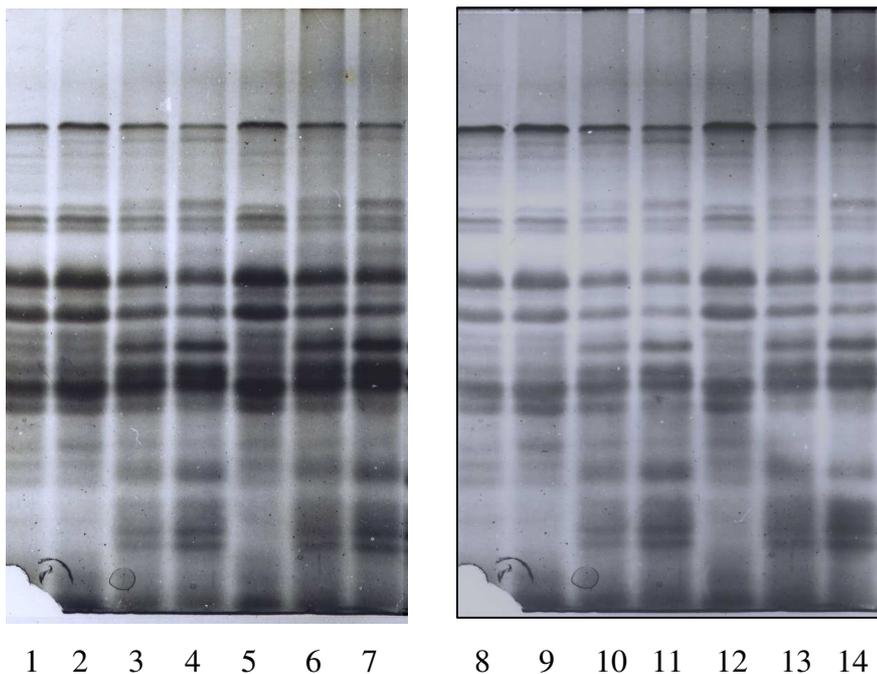


Figure III-6: Electrophorèse SDS-PAGE pH 8,8 des protéines en présence de SDS et Mercaptoéthanol des pâtes obtenues à partir de Bidi 17 et de Sahel
 Semoules : Bidi 17 et Sahel (1; 2; 3; 4)
 Pâtes séchées à 55°C (5; 6; 7), 70°C (8; 9; 10 ; 11) et 90°C (12 ; 13 ; 14)

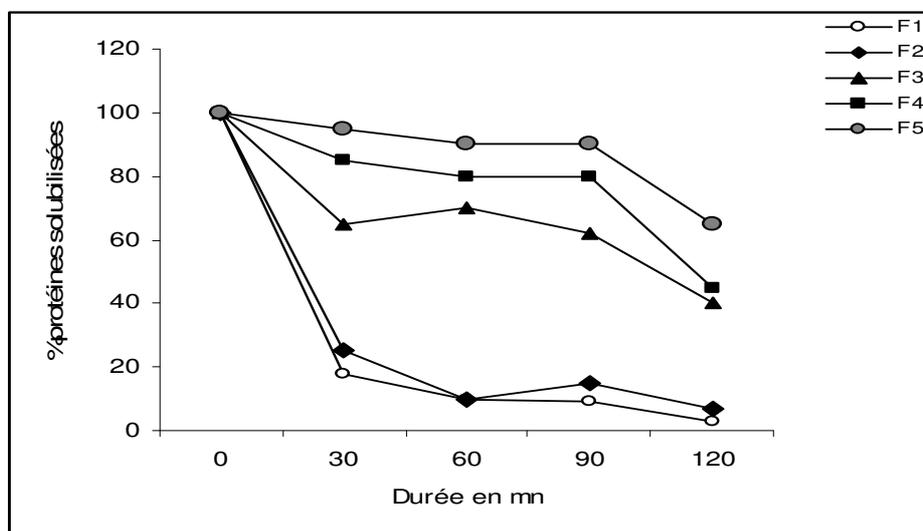


Figure III-7: Influence de la durée de traitement sur les fractions HPLC
 (Température de traitement : 90°C)

III – 2-2 - Influence de la durée de séchage

Accroître la température provoque des changements au niveau des structures secondaire, tertiaire et quaternaire des protéines. L'ampleur de ces changements et la température à laquelle ils apparaissent dépendent de la stabilité thermique de ces protéines, qui relève de la quantité et de la nature des liaisons mises en jeu (hydrogène, électrostatique, Van der Waals, hydrophobe et disulfure). Le SDS détruit toute liaison non covalente et pour tenter de faire la part des liaisons hydrophobes et des liaisons disulfures dans l'insolubilisation des protéines, une analyse par SE-HPLC a été effectuée.

L'évolution de la quantité de protéines solubilisées dans le SDS (à savoir l'aire des pics) à une température de 90°C en fonction de la durée du traitement (30, 60, 90 et 120mn) est représentée dans la **Figure III-7**.

La comparaison des résultats montre qu'au fur et à mesure que le traitement thermique se prolonge, les protéines deviennent progressivement insolubles. Après 120mn d'application du séchage à 90°C, la solubilité des protéines des pâtes chute considérablement notamment pour les deux premiers pics (majoritairement des gluténines). Les agrégats contenus dans ces fractions ne sont pratiquement plus extraits par le SDS. Ces résultats confirment ceux de Feillet et al., (1989) qui ont montré une insolubilisation totale des protéines dans le SDS des pâtes alimentaires séchées à très haute température

L'évolution des aires des pics (F1, F2, F3, F4 et F5), suivant la durée du traitement à très haute température (90°C) montre que (**Figure III-7**):

- les pics **F1** et **F2** (principalement des HMWG et des LMWG) sont les plus affectés par les traitements thermiques. Les agrégats contenus dans cette fraction ne sont pratiquement plus extraits par le SDS et ceci quelque soit la durée de séchage. On remarque à 120mn de traitement, les fractions F1 et F2 sont presque entièrement insolubilisées.

- Les pics **F3** et **F4** (principalement des gliadines, albumines de haut PM) présentent une diminution régulière d'extractibilité avec la durée de traitement. L'insolubilisation incomplète de cette fraction pourrait être due à la résistance des ω -gliadines aux traitements thermiques, suggérant ainsi leur non participation au réseau protéique.

- le pic **F5** (albumine, globuline) présente une faible extractibilité des protéines en fonction de la température de séchage, traduisant une sensibilité moyenne aux traitements thermiques.

Ces résultats montrent que les gluténines sont les protéines les plus thermosensibles et que les traitements thermiques notamment les plus drastiques (90°C/120mn) provoquent l'insolubilisation de toutes les protéines. Ces résultats confirment ceux de Booth et al., (1980),

de Schofield et al., (1983), Autran et al., (1988), Weegels et al., (1994), Favier et al., (1996), qui montrent des seuils d'insolubilisation situés entre 70°C et 90°C selon la durée de traitement et la classe de protéines considérées.

Dans l'ensemble, cette première série d'extraction séquentielle permet de penser qu'au cours du traitement, sous l'effet de la chaleur, les protéines subissent des modifications structurales se traduisant notamment au niveau de leurs propriétés de solubilité et de leur capacité à participer à des agrégats. Et ce sont les traitements thermiques à (90°C/120mn) qui induisent des changements dans la distribution des complexes protéiques. Le traitement 90°C/120mn entraîne des remaniements dans le profil d'agrégation avec surtout un affaiblissement considérable des pics F1 et F2. D'après Favier et al., (1996), sous l'effet de la chaleur, les gluténines (ou leurs sous-unité de haut et de faible poids moléculaires) subissent un réarrangement de leur structure et établissent des ponts disulfures intermoléculaires et provoquent leur insolubilisation. Les gliadines, moins sensibles à la chaleur, s'associent en quantités significatives aux polymères de gluténines insolubilisées.

III -2 -3 - Nature des interactions responsables de l'insolubilisation des protéines sous l'effet du séchage à haute et très haute température.

L'objet de cette étude est de déterminer quels types de liaisons ou d'interactions sont responsables du processus d'insolubilisation des protéines des pâtes alimentaires soumises à des traitements thermiques. Pour appréhender la nature de ces liaisons, les différentes fractions protéiques obtenues par extraction séquentielle notamment les détergents et les réducteurs (SDS et le ME), ont été caractérisées par SE-HPLC et par électrophorèse.

Le détergent dodécyl sulfate de sodium (SDS) a été choisi comme agent dénaturant permettant de rompre les interactions non covalentes. Les molécules de SDS se fixent en grande quantité sur chaque chaîne polypeptidique. Le complexe formé présente une forme cylindrique et une charge fortement négative.

Le β -mercaptoéthanol (ME) a été choisi comme agent réducteur pour rompre les liaisons disulfures, en raison de son faible potentiel d'oxydo-réduction. Ceci implique qu'un faible excès moléculaire de ce composé suffit pour provoquer la réduction complète des résidus cystinyl (Autran et Morel, 1997).

Avant d'aborder cette étude, une évaluation par SE-HPLC des différentes fractions obtenues par extraction séquentielle (§ II - 1- 1-), a été effectuée pour préciser la composition des extraits protéiques obtenus par extraction séquentielle.

L'examen de la **Figure III-9** confirme que le pic F5 est constitué essentiellement de protéines solubles dans le NaCl, les pics F3 et F4 contiennent essentiellement les protéines solubles dans l'éthanol, dans le SDS, et dans le SDS-ME. Les pics F2 et F1 extraient principalement des protéines solubles dans le SDS et des protéines solubles dans le SDS+ME.

La solubilisation séquentielle des protéines (SDS, SDS+ME, insoluble) des pâtes soumises à un traitement thermique de 90°C pendant 30mn, 60mn, 90mn et 120mn est donnée au niveau du **Tableau III-6**.

III-2 -3-1- Solubilisation en tampon borate-SDS

Les résidus protéiques insolubles dans l'éthanol, sont repris par un tampon borate à pH 10 en présence de SDS. Cette extraction doit évaluer la part prise par les interactions hydrophobes dans les phénomènes d'insolubilisation des protéines. Les interactions hydrophobes, dues au grand nombre d'acide aminés possédant des chaînes latérales apolaires (environ 30%), sont très nombreuses dans les protéines du blé et jouent un rôle important dans le maintien de la structure protéique du gluten (Khan et Bushuk., 1979); elles sont également impliquées dans le processus d'agrégation provoqué par les traitements hydrothermiques.

La **Figure III-9** illustre la diminution de la solubilité des protéines des pâtes alimentaires dans le tampon-SDS au fur et à mesure de l'augmentation de la durée de séchage. On constate une diminution des protéines solubles en fonction de la durée de séchage. Après un traitement de 120mn à 90°C, seulement 6% de protéines restent solubles. Cependant, le fait que l'insolubilisation des protéines ne soit pas totale indique que d'autres types de liaisons seraient impliqués dans le processus d'insolubilisation en plus des liaisons de faible énergie.

Ces résultats viennent confirmer les résultats obtenus précédemment, avec notamment une perte de plus de 90% des protéines des pâtes séchées à 90°C/120mn.

Le diagramme électrophorétique (SDS-PAGE) en milieu réduit montre l'évolution des protéines solubilisées dans le SDS (**Figure III-10**): on y trouve principalement des sous unités gluténines de haut poids moléculaire et des sous unités gluténines de faible poids moléculaire. Il présente peu d'évolution pour les échantillons traités pendant 30mn à 90°C, sauf pour les sous unités gluténines de haut poids moléculaire (HMWG). Il semble que ces protéines établissent rapidement des liaisons disulfures. Les sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMWG), semblent s'agrèger après 90mn de traitement. L'analyse électrophorétique montre également que les bandes de 30 à 45 kDa, correspondant aux gliadines, s'atténuent elles aussi progressivement au fur et à mesure de l'augmentation de la

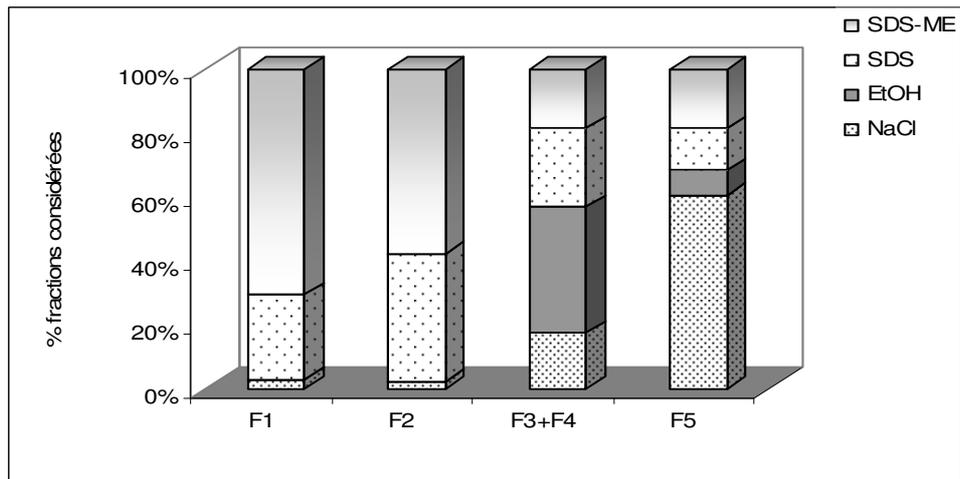


Figure III-8: SE-HPLC des fractions séquentielles des pâtes séchées à 55°C (Bidi 17)

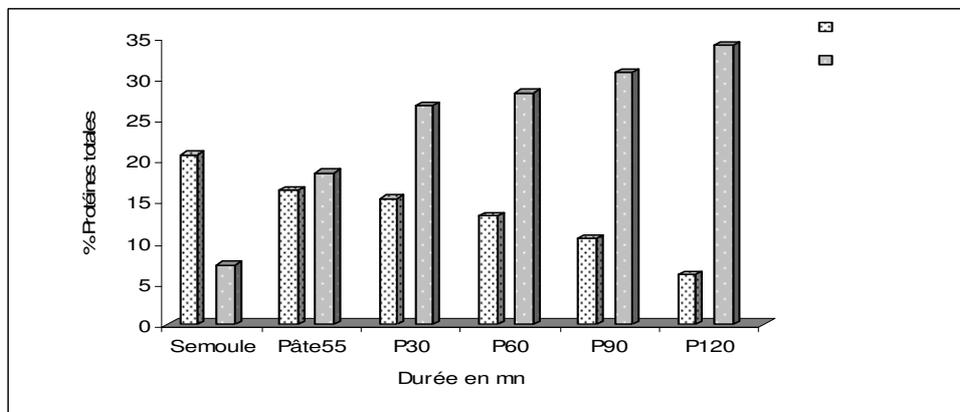


Figure III-9 : Evolution du taux de protéines solubles dans les fractions SDS, SDS-ME en fonction de la durée de séchage des pâtes alimentaires séchées à 90°C (variété Bidi 17).

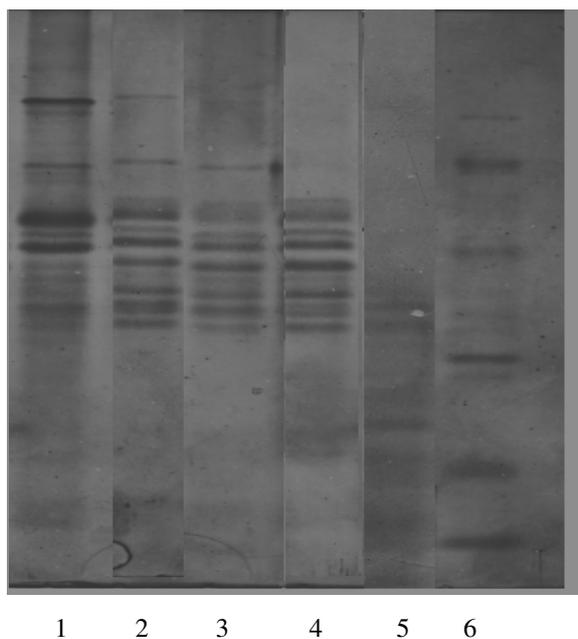


Figure III-10 : Electrophorèse SDS-PAGE des protéines solubilisées dans le SDS en fonction de la température de séchage et de la durée de séchage
 1 : pâtes 55°C; 2 : pâtes 90°C(30mn); 3 : pâtes 90°C(60mn) ; 4 : pâtes 90°C(90mn); 5 : pâtes 90°C(120mn);
 6: protéines témoins

durée du séchage. Ce résultat met donc en évidence l'implication des gliadines dans le processus d'insolubilisation.

Pour essayer d'identifier les gliadines impliquées dans l'agrégation des protéines, une analyse électrophorétique en condition acide a été réalisée. Ce type d'électrophorèse, qui permet de séparer les différents types de gliadines α , β , γ , ω , montre que ce sont préférentiellement les gliadines α , β et γ qui sont affectées lors du traitement thermique alors que les gliadines ω , ne semblent pas être impliquées (Figure III-11).

Ces résultats mettent en évidence des différences de résistance à la dénaturation thermique entre les différentes fractions. Les α , β et γ semblent perdre leur solubilité à partir de 90mn/90°C tandis que les ω demeurent extractibles même à 120mn. Ces observations sont en accord avec celles de Wrigley et al., (1980) et de Booth et al.,(1980) sur l'insolubilisation des gliadines pour des traitements thermiques prolongés. On est alors amené à supposer que les traitements thermiques prolongés favorisent des changements de structure, notamment par l'établissement de nouvelles liaisons intermoléculaires, probablement disulfures. C'est également l'hypothèse de Jeanjean et al., (1980) qui ont observé après chauffage du gluten une diminution de la solubilité dans l'éthanol dilué parallèlement à un accroissement de la solubilité dans le mercapto-éthanol. Les α , β , γ -gliadines semblent donc posséder une aptitude plus grande à former des liaisons disulfures que les fractions oméga. Ces dernières sont par ailleurs, pour la plupart dépourvues de soufre et leur structure en pelote statistique les rend très peu réactives et très peu sensibles à la dénaturation thermique (Charbonnier et al., 1980).

De l'ensemble de ces résultats, il ressort ainsi, une diminution importante de l'extractibilité des protéines dans le tampon borate-SDS en fonction de la température et de la durée de séchage. Cette diminution s'explique par l'abaissement de la solubilité des polymères de gluténines (HMWG et LMWG) notamment et des gliadines α , β , γ . Seules les gliadines ω , qui sont dépourvues d'acides aminés soufrés, ne sont pas affectées. Ce dernier résultat suggère l'implication des ponts disulfures dans le processus d'insolubilisation.

III-2 -3-2- Solubilisation en tampon borate SDS - ME

Les résidus insolubles obtenus précédemment sont repris par un tampon borate-SDS pH 10 contenant du 2-ME. Cet agent réducteur permet de restituer l'essentiel de la solubilité des protéines traitées thermiquement (Tableau III-6). En effet, pour le séchage à très haute température (90°C/120mn), les protéines qui demeureraient insolubles en tampon borate-SDS se solubilisent en présence de réducteur. Il en est de même pour les pâtes séchées à

Tableau III-6: Evolution des fractions protéiques séquentielles en fonction de la durée de séchage (Pâtes 90°C, variété Bidi 17).

Durée (mn)	semoule	55°C	30mn	60mn	90mn	120mn
SDS	20,7	16,4	15,37	13,23	10,51	6,13
SDS-ME	7,3	18,5	26,68	28,26	30,68	34,06
Résidu	1,8	4,8	3,4	3,99	3,81	5,26

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14

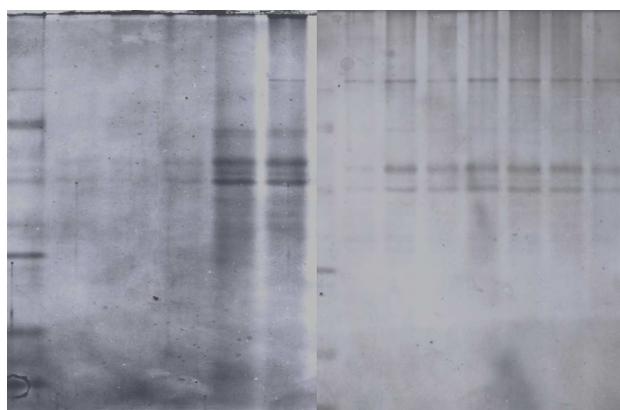


Figure III-13 : Electrophorèse SDS-PAGE des protéines solubilisées dans le SDS-ME en fonction de la température de séchage et de la durée de séchage

1 ; 7 : Protéines témoins

2 ; 3 ; 4 ; 8 : Protéines solubilisées dans le SDS des pâtes séchées à 90°C (30mn ; 60 ; 90 ; 120mn)

5 ; 6 ; 9 ; 10 ; 11 ; 12 ; 13 ; 14 : Protéines solubilisées dans le SDS-ME des pâtes séchées à 90°C (30mn ; 60 ; 90 ; 120mn)

90°C/30mn et 90°C/60mn où près de 55% des protéines restées insolubles, se solubilisent en conditions réductrices.

Les différents extraits solubilisés par le SDS-ME sont analysés par chromatographie d'exclusion diffusion (**Figure** III-12), le profil obtenu est différent selon la température de séchage appliquée.

Dans le cas des pâtes témoins, le tampon SDS-ME solubilise 18% environ des protéines totales et 34% environ dans les pâtes séchées à 90°C.

Les fractions collectées en SE-HPLC ont été analysées en SDS-PAGE après réduction au 2-mercaptoéthanol (**Figure** III-13). Le diagramme obtenu met en évidence une restitution de la majorité des espèces moléculaires (HMWG et des LMWG). On constate une augmentation de l'intensité avec le traitement, mais les profils sont sensiblement identiques pour tous les échantillons, suggérant que ce sont les mêmes classes de protéines qui sont touchées quel que soit le traitement. Ces résultats semblent indiquer que l'insolubilisation des protéines survenant lors de traitements thermiques découle de l'agrégation par polymérisation (formation de nouvelles liaisons disulfures entre les chaînes polypeptidiques) des gluténines (HMWG et des LMWG) et éventuellement des gliadines masquées par les LMWG.

III-2- 4 - Discussion

L'utilisation de différents systèmes de solvants et de méthodes (SE-HPLC, électrophorèse), nous a permis d'obtenir un ensemble de résultats plus complet. L'importance des fractions solubilisées par des solvants de nature et de modes d'action très différents tels que l'éthanol (relativement apolaire), le SDS (dissociant des liaisons hydrophobes) et le ME (réducteur de liaisons disulfures), permet en outre de fournir quelques indications sur la nature des liaisons intervenant dans la structure des différentes protéines des pâtes alimentaires.

La solubilité des protéines des pâtes alimentaires apparaît fortement influencée par les traitements thermiques qui entraînent l'insolubilisation de la majorité des protéines. Les deux facteurs étudiés (température et durée) ont un effet négatif sur l'extractibilité des protéines dans les différents solvants, mais la durée joue un rôle prépondérant dans cette insolubilisation. D'après Abécassis et al., (1984); Ait Mouh, (1989); De Stephanis et Sgrutella, (1993), les traitements thermiques provoquent une nette augmentation de l'insolubilisation de toutes les protéines dans l'acide acétique ou le dodécyl sulfate de sodium (SDS). Cette insolubilisation est d'autant plus importante que la température et la durée du séchage sont élevées (Favier et al., 1996, Weegels et al., 1994a ; Weegels et al., 1996).

On sait en effet que le phénomène physico-chimique précurseur de l'insolubilisation des protéines est une modification de leur conformation (au niveau des structures secondaires, tertiaire et quaternaire) sans modification des liaisons peptidiques (Cheftel et al., 1985). De nouveaux complexes protéiques résultant de réactions de dissociation-association entre les agrégats peuvent alors se former. L'ensemble des liaisons chimiques de faible énergie (interactions hydrophobes, liaisons hydrogène, ioniques, de Van der Waals et électrostatiques) peut être impliqué, ainsi que des liaisons covalentes de type disulfure. Des modifications de leurs propriétés fonctionnelles en découlent. Deux phénomènes se produisent simultanément au niveau des monomères lorsque la température des protéines augmente (Autran et al., 1989): le dépliement de la chaîne protéique qui engendre la formation de nouvelles liaisons hydrogènes et surtout des interactions hydrophobes (favorisées par l'élévation de température) ainsi que la formation de nouvelles liaisons disulfures intermoléculaires qui stabilisent thermodynamiquement les agrégats. Aux températures plus élevées, une rupture des liaisons disulfures réunissant entre elles les chaînes polypeptidiques est également possible (Neucerre et Cherry, 1982).

La diminution de la teneur en protéines Ethanol-solubles et de la teneur en protéines SDS-solubles observées au cours des traitements thermiques et l'augmentation de la teneur en protéines ME-solubles semblent cohérentes avec la formation de liaisons disulfures. La possibilité de restituer la solubilité par l'utilisation d'agents réducteurs a conduit certains auteurs (Booth et al., 1980 ; Jeanjean et al., 1980) à penser que l'insolubilisation mettait en œuvre la polymérisation des protéines par formation de nouveaux ponts disulfures. En fait, il s'agirait d'un mécanisme réactionnel d'échange entre liaisons disulfures (SS) et groupements sulfhydriles (SH) libres. Ces échanges seraient facilités par des dépliements de la structure tridimensionnelle des protéines, sans qu'il y ait oxydation des groupements sulfhydriles en liaisons disulfures (Schofield et al., 1983). Ces ponts nouvellement établis stabilisent les protéines dans leur état dénaturé et rendent le processus d'insolubilisation irréversible.

Lors d'un chauffage, la structure organisée caractéristique des chaînes polypeptidiques natives évolue vers un état de pelote statistique. De nouvelles associations se mettent alors en place, conduisant à la formation d'agrégats par simple mécanisme d'interaction, ou de polymères insolubles par formation de liaisons covalentes.

Les étapes de mise en forme et de séchage des pâtes se traduisent au niveau des constituants protéiques par des phénomènes d'insolubilisation des protéines salinosolubles, éthanolsolubles et des protéines SDS-solubles. Au niveau de ces dernières, ce sont les LMWG et les HMWG aux fortes propriétés agrégatives, qui sont les plus fortement touchées.

La pastification se résume donc à des phénomènes d'insolubilisation au travers de liaisons secondaires et de liaisons covalentes (ponts disulfures) et d'accroissement de la taille et de la quantité des agrégats dont la structure peut être renforcée. On peut penser qu'il y'a eu contraction de nouvelles liaisons au sein des agrégats préexistants, à l'intérieur comme en surface. Ainsi, l'effet prédominant des traitements mécaniques et thermiques des pâtes sur les constituants protéiques est un phénomène d'insolubilisation-agrégation. Il y'a d'une part, insolubilisation des protéines monomériques plus marquée lors du séchage à très haute température que de la mise en forme et d'autre part, insolubilisation des protéines à forte propriétés agrégatives (HMWG et LMWG principalement) aussi marquée lors de la mise en forme que du séchage des pâtes. Ces insolubilisations sont la conséquence de la formation d'aggrégats sous forme d'assemblage hydrophobe et covalent (Chardard, 1991).

CHAPITRE IV : Influence de la supplémentation protéique sur quelques propriétés des pâtes alimentaires traitées thermiquement

Il est admis que la qualité culinaire des pâtes alimentaires est largement influencée par les caractéristiques viscoélastiques de leur gluten. Il est vraisemblable que celles-ci dépendent de certaines propriétés physico-chimiques des constituants protéiques.

D'assez nombreux travaux ont ainsi tenté de relier le comportement viscoélastique à une composition biochimique particulière. Ils ont montré que les fractions éthanol-solubles ou gliadines formaient après hydratation une masse visqueuse, tandis que les fractions gluténines étaient plus cohésives et élastiques (Feillet, 2000 ; Edwards et al., 2007). Aussi, les gliadines seraient responsables des propriétés d'extensibilité et les gluténines, des propriétés de fermeté, d'élasticité et de stabilité au cours de la pastification (Edwards et al., 2001).

On peut penser en effet, que les propriétés d'extensibilité sont associées à la présence d'espèces moléculaires protéiques ayant une aptitude particulière à former des complexes, des réseaux, des agrégats d'un type extensible. De même les propriétés d'élasticité sont dues à la formation de structures moléculaires d'un type élastique.

Néanmoins, les mécanismes biochimiques, en relation avec l'amélioration de la qualité des pâtes traitées thermiquement, ne sont pas totalement élucidés. L'énorme complexité de la pâte et des interactions entre ses composants ne permet pas toujours de relier directement les phénomènes biochimiques simples à chaque effet macroscopique. Le résultat le plus notable observé au cours des traitements thermiques est l'insolubilisation progressive des protéines du gluten des pâtes alimentaires. Plusieurs auteurs, (Sheu et al., 1967; Delcour et al., 2000a,b; Sissons et al., 2002; Gianibelli et al., 2005 ; Cubbada et al., 2007) ont essayé d'élucider le rôle des protéines du gluten dans l'amélioration de la qualité culinaire des pâtes alimentaires traitées thermiquement par des essais de reconstitution et de supplémentation des fractions protéiques. Ils ont cherché par ces essais à contribuer à l'explication de certains mécanismes biochimiques et ont rapporté que les propriétés fonctionnelles des différents constituants protéiques ne sont pas altérées si le processus d'extraction est effectué correctement. Grant et al., (1993) ont montré que la présence ou l'absence de certains composants du gluten peuvent jouer un rôle important dans la qualité culinaire des spaghetti. En effet, d'après ces auteurs l'incorporation de broyats de spaghetti combinée à un séchage à haute température diminuent le collant et augmentent la fermeté des pâtes. D'Egidio et al., (1990); De Stefanis et Sgrulletta (1993) trouvent une corrélation positive ($r=0.99$, $P<0.01$) entre la proportion de protéines insolubles dans l'acide acétique et la qualité culinaire des pâtes alimentaires. Une

teneur élevée en gluténines confère à la pâte une bonne qualité culinaire, tandis qu'une forte teneur en gliadines engendre une diminution de la fermeté des pâtes cuites (Walsh et Gilles, 1971 ; Feillet et Dexter, 1996 ; Feillet, 2000). Ces résultats sont confirmés par Sisson et al., (2005), dans une série d'expériences sur les fractions de glutenines et de gliadines isolées et réincorporées à des taux croissants à la semoule de blé dur, en faisant varier le rapport gluténines/gliadines de 1,3 à 1,6. L'accroissement de ce rapport augmente le temps de développement du mixographe (MDDT) mais n'a aucun effet sur la résistance (PR). Edwards et al., (2001) , mettent en évidence le rôle des LMWG dans la qualité par des essais de fractionnement et de supplémentation. L'enrichissement de la pâte en LMWG donne une pâte plus forte et plus élastique que l'enrichissement en HMWG. Tout récemment, Cubbada et al., (2007) ont mis en évidence l'existence d'une corrélation multiple entre la teneur en protéines des pâtes, la température de séchage et le comportement à la cuisson; ils concluent qu'après séchage à très haute température, l'amélioration de la qualité culinaire des pâtes est d'autant plus importante que la teneur en gluten incorporée est élevée et que la pâte alimentaire est de gluten faible. De même, Ferrante et al., (2006) ont montré que l'incorporation des LMWG-1 et des gliadines à la semoule de blé dur par des essais sur micromixographe diminuait considérablement la force de la pâte notamment dans le cas du cultivar Lira γ -45.

Afin de contribuer à élucider le rôle du gluten du blé et de ces constituants protéiques (gliadines et gluténines) dans l'amélioration des propriétés viscoélastiques des pâtes alimentaires traitées thermiquement, des études de fractionnement, de reconstitution et de supplémentation par des fractions protéiques isolées et lyophilisées ont été entreprises. Deux approches parallèles ont été utilisées:

- l'une, davantage dynamique par des études de fractionnement, de reconstitution et de supplémentation par des fractions protéiques isolées et lyophilisées.

- l'autre, que l'on peut qualifier de statique, limitée à la recherche de corrélation entre les propriétés viscoélastiques et les constituants protéiques.

La semoule de la variété Bidi 17 et les pâtes alimentaires séchées à 55°C, 70°C et 90°C (respectivement pâte P1, P2 et P3), sont utilisées pour cette étude. Les résultats de ces déterminations sont donnés dans la **Figure IV-1** (Teneur et caractéristiques du gluten extrait de mélanges de semoule et de pâtes traitées thermiquement) et les **Figures IV-2** et **IV-3** (Teneur et caractéristiques du gluten extrait de mélanges de la semoule enrichie par l'addition de fractions protéiques extraites de la semoule et la pâte P3).

IV-1- Evolution de l'extractibilité et des propriétés du gluten

Pour cette étude, nous avons procédé à :

- l'analyse de mélanges de semoule et de pâtes traitées thermiquement (P1, P2, P3).
- l'étude des propriétés fonctionnelles des fractions protéiques grâce à des essais de reconstitution des produits et à des essais de supplémentation de la semoule par une fraction protéique des pâtes (P1, P2, P3).
- l'étude de l'influence de la supplémentation et du traitement thermique sur la composition électrophorétique des produits.

IV- 1-1- Influence de l'addition des pâtes traitées thermiquement

Des mélanges de semoule de blé et de pâtes alimentaires (P1, P2, P3) sont fabriqués de manière à ce que le pourcentage de pâtes dans les mélanges soit égal à 0, 20, 40, 60, 80 ou 100 %. Le gluten est extrait et dosé à partir de chacun des mélanges ainsi obtenus. Les valeurs expérimentales ont ensuite été comparées aux valeurs théoriques calculées en supposant qu'il n'existe aucune interaction entre les produits mélangés.

L'examen de la **Figure IV-1(a, b, c)** montre que:

- La quantité de gluten extraite à partir des mélanges est inférieure à celle provenant de la semoule de blé dur.
- La teneur en gluten des différents mélanges diminue en fonction du taux d'incorporation de la pâte traitée. La perte est d'autant plus grande que la pâte est séchée à haute température.
- L'addition de la pâte P1 à la semoule de blé dur se traduit par une baisse sensible de la teneur en gluten. En effet, les teneurs théoriques et expérimentales en gluten (jusqu'au taux de 60% d'incorporation) sont presque identiques. Il semble donc n'y avoir aucune interaction entre la semoule de blé dur et les pâtes séchées à 55°C.
- D'une manière générale, l'incorporation des pâtes P2 et P3 à la semoule de blé dur provoque une chute importante de l'extractibilité du gluten. La perte en gluten peut atteindre 80% et 93% dans le cas des mélanges (40-60 Semoule-pâte P2) et (60-40 Semoule-pâte P2). Il semble que l'incorporation des pâtes traitées thermiquement provoque une dilution des protéines du gluten de la semoule.
- L'incorporation de, 60% et 80% de la pâte P3 à la semoule de blé dur provoque une inextractibilité du gluten. Il semble que l'incorporation de la pâte traitée à très haute température rend le rassemblement des particules de gluten plus difficile et que la quantité des protéines natives des semoules est insuffisante pour assurer la formation du réseau protéique.

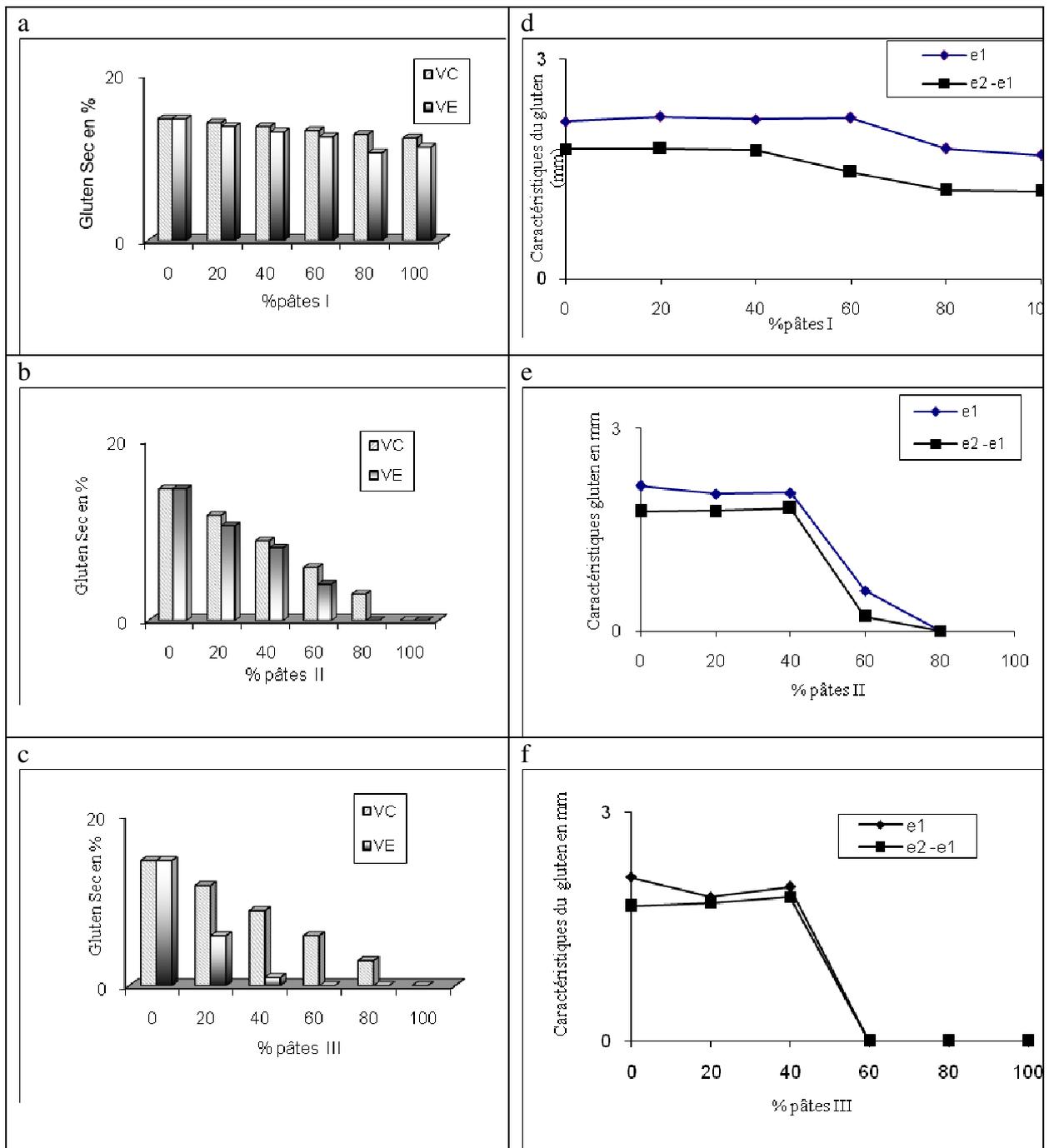


Figure IV-1 : Evolution de la teneur et des caractéristiques du gluten extrait des mélanges de semoule et des pâtes traitées thermiquement.

PI: pâtes alimentaires séchées à 55°C

PII: pâtes alimentaires séchées à 70°C

PIII: pâtes alimentaires séchées à 90°C

VC : valeur calculée VE : valeur expérimentale

e1 : Fermeté en mm

e2 – e1 : élasticité en mm

L'incorporation des pâtes traitées thermiquement à la semoule de blé dur modifie les caractéristiques du gluten et leur évolution est donnée sur la **Figure IV-1**. L'effet de l'incorporation de la pâte P1 à la semoule de la variété Bidi 17 est identique pour les deux caractéristiques étudiées. Une augmentation sensible de la fermeté du gluten en fonction du taux d'incorporation et une diminution de l'élasticité dans le cas des mélanges (40-60 et 20-80) de Semoule- pâte I (**Figure IV-1**).

Cette dernière observation est en accord avec les travaux (Sisson et al., 2005), pour lesquels l'augmentation de la teneur en gluténines des pâtes se traduit par une augmentation du temps de développement mixographique de la pâte, tandis qu'une forte teneur en gliadines engendre une diminution de la fermeté des spaghetti (Walsh et Gilles, 1971; Hussain et Lukow, 1997 ; Hussain et al., 1998 ; Ferrante et al., 2006).

Ces résultats confirment que l'addition des pâtes traitées à haute température n'a que peu ou pas d'effet sur la fermeté (e1) mais augmente par contre l'élasticité (e2-e1) du gluten, plus particulièrement en ce qui concerne les mélanges 40-60 et 60-40 pâtes P2 et P3 respectivement (Figure IV-1).

Cette expérience nous a permis de confirmer les résultats précédents et de mettre en évidence des différences dans la réactivité des protéines en fonction des traitements thermiques. L'effet dépressif exercé par l'addition des pâtes sur l'extractibilité du gluten est particulièrement marqué pour les traitements élevés. La quantité de gluten extractible serait d'autant plus affectée par l'addition de pâte traitée à haute température.

IV-1- 2 – Influence de l'addition des fractions protéiques

La semoule et les pâtes (P1, P2 et P3) ont été fractionnées en quatre groupes de constituants dans les conditions décrites (§ Matériel et Méthodes): fraction protéique soluble dans le NaCl 0,5, fraction protéique soluble dans l'alcool 60 p 100 (gliadines), fraction protéique soluble dans l'acide acétique 0.01 N (gluténines solubles) et le résidu insoluble (gluténines insolubles).

L'acide acétique dilué, en entraînant la rupture des liaisons de faible énergie, en particulier les liaisons hydrogènes, permet de solubiliser une forte proportion des protéines natives de la semoule. Seuls les polymères de gluténines de très haut poids moléculaire élevé (HMWG), stabilisés par des liaisons hydrophobes ou disulfures, résistent à la solubilisation acétique du fait de leur taille.

IV-1-3- Essais de reconstitution des produits à partir de leurs fractions constitutives.

La semoule et les pâtes fabriquées reconstituées à partir de leurs propres fractions préalablement séparées, exercent un effet dépressif très prononcé sur l'extractibilité du gluten.

IV-1-4- Essais de supplémentation protéique des produits.

Il est possible que la valeur d'un mélange de semoules et/ou de pâtes ne soit pas la simple somme pondérée des valeurs des fractions constitutives, la supplémentation d'un produit par une fraction protéique peut améliorer ou dégrader sa qualité finale.

La semoule a été enrichie par une quantité équivalente à celle de chacune des fractions protéiques suivantes (gliadines, gluténines solubles, résidu insoluble), extraites soit de la semoule, soit de la pâte P3 (§ matériel et méthodes).

L'observation des **Figures IV-2** (a, b, c, d, e, f) et IV-3(a, b, c, d, e, f) montrent que:

- L'effet d'incorporation de la fraction gliadine est identique pour les deux mélanges. Une baisse sensible et régulière de la fermeté et de la recouvrance absolue est observée avec l'accroissement de la quantité des gliadines incorporées. Toutefois, la vitesse de diminution des valeurs obtenues est différente. Ainsi pour le mélange (semoule- fractions protéiques pâte III) on peut noter une baisse de la fermeté et de la viscoélasticité de l'ordre de 21 et 62% par rapport aux valeurs des caractéristiques du gluten de la semoule, alors que les valeurs correspondantes pour le mélange (semoule – fractions protéiques semoule) sont de 16 et de 59% (pour une incorporation de 100 mg de gliadines).

- L'addition des fractions gluténines provenant de la semoule ou de P3, n'exercent pas une influence sur la quantité de gluten extractible. Cette fraction gluténine semble s'associer aux protéines de la semoule. En ce qui concerne les caractéristiques du gluten, la principale observation effectuée est la légère augmentation de l'élasticité en fonction du taux d'incorporation et ceci quelque soit le mélange. Ceci est cohérent avec l'observation de Walsh et Gilles (1971) et de Edwards et al., (2001), qui ont montré que l'addition de gluténine à la pâte provoquait l'augmentation de la recouvrance absolue des spaghetti tandis que la fermeté varie peu.

- L'addition du résidu insoluble semble exercer un effet dépressif notamment dans le cas du mélange (semoule-P3) sur l'extractibilité du gluten. Cependant, la différence entre l'effet causé par la fraction "résidu insoluble" extraite de la semoule et celle issue de P3 semble indiquer qu'il existe un effet dû au séchage lui même. En effet, la diminution très importante de l'extractibilité du gluten du mélange (semoule-pâte P3) pourrait résulter de la

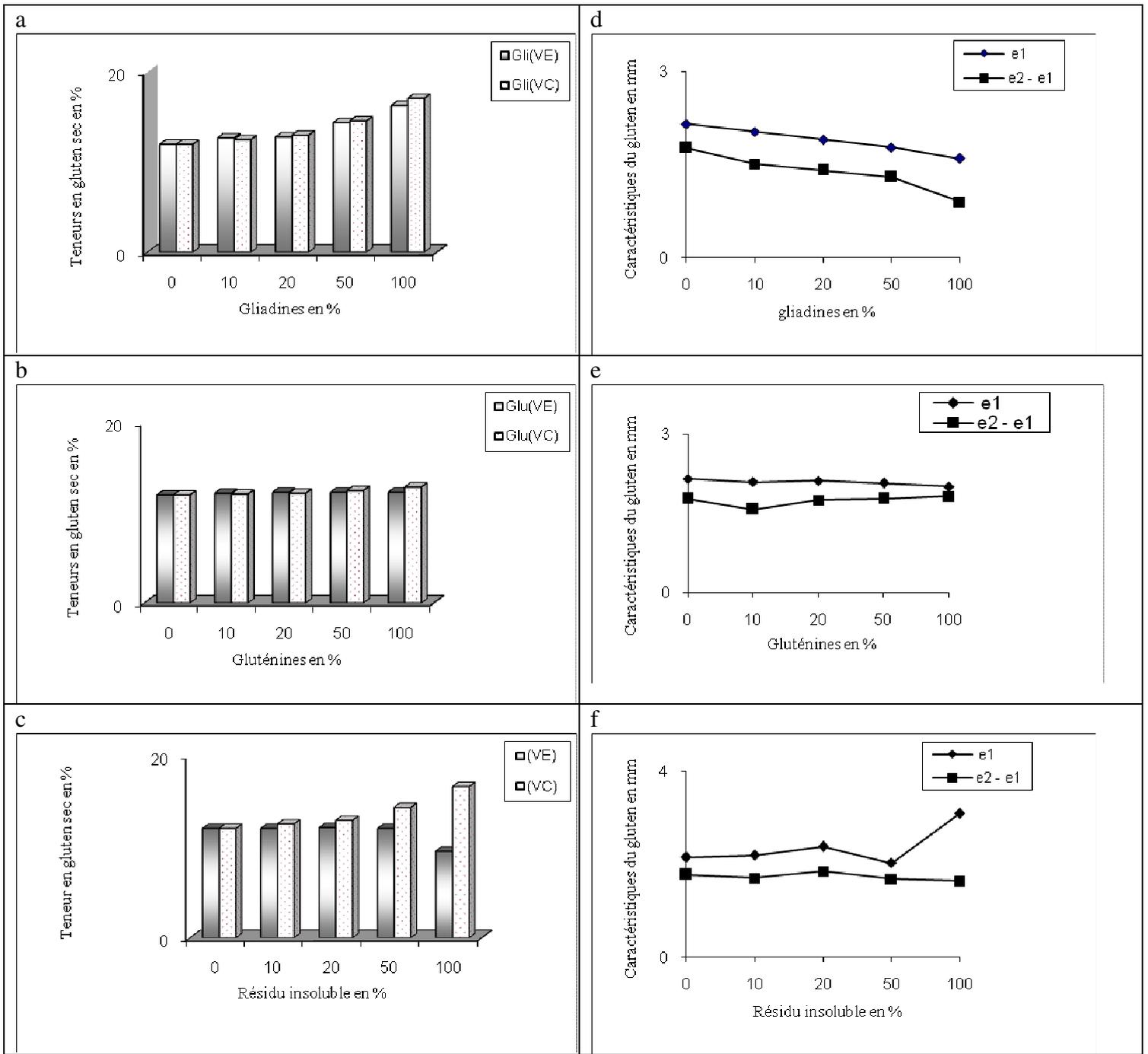


Figure IV-2 : Caractéristiques du gluten extrait de la semoule enrichie par l'addition d'une fraction protéique provenant de la semoule

VC: valeur calculée VE: valeur expérimentale e1: Fermeté en mm e2 - e1: élasticité en mm

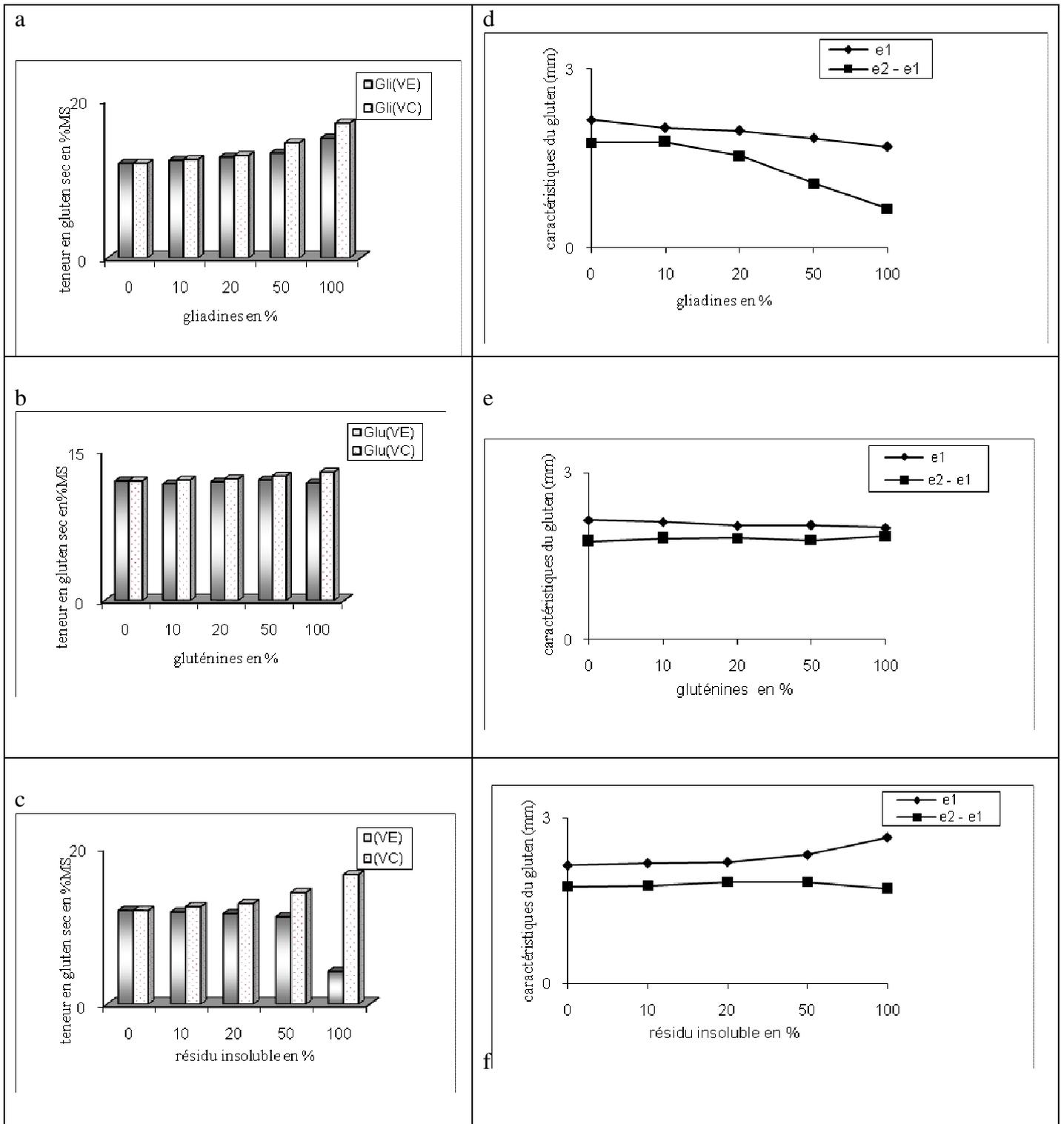


Figure IV-3 : Caractéristiques du gluten extrait de la semoule enrichie par l'addition d'une fraction protéique provenant de la pâte III
 VC: valeur calculée VE: valeur expérimentale e1: Fermeté en mm e2 - e1: élasticité en mm

dénaturation des protéines sous l'effet du traitement thermique élevé, ce qui empêcherait la formation du réseau glutineux. L'incorporation du "résidu insoluble" a pour effet d'augmenter la fermeté. L'augmentation de la fermeté peut s'expliquer éventuellement par le fait que le gluten contiendrait des protéines qui ont mieux résisté au séchage (protéines de type gluténines). En revanche, la recouvrance absolue n'est pas modifiée.

IV-1-5- Influence de la supplémentation et du séchage sur la composition électrophorétique des fractions protéiques (SDS-PAGE).

Si les modifications observées au niveau des propriétés technologiques du gluten sont nettes, le comportement électrophorétique des protéines extraites en milieu-SDS ne montre aucune différence dans les diagrammes des différents mélanges (semoule-pâtes) **Figure IV-4**.

Le diagramme électrophorétique des fractions protéiques du gluten de la semoule (S) et des pâtes séchées à 90°C (P3) est illustré **Figure IV-5**.

Par rapport au témoin, la fraction gliadine des pâtes P3 se caractérise par la disparition des sous unités de haut poids moléculaire et par une atténuation générale du diagramme. On peut admettre que le séchage a eu pour effet de favoriser l'insolubilisation des protéines de haut de poids moléculaire (HMWG) et de faible poids moléculaire (LMWG). Cela paraît rejoindre les résultats obtenus précédemment ainsi que certaines conclusions de Favier et al., (1996), concernant les changements dans la distribution des sous unités protéiques au cours des traitements thermiques des pâtes alimentaires.

- au niveau des gluténines solubles, les différences apparaissent dans l'affaiblissement des gliadines, la disparition des sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMWG) et la persistance des ω -gliadines.

- quant aux protéines résiduelles, le diagramme des pâtes traitées est peu intense et flou. Ce résultat tendrait à mettre en évidence un niveau d'agrégation plus élevé de ces sous unités dans les pâtes traitées thermiquement.

Cela permet de préciser que parmi les nombreuses sous unités protéiques observées, toutes ne sont pas affectées par le séchage. Celles qui subissent une certaine insolubilisation sont certainement celles qui présentent une aptitude particulière à entrer dans des complexes insolubles et qui, peut être, joueraient un rôle fonctionnel important. En effet, les résultats trouvés précédemment par SE-HPLC ont montré que la majeure partie de ce matériel est constituée par des protéines dont le poids moléculaire est compris entre 40 et 70 KDa et dont on sait quelles correspondent aux gluténines de faible poids moléculaire (LMWG).

La sensibilité de ces protéines à la chaleur déjà évoquée, est clairement démontrée. Cette sensibilité à la chaleur des LMWG a été souligné par plusieurs auteurs (Feillet et al., 1989; Favier et al., 1996; Dexter et Marchylo, 2000) et leur implication dans la qualité culinaire des pâtes séchées à haute température est due vraisemblablement à leur agrégation sous l'effet de la chaleur (Zweifel et al., 2003 ; Cubadda et al., 2007).

IV-1-6- Discussion

De l'ensemble des résultats obtenus, il ressort que :

- les essais de mélanges semoule-pâte III pour lequel la perte de gluten, plus forte que celle calculée, pourrait être due à une dénaturation des protéines au cours du séchage.

- Les essais de supplémentation de la semoule avec une fraction protéique, les gliadines et dans une moindre mesure, les gluténines solubles ne semblent pas être dénaturées par le séchage, puisque ces fractions peuvent être incorporées dans le réseau des protéines natives de la semoule au cours de l'extraction du gluten. Cela se traduit, d'ailleurs, par une modification des propriétés viscoélastiques du gluten obtenu. Par contre, les protéines résiduelles, en raison de l'effet dépressif qu'elles exercent sur la formation du gluten, semblent contenir les protéines (gluténines notamment les LMWG et les gliadines (α , β , γ) dans une moindre mesure) dénaturées et insolubilisées lors du séchage des pâtes.

- L'analyse électrophorétique des différentes fractions protéiques isolées soit de la semoule, soit des pâtes traitées thermiquement, confirme les résultats trouvés précédemment.

- chacune de ces fractions possède ainsi une distribution de poids moléculaire particulière, mais qui peut être sensiblement modifiée sous l'effet du traitement thermique élevé. Ainsi, les sous unités de gluténines de haut poids moléculaire (HMWG) et de faible poids moléculaire (LMWG) et certaines gliadines (γ -) tendent à s'insolubiliser sous l'effet des traitements thermiques, tandis que d'autres composants notamment les ω -gliadines ne semblent pas affectées. Un tel changement dans les propriétés de solubilité pourrait traduire, chez les protéines concernées, une modification dans la structure sous l'effet du séchage. Les sous-unités qui, après traitement, paraissent changer de groupe de solubilité pourraient précisément être celles qui joueraient un rôle fonctionnel important dans la pâte et qui pourraient expliquer certaines bases biochimiques des différences de qualité. Les LMWG ont en effet, cette capacité de réagir pour former des agrégats insolubles reposant très probablement sur la formation de liaisons disulfures.

IV-2- Relation entre les propriétés viscoélastiques des pâtes alimentaires et la composition protéique

La question est de savoir si l'on peut faire reposer les différences de viscoélasticité sur la présence, l'absence ou l'importance relative de groupes protéiques déterminés ou des constituants électrophorétiques identifiés.

Il est montré que globalement, les fractions de type gliadines ont un effet négatif sur la fermeté et l'élasticité du gluten tandis que les gluténines ont généralement un effet positif. Cela ressort des études d'incorporation des fractions protéiques étudiées précédemment.

En nous concentrant sur les seules gluténines et gliadines, nous avons alors cherché à préciser le rôle particulier de deux sous fractions (LMWG et γ -gliadine). Les essais de fractionnement et de supplémentation nous ont permis de mettre en évidence le rôle plutôt positif du résidu insoluble par rapport aux autres fractions sur les caractéristiques du gluten. Sous l'effet du traitement thermique, les LMWG et les γ -gliadines perdent progressivement leur solubilité, ce qui peut témoigner d'une plus grande aptitude à entrer dans des complexes insolubles au cours du processus technologique, notamment le séchage.

Afin de mieux comprendre le rôle de ces protéines dans la qualité culinaire, une étude de corrélation entre les propriétés viscoélastiques (IVG) et les différents résultats obtenus par extraction séquentielle et par SE-HPLC sur les pâtes traitées thermiquement (90°C) a été réalisée (Tableau IV-4).

Il ressort de ce tableau que la proportion de certaines fractions protéiques est corrélée significativement aux propriétés viscoélastiques des pâtes. En effet, le coefficient de corrélation le plus élevé est obtenu avec la fraction SDS-ME soulignant l'insolubilisation des protéines (éthanol-solubles, et SDS-solubles) dans l'acquisition de certaines propriétés viscoélastiques (IVG) des pâtes traitées thermiquement.

Parallèlement à cette étude et afin de préciser le rôle des LMWG et des gliadines dans l'acquisition des propriétés viscoélastiques, une corrélation entre l'évolution de la fraction SDS et celle de l'indice viscoélastique (IV) a été effectuée. Les analyses par SE-HPLC de la fraction SDS, nous ont permis d'estimer que cette fraction comprend environ 30% de gluténines (F1 + F2) et 58% de gliadines (F3 + F4).

Cette fraction correspond aux gluténines agrégées de la semoule notamment les LMWG. L'observation de la Figure III-7, montre que les protéines extraites dans cette fraction s'insolubilisent très rapidement au cours du séchage et que l'apparition des propriétés viscoélastiques importante n'est observée qu'à partir de l'insolubilité des protéines de faibles poids moléculaires. L'évolution de cette fraction avec l'indice de viscoélastique (IVG) est

Tableau IV-1 : Corrélations simples entre l'indice de viscoélasticité (IVG), l'état de surface (ESG), des pâtes P3, les fractions protéiques et les paramètres SE-HPLC

	F1	F2	F3	F4	F5	Ethanol	SDS	SDS-ME
IVG	0,54	0,71	0,62	0,51	0,33	0,54	0,65	0,69
ESG	0,38	-0,51	-0,30	-0,28	0,66	0,38	-0,51	-0,30

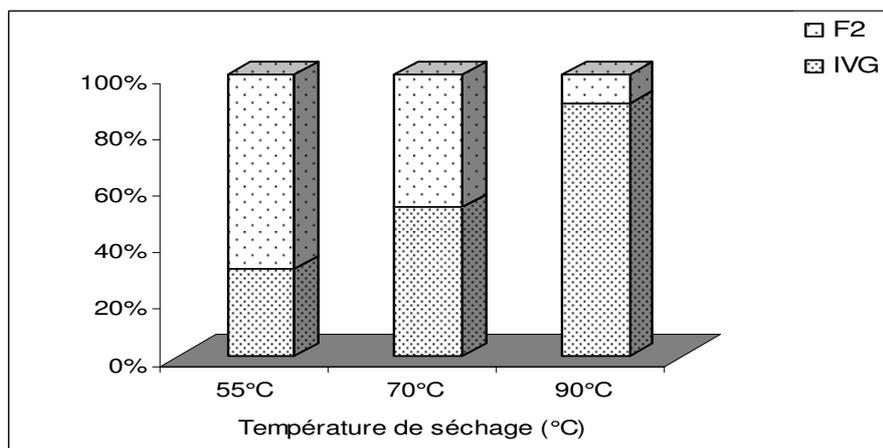


Figure IV-5 : Evolution de l'indice de viscoélasticité (IVG) et des LMWG (F2) en fonction de la température de séchage

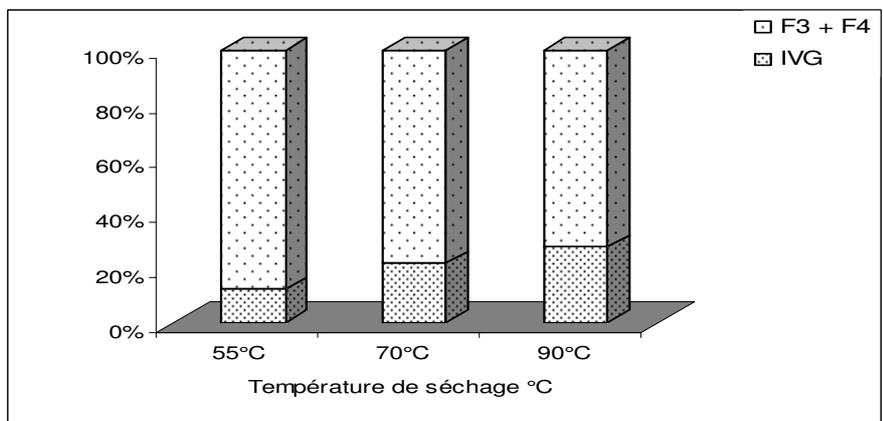


Figure IV-6 : Evolution de l'indice de viscoélasticité (IVG) et des gliadines (F3 + F4) en fonction de la température de séchage

indiquée sur la **Figure IV-5**. On constate que l'insolubilisation des gluténines, majoritairement composés de LMWG, permet d'acquérir des propriétés viscoélastiques particulières, puisque l'indice de viscoélasticité (IV) obtenu pour les pâtes séchées à 90°C est plus élevé que celui des pâtes témoins séchées à 55°C (10,1 et 8,15 respectivement). Les LMWG participent à l'acquisition des propriétés viscoélastiques par la formation d'un réseau insoluble.

Lorsque l'on analyse les protéines éthanol-solubles, contenant majoritairement des gliadines, en fonction de l'indice de viscoélasticité (IV) des pâtes alimentaires (**Figure IV-6**), on constate que celui-ci est aussi modifié, lorsque l'insolubilité des gliadines s'accroît de 55°C à 90°C, indiquant leur implication dans l'acquisition des propriétés viscoélastiques notamment à très haute température.

Il semblerait que le traitement de pâtes alimentaires à très haute température (90°C) permet l'établissement de liaisons intermoléculaires entre les gliadines et les agrégats de gluténines. L'implication de ces liaisons dans la création d'un réseau protéique covalent et insoluble permettrait le renforcement du réseau et entraînerait une amélioration des propriétés viscoélastiques à très haute température (90°C). Cette amélioration avec la température de séchage peut s'expliquer par une interactivité croissante des molécules qui s'agrègent de plus en plus rapidement. L'étude de la cinétique thermique d'insolubilisation des protéines solubilisées dans le SDS des pâtes alimentaires en fonction de la durée et de la température par Favier et al., (1996) a mis en évidence une température seuil d'insolubilisation des gluténines vers 80°C. Les gliadines présentant une thermosensibilité plus faible, s'associent en quantités significatives aux polymères de gluténines insolubilisés. Lorsque ce seuil d'insolubilisation est dépassé, l'indice de viscoélasticité (IV) s'accroît brusquement. Les gliadines semblent participer, au même titre que les gluténines, à l'apparition de ces nouvelles propriétés.

Ces résultats montrent le caractère essentiel de la teneur en gluténines + gliadines de la semoule pour la fabrication de pâtes alimentaires séchées à très haute température.

IV-3- Discussion

Les relations observées entre la composition protéique et les propriétés viscoélastiques du gluten peuvent être transposées aux propriétés rhéologiques des pâtes cuites. Une teneur élevée en HMWG assurerait aux pâtes cuites une bonne fermeté alors que leur teneur en LMWG déterminerait leurs propriétés élastiques. L'évolution des teneurs en ces différentes fractions en fonction de la température de séchage expliquerait que les produits traités thermiquement possèderaient des propriétés élastiques plus élevées que les pâtes témoins.

Mais si certains constituants sont corrélés positivement avec une viscoélasticité élevée, les coefficients obtenus ne permettent pas de conclure à une relation entre un constituant protéique donné et la viscoélasticité des pâtes. Ceci, montre bien que la viscoélasticité est en fait un phénomène complexe qui est la résultante de l'interaction de nombreux constituants du gluten. Cependant, ces corrélations peuvent expliquer certaines différences comportementales des pâtes sous l'effet du séchage.

Il a été montré que les pâtes séchées à haute température étaient plus riches en protéines fortement agrégées. Ces protéines seraient capables d'assurer la formation d'un réseau protéique continu autour des grains d'amidon (Troccoli et al., 2000 ; Marchylo et al., 2001). L'utilisation de méthodes dites « dynamiques » (incorporation de gliadines et de gluténines, reconstitution) avec observation des modifications apportées au niveau de la viscoélasticité du gluten a permis de mieux comprendre la « réactivité » de ces protéines.

L'incorporation des gliadines ou des gluténines directement au gluten a confirmé le rôle de ces constituants sur l'acquisition des propriétés viscoélastiques sous l'effet des traitements thermiques. Les traitements thermiques ont confirmé la différence de réactivité de ces groupes de constituants. En effet, la disparition plus rapide des sous unités gluténines (HMWG et LMWG) sous l'effet du séchage et celles des α , β , γ -gliadines après traitement thermique prolongé, montrent que ces protéines sont sensibles à la dénaturation thermique. Nous avons donc émis l'hypothèse que ces constituants au cours des traitements thermiques participent par l'intermédiaire de nouvelles liaisons disulfures à la formation d'agrégats rendant ainsi ces protéines inextractibles par l'acide acétique.

En ce qui concerne l'influence de la composition protéique sur l'état de surface des pâtes cuites, les différences de composition protéique ne semblent pas, à première vue, pouvoir expliquer à elles seules les différences d'état de surface entre les différentes pâtes fabriquées. Il est probable que d'autres constituants tels que les lipides interviennent eux aussi, seuls ou en interaction avec les protéines. En effet, d'après Kobrehel (1980), les différences de solubilité observées dans les solutions de savon indiqueraient une participation des lipides dans ces structures (formation de liaisons hydrophobes). Les agrégats ainsi formés seraient très compacts avec peu de liaisons hydrogènes, ce qui permettrait au réseau protéique de résister à la pénétration rapide de l'eau à l'ébullition venant gélatiniser l'amidon.

CHAPITRE V : Modification des lipides des pâtes alimentaires sous l'effet des traitements thermiques

Parmi les composés biochimiques du blé, les lipides participent à l'expression de la qualité culinaire du produit fini (Laignelet, 1983a). Bien que leur proportion dans la composition de la farine ou de la semoule soit peu importante (1 à 2%M.S.), le rôle des lipides dans l'expression de la qualité des produits céréaliers a été largement souligné, notamment en panification (Morrisson, 1978 ; Pomeranz, 1988 ; Chung, 1986 ; Bekes et al., 1986 ; Larsen et al., 1989; Graybosh et al., 1993 ; Ohm et Chung 2002). Les lipides agissent ainsi sur les propriétés rhéologiques de la pâte à pain par l'intermédiaire de l'oxydation des acides gras polyinsaturés et sur la stabilisation des alvéoles de gaz dans la pâte par des interactions entre les lipides et les protéines à l'interface de l'eau et de l'air. Les lipides polaires (glycolipides et phospholipides) améliorent le volume du pain alors que les lipides non polaires exercent un effet négatif (Daftary et al., 1968 ; MacRitchie, 1977). Les lipides libres agissent sur la viscosité des pâtes, mais affectent peu leur élasticité (Feillet, 2000).

La contribution des lipides en pastification a été peu étudiée (Matsuo et al.,1986). Les lipides sont surtout impliqués dans la couleur et dans la tenue à la cuisson des pâtes alimentaires. D'après Feillet (2000), certaines classes de lipides et en particulier les glycolipides contribueraient à la cohésion du réseau glutineux et à l'intégrité des pâtes alimentaires, en interagissant par le biais de liaisons hydrogène ou hydrophobe avec les protéines et les chaînes d'amylose. Les lipides libres de la semoule interagiraient avec les protéines et l'amidon au cours du malaxage de la semoule (Olcott et Mecham, 1947 ; Chiu et Pomeranz, 1966 ; Chung et Tsen, 1975) et/ou du séchage des pâtes (Barnes et al., 1981 ; Laignelet, 1983b). Au cours de la cuisson, des résultats parfois contradictoires ont été publiés pour décrire l'influence des lipides sur la qualité culinaire des pâtes alimentaires. Dahle et Muenchow (1968) ont montré que la délipidation de la semoule par du butanol saturé d'eau donne des pâtes collantes, avec une forte proportion d'amylose dans l'eau de cuisson. Pour Matsuo et al., (1986), le collant des spaghetti est contrôlé par les lipides neutres. Pour Lin et al. (1974b), les lipides polaires et les lipides apolaires n'affectent pas les caractéristiques des pâtes cuites. Kim et Robinson (1979), Eliasson et krog (1985) et Matsuo et al., (1986) ont montré que la complexation des monoglycérides exerce une diminution importante du collant et induit une plus grande tolérance des pâtes à la surcuisson. Laignelet (1983a) a indiqué que la qualité culinaire des pâtes cuites est améliorée par l'oxydation des lipides du gluten

Peu d'études ont été faites sur l'influence des traitements thermiques sur les lipides. Les rares études portent essentiellement sur l'effet de la fabrication. Barnes et al., (1981) ont montré que 90% environ des lipides libres (extraits par l'hexane) deviennent liés (extraits à chaud par le butanol saturé d'eau) au cours de la fabrication des pâtes alimentaires, notamment pendant le séchage: les lipides formeraient des liaisons faibles avec les protéines et l'amidon puis seraient « piégés » dans la matrice déshydratée de protéines et d'amidon. Selon Morrisson (1981), les traitements thermiques ont pour effet de complexer les lipides à l'amylose des amidons endommagés ou gélatinisés. D'après Ait Mouh (1989), la composition en lipides libres et liés reste sensiblement la même quelque soit les températures et les conditions de séchage appliquées aux pâtes alimentaires.

La modification de l'état des lipides a été suivie par:

- la détermination de la teneur et la composition lipidique des pâtes alimentaires.
- la mesure de la solubilité des protéines et des lipides dans différents solvants.

Les résultats des analyses réalisées sur la semoule, les pâtes séchées à 55°C et les pâtes traitées thermiquement à 90°C pendant 120mn de la variété Bidi 17 sont rassemblés dans la **Figure V-I**.

V-1- Effet du séchage sur la teneur et la composition lipidique des pâtes alimentaires

Les lipides représentent environ 2% de la semoule; 60% constituent les lipides libres (extractibles par des solvants non polaires) et 40%, les lipides liés (y compris les lipides fortement liés à l'amidon).

V-1-1- Sur les lipides libres et liés.

L'examen de la Figure V-I montre que les lipides libres représentent 60 % des lipides totaux de la semoule. Au cours de la fabrication des pâtes alimentaires en particulier lors des opérations de pastification et de séchage, on observe une diminution du taux des lipides libres extractibles au détriment des lipides liés, pour ne représenter que 38 % des lipides totaux.

Toutefois après séchage à 90°C, les lipides libres et liés se trouvent presque totalement acylés aux autres composés biochimiques de la semoule puisque seulement 21% de lipides libres sont extraits contre 79 % pour les lipides liés. Ces résultats confirment les observations faites par Barnes et al., (1981) qui note que pendant la pastification, surtout le séchage, les lipides libres se lient aux autres constituants de sorte que 10% seulement des lipides demeurent encore extractibles par l'hexane.

V-1-2- Discussion :

L'étude de l'influence des traitements thermiques sur les différentes fractions lipidiques des pâtes alimentaires montre que les lipides libres se complexent aux protéines et à l'amidon dès l'hydratation des semoules (Morrisson, 1981). Au cours des opérations de fabrication, ce sont les lipides apolaires par l'intermédiaire des triglycérides et des diglycérides qui se complexent aux composés biochimiques des pâtes alimentaires. L'augmentation des lipides liés, au cours de la fabrication a été associée à l'oxydation des groupements thiols. Cette oxydation est d'autant plus importante que la quantité de lipoxygénase est élevée (Laignelet, 1987). D'après Daniel et al., (1970), l'oxydation des groupements thiols provoque une modification de la distribution des charges à la surface de la protéine conduisant à l'inversion de la micelle lipoprotéique et à l'apparition de sites hydrophiles. Dès lors, l'eau en entrant dans la structure protéique libère les lipides qui y sont fixés. Après traitements thermiques ce sont les lipides polaires en particulier les glycolipides qui agissent sur la qualité des pâtes alimentaires.

Afin de rechercher parmi les constituants lipidiques interagissant avec les protéines du gluten au cours de la pastification et des traitements thermiques, une délipidation à l'éther de pétrole et un fractionnement protéique dans l'eau et dans l'acide acétique (0,015) ont été réalisés.

V- 2 - Fractionnement des produits délipidés

V-2-1- Evolution de la répartition des protéines au cours des traitements thermiques

Pour suivre l'effet de la délipidation sur les propriétés des protéines, nous avons étudié leur solubilité dans l'eau et l'acide acétique (solvants susceptibles de rompre les liaisons ioniques et hydrogènes) selon la **Figure 8** (§ Matériel et Méthodes).

Les résultats rassemblés dans le **Tableau V-1** montrent que la délipidation des semoules et des pâtes séchées à 55°C et 90°C, entraîne une diminution de la solubilité des protéines dans l'eau (18%, 8% et 29% respectivement) et dans l'acide acétique (8%, 18% et 41% respectivement) et une augmentation du résidu insoluble (48%, 33% et 24% respectivement) des différents produits analysés.

La solubilité des protéines (dans l'eau et l'acide acétique) des pâtes délipidées, décroît fortement pour les pâtes traitées thermiquement (90°C).

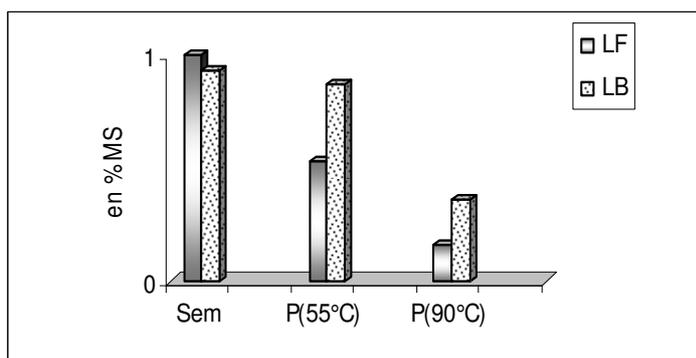


Figure V-I: Evolution des fractions lipidiques en fonction de la température de séchage
 LF : Lipides libres LB : Lipides liés

Tableau V-1 : Evolution de la solubilité des protéines sous l'effet de la délipidation et des traitements thermiques (en % des protéines totales)

Echantillons	Eau	Ac.Acétique	Résidu Insoluble
Semoule (Bidi 17)	20,2	70,9	8,9
Pâtes (55°C)	16,9	58,3	24,8
Pâtes (90°C)	13,1	32,5	54,4
Semoules délipidées	16,4	65,4	16,2
Pâtes(55°C) délipidées	15,6	47,8	36,6
Pâtes(90°C) délipidées	9,3	17,8	71,3

Tableau V-2 : Evolution de la répartition des lipides dans les différentes fractions protéiques de la semoule et des pâtes alimentaires (90°C) en (% de la fraction considérée).

Semoule	LB	LNPB	LPB	LNP/LP	pâtes	LNPB	LPB	LNP/LP
Lipides Liés	100	8,60	86,02	0,1	100	18,39	36,78	0,50
Eau	12,90	traces	12,90	-	8,70	4,10	4,60	2,50
Ac.Acétique	38,71	2,15	36,56	0,06	6,90	traces	traces	-
Insoluble	43,01	6,45	36,56	0,18	50,57	18,39	32,18	0,57

LB : Lipides liés LNPB : Lipides liés non polaires LPB : Lipides liés polaires

On constate que l'acide acétique solubilise environ 70% des protéines totales de la semoule. Celles-ci correspondent à la majeure partie des gluténines qui sont fortement insolubilisées après délipidation. Cette diminution est d'autant plus importante que les pâtes soient traitées thermiquement (41%).

En plus du traitement thermique appliqué, la délipidation provoque une augmentation de 24% environ du résidu insoluble et une diminution de 29% des protéines solubles dans l'eau.

De l'ensemble de ces résultats, il ressort que la diminution de la solubilité des protéines lors de la délipidation est due probablement à l'implication des lipides dans l'insolubilisation des protéines et par conséquent dans leur agrégation.

Pour tenter de faire la part des lipides dans l'insolubilisation des protéines, nous avons procédé au dosage des différentes classes lipidiques dans les différentes fractions protéiques de la semoule et des pâtes alimentaires traitées thermiquement.

V-2- 2- Evolution de la répartition des lipides dans les différentes fractions protéiques

L'évolution des différentes classes lipidiques des fractions protéiques extraites à l'eau, puis à l'acide acétique, à partir de la semoule et des pâtes séchées à 55°C et 90°C, est donnée dans le **Tableau V-2**.

La semoule comprend en moyenne 13% des lipides solubles dans l'eau. La répartition des lipides entre les fractions solubles et insolubles dans l'acide acétique est en moyenne de 39% et 43 % des lipides liés. Au cours de la fabrication des pâtes alimentaires et notamment du séchage, 33% des lipides solubles dans l'eau et 82% des lipides solubles dans l'acide acétique sont passés dans le résidu insoluble dans l'acide acétique. Quant aux lipides polaires et apolaires, leurs proportions évoluent en sens inverse dans les différentes fractions.

Dans l'ensemble, cette série d'extraction permet de penser qu'au cours de la fabrication et sous l'effet du séchage appliqué à très haute température, 92% des lipides liés de la semoule se retrouve dans la fraction gluténine dont les 2/3 sont des lipides polaires et 8% dans la fraction soluble dans l'eau. Ces résultats sont proches de ceux donnés par Olcott et Mecham (1947), selon lesquels plus de 80% des lipides du gluten sont associés aux gluténines obtenues par précipitation à pH 5-6 de l'extrait soluble dans l'acide acétique du gluten. Pour Chung et Tsen (1975), dans la farine, 40,5% des lipides de la fraction soluble dans l'acide acétique (36,3% des lipides neutres et 97% des lipides polaires) sont associés à la gluténine contre 25,5% à la gliadine. D'après, Frazier et al., (1981), le fractionnement des protéines

solubles dans l'acide acétique par précipitation au sulfate d'ammonium montre que les lipides liés sont distribués presque entièrement entre les gluténines de haut poids moléculaire et des protéines restant solubles en présence de 20% de sulfate d'ammonium. Les gliadines obtenues par précipitation contiennent très peu de lipides. Mais quand le gluten est dissout dans de l'acide acétique et que le fractionnement des protéines solubles en gliadines et gluténines est réalisé par l'éthanol 70%, c'est la fraction gliadine qui contient le plus de lipides (Ponte et al., 1967). Les gliadines se trouvent associées à 68% des lipides du gluten contre 32% pour les gluténines (Hoseney et al., 1970).

Ainsi, les travaux effectués par différents auteurs, aboutissent parfois à des résultats apparemment contradictoires. Néanmoins, ils mettent en évidence l'importance des interactions entre lipides et protéines, en particulier les liaisons hydrophobes, sur les phénomènes d'agrégation des protéines du gluten et leur solubilité.

V-3- Discussion

De l'ensemble des résultats précédents, il ressort que les lipides malgré leur faible importance quantitative, jouent un rôle non négligeable dans la tenue à la cuisson des pâtes alimentaires. Le rôle fonctionnel des lipides, dépend en grande partie des interactions qui s'établissent avec les autres constituants et en particulier avec certaines protéines. Parmi les lipides interagissant avec les protéines du gluten, les glycolipides sont susceptibles de jouer un rôle important.

Dans les pâtes alimentaires, la majeure partie des lipides libres de la semoule passe sous forme liée notamment après séchage à 90°C. L'augmentation de la teneur en lipides liés après pastification est due à l'augmentation de la teneur en triglycérides et en diglycérides. La baisse de la teneur en lipides polaires des lipides liés est due vraisemblablement à leur liaison avec les protéines du gluten par le biais des glycolipides.

La délipidation et le processus de séchage modifient la répartition des lipides et des protéines, ils diminuent leur extractibilité dans les différents solvants. Cette diminution est fonction de la quantité des lipides extraits, elle est d'autant plus importante que le traitement thermique appliqué est élevé. Ceci est vraisemblablement dû à l'existence de liaisons hydrophobes entre protéines et lipides qui seraient détruites lors de la délipidation et du séchage. Ainsi, les sites protéiques non polaires deviennent plus accessibles, ce qui diminue la solubilité des protéines dans l'acide acétique. Les gluténines possèderaient une plus forte concentration en groupements polaires disponibles pendant le séchage à haute température et moins de groupements hydrophobes que la semoule. Et la fonctionnalité des gluténines

pourrait provenir des interactions hydrophobes qu'elles ont avec les autres constituants et en particulier avec les lipides de la semoule après hydratation (Chung et al., 1979). La diminution de la solubilité dans l'acide acétique peut être attribuée à des phénomènes d'agrégation des protéines en absence de lipides. Parmi les lipides se sont les glycolipides qui interviennent dans l'agrégation des sous unités spécifiques des gluténines (Bushuk et al., 1980). Selon Monet et al., (1987), au cours du séchage à haute température des pâtes alimentaires, les lipides polaires se complexent aux sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMWG) par l'intermédiaire des groupements SH et forment des complexes lipoprotéiques insolubles.

Les lipides interviennent dans les phénomènes d'agrégation des protéines solubles dans les solvants, qui conduisent après séchage à l'insolubilisation de plus de 55% des protéines natives de la semoule. L'état d'agrégation des sous unité gluténines a été observé, après étude par chromatographie d'exclusion-diffusion et analyse des fractions en électrophorèse par Bekes et al., (1983). Les résultats obtenus indiquent que les sous unité gluténines de faible poids moléculaire ont plus tendance à s'agréger avec celles de hauts poids moléculaires lorsque les gluténines ont été extraites de la farine délipidée. Bekes et al., (1983) concluent que les lipides induisent une agrégation réversible des sous unité gluténines. En effet, lorsque les agrégats de haut poids moléculaire sont délipidés, ils se séparent par chromatographie d'exclusion-diffusion, en cinq fractions de plus petites tailles qui s'agrègent de nouveau par l'addition des lipides.

On peut admettre qu'au cours de la mise en forme puis du séchage; les protéines réagissent avec les lipides de la pâte à travers des liaisons hydrophobes pour former des agrégats insolubles. En effet, l'eau d'hydratation des semoules provoque un remaniement complet des structures lipidiques en favorisant la création de vésicules lipidiques hautement mobiles dans les pâtes de blé. Cette grande mobilité des vésicules permet d'entrevoir la multiplicité et la complexité des interfaces protéines/ lipides/ eau créées au cours du processus de fabrication des pâtes alimentaires. La température élevée utilisée au cours du séchage pourrait influencer directement le devenir des interactions lipides/ protéines et jouer un rôle important dans les phénomènes d'agrégation des protéines et dans l'évolution des propriétés rhéologiques des pâtes alimentaires.

CONCLUSION GENERALE

Cette étude montre que les traitements thermiques intervenant dans les processus de fabrication des pâtes alimentaires, dont on sait qu'ils induisent des modifications dans le réseau protéique de la pâte, peuvent être utilisés comme outil d'une approche dynamique de l'étude des bases biochimiques de la qualité culinaire. Il a ainsi été possible d'obtenir de nouvelles indications sur le mode d'action d'association protéiques ainsi que de préciser certaines hypothèses sur la nature des liaisons intervenant à leur niveau.

L'influence du séchage sur la qualité des pâtes alimentaires a été appréciée en déterminant l'évolution de la qualité culinaire, de la quantité et des caractéristiques du gluten, de la quantité et des caractéristiques des protéines et des lipides constitutifs :

➤ **variabilité protéique et lipidique des semoules de blé dur.**

Sur l'ensemble des variétés analysées, une variabilité protéique et lipidique importante est observée. L'analyse de la variance met en évidence un effet hautement significatif de la variété sur les différentes caractéristiques des protéines et des lipides étudiées (gluten index, volume de sédimentation SDS, temps de développement et hauteur du mixographe, lipides libres et lipides liés).

L'étude de la matrice de corrélation montre qu'il existe deux groupes de données apparemment indépendantes. D'une part, les teneurs en protéines, en gluten sec et humide sont fortement corrélées entre elles de façon positive; d'autre part, le volume de sédimentation dans le SDS et les caractéristiques mixographiques sont également corrélés entre eux. Au seuil de $P < 0,05$, il n'existe pas de corrélations entre les caractéristiques physico-chimiques des semoules et les différentes teneurs en lipides. L'absence de ces corrélations dans la semoule laisse supposer que les associations lipoprotéiques ne se formeraient qu'au cours du procédé de fabrication.

Le fractionnement électrophorétique des gliadines des différentes variétés de blé dur sur gel de polyacrylamide (Acide-PAGE) permet de distinguer deux principaux types de gliadines : γ -gliadine 42 et γ -gliadine 45. Les variétés Waha et Sahel sont du type 42 tandis que toutes les autres sont du type 45. La coexistence de ces 2 bandes chez la variété Ost a été constatée.

L'examen des sous-unités gluténines de haut poids moléculaires (HMW) par SDS-PAGE montre que sur l'ensemble des variétés de blé dur analysées, six bandes différentes ont

été identifiées. Les allèles Glu-B1b (7+8), Glu-B1d (6+8) et Glu-B1e (bande 20) sont présentes respectivement en proportions de 44%, 22% et 22% des variétés étudiées. Concernant les sous unités gluténines de faible poids moléculaire (LMW-1 et LMW-2), les variétés montrant la bande γ -gliadine 42 possèdent le groupe des gluténines LMW-1 et celles possédant la γ -gliadine 45, le groupe des gluténines LMW-2. Une nette prédominance des diagrammes aaa (88%) par rapport à bba (12%) est constatée.

Les résultats obtenus par analyse densitométrique montre un pourcentage relatif en HMWG beaucoup plus faible chez le type γ -45 par rapport au type γ -42. Corrélativement à cette diminution, les teneurs en LMWG et en γ -gliadine augmentent. L'analyse de la composition des gluténines a mis en évidence l'étroite relation entre les allèles des LMWG contrôlés par le locus Glu-B3 et la force du gluten évaluée par le volume de sédimentation SDS et le temps de développement du mixographe. Cette relation nous a conduit à rechercher l'aptitude de ces sous unités de gluténines à interagir avec les autres composants protéiques et non protéiques par des liaisons de type hydrophobe ou covalent.

La SE-HPLC permet de différencier les agrégats protéiques en fonction de leur masse moléculaire, à partir d'extraits protéiques réalisés en milieu dissociant (le SDS). Des différences importantes sont observées entre les semoules issues de blés de type γ -45 et celles de type γ -42 (Waha et Sahel): les semoules Waha et Sahel ont la teneur en protéines solubles la plus élevée, les proportions d'agrégats de gluténines (F1 et F2) les plus faibles et les proportions de F3 (ω -gliadines), de F4 (α , β , γ -gliadines) et de F5 (albumines et globulines) les plus élevées.

➤ **influence du séchage sur la qualité culinaire**

La qualité culinaire, qu'elle soit appréciée par l'indice général de viscoélasticité (IV) ou par la mesure de l'état de surface (ES), est maximale pour les échantillons séchés à 90°C et minimale pour les produits séchés à 55°C. Les pâtes séchées à 70°C se placent en situation intermédiaire proche des produits séchés à 90°C. L'état de surface apparaît comme le paramètre qui bénéficie le plus du séchage à haute température. Cette caractéristique est, en général, améliorée pour tous les produits des variétés examinées. L'amélioration est d'autant plus forte que la température appliquée est élevée et les produits sont de qualité culinaire insuffisante.

L'amélioration de la qualité culinaire au cours d'un traitement thermique à très haute température dénote probablement une dénaturation profonde des protéines de la semoule.

➤ **modifications des protéines sous l'effet de traitement thermique.**

Quelle que soit leur origine variétale, tous les produits ont un comportement sensiblement identique pour tous les solvants utilisés. La solubilité des protéines dans les différents solvants (NaCl, éthanol et SDS) des pâtes alimentaires décroît fortement en fonction de la température et de la durée de séchage et augmente dans le tampon borate SDS-ME des pâtes aussi bien pour les pâtes séchées à 55°C, 70°C ou 90°C.

Dans l'ensemble, cette première série d'extraction séquentielle permet de penser qu'au cours du traitement, sous l'effet de la chaleur, les protéines subissent des modifications structurales se traduisant notamment au niveau de leurs propriétés de solubilité et de leur capacité à participer à des agrégats. Il est probable que des liaisons sont impliquées dans ce phénomène. La diminution de la teneur des albumines-globulines, de la teneur en gliadine ainsi que de la teneur en gluténines SDS solubles observées au cours des traitements thermiques, et l'augmentation de la teneur en gluténines ME sont cohérentes avec la formation de nouvelles liaisons disulfures entre les chaînes polypeptidiques.

➤ **évolution de la solubilité des protéines au cours des différentes étapes de fabrication.**

De l'ensemble des résultats obtenus il ressort que la chute de solubilité des protéines lors du traitement thermique à 90°C est due en grande partie, d'une part à des interactions non covalentes hydrophobes et d'autre part à la formation de nouveaux ponts disulfures entre chaînes polypeptidiques ou entre ces dernières et d'autres constituants.

L'insolubilisation des protéines survenant lors des traitements thermiques découle de l'agrégation par polymérisation disulfure des gluténines et des gliadines. La rupture, même partielle, des ponts disulfures permet la récupération de la solubilité protéique.

L'évolution des différents paramètres SE-HPLC permet de montrer que les pics F1 et F2 sont les plus affectés par le traitement thermique. Les agrégats contenus dans ces fractions ne sont plus extraits par le SDS à partir des produits traités thermiquement. On suppose que les protéines qui les composent ont été insolubilisées dans de gros agrégats de taille supérieure à la limite d'exclusion de la colonne. Ainsi l'insolubilisation générale des protéines des pâtes lors du séchage touche plus particulièrement les HMWG et les LMWG.

La comparaison des profils électrophorétiques (SDS-PAGE) des échantillons montre, au cours de la pastification, il n'y a aucune modification qualitative. Après traitement thermique, les sous unités gluténines présentes dans la semoule disparaissent totalement, les

bandes de 30 à 45KDa correspondant aux gliadines s'atténuent progressivement sous l'action de la chaleur notamment à 90°C/120mn. Ce résultat met donc en évidence l'implication des gliadines à très haute température dans le processus d'insolubilisation.

Les essais de **reconstitution** des pâtes et de **supplémentation** de la semoule par différentes fractions protéiques confirment l'insolubilisation des HMWG et des LMWG sous l'action de la chaleur et la stabilité de certaines gliadines (ω -gliadine). L'analyse électrophorétique en milieu SDS montre aussi que ce sont les HMW et les LMW qui tendent à s'insolubiliser lorsqu'on passe de la semoule aux pâtes séchées à haute et très haute température, tandis que les ω -gliadines ne semblent pas être affectées. L'existence d'une relation entre les LMVG et l'indice de viscoélasticité des pâtes alimentaires a été mise en évidence.

La participation d'autres constituants tels que **les lipides** à la formation des agrégats n'est pas exclue.

➤ **modification des lipides sous l'effet des traitements thermiques**

L'examen des résultats montre que la majeure partie des lipides libres de la semoule passe sous forme liée après séchage à basse température (55°C). L'étude de l'influence des traitements thermiques sur les différentes fractions lipidiques montre que les lipides libres se complexent aux protéines dès l'hydratation des semoules. Au cours des opérations de pastification, ce sont les lipides apolaires par l'intermédiaire des triglycérides qui se complexent aux composés protéiques des pâtes. Les lipides polaires en particulier les glycolipides agissent sur la qualité des pâtes au cours du séchage. Les différences de solubilités dans l'acide acétique indiqueraient une participation des lipides dans ces structures (formation de liaisons hydrophobes). Au cours du séchage à très haute température, les lipides polaires se complexent aux LMWG par l'intermédiaire de groupements SH et forment des complexes lipoprotéiques. Les agrégats ainsi formés par le biais de ponts disulfures auraient une structure plus cohésive et plus stable qui expliquerait l'amélioration de la viscoélasticité des pâtes alimentaires.

Cette étude a permis de contribuer à la connaissance des phénomènes qui interviennent au cours du séchage des pâtes alimentaires à très haute température. Elle a montré et confirmé que la dénaturation des protéines, mesurée par la perte de leur solubilité dans différents solvants, est la première conséquence du traitement thermique ; cette dénaturation-agrégation est d'autant plus importante que la température de séchage est élevée. Elle s'explique par la formation d'interactions non covalentes hydrophobes et de liaisons

covalentes (S-S) entre lipides-protéines et protéines-protéines. La prédominance de liaisons covalentes disulfures se traduirait par une plus grande rigidité du maillage protéique et par suite par une moins grande aptitude de ce dernier à se déformer (perte de viscoélasticité) et à se déliter (diminution des pertes à la cuisson et du collant) en créant éventuellement de nouvelles liaisons au cours de la cuisson. De ce fait, après séchage à basse température (55°C), il n'y a pas de rupture de liaisons covalentes des chaînes polypeptidiques, la dénaturation des protéines entraîne un dépliement de la structure native repliée des protéines. Les groupes fonctionnels auparavant associés à l'intérieur de la molécule, deviennent disponibles et peuvent développer des liaisons extérieures pour interagir avec d'autres protéines ou d'autres constituants tels que les lipides, en fonction de la température et de la durée du traitement, contribuant ainsi au renforcement des agrégats par interaction hydrophobes. Simultanément, l'échange entre groupes -SH et S-S est facilité entre les liaisons disulfures exposées et les groupes -SH des molécules adjacentes (Schofield, 1986) conduisant à un niveau d'agrégation plus élevé et donc à un état structural plus stable (Wall et Huebner, 1981)

Des études complémentaires sont nécessaires. Il serait intéressant de préciser les modifications de la structure des protéines par le dosage des résidus d'acides aminés consécutifs aux traitements thermiques et qui rendent compte de la qualité des pâtes alimentaires. Il faudrait également :

- Etudier le mécanisme d'agrégation des protéines du blé et plus particulièrement les sous unités gluténines de faible poids moléculaire et quantifier les liaisons chimiques disulfures ou autres impliquées.

- Procéder à l'isolement, la purification et la caractérisation biochimique fine des sous unités gluténines de faible poids moléculaire des blés durs et de les doser au cours de leur cinétique d'apparition lors de la fabrication (séchage).

- Introduire les techniques de la biologie moléculaire qui constituent des outils beaucoup plus performants pour la compréhension des relations entre composition protéique, lipidique, qualité technologique et aspects génétiques.

- Isoler éventuellement les gènes codant pour les LMWG-2 en vue de la création de matériel végétal nouveau.

Ceci permettra de faire progresser la compréhension du rôle des constituants du blé (protéines, amidon, lipides) dans la qualité des pâtes alimentaires.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abecassis J., Alary R., Feillet P., 1984.** Influence des températures de séchage sur l'aspect et la qualité culinaire des pâtes alimentaires. *Ind. des Céréales*, 31, 13-18.
- Abecassis J., Gautier M.F., Autran J.C., 1990.** La filière blé dur-pâtes alimentaires. Apport complémentaire de la technologie et de la génétique dans l'amélioration de la qualité. *Ind. Ali. Agri.*, 107, 475-482.
- Addo K. and Pomeranz Y., 1992.** Effects of lipids and emulsifiers on alveograph characteristics. *Cereal Chem.*, 69, 6 - 12.
- Agyarea, K. K., Addob K., Xionga Y.L., Akohc C.C., 2005.** Effect of structured lipid on alveograph characteristics, baking and textural qualities of soft wheat flour. *J. Cereal Sci.*, 42, 309-316.
- Ait-Mouh O., 1989.** Influence des conditions de séchage à très haute température sur les propriétés des pâtes alimentaires. Thèse de Doctorat. USTL. Montpellier, p 94.
- Aktan B. and Khan K., 1992.** Effect of high-temperature drying of pasta on quality parameters and on solubility, gel electrophoresis, and reverse-phase high-performance chromatography of protein components, *Cereal Chem.*, 69, 288.
- Alary R. and Kobrehel K., 1987.** The sulfhydryl plus disulfide content in the proteins durum wheat and its relationship with the cooking quality of pasta. *J. Sci. Food Agric.*, 39, 123-136
- Ammar K., Kronstad W., Morris C., 2000.** Breadmaking quality of selected durum wheat genotypes and its relationship with high molecular weight glutenin subunits allelic variation and gluten protein polymeric composition. *Cereal Chem.*, 77 (2), 230-236.
- Anonyme, 2006.** Etude de positionnement stratégique de la branche "pâtes alimentaires et couscous". *Cahier du CEPI*, 23, 1-2.
- Arfvidsson C., Wahlund K.G., Eliasson A.C., 2004.** Direct molecular weight determination in the evaluation of dissolution methods for unreduced glutenin. *J. Cereal Sci.*, 39, 1, 1-8.
- Autran J.C., 1994.** Size-exclusion high performance liquid chromatography for rapid examination of size differences of wheat and cereal proteins. In *HPLC of cereal proteins and legumes* (J.E. Kruger and J.C. BIEZT, eds, AACC., St Paul MN (USA) , 326-372.
- Autran J. C. and Berrier M., 1984.** Durum wheat functional subunit revealed through heat treatment biochemical and genetic implication in « gluten proteins. procl 2nd int. symp. Workshop on gluten proteins » Wageningen, the Netherlands eds, A. Graveland A. and J. H. E. Moonen, 175-183.
- Autran, J. C., and Galterio, G., 1989.** Association between electrophoretic composition of proteins, quality characteristics and agronomic attributes of durum wheats. II. Proteins, quality associations. *J. cereal Sci.*, 9, 3 , 195-215.
- Autran J.C. and Morel M.H., 1997.** Electrophorèse. Guide pratique d'analyse dans les Industries des Céréales. Godon B., Loisel W., eds Lavoisier-APRIA, 209-260,
- Autran, J.C., Damidaux. R., Jeanjean, M.F., 1982.** Evaluation de la qualité culinaire intrinsèque des variétés de blé dur par examen des électrophorogramme des protéines du gluten. *Getreide Mehl Und Brot*, 36, 29-35.
- Autran J. C., Laignelet B., Morel B. H., 1987.** Characterization and quantification of low molecular weight glutenins in durum wheat. *Biochimie*, 692- 699.
- Autran, J.C., Dachkevitch, T., Feillet, P., 1988.** Size-exclusion high performance liquid chromatography of bread wheat and durum wheat proteins. An efficient test for predicting quality in breeding program and investigation physico-chemical basis of quality. Presented at the 73 meeting of the AACC., October 9-13, 1988, San Diego, California.

- Autran, J.C., Ait Mouh, O., Feillet, P., 1989.** Thermal modification of gluten as related to end use properties. Proc.Wheat ind. Utilisation. structure, composition, processing, End-use properties, and products (Y. POMERANZ, ed). AACC., St Paul, Minnesota, USA. Chap.33, 563-593.
- Autran, J.C., Berrier, R., Jeanjean, M.F., Jourdrier, P., Kobrehel, K., 1981.** Emplois de l'électrophorèse dans la filière «céréales». Possibilités et limites actuelles. Ind. des Céréales. 8, 3-19.
- Axford D. W. E., Mc Dermott E. E., Redman D. G., 1978.** Note on the sodium dodecyl sulfate test of bread making quality; comparison with pelshenke and Zeleny tests. Cereal chem., 56, 582-584.
- Bakhella M., and Branlard G., 1997.** Composition en sous unités gluténines de haut poids moléculaire de variétés marocaines de blé tendre et dur. Sciences des alts, 17 , 483-498.
- Bakhella, M., Lookhart, G.L., Hoseney, R .C., 1991.** L'utilisation de l'électrophorèse et de la chromatographie liquide à haute pression dans l'identification des variétés de blé. Actes Inst. Agron. Vet., 2, 63-84.
- Bakhella M., LOokhart G.L., Hoseney R .C., Boujnah M., 1992.** Relationships between high molecular weight subunits of glutenin proteins and bread-making quality of the major Moroccan-grown common wheats. Actes Inst. Agron. Vet. 12 , 23 -32.
- Barnes P.J., DAY K.W., Schofield J.D., 1981.** Commercial pasta manufacture. changes in lipid binding during processing of durum wheat semolina. Z. Lebensm. Unters. Forsch. 172, 373-376.
- Bekes F., Zawistowska U., Bushuk W., 1983.** Protein-lipid complexes in the gliadin fraction. Cereal Chem., 60, 371-378.
- Bekes, F., Zawistowska, U., Zillman R.R., and Bushuk, W., 1986.** Relationship between lipid content and composition and loaf volume of twenty-six common spring wheats. Cereal Chem., 63, 327-331.
- Bekes F., MacRitchie F., Panozzo J.F ., Batey I.L., O'Brien L., 1992.** Lipid mediated aggregates in flour and in gluten. J. Cereal Sci., 16,129-140.
- Benetrix F., Kaa, F., Autran J.C., 1994a.** Changes in protein complexes of durum wheat in the developing seed. Crop Sci., 34,2, 462-468.
- Berger, M., 1982.** Les lipides du blé tendre. 1- Etat actuel de nos connaissances. Ind. des Céréales, 19, 17-19.
- Berger M., 1983.** Composition lipidique de huit farines de blé tendre. Ind. des Céréales, 3, 5-6.
- Booth M. R. Boothemely R. C., Ellis J. R. S., Malloch G., Schofield J. D., Timms M. F., 1980.** The effect of wheat on gluten physicochemical properties and baking quality. Ann. Tech. Agri., 29, 399-408.
- Boggini, G., and Pogna, N.E., 1989.** The bread making quality and storage protein composition of Italian durum wheat. J. Cereal Sci., 9, 131-138.
- Boggini, G., Palumbo, M., Biancardi, A.M., 1988.** Breadmaking quality of Italian durum wheat cultivars. Results of three years (in Italian.) Tec. Molitoria, 39 , 609-614.
- Branlard G., 1999.** Des protéines sélectionnées pour améliorer la valeur d'utilisation des blés. Oléagineux Corps Gras Lipides, 6, 6 , 513-517.
- Branlard, G., and Le Blanc, A., 1985.** Les sous unités gluténines de haut poids moléculaires de blés tendres et de blés durs cultivés en France. Agronomie, 5, 467-477.
- Brites C., and Carrill, J.M., 2000.** Inheritance of gliadin and glutenin proteins in four durum wheat crosses. Cereal Research Communications, 28, 39-246.

- Brites C., and Carrillo J.M., 2001.** Influence of high molecular weight (HMW) and low molecular weight (LMW) glutenin subunits controlled by Glu-1 and Glu-3 loci on durum wheat quality. *Cereal Chem.*, 78, 59–63.
- Brites C., Romano M., Vasquez J., Carrillo J., 1997.** Composizioni proteica, in fase di immagazzinaggio delle varietà partoghesi di *Triticum durum*. Rapports con la qualità di fabbricazione della pasta. *Tec. Molitoria*, 48 ,2, 167-172.
- Burnouf T., and Bietz J.A., 1984.** Reversed-phase liquid chromatography of reduced glutenin, a disulfide-bonded protein of wheat endosperm. *J. Chromatogr*, 299 . 185-199.
- Buschuk W., and Zillman R.R., 1978.** Wheat cultivar identification by gliadin electrophoregrams. Apparatus, method, and nomenclature. *Can J. Plant Sci.*, 58 . 505-515.
- Carrillo, J.M., Martinez, M.C., Moita Brites, C., Nieto-Taladriz, M.T., Vazquez, J.F., 2000.** Relationships between endosperm proteins and quality in durum wheat (*Triticum turgidum* L var. durum). *Options Méditerranéennes*, 40, 463–467.
- Charbonnier L., 1970.** Isolement de l'w-gliadine. *C. R. Acad. Sci., Paris, Série D*, 2042-2045.
- Charbonnier L., Terce-Laforgue Th., Mosse J., 1980.** Some physicochemical properties of *triticum vulgare* α , β , γ , ω -gliadins. *Ann. Technol. Agric.*, 29, 175-190.
- Chardard I., 1991.** Etudes des interactions des protéines au cours de fabrication et de traitements hydrothermique des pâtes alimentaires. Rôle fonctionnel des fractions DSG. Thèse de Doctorat USTL Montpellier p189.
- Cheftel, J.C., Cuq J.L., Lorient D., 1985.** Modification des protéines alimentaires au cours des traitements technologiques et de l'entreposage . 2. Altération ou amélioration des propriétés fonctionnelles. In . «Protéines alimentaires » . 45-94. eds Tec et Doc. Lavoisier Paris.
- Cherdouf A. , Khelifi D., Carrillo J.M., Nieto-Taladriz M.T., 2000.** Caractérisation biochimique et génétique des protéines de réserves de blés durs algériens. Relation avec la qualité. *Acts Symp. Blé 2000, enjeux et stratégies Février* . 311-314.
- Chiu C.M., and Pomeranz Y., 1967.** Lipids in wheat Kernels of varying size. *J.Food Sci.*, 31, 422 - 425.
- Chung O.K., 1986.** Lipid-Protein interactions in wheat flour, Dough, Gluten, and protein fractions. *Cereal Foods World*, 31, 242-256.
- Chung O.K and Tsen C.C., 1975.** Changes in lipids Binding and distribution dough mixing. *Cereal Chem.*, 52, 533-548.
- Chung O.K., Pomeranz Y., Finney.K.F., 1978.** Wheat flour lipids in breadmaking. *Cereal Chem.*, 55, 598 - 618.
- Chung O.K., Pomeranz Y., Finney.K.F., 1982.** Relation of polar lipid content to mixing requirement and loaf volume potential of hard red winter wheat flour. *Cereal. Chem.*, 59, 14 - 20.
- Chung O.K., Pomeranz Y., Hwang E.C., Dikeman E., 1979.** Defatted and reconstituted wheat flours. IV- Effects of flour lipids on protein extractability from flours that vary in breadmaking quality. *Cereal Chem.*, 56,1, 3-43.
- Ciaffi M., Margiotta B., Colaprico G., De Stefanis E., Sgrulletta D., Lafiandra D., 1995.** Effect of high temperatures during grain filling on the amount of insoluble proteins in durum wheat. *Journal of Genetics and Breeding* ,49, 285–296.
- Ciaffi M., Tozzi L., Borghi B., Corbellini M., Lafiandra D., 1996.** Effect of heat shock during grain filling on the gluten protein composition of bread wheat. *J. Cereal Sci.*, 24, 91–100.
- Ciaffi M., Lee, Y.K., Tamas L., Gupta, R., Skerritt J., Appels R., 1999.** The low-molecular-weight glutenin subunit proteins of primitive wheats. III. The genes from D-genome species. *Theoretical and Applied Genetics*, 98, 135–148.

- Clarke B.C., Hobbs M., Skylas D., Appels R., 2000.** Genes active in developing wheat endosperm. CSIRO Plant Industry, Canberra, Australia. *Functional and Integrative Genomics* 1, 44–55.
- Colonna P., 1990.** Mécanismes de gélatinisation de l'amidon. Extrait du rapport CPCIA. amidon et dérivés, 6.
- Cornec M., Popineau Y., Lefebvre J., 1994.** Characterisation of gluten subfractions by SE-HPLC and dynamic rheological analysis in shear. *J. Cereal Sci.*, 19, 131–139.
- Cubadda R., Carcea M., Pasqui L. A., 1992.** Suitability of gluten index method for assessing strength in durum wheat and semolina. *Cereal Foods World*, 37, 866-869.
- Cubadda R., Carcea M., Marconi E., Trivisonno M.C., 2007.** Influence of Gluten Proteins and Drying Temperature on the Cooking Quality of Durum Wheat Pasta. *Cereal Chem.*, 84,1,48–55
- D'Egidio M. G., Fortini S., Glerio G., Mariani B. M., Sgrulletta D., Volpi M., 1979.** Protéines totales et composition protéique des semoules de blés durs italiens . corrélation avec la qualité des pâtes alimentaires. *Qual. Plant Foods Hum. Nutr.*, 14, 333-348.
- D'Egidio M. G., Mariani B. M., Nardi S., Novaro P., Cubadda R., 1990.** Chemical and technological variables and their relationships. A predictive equation for pasta cooking quality. *Cereal Chem.*, 67,275-281.
- D'Egidio M.G., Mariani B.M., Nardi S., Novaro P., 1993.** Vistoelastograph measures and total organic matter test . suitability in evaluating textural characteristics of cooked pasta cooking quality. *Cereal chem.*, 70, 67-72.
- D'Egidio M., Bogginig, Cecchini C., Pagani M., Denoni I., Resmini P., 1996.** Effetto della raccolta anticipata sulla qualita pastificatoria del fumento duro. *Tec. Molitoria* , 47,12, 1205-1206.
- D'Ovidio R. and Masci S., 2004.** The low-molecular-weight glutenin subunits of wheat gluten. *J. Cereal Sci.*, 39, 321–339.
- Dachkevitch T., 1989.** Etude des complexes protéiques du blé tendre par chromatographie liquide à haute performance de tamisage moléculaire (SE-HPLC). Relation avec la qualité technologique. Thèse USTL. Montpellier, p120.
- Dachkevitch, T., and Autran, J.C., 1989.** Prediction of Baking quality of bread wheats in breeding programs by size-exclusion high-performance liquid chromatography. *Cereal Chem.*, 66, 6, 448-456.
- Daftary R.D., Pomeranz Y., Shogren M., Fenny K.F., 1968.** Functional breadmaking properties of lipids. II. The role of flours lipid fractions in breadmaking. *Food Technology Chicago*, 22, 79 - 82.
- Dahles L.K and Muenchow H.L., 1968.** Somme effects of solvent extraction on cooking characteristics of spaghtti. *Cereal Chem.*, 45, 464 - 468.
- Damidaux R., 1979.** Nouveau critère de sélection pour l'amélioration de la qualité culinaire du blé dur. Thèse, USTL. Montpellier . 130.
- Damidaux R. and Feillet P., 1978.** Relation entre les propriétés viscoélastiques du gluten cuit, la teneur en protéines et la qualité culinaire des blés durs (*Triticum durum*). *Ann. Technol. Agri.*, 27, 799-808.
- Damidaux R., Autran J. C., Feillet P., 1980.** Gliadin electrophoregrams and measurements of gluten viscoelasticity in durum wheats. *Cereal Foods World.* , 25, 754-756.
- De Stefanis E., and Sgrulletta D., 1993.** Effects of high temperature drying on technological properties of pasta. *J. Cereal Sci.*, 12 , 97-104.
- Del Nobile M. A., Fares C., Conte A., Martinez-Navarrete N., Mocchi G., La Notte E. 2003.** Influence of raw materials and processing conditions on spaghetti hydration kinetic during cooking and overcooking. *Cereal Chem.*, 80, 601-607.

- Delcour J. A., Vansteelandt J., Hythier M. C., Abecassis J., Sindic, M., Deroanne C. 2000a.** Fractionation and reconstitution experiments provide insight into the role of gluten and starch interactions in pasta quality. *J. Agric. Food Chem.* 48, 3767-3773.
- Delcour J. A., Vansteelandt J., Hythier M. C., Abecassis J., 2000b.** Fractionation and reconstitution experiments provide insight into the role of starch gelatinization and pasting properties in pasta quality. *J. Agric. Food Chem.*, 48, 3774-3778.
- Dexter J. E. and Matsuo R. R. 1979.** Effect of water content on changes in semolina proteins during dough mixing. *Cereal chem.*, 56, 15-20.
- Dexter J.E. and Marchylo B.A., 2000.** Recent trends in durum wheat milling and pasta processing. impact on durum wheat quality requirements. *Proceedings of the International Workshop on Durum Wheat, Semolina and Pasta Quality. Recent achievements and New Trends.* Montpellier, 27 Novembre 2000. 77-101.
- Dexter J.E., Matsuo R.R., Morgan B.C., 1981.** High temperature drying . Effect on spaghetti quality. *J. Food Sci.*, 46, 1741-1746.
- Dexter J. E., Matsuo R. R., Morgan B. C., 1983.** Spaghetti stickiness. Some factors influencing stickiness and relationship to other cooking quality characteristics. *J. Food. Sci.* 48, 1545-1551.
- Dexter J.E., Thachuk R., Matsuo R.R., 1984.** Amino acid composition of spaghetti. Effect of drying conditions on total and available lysine. *J. Food Sci.*, 49, 225-228.
- Dexter J.E., Matsuo R.R., Kosmolak F.G., Leisle D., et Marchylo B.A., 1980.** The suitability of the SDS - sedimentation test for assessing gluten strength in durum wheat. *Can. J. Plant Sci.* 60, 25-29.
- Dick J. W. and Matsuo R. R., 1988.** Durum wheat and pasta products. Pages 507-547 In. *Wheat chemistry and technology.* Y. Pomeranz eds. AACCC, St. Paul, Mn. USA.
- Donnelly B.J., 1979.** Potential impact of strong gluten cultivars on the future quality of North Dakota durum wheat. In. *C.B. Symp. Intern. Matières Premières et Pates Alimentaires*, Fabriani G., and Lintas C., eds. Istituto Nazionale della Nutrizione, Roma, Italy, 147.
- Drapron R. and Genot C., 1979.** Les lipides des céréales. *Ind. Alim. Agr.*, 96, 1257 - 1273.
- Du Cros D. L., Wrigley C. W., Hare R. A., 1982.** Prediction of durum wheat quality from gliadin-protein composition. *Aut. J. Agri. Res.*, 33, 429-442.
- Edwards N.M., Peressini D., Dexter J.E., Mulvaney S.J., 2001.** Viscoelastic properties of durum wheat and common wheat of different strengths. *Rheologica Acta.*, 40, 142–153.
- Edwards N.M., Scanlon, M.G., Mulvaney S.J., Dexter J.E., 2003.** The role of gluten and its components in determining durum wheat semolina dough viscoelastic properties. *Cereal Chem.*, 80, 755–763.
- Edwards N.M., Gianibelli M.C., McCaig T.N., Clarke J.M., Ames N.P., Larroque O.R., Dexter J.E., 2007.** Relationships between dough strength, polymeric protein quantity and composition for diverse durum wheat genotypes. *J. Cereal Sci.*, 45, 140–149
- Eliason A.C. and Kray P.O., 1985.** Physical properties of amylose-monoglycerid complex. *J. Cereal Sci.*, 3, 239-243.
- Elouafi I., Nachit M.M., Elsaleh A., Asbati A., Mather D.E., 2000.** QTL-mapping of genomic regions controlling gluten strength in durum (*Triticum turgidum* L. var. durum). In *Durum Wheat Improvement in the Mediterranean Region. New Challenges.* Royo, C., Nachit M.M., Difonzo N., and Araus J.L., eds International Centre for Advanced Mediterranean Agronomic Studies (CIHEAM), Zaragoza, 505-509.
- Ewart J. A. D., 1968.** A hypothesis for the structure and rheology of glutenin. *Food Agric.*, 19, 617-623.

- Ewart J. A. D., 1972.** A modified hypothesis for the structure and rheology of gluten. *J. Sci. Food Agric.*, 23, 687-699.
- Ewart J. A. D., 1988.** Studies on disulfide bonds in glutenin. *Cereal Chem.*, 65, 95-100.
- FAO, 2006.** Perspectives agricoles et alimentaires. Juin, 2006.
- Fabriani G., Lintas C., Quaglia G.B., 1968.** Studi sa variazione indotte da diverse condizioni di lavorazione nei lipidi delle paste alimentari. *Scienze des Alts.*, 4, 158-162.
- Fardet A., Baldwin P. M., Bertrand D., Bouchet B., Gallant D. J., Barry J. L., 1998.** Textural images analysis of pasta protein networks to determine influence of technological processes. *Cereal Chem.*, 75, 699-704.
- Favrier J. Samson M.F., Aubied C., Morel M.H., Abecassis J., 1996.** Suivi en SE-HPLC de la cinétique thermique d'insolubilisation des protéines de la pâte alimentaire fraîche. *Sci. des aliments*, 16, 573-591.
- Feillet P., 1984.** The biochemical basis of pasta cooking its consequences for durum wheat breeders. *Sci. des aliments*, 4, 551-556.
- Feillet P., 2000.** Le grain de blé – composition et utilisation. eds INRA Paris, p210.
- Feillet P., and Dexter J. E., 1996.** Quality requirements of durum wheat for semolina milling and pasta production. In. *Pasta and Noodle Technology*. J. E. Kruger, R. R. Matsuo, and J. W. Dick, eds. AACC International. St. Paul, MN., 95-123.
- Feillet P., Abecassis J. Alary R., 1977a.** Description d'un nouvel appareil pour mesurer les propriétés viscoélastiques des produits céréaliers. Application à l'appréciation de la qualité du gluten, des pâtes alimentaires et du riz. *Bull. ENSMIC*, 278, 97-101.
- Feillet P., Fevre E. Kobrehel K. 1977b.** Modifications in durum wheat protein properties during pasta dough sheeting. *Cereal Chem.*, 54, 3, 580-587.
- Feillet P., Ait Mouh O., Kobrehel K., Autran J.C., 1989.** The role of Low molecular weight glutenins in the determination of cooking quality of pasta products . An overview *Cereal Chem.*, 66, 1, 26-30.
- Fenyvesi-Simon K., karpati M., Lasztity R., 1992.** Total and starch lipids of some wheat cultivars grown in hungary. *Acta Alimentaria*, 21, 121 - 130.
- Ferrante P., Gianibelli M.C., Larroque O., Volpi C., D'Ovidio R., Lafiandra D, Masci S., 2006.** Effect of incorporation of an i-type low-molecular-weight glutenin subunit and a modified g-gliadin in durum and in bread wheat doughs as measured by micro-mixographic analyses. *J. Cereal Sci.*, 44, 193–201.
- Frazier P.J., Daniels N.W., Russell-Eggitt P.C., 1981.** Lipid-protein interaction during dough development. *J. Sci. Food Agric.*, 32, 877 - 897.
- Gao L., and Bushuk W., 1992:** Solubilization of glutenin in urea / SDS solutions at elevated temperature. *J. Cereal Sci* 16 :81-89.
- Genot C., Drapron R., badilain B., 1984.** Free and bound lipids of soft wheat (*triticum aestivum*) flours. *Sci. des Aliment*, 4, 633 - 657.
- Gianibelli M. C., Sissons M. J., Batey I. L., 2005.** Effect of source and proportion of waxy starches on pasta cooking quality. *Cereal Chem.*, 82, 321-327.
- Godon B., 1969.** Etude physico-chimique des associations protéiques du gluten de blé. Thèse faculté des sciences de Paris, p180.
- Grant L. A., Dick J. W., Shelton D. R., 1993.** Effects of drying temperature, starch damage, sprouting and additives on spaghetti quality characteristics. *Cereal Chem.*, 70, 676-684.
- Graveland A., Bosveld P., Lichtendouk W.J., Maseille J.P., Moonen J.H.E., Scheepstra A., 1985:** A model for molecular structure of glutenins from wheat flour. *J. cereal Sci.*, 3,1-16.

- Graybosh R., Peterson C.J., Moore K. J., Sterns M. Grant D.L., 1993.** Comparative effects of wheat flour protein, lipid, and pentosan composition in relation to baking and milling quality. *Cereal Chem.*, 70, 95-101.
- Greenwood C.T., and Ewart, J. A.D., 1975 .** Hypothesis for the structure of glutenin in relation to rheological properties of gluten and dough. *Cereal Chem.*, 52 , 146-153.
- Griffith I.P., 1972.** The effect of cross-links on the mobility of proteins in dodecyl sulphate. polyacrylamide gels. *Biochem., J.*, 126, 553-560.
- Grosskreutz J.C., 1961.** A lipoprotein model of wheat gluten structure . *Cereal Chem.*, 38, 336-349.
- Grzybowski R. A. and Donnelly B. J. 1979.** Cooking properties of spaghetti factors affecting cooking quality. *J. Agri. Food chem.*, 27, 380-386.
- Guezlane L., Morel M. H., Abecassis J., 1998a.** Effet des traitements hydrothermiques du couscous de blé dur sur le comportement des protéines. *Annales de l'INA El-Harrach* ,19, 1 et 2, 72-81.
- Gupta R.B., Batey I.L., MacRitchie F., 1992.** Relationships between protein composition and functional properties of wheat flours. *Cereal Chem.*, 69, 125-131.
- Gupta R. B., Metakovsky E. V., Wrigley C. W., 1993.** The relationship between LMW-Glutenin-subunit and gliadin alleles in Australian wheat cultivars. In. *Proc. 5th Int. Gluten Workshop*, eds K. Niebuhr, June 7-9, Detmold (Germany).
- Hailu F. Johansson E., Merker A., Belay G., Harjit-S., Zeleke H., 2006.** Composition of and variation in high- and low-molecular weight glutenin subunits, and omega gliadins in Ethiopian tetraploid wheat germplasm. *Plant Genetic Resources. Characterization and utilization*, 4 ,2, 134-143.
- Hamer R.J., Weegels P.L., Marseille J.P., 1992.** Prediction of the breadmaking quality of wheat. the use of HMW glutenin-A subunit-based quality scoring systems. *J. Cereal Sci.* 15, 91-102.
- Hargin K.D and Morrison W .R., 1980.** The distribution of acyl-lipides in the germ , aleuron, starch and non starch endosperm of four wheat varieties. *J. Sci. Food Agric.*, 31, 877 - 888.
- Hoseney R.C, Finney K.F, Pomeranz.Y., 1970.** Functional (breadmaking) and biochemical properties of wheat flour. components. VI. Gliadin – lipid – glutenin - interaction in wheat gluten. *Cereal Chem.*, 47, 135 - 140.
- Huebner F.R, and Bietz J.A., 1994.** RP-HPLC for assessment of quality in cereals and legumes. Wheat. In. J.E. Kruger & J.A. Bietz (Eds.). *High-Performance Liquid Chromatography of Cereal and Legume Proteins*. AACC, St.Paul, MN., 206-234.
- Hussain A. and Lukow O.M., 1997.** Influence of gliadin-rich subfractions of glenlea wheat on the mixing characteristics of wheat flour. *Cereal Chem.*, 74, 6, 791-799.
- Hussain A., Lukow O.M., McKenzie R.I.H., 1998.** Rheological properties of gluten derived from wheat cultivars whit identical HMW glutenin subunit composition. *J. Sci. Food Agric.*, 78, 551-558.
- Icard-Vernière C., 1999.** De la semoule de blé dur aux pâtes alimentaires fraîches : événements physiques et biochimiques. Thèse Doctorat USTL. Montpellier, 183p
- Impiglia A., Nachit M.M., Lafiandra D., Porceddu E., 1995.** Effect of gliadin and glutenin components on gluten strength in durum wheat. *Options Méditerranéennes. CIHEAM*, 167-172.
- Impiglia A., Nachit M., Porceddu E., 1997.** Profili elettroforetici non comuni nelle razze native di fumento duro ed effetti sulla tenacità del glutine . *Tec. Moliteria*, 48, 5, 537-540.
- Irvine G. N., 1979.** Comments on the international collaborative study. In. *Sym. Int. Pâtes alimentaires Rome*. p31.

- Jeanjean M. F., Damidaux R., Feillet P., 1980.** Effect of heat treatment on protein solubility and viscoelastic properties of wheat gluten. *Cereal chem.*, 57, 325-331.
- Kaczkowski A. and Mielezko O. , 1980.** Wheat glutenins. *Ann. Technol. Agric.*, 29, 107-112.
- KASARDA D.D., 1989.** Glutenin structure in relation to wheat quality. In. *Wheat is unique*, Y. Pomeranz, ed.AACC. St Paul. MN. 277-302.
- Kasarda D.D., Bernardin J.E., Nimmo C.C., 1976.** Wheat proteins. In . *Advances in Cereal Science and Technology*, Y. Pomeranz, eds.AACC. St Paul. MN.1, 158-236.
- Khan K. and Bushuk W. , 1978.** Glutenin, structure and functionality in breadmaking. *USDA. Agric. Rev. Man. West Ser.*, 4, 101-115.
- Khan K. and Bushuk W., 1979.** Studies of glutenin. XIII. Gel filtration, isoelectric focusing, and amino acid composition studies. *Cereal Chem.*, 56 , 505-512.
- Kieffer R., Shurer R., Kohler P., Wieser H., 2007.** Effect of hydrostatic pressure and temperature on the the chemical and functional properties of wheat gluten: studies on gluten, gliadin and glutenin. *J. Cereal Sci.*, 45,3, 285-292.
- Kobrehel K., 1980.** Extraction of wheat protein with salts of fatty acids and their electrophoretic characterization. *Ann. Technol. Agric.*, 29, 125-132.
- Kobrehel K. and Bushuk W., 1977.** Studies on glutenin X. Effect of fatty acids and their sodium salts on solubility in water. *Cereal Chem.*, 54, 4 , 833-839.
- Kobrehel K. and Abecassis J., 1985.** Influence de la température de séchage des pâtes alimentaires sur l'activité et la composition des peroxydases en relation avec la couleur des produits. *Lebenssem. Wiss. Technol.*, 18 , 277 - 280.
- Kobrehel K. and Alary R., 1989a.** Studies of glutenin XI note on glutenin solubilization with surfactant in water. *Cereal Chem.*, 55, 65-70.
- Kobrehel K. and Alary R., 1989b.** The role of a low molecular weight glutenin fraction in the cooking quality of durum wheat pasta. *J. Sci. Food Agric.*, 47 , 487-500.
- Kovacs M.I.P., Howes N.K., Leisle D., Zawistowski J., 1995.** Effect of two different low molecular weight glutenin subunits on durum wheat pasta quality parameters. *Cereal Chem.*, 72, 85-87.
- Kovacs M.I.P., Poste L.M., Butler G., Woods S.M., Leisle D., Noll J.S., Dahlke G., 1997.** Durum wheat quality . Comparison of chemical and rheological screening test with sensory analysis. *J. cereal Sci.*, 25, 65-75.
- Laemmli U.K., 1970.** Cleavage of structural proteins during the assembly of the head of bacteriophage T4. *Nature*, 227 , 680-685.
- Laignelet B., 1983a.** Lipids in pasta processing in lipids. In . *Cereal technology*. Barnes P.J. eds. Academic press. London, 269-286.
- Laignelet B., 1983b.** Oxidations during the mixing of durum wheat semolina. *Sci. Aliments*, 3, 463 - 484.
- Laignelet B., 1983.** Lipids in pasta, and pasta processing in lipids. In *Cereal Technology*. Barnes P.J., eds. Academic Press. London, 269-286.
- Laignelet B., 1987.** Implication des lipids dans la variabilité génétique des caractéristiques technologiques de la farine et du gluten de blé tender. *Agronomie*, 7, 5 , 345-351.
- Laignelet B. and Dumas C., 1984.** Oxydation des lipides et distribution des lipides oxydés au cours du pétrissage de la pâte de farine de blé tendre. *Lebensm. Wiss.in.tech.*, 17, 226 - 230.
- Lamacchia C., Di Luccia A., Baiano A., Gambacorta G., la Gatta B., Pati S., La Notte E., 2007.** Changes in pasta proteins induced by drying cycles and their relationship to cooking behaviour. *J. Cereal Sci.*, 46,1, 58-63.

- Larsen N.G., Humphrey-Taylor V.J., Baruch D.W., 1989.** Glycolipid content as a breadmaking quality determinant in flour from New Zealand wheat blends. *J. Cereal sci.*, 9, 149- 157.
- Lerner S.E., Cogliatti M., Ponzio N.R., Seghezzi M.L., Molfese M.R., W.J. Rogers W.J., 2004.** Genetic variation for grain protein components and industrial quality of durum wheat cultivars sown in Argentina. *J. Cereal Sci.*, 40, 161–166
- Lin M.J.Y., Young V.O.L., D'Appolonia B.L., 1974a.** Hard red Spring and Durum wheat polar lipids. II- effect on quality of Bread and pasta products. *Cereal Chem.*, 51, 35 - 45.
- Lin M.J.Y., Young V.O.L., D'Appolonia B.L., 1974b .** Hard red spring and durum wheat polar lipids. II- effect on quality of bread and pasta products. *Cereal Chem.*, 51, 46 - 58.
- Liu, C.Y., Shepherd, K.W., Rathjen, A.J., 1996.** Improvement of durum wheat pastamaking and breadmaking qualities. *Cereal Chem.*, 73, 155–166.
- MacRitchie, F., 1992.** Physicochemical properties of wheat proteins in relation to functionality. *Advances in Food and Nutrition Research*, 36, 1–87.
- Mac-Ritchie F., 1977.** flour lipids and their effect in baking. *J. Sci. Food Agric.*, 28, 53 - 58.
- Manser J.,1978.** High temperature drying of pasta products. *Macaroni J.* , 60, 30-32.
- Manser, J., 1980.** High temperature drying of pasta products. *Buhler Diagram.*, 69, 11-12.
- Manthey, F. A. and Schorno, A. L., 2002.** Physical and cooking quality of spaghetti made from whole wheat durum. *Cereal Chem.*, 79, 504-510.
- Marchylo B.A., Dexter J.E., Clarke F.R., Clarke J.M., Preston K.R., 2001.** Relationship among bread-making quality, gluten strength, physical dough properties, and pasta cooking quality for some Canadian durum wheat genotypes. *Canadian Journal of Plant Science*, 81, 611–620.
- Marconi E., Carcea M., Graziano M., Cubadda R., 1999.** Kernel properties and pasta-making quality of five European spelt wheat (*Triticum spelta* L.) cultivars. *Cereal Chem.*, 76, 25–29.
- Mariani B.M., D'Egidio M.G., Novaro P., 1995.** Durum wheat quality evaluation. influence of genotype and environment. *Cereal Chem.*, 72, 194–197.
- Marion D., Le Roux C., Akoka S., Tellier. C., Gallant D., 1987.** Lipid protein interaction in wheat Gluten. a-phosphorus nuclear Magnetic resonance spectroscopy and Freeze-Fracture electron microscopy study. *J. Cereal Sci.*, 5, 101-115.
- Martinez M.C., Ruiz M., Carrillo J.M., 2004.** New B low Mr glutenin subunit alleles at the Glu-A3, Glu-B2 and Glu-B3 loci and their relationship with gluten strength in durum wheat. *J. Cereal Sci.*, 40, 101–107.
- Martinez, M.C., Ruiz, M., Carrillo, J.M., 2005.** Effects of different prolamin alleles on durum wheat quality properties. *J. Cereal Sci.*, 41,123–131
- Masci, S., Lew, E.J.L., Lafiandra, D., Porceddu, E., Kasarda, D.D., 1995.** Characterization of low molecular weight glutenin subunits in durum wheat by reversed-phase high-performance liquid chromatography and N-terminal sequencing. *Cereal Chem.* , 72, 100–104.
- Masci, S., Rovelli, L., Monari, A.M., Pogna, N.E., Boggini, G., Lafiandra, D., 2000.** Characterization of LMW-2 type durum wheat cultivar with poor technological properties. In. Shewry, P.R., Tatham, A.S. Eds , *Wheat Gluten*. The Royal Society of Chemistry, UK, 16–19.
- Matsuo R. R. and Irvine G. N., 1970.** Effect of gluten on the quality on the cooking quality of spaghetti. *Cereal chem.*, 47, 173-178.
- Matsuo, R.R., Dexter, J.E., Kosmolak, G., Leisel, D., 1982.** Statistical evaluation for assessing spaghetti making quality durum wheat. *Cereal chem.*, 59, p 222.
- Matsuo R.R., Dexter J.E., Boudreau A., Daun J.K., 1986.** The role of lipids in determining spaghetti cooking quality. *Cereal Chem.*, 63, 484 - 489.

- Matveef M., 1966.** Influence du gluten des blés durs sur la valeur des pâtes alimentaires. Bull ENSMIC, 213, 116-120.
- Mauze C., Richard M., SCOTTI G., 1972.** Guide pratique de contrôle de la qualité de blés. Ed. ITCF. Paris.
- Mc Cormack G., Panozzo J., Bekes F., MacRitchie F., 1991.** Contributions to breadmaking of inherent variation in lipid content and composition of wheat cultivars. I. Results of survey. J. Cereal Sci., 8 : 1-15.
- Melas V., Morel M. H., Feillet P., 1993.** Les sous unités gluténines du blé de faible poids moléculaire des protéines d'avenirs? Ind. Céréales, 84, 3-14.
- Miflin, B.J., Field, J.M., Shewry, P.R., 1983.** Cereal storage proteins and their effects on technological properties. In seed proteins. J. Daussaut, J. Mosse and J. Vaughan eds Academic press New-york USA. 255-319
- Monet F.P., Laignelet B., Autran J.C., 1987.** Implication of lipids in durum wheat cooking quality (communication interne).
- Monneveux P., 1984.** Amélioration de la qualité pastière du blé dur (*Triticum durum Desf*). Étude des relations entre les diagrammes électrophorétiques des gliadines et certaines caractéristiques technologiques. Agronomie, 4, 1, 1-10.
- Moonen J.H.E., Scheepstra A., Graveland A., 1983.** The positive effects of the high molecular weight subunits 3+10 and 2* of glutenin on the bread-making quality of wheat cultivars. Euphytica, 32, 735-742.
- Moragues M., Zarco-Hernández J., Moralejo M., Royo C., 2006.** Genetic Diversity of Glutenin Protein Subunits Composition in Durum Wheat Landraces (*Triticum turgidum* ssp. *turgidum* Convar. *durum* (Desf.) MacKey] from the Mediterranean Basin . Genetic Resources and Crop Evolution, 53 , 5, 993-1002.
- Morel M.H., 1994.** Acide -plyacrylamide gel electrophoresis of wheat glutenins A New tool for the separation of high and low molecular weight subunits. Cereal Chem., 71, 3, 238-242.
- Morrisson W.R., 1977.** Fundamental aspects of the structures and modes of action surfactants used in baking. Farm. Tijdschr Voor Belgie, 54, 313-329.
- Morrisson W.R., 1978.** Cereal lipids .in. advances in cereal science and technology. vol II. Pomeranz Y. eds AACC. St. Paul. Mn. USA., 223-248.
- Morrisson W.R., 1981.** Starch lipids . A Reappraisal Starch, 33. 408-410.
- Morrisson W. R., 1985.** Lipids in cereal starches. In. new approaches to research on cereal carbohydrates. Vol 1. Progress in biotechnology. Hill. R.D and Munck. Ed. elsevier. Amsterdam, 670-677.
- Morrisson W.R., 1988.** Lipids. In. wheat chemistry and technology. Vol I. Pomeranz Y. Ed. AACC. St. Paul. Mn., 373-439.
- Morrisson W.R., Mann D.L., Son W., conventry A.M., 1975.** Selective extraction and quantitative analysis of non starch lipids. from wheat flour. J. Sci. Food Agric., 26, 507 – 521.
- Morrisson W.R., Law C.N., Wylie L.G.I., Coventry A. M., Seeking J., 1989.** The effect of group 5 chromosomes on the free polar lipids and breadmaking quality of wheat. J. Cereal Sci.,9, 41-51.
- Kobrehel K. and Bushuk W., 1977.** Studies on glutenin X. Effect of fatty acids and their sodium salts on solubility in water. Cereal Chem., 54, 4, 833-839.
- Nachit M.M., Baum M., Impiglia A., 2000.** Studies on some grain quality traits in durum wheat grown in Mediterranean environments. CIHEAM- IAMZ, ISBN 2-85352-212-1. 620 p.

- Neucerre J.N. and Cherry J.P., 1982.** Structural changes and metabolism of proteins following heat denaturation. In "Food protein deterioration", ACS Symp. Series n°206, Ed. American Chemical Society, Washington J.P. Cherry, 7, 135-162.
- Nieto-Taladriz, M.T., Perretant, M.R., Rousset, M., 1994.** Effect of gliadins and HMW and LMW subunits of glutenin on dough properties in the F6 recombinant inbred lines from a bread wheat cross. *Theoretical and Applied Genetics*, 88, 81–88.
- Nieto-Taladriz, M.T., Ruiz, M., Martinez, M.C., Va'zquez, J.F., Carrillo, J.M., 1997.** Variation and classification of B low-molecular-weight glutenin subunit alleles in durum wheat. *Theoretical and Applied Genetics*, 95, 1155–1160.
- Nieto-Taladriz, M.T., Rodriguez-Quijano, M., Carrillo, J.M., 1998.** Biochemical and genetic characterization of a D glutenin subunit encoded at the Glu-B3 locus. *Genome*, 41, 215–220.
- Ohm J.B. and Chung O.K., 1999.** Estimation of Free Glycolipids in Wheat Flour by HPLC. *Cereal Chem.*, 76, 6, 873-876.
- Ohm J.B. and Chung O.K., 2002.** Relationships of free lipids with quality factors in hard winter wheat flours. *Cereal Chem.*, 79, 274 - 278.
- Qi P., Wei, Y., Yue Y., Yan Z., Zheng Y., 2006.** Biochemical and molecular characterization of gliadins. *Molecular Biology*, 40, 5, 713-723.
- Olcott M. S. and Mecham D.K., 1947.** Characterization of wheat gluten. I. Protein – lipid. Complex formation during doughing of flours. Lipoprotein nature of the glutenin. Fraction. *Cereal Chem.*, 24, 407-414.
- Pagani M.A., Resmini P., Pellegrino L., 1992.** Parametri tecnologici che influenzano la reazione di Maillard durante il processo di pastificazione. *Tec. Molitoria*, 43, 577-592.
- Papantoniou E., Hammond W.E., Tsiami A.A., Scriven F., Gordon H.M., Schofield J.D., 2003.** Effects of endogenous flour lipids on the quality of semisweet biscuits. *J. Agric. Food Chem.*, 51, 1057-1063.
- Pasaribu S.J., Tomlinson J.D., McMaster G.J., 1992.** Fractionation of wheat flour proteins by Size Exclusion HPLC on an agarose based matrix. *J. Cereal Sci.*, 15, 121-136.
- Payne P.I., and Lawrence G.D., 1983.** Catalogue of alleles for the complex gene loci, GLU-A1, Glu-B1 and Glu-D1 which code for high molecular weight subunit of glutine in hexaploid wheat. *Cereal Res. Commun.*, 11, 29-35.
- Payne P. I., Corfield K.G., Blackman J.A., 1979.** Identification of high molecular weight subunit of glutenin whose presence correlates with bread-making quality in wheat at related pedigree. *Theo Appl. Genet.*, 55, 153-159.
- Payne P.I., Law C.N., Mudd E.E., 1980.** Control by homoeologous group 1 chromosomes of the high-molecular-weight subunits of glutenin, a major storage protein of wheat endosperm. *Theor. Appl. Genet.*, 58, 113-120.
- Payne P. J., Jackson E. A., Holt L. A., 1984.** The association between gliadin 45 and gluten strength in durum wheat varieties. A dried causal effect on the resulted of genetic linkage. *J. Cereal Sci.*, 2, 3-81.
- Payne P.I., Corfield K. G., Holt L.M., Blackman J.A., 1981.** Correlations between the inheritance of certain high-molecular weight subunits of glutenin and bread-making quality in progenies of six crosses of bread wheat. *J. sci. Food Agric.*, 32, 1, 51-60.
- Payne P.I., Holt L.M., Jackson E.A., Law C.N., 1984.** Wheat storage proteins. their genetics and their potential for manipulation by plant breeding. *Philos.Trans. R. sco. London B.*, 304, 359-371.
- Pence J.W., Mohammad A., Mecham D.K., 1953.** Heat denaturation of gluten. *Cereal Chem.*, 30, 115-126.
- Pogna N.E., Mellini F., 1988.** Wheat storage protein genes and their use for improvement of pasta-making quality. In Wittmer, G., (Ed.), *The future of cereals for human feeding and*

- development of biotechnological research, Chamber of Commerce of Foggia Italia, 135–146.
- Pogna N.E., Autran J.C., Mellini F., Lafiandra D., Feillet P., 1990.** Chromosome 1B-encoded gliadins and glutenin subunits in durum wheat. genetics and relationships to gluten strength. *J. Cereal Sci.*, 11, 15–34.
- Pomeranz Y., 1988.** Composition and functionality of wheat flour components. 114. Wheat chemistry and technology. Pomeranz Y. Vol II. Ed.AACC. St - Paul. Mn. USA, 221-369.
- Porceddu E., Turchetta T., Masci S., D'Ovidio R., Lafiandra D., Kasarda D.D., Impiglia, A., Nachit M.M., 1998.** Variation in endosperm protein composition and technological quality properties in durum wheat. *Euphytica*, 100, 197–205.
- Resmini P. and Pagani M. A., 1983.** Ultrastructure studies of pasta, a review. *Food Microstructure*, 2, 1-12.
- Resmini P. P. and Pagani M. A., 1984.** Effect of wheat heat treatments in drying on pasta cooking quality. Congrès de microscopie des aliments Montpellier France.
- Resmini P., De Benardi G., Mazzolini C., 1976.** Influenza delle condizione di essiccazione su alcune caratteristiche della pasta alimentare. *Bull. Lab. Chim. Prov.*, 27, 283-293.
- Rho K L., Chung O. K., Deyoc C.W, Seib P.A., 1989.** Noodles. VIII. The affect of wheat flour lipids, gluten, several starches and surfactants on the quality of oriental dry noodles. *Cereal Chem.*, 66, 276 - 282.
- Ruiz M. and Carrillo J.M., 1995a.** Separate effects on gluten strength of Gli-1 and Glu-3 prolamin genes on chromosomes 1A and 1B in durum wheat. *J. Cereal Sci.*,21, 137–144.
- Ruiz, M. and Carrillo, J.M., 1995b.** Relationships between different prolamin proteins and some quality parameters in durum wheat. *Plant Breeding*, 114, 40–44.
- Samson M.F. and Autran J.C., 1997.** Chromatographie liquide à haute performance. Guide pratique d'analyse dans les Industries des Céréales. Godon B., Loisel W., 262-291, eds Lavoisier-Apria
- Sapirstein H.D., David P., Preston K.R., Dexter J.E., 2007.** Durum wheat breadmaking quality. Effects of gluten strength, protein composition, semolina particle size and fermentation time. *J. Cereal Sci.*, 45, 150–161
- Schofield J.D. and Booth M.R., 1983.** Wheat proteins and their technological significance. In “ Developments in Food Proteins, vol. 2”, Applied Science Publishers, London (B.J.F. Hudson, eds). 1-65.
- Schofield J.D., Bottomley R.C., Timms M.F., Boots M.R., 1983.** The effect of heat treatment on wheat gluten and the involvement of sulfhydryl-disulphide interchange reactions. *J. Cereal Sci.*, 1, 241-253.
- Sheu R. Y., Medcalf D. G., Gilles K. A., Sibbit L. D., 1967.** Effect of biochemical constituents on macaroni quality. I. Difference between hard red spring and durum wheat. *J. Sci. Food Agri.*, 18, 237.
- Shewry, P.R., 1999.** The synthesis, processing, and deposition of gluten proteins in the developing wheat grain. *Cereal Foods World*, 44, 587–589.
- Shewry P.R., and Tatham A.S., 1990.** The prolamin storage protein of cereal seeds. structure and evolution. *Biochem. J.*, 267, 1-12.
- Shewry P.R., and Tatham A.S., 1997.** Disulphide bonds in wheat gluten proteins. *J. Cereal Sci.*, 25, 207–227.
- Shewry P.R., Halford N.G., Tatham A.S., 1989.** The high molecular weight subunits of wheat, barley and rye. In. Miflin, B.J. eds, *Genetics, Molecular Biology, Chemistry and Role in Wheat Gluten Structure and Functionality*, Oxford Survey Plant Molecular.
- Shewry P.R., Halford N.G., Tatham A.S., 1992.** High molecular weight subunits of wheat glutenin. *J. Cereal Sci.*, 15, 105-120.

- Shewry P.R., Napier J.A., Tatham A.S., 1995.** Seed storage proteins. structure and biosynthesis. *Plant Cell.*, 7, 945-956.
- Shewry P.R., Tatham A.S., Halford N.G., 2001.** Nutritional control of storage protein synthesis in developing grain of wheat and barley. *Plant Growth Regulators*, 34, 105–111.
- Shewry P.R., Mifflin B.J., Lew E.J.-L., Kasarda D.D., 1983.** The preparation and characterization of an aggregated gliadin fraction from wheat. *Journal of Experimental Botany*, 148, 1403–1410.
- Shewry P.R., Tatham A.S., Fords Kreis M., Mifflin B., 1986.** The classification and nomenclature of wheat gluten proteins. A reassessment. *Cereal Sci*, 4, 97-106.
- Singh N.K., Donovan G.R., Batey I. L., Mac Ritchie F., 1990a .** Use of sonication and size-exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins.I. Dissolution of total proteins in the absence of reducing agents. *Cereal chem.*, 67 ,2, 150-161.
- Singh N.K., Donovan G.R., et Mac Ritchie F., 1990b.** Use of sonication and size exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins II. Relative quantity of glutenin as a measure of breadmaking quality. *Cereal chem.*, 67 ,2, 161-170.
- Sissons M. J., Gianibelli M. C., Batey I. L., 2002.** Small-scale reconstitution of durum semolina components. *Cereal Chem.*, 79, 675- 680.
- Sissons M. J., Egan N. E. Gianibelli M. C., 2005.** New insights into the role of gluten on durum pasta quality using reconstitution method. *Cereal Chem.*, 82, 601-608.
- Slade L., and Levine H., 1994.** Structure–function relationship of cookie and cracker ingredients, in. Faridi, H. (Ed.), *The Science of Cookie and Cracker Production*. Chapman and Hall, New York, 23–141.
- Sozinov A.A. and Poperelya F.A., 1980.** Genetic classification of prolamins and its use for plant breeding. *Ann. Technol. Agric.*, 29, 229-245.
- Takkeda k., 1994.** effect of various lipid fractions of wheat flour on expansion of sponge cake. *Cereal Chem.*, 71, 6 - 9.
- Tanaka K. and Bushuk W., 1973.** Changes in flours proteins during dough mixing. I- Solubility results. *Cereal Chem.*, 50, 590-596.
- Tarekegne A. and Labuschagne M.T., 2005.** Relationship Between High Molecular Weight Glutenin Subunit Composition and Gluten Quality in Ethiopian-grown Bread and Durum Wheat Cultivars and Lines. *J. Agro. Crop Sci.*, 191, 4 ,300-307.
- Tatham, A.S., and Shewry, P.R., 1985.** The conformation of wheat gluten proteins. The secondary structure and thermal stabilities of alpha beta and omega gliadins. *J. Cereal Sci.*, 3, 103-113.
- Tatham, A.S., Field, J.M., Smith, S.J., Shewry, P.R., 1987 .** The conformations of wheat gluten proteins. II. Aggregated gliadins and low molecular weight subunits of glutenin. *J. Cereal Sci.*, 51, 203–214.
- Tohver M., 2007.** High Molecular Weight (HMW) Glutenin Subunit Composition of Some Nordic and Middle European Wheats. *Genetic Resources and Crop Evolution*, 54,1, 67-81.
- Troccoli A., Borrelli G.M., De Vita P., Fares C., Di Fonzo N., 2000.** Durum Wheat Quality. A Multidisciplinary Concept. *J. Cereal Sci.*, 32 ,2 , 99-113.
- Uthayakumaran S., Listiohadi Y., Baratta M., Batey L.L., Wrigley C.W., 2006.** Rapid identification and quantitation of high-molecular-weight glutenin subunits. *J. Cereal Sci.*, 44, 34-39.
- Vansteelandt J., and Delcour J. A., 1998.** Physical behaviour of durum wheat starch (*Triticum durum*) during industrial pasta processing. *J. Agric. Food Chem.*, 46, 2499-2503.

- Vignaux N., Doehlert D. C., Elias E. M., McMullen M. S., Grant L. A., Kianian S.F., 2005.** Quality of spaghetti made from full and partial waxy durum wheat. *Cereal Chem.*, 82, 93-100.
- Wall J. S., and Huebner F. R., 1981.** Adhesion and cohesion. In: Protein functionality in foods. American Chem. Soc., Washington, D.C., 111-117.
- Walsh D. E., and Gilles K. A., 1971.** The influence of protein, composition on spaghetti quality. *Cereal chem.*, 48, 544-554.
- Wasik R. J., 1978.** Relationship of protein composition of durum wheat with pasta quality and the effects of processing and cooking on these proteins. *Can. Inst. Food. Sci. Technol.*, 11, 129-133.
- Weegels P.L., Hamer R.J., Schofield J.D., 1996.** Functional properties of wheat glutenin. *J. Cereal Sci.*, 23, 1-17.
- Weegels P. L., Verhoek J. A., Groot de A. M. G., et Hamer R.J., 1994a.** Effect on gluten different moisture contents I. Changes in functional properties. *J.Cereal Sc.*, 19,1, 31-38.
- Weegels P. L., Groot A. M. G., Verhoek J. A., Hamer R. J., 1994b.** Effect on gluten different moisture contents. II. Changes in functional properties. *J. Cereal Sci.*, 19,1, 39-47.
- Wehrli H.P and Pomeranz Y., 1970.** A note on the interaction between glycolipid and wheat flour macromolecules. *Cereal Chem.* 47: 160 - 174.
- Whitaker N., 1977.** Enzymatic modification of proteins applicable to foods. In. "Food proteins. Improvement through chemical and enzymatic modification". Ed Feeney R.E. and Whitaker J.R.
- Wieser H., Seilmeier W., Belitz H.D., 1994a.** Quantitative determination of gliadin subgroups from different wheat cultivars. *J. Cereal Sci.*, 19 ,2, 149-155.
- Wieser H., Seilmeier W., Belitz H.D., 1994b.** Use of RP-HPLC for a better understanding of the structure and functionality of wheat gluten (J.E. Kruger and J.A., Biezt, Ed. AACC., St Paul, MN (USA), 235-272.
- Wrigley C.W., 1996.** Giant proteins with flour power. *Nature*, 381, 738-739.
- Wrigley C. W., Autran J.C., Bushuk W., 1982.** Identification of cereal varieties by gel electrophoresis of the grain proteins. In Y. Pomeranz eds. 211-259. *Advances in Cereal Science and Technology*, Vol V., AACC., St Paul, MN, USA.
- Wrigley C.W., Ducros L.D., Archer M.J., Downie P.G., Roxburgh C.M., 1980.** The sulphur content of wheat endosperm. Proteins and its relevance to grain quality. *Aust. J. Plant Physiol.*, 7, 755-766.
- Würsch P., 1994.** Amidon, pentosanes et lipides. In . qualité du blé dur et des pâtes alimentaires. Séminaire Comett. Montpellier, 26-28, Juin.
- Yue P., Rayas-Duarte P., Elias E., 1999.** Effect of drying temperature on physicochemical properties of starch isolated from pasta. *Cereal Chem.*, 76, 541-547.
- Zedernowski R., Nowak-Polkowska H., Wicklund T., Formal I., 1997.** Changes in oat lipids affected by extrusion. *Nahrung*, 41, 224-227.
- Zhao X., Xia X., He Z., Gale K., Lei Z., Appels R., Ma W., 2006.** Characterization of three low-molecular-weight Glu-D3 subunit genes in common wheat. *Theor. Applied Genetics*, 113,7, 1247-1259.
- Zweifel C., Escher F., Conde-Petit B., 2000.** Thermal modifications of starch during high temperature drying of pasta. *Cereal Chem.*, 77, 645-651.
- Zweifel C., Handschin S., Escher F., Conde-Petit B., 2003.** Influence of high-temperature drying on structural and textural properties of durum wheat pasta. *Cereal Chem.*, 80,159-167.

ANNEXE A

Tableau A₁ : Caractéristiques physico-chimiques des semoules de blé dur

	PS (%MS)	GS (%MS)	GI	SDS (ml)	DM (min)	HM (mm)
Waha	12,62	10,31	48	38	3	43
Vitron	12,82	11,22	43	58	6	72
Mbb	12,54	11,44	46	65	6	70
Hedba3	12,11	9,83	55	50	5,5	61
Bidi17	15,14	14,7	48	65	6,2	78
Chen's	13,21	12,71	56	50	4	53
Kebir	12,98	13,95	63	78	5,9	85
Omrabi	13,99	12,55	47	41	3,8	48
Polinicum	14,95	14,8	47	81	5,9	94
Duilio	11,95	11,48	53	75	5,4	70
Sahel	10,1	10,4	47	48	6	64
Simeto	13,95	10,93	51	79	6,4	85
Ofanto	13,51	12,6	53	62	5	80
Ost	13,22	13,77	56	66	5,5	76
Korifla	12,21	12,05	46	70	6,2	63
O-Zenati	14,12	12,31	60	60	6,1	70
Cham3	14,85	14,8	46	76	5,9	92
Belikh2	15,9	14,21	52	84	5,8	73
Moyenne	13,34	12,45	51,1	62,67	5,41	70,94
E. Type	1,76	1,63	5,45	13,9	0,94	14,09

Tableau A₂: Teneurs et composition des lipides en (%MS) des semoules de blé dur

	LT	LF	LAPF	LPF	GLF	PhoF	LB	LAPB	LPB
Waha	1,84	1,1	0,7	0,4	0,27	0,13	0,74	0,33	0,41
Vitron	1,9	0,92	0,52	0,4	0,31	0,09	0,99	0,39	0,53
Mbb	1,85	1,04	0,67	0,38	0,25	0,12	0,81	0,36	0,45
Hedba3	1,87	1,05	0,6	0,45	0,35	0,1	0,82	0,38	0,44
Bidi17	1,96	1,01	0,67	0,34	0,27	0,07	0,95	0,44	0,51
Chen's	1,96	1,15	0,69	0,46	0,33	0,13	0,81	0,32	0,48
Kebir	2,05	1,24	0,77	0,47	0,36	0,11	0,81	0,39	0,42
Omrabi	2,01	1,18	0,67	0,51	0,36	0,14	0,84	0,36	0,47
Polinicum	1,76	1,11	0,67	0,44	0,32	0,13	0,66	0,28	0,37
Duilio	1,89	0,96	0,57	0,38	0,26	0,12	0,93	0,56	0,56
Sahel	1,9	1,19	0,71	0,47	0,32	0,15	0,71	0,33	0,37
Simeto	2,01	1,3	0,84	0,47	0,34	0,12	0,71	0,34	0,37
Ofanto	1,78	1,17	0,63	0,54	0,41	0,13	0,61	0,29	0,31
Ost	2,03	1,21	0,76	0,45	0,31	0,14	0,82	0,34	0,47
Korifla	2,13	1,47	0,87	0,6	0,41	0,19	0,67	0,31	0,35
O-Zenati	2,12	1,29	0,77	0,52	0,38	0,14	0,83	0,38	0,45
Cham3	2,03	1,22	0,78	0,44	0,3	0,14	0,81	0,37	0,45
Belikh2	1,95	1,16	0,75	0,41	0,26	0,15	0,79	0,32	0,34
Moyenne	1,57	1,15	0,7	0,45	0,32	0,13	0,8	0,36	0,44
E,Type	0,13	0,13	0,09	0,06	0,05	0,03	0,1	0,06	0,07

Tableau A₃ : Aire des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) exprimées en % de l'aire totale des pics des semoules

Variétés	F1	F2	F3	F4	F5	F2/F4	F1+F2/F3+F4	FS
Waha	6,65	19,18	7,01	52,39	16,97	0,37	0,43	91,52
Vitron	7,51	23,10	6,42	45,14	18,03	0,51	0,59	90,01
Mbb	5,39	20,02	6,22	50,27	16,65	0,39	0,45	88,33
Hedba3	6,61	23,24	5,96	46,03	18,71	0,50	0,57	89,16
Bidi17	8,75	26,95	5,81	42,71	16,08	0,63	0,74	85,97
Chen's	7,38	23,91	5,92	47,04	16,05	0,51	0,59	88,49
Dulio	6,54	24,13	6,19	46,66	16,32	0,52	0,58	90,89
Siméto	6,36	24,12	6,16	47,94	15,70	0,50	0,56	87,85
Ost	7,05	23,04	6,43	48,39	15,47	0,48	0,55	90,89
Polinicum	9,03	24,52	8,05	42,88	15,09	0,57	0,66	86,67
Sahel	5,98	19,07	7,11	51,66	15,96	0,37	0,43	91,67
Kebir	9,64	24,30	9,25	44,01	13,65	0,55	0,64	87,67
Omrabi	9,46	22,90	6,04	45,07	13,36	0,51	0,63	87,06
Korifla	11,07	23,49	8,09	44,98	9,04	0,52	0,65	88,43
O. Zenati	9,64	22,88	8,34	45,63	9,95	0,50	0,60	85,24
Cham3	8,08	25,45	5,98	45,96	15,10	0,55	0,65	87,55
Belikh2	7,90	23,34	6,35	52,01	10,40	0,45	0,54	89,34
Ofanto	10,85	23,00	7,25	45,20	8,83	0,51	0,65	90,89
Moyenne	7,99	23,14	6,81	46,88	14,52	0,50	0,58	88,76
Ecart Type	1,63	1,94	0,98	2,90	2,94	0,07	0,08	1,93

Tableau A₄ : Aire des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) exprimées en % de l'aire totale des pics des semoules après sonication

Variétés	Résultats des surfaces F(%) obtenues après sonication					
	F1	F2	F3	F4	F5	F2/F4
Waha	8,68	21,75	11,63	44,35	8,81	0,49
Vitron	11,91	23,89	11,45	45,34	7,8	0,53
Mbb	10,47	20,96	9,7	42,14	7,54	0,50
Hedba3	9,47	23,29	12,99	45,37	9,88	0,51
Bidi17	13,09	29,34	10,56	38,33	8,68	0,77
Chen's	13,73	27,04	10,62	40,28	8,33	0,67
Kebir	12,75	27,32	11,49	39,69	8,75	0,69
Korifla	12,79	26,12	12,11	40,26	8,73	0,65
Omrabi	9,73	23,04	13,5	45,65	9,07	0,50
Moyenne	11,40	24,75	11,56	42,38	8,62	0,59
Ecart type	1,84	2,83	1,20	2,85	0,69	0,10

Annexe B

Tableau B₁ : Caractéristiques culinaires des pâtes séchées à 55°C, 70°C, 90°C

	Séchage	Etat de Surface		ESG	Indice de viscoélasticité		IVG
		T+6	T+11		T+6	T+11	
Waha	N	4,50	3,40	3,95	6,60	3,20	4,9
	HT	7,80	5,40	6,6	8,20	6,10	7,15
	THT	7,6	5,7	6,65	8,10	6,80	7,45
Vitron	N	5,90	4,10	5	6,90	3,70	5,3
	HT	7,10	6,10	6,6	8,00	5,00	6,5
	THT	5,60	5,5	5,55	7,30	5,60	6,45
Mbb	N	7,60	4,00	5,8	7,00	3,50	5,25
	HT	7,60	5,00	6,3	8,00	4,60	6,3
	THT	7,30	5,6	6,45	7,60	4,30	5,95
Hedba3	N	6,10	3,20	4,65	4,90	2,80	3,85
	HT	7,40	4,60	6	5,30	4,10	4,7
	THT	8,40	5,40	6,9	6,30	4,60	5,45
Bidi17	N	6,20	4,70	5,45	7,90	8,40	8,15
	HT	7,70	7,00	7,35	10,9	9,40	10,15
	THT	7,5	7,7	7,6	11,3	9,8	10,55
Chen's	N	7,60	5,10	6,35	7,50	4,40	5,95
	HT	7,90	6,00	6,95	9,30	5,80	7,55
	THT	8,00	6,50	7,25	8,10	6,80	7,45
Poli	N	7,10	4,30	5,7	7,60	5,40	6,5
	HT	8,10	5,90	7	8,30	8,10	8,2
	THT	8,20	6,00	7,1	8,10	8,40	8,25
Duilio	N	7,80	3,60	5,7	7,80	4,10	5,95
	HT	7,90	5,80	6,85	8,00	7,10	7,55
	THT	8,00	6,10	7,05	8,10	7,50	7,8
Sahel	N	4,60	2,60	3,6	3,70	2,10	2,9
	HT	3,90	3,00	3,45	4,10	3,30	3,7
	THT	6,10	7,60	6,85	6,10	4,10	5,1
Simeto	N	7,10	3,60	5,35	7,20	4,90	6,05
	HT	8,10	5,90	7	8,80	9,30	9,05
	THT	8,20	6,10	7,15	8,80	8,40	8,6
Ofanto	N	5,50	4,30	4,9	7,50	4,80	6,15
	HT	7,30	6,60	6,95	8,90	9,20	9,05
	THT	7,90	6,40	7,15	7,90	9,50	8,7
Ost	N	3,30	1,40	2,35	2,00	1,90	1,95
	HT	6,20	3,3	4,75	2,30	2,30	2,3
	THT	5,50	4,50	5	5,20	2,00	3,6
Kebir	N	7,30	4,90	6,1	7,40	3,60	5,5
	HT	8,40	5,60	7	8,30	5,10	6,7
	THT	8,40	6,40	7,4	8,30	5,60	6,95
OZ	N	5,90	4,10	5	4,15	3,75	3,95
	HT	7,10	6,10	6,6	4,40	4,00	4,2
	THT	5,60	4,50	5,05	5,20	4,60	4,9
Cham3	N	6,90	4,50	5,7	10,60	7,00	8,8
	HT	6,20	5,00	5,6	9,80	8,80	9,3
	THT	8,30	7,90	8,1	10,20	10,60	10,4

Tableau B₂ : Caractéristiques culinaires des pâtes séchées à 55°C, 70°C, 90°C
(Moyenne des paramètres culinaires)

	ESG-NT	ESG-HT	ESG-THT	IVG-NT	IVG-HT	IVG-THT
Waha	3,95	6,6	6,55	4,9	7,2	7,5
Vitron	5	6,6	5,05	5,3	6,5	6,45
Mbb	5,8	6,3	5,95	5,25	6,3	5,95
Hedba3	4,65	6	6,9	3,9	4,7	5,45
Bidi17	5,45	7,35	7,25	8,15	10,4	10,1
Chen's	6,35	6,95	7,25	6	7,55	7,45
Poli	5,7	7	7,1	7	8,2	8,25
Duilio	5,7	6,85	7,05	6	7,5	7,8
Sahel	3,6	3,45	6,85	2,9	3,7	5,1
Simeto	5,35	7	7,15	6,1	9,1	8,6
Ofanto	4,9	6,95	7,15	6,2	9,4	8,7
Ost	2,35	5,35	4,4	1,9	2,3	3,6
Kebir	6,1	7	7,4	5,5	6,7	6,95
OZ	5	6,6	5,05	3,9	4,2	4,9
Cham3	5,7	5,6	8,1	8,8	9,3	10,4
Moyenne	5,04	6,37	6,61	5,45	6,87	7,15
Ecart type	1,06	0,98	1,04	1,83	2,33	1,93

Annexe C

Tableau C₁ : Composition protéique de la semoule des différentes variétés de blé

Semoule	Alb-Glob	gliadines	SDS	ME	culot
Waha	21,3	49,6	19,7	7,7	1,7
Vitron	22,5	39,6	23,4	11,5	1,2
Mbb	23,3	45,5	24,1	6,8	1,7
Hedba3	26,2	44,6	17,2	10,6	1,4
Bidi17	20,5	49,7	20,7	7,3	1,8
Chen's	16,8	47,8	21,9	13,4	1,6
Polinicum	20,2	51,1	20,9	7	2,0
Duilio	20,6	45,1	21,7	11,4	1,2
Sahel	23,4	48,8	17,8	8,6	1,9
Simeto	21,5	41,8	25,4	8,4	3,9
Ofanto	20,4	44,2	21,6	12,1	2,0
Ost	22,1	44,4	20,1	12,4	1,9
Kebir	14,9	43,9	21,9	18,7	1,2
Oued Zenati	20,3	46,2	24,3	16,2	2,1
Cham3	18,7	44,8	22,8	12,5	2,1
Moyenne	20,85	45,81	21,57	10,97	1,85
Ecart Type	2,72	3,12	2,30	3,47	0,65

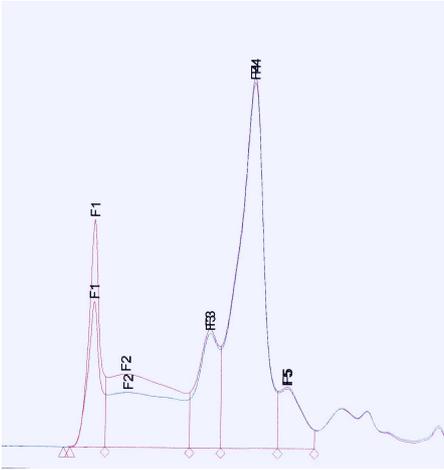
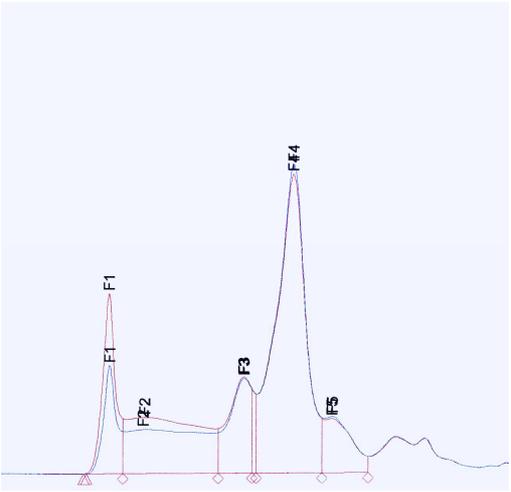
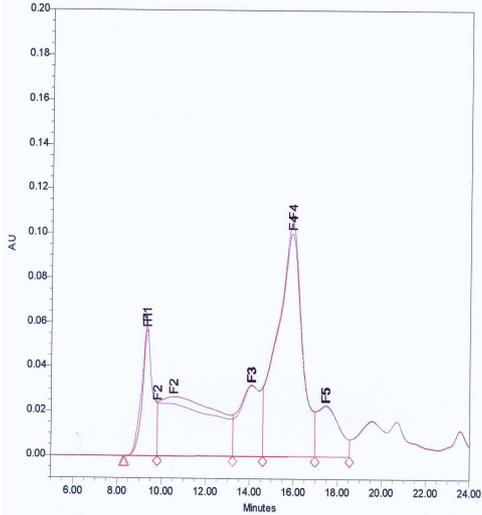
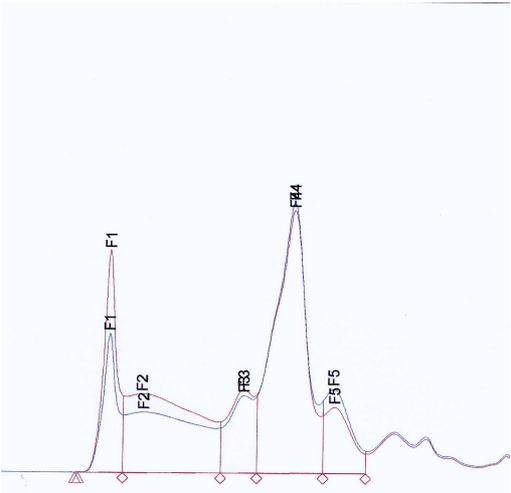
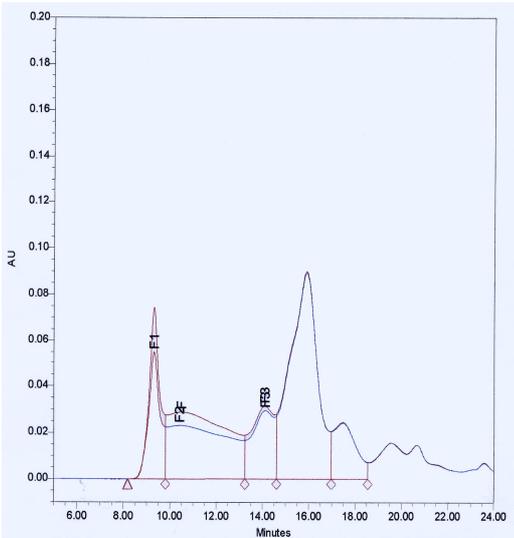
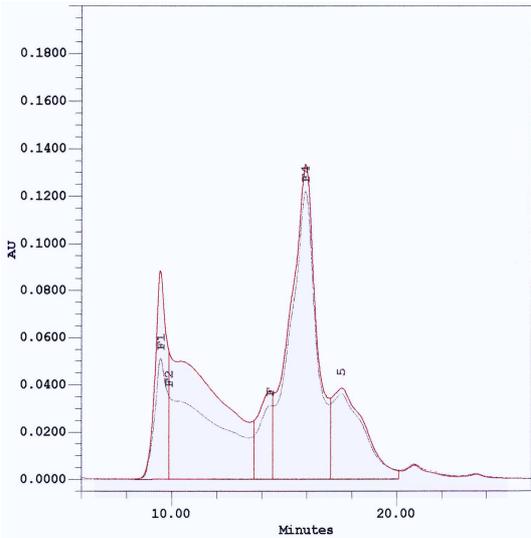
Tableau C₂ : Composition protéique des pâtes alimentaires

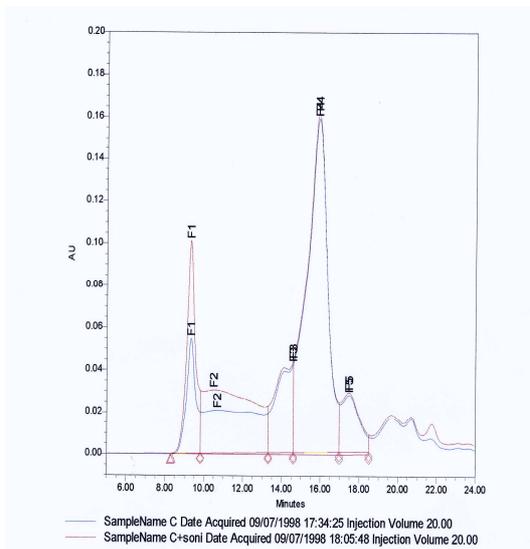
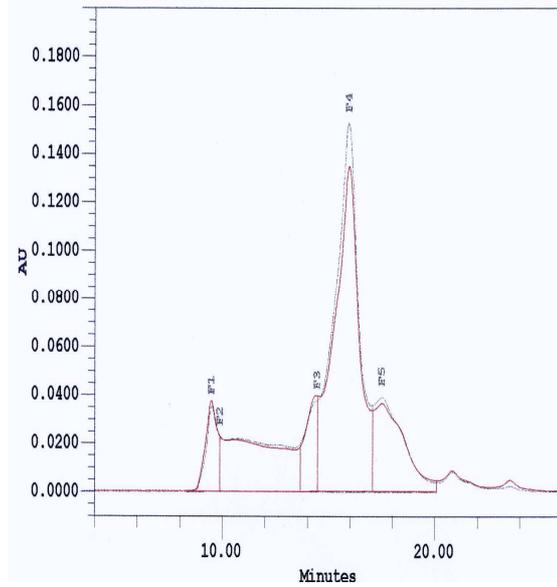
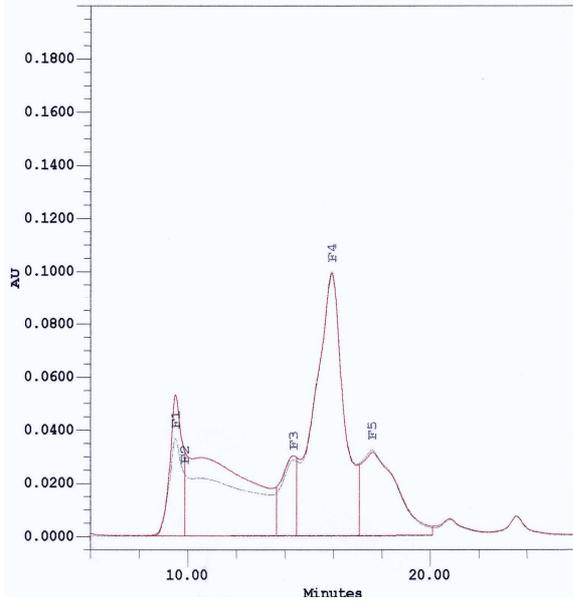
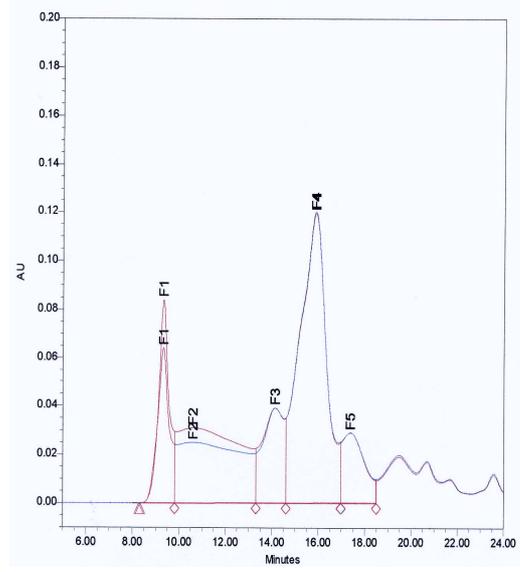
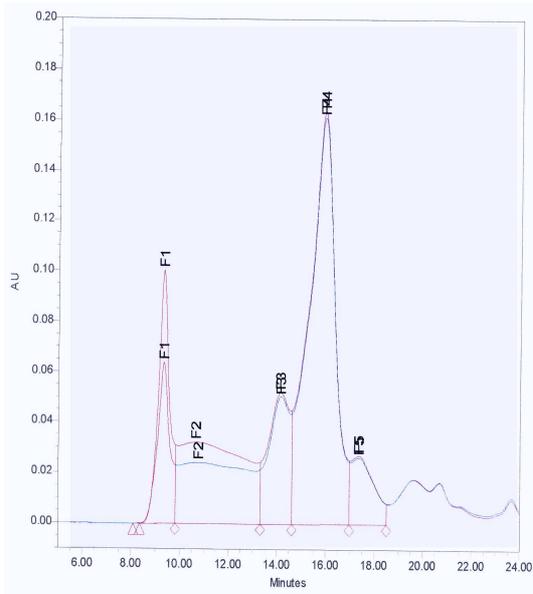
Spaghetti	Alb-Glob	gliadines	SDS	ME	culot
Waha	19,5	50,6	15,2	12,8	2,9
Vitron	21,2	49,4	13,5	15,1	2,8
Mbb	19,9	56,1	11,3	11,1	2,7
Hedba3	21,7	45,9	12,5	18,6	4,3
Bidi17	16,1	44,2	18,4	19,5	4,8
Chen's	12,1	55,3	14,2	21,1	2,8
Polinicum	18,2	50,4	13,8	16,1	4,5
Duilio	15,5	54,4	14,3	14,6	3,9
Sahel	18,9	51,3	14,9	10,1	6,8
Simeto	20,6	48,5	10,9	22,2	2,1
Ofanto	11,8	54,9	17	14,4	4,9
Ost	20,6	51,4	10,2	15,8	4,8
Kebir	13,9	54,1	10,9	22,3	2,8
Oued Zenati	13,2	54,8	10,1	21,9	3,8
Cham3	12,1	54,2	9,6	24,2	3,7
Moyenne	17,02	51,70	13,12	17,31	3,84
Ecart Type	3,66	3,59	2,63	4,43	1,22

Tableau C₃ : Aire des pics d'élution SE-HPLC (F1 à F5) exprimées en % de l'aire totale des pics des pâtes alimentaires.

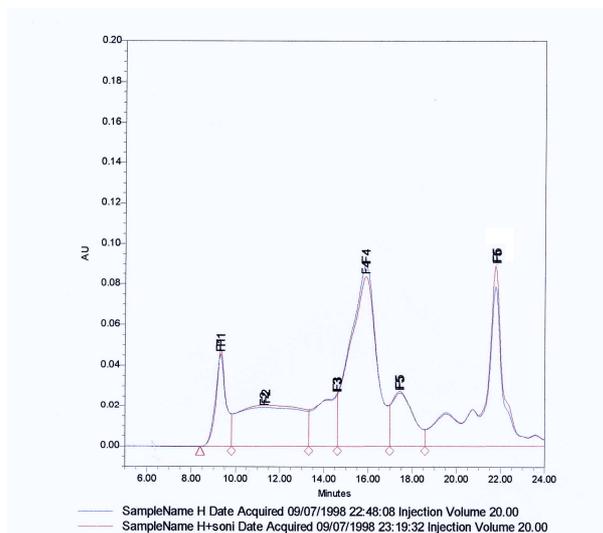
Variétés	PF1	PF2	PF3	PF4	PF5	PF2/PF1
Waha	3,65	18,19	6,12	54,84	18,67	4,98
Vitron	4,65	18,65	5,91	54,12	17,98	4,01
Mbb	2,55	16,33	5,83	56,38	20,21	6,40
Hedba3	4,63	19,12	5,75	53,61	18,39	4,13
Bidi17	4,92	18,35	5,11	53,55	18,44	3,73
Chen's	3,75	17,21	4,99	55,11	19,25	4,59
Dulio	3,82	17,89	5,61	54,54	19,21	4,68
Siméto	4,51	18,21	5,71	54,31	18,12	4,04
Ost	3,97	17,99	5,65	54,87	18,45	4,53
Polinicum	5,21	18,54	5,23	53,26	18,48	3,56
Sahel	3,76	17,69	6,34	54,70	19,25	4,70
Ofanto	4,23	17,53	6,24	52,86	18,53	4,14
Kebir	3,28	17,46	5,62	54,21	18,64	5,32
O. Zenati	3,65	18,83	6,45	55,25	19,05	5,16
Cham3	4,32	18,39	4,21	56,19	18,54	4,26
Moyenne	4,06	18,03	5,65	54,52	18,75	4,55
Ecart type	0,68	0,71	0,58	0,99	0,56	0,72

ANNEXE D





— SampleName C Date Acquired 09/07/1998 17:34:25 Injection Volume 20.00
 — SampleName C+soni Date Acquired 09/07/1998 18:05:48 Injection Volume 20.00



— SampleName H Date Acquired 09/07/1998 22:48:08 Injection Volume 20.00
 — SampleName H+soni Date Acquired 09/07/1998 23:19:32 Injection Volume 20.00