

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLICUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
المدرسة الوطنية العليا للفلاحة
ECOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUES
EL-HARRACH (ALGER)

THESE

Pour l'obtention du diplôme de Doctorat es-Sciences en
Sciences Agronomiques

Spécialité : Sciences Alimentaires

Présentée et soutenue publiquement

Par

YESLI Abdenour

Titre :

**Etude du potentiel boulanger des produits granulaires de
quelques blés durs Algériens**

Devant le jury composé de :

Président	BELLAL M. M.	Professeur (ENSA, Alger)
Directeur de Thèse	OUNANE G.	Professeur (ENSA, Alger)
Examineurs	AMIR Y.	Professeur (UMM, Tizi Ouzou)
	TAMENDJARI A.R.	Professeur (UAM, Béjaia)

ANNEE UNIVERSITAIRE : 2017/2018

Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier le Professeur Ounane G, d'avoir accepté d'encadrer ce travail. Je tiens à la remercier pour son accueil, ses conseils, sa disponibilité et l'intérêt qu'elle a manifesté pour l'aboutissement de cette thèse.

Pour avoir accepté de juger ce travail, je remercie, Monsieur Bellal M.M. Professeur à l'ENSA, Département de Technologie Alimentaire, Monsieur Amir Y. Professeur à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi ousou, Faculté des Sciences Agronomiques et des Sciences Biologiques et Monsieur Tamendjari A.R. Professeur à l'Université Mira de Bejaïa, Département des sciences alimentaires.

Je remercie, Abecassis J et Morel M.H, Directeurs de Recherches Unité Mixte de Recherches Ingénierie des Agro-polymères et Technologies Émergentes (UMR- IATE) à l'INRA de Montpellier de m'avoir accueilli dans leur laboratoire et de m'avoir conseillé pour la réorientation de ma thèse. Je remercie aussi l'ensemble du personnel du Department of Agriculture, Forestry, Nature and Energy, (DAFNE) de l'université Tuscia, Italy, représenté par les Professeurs Lafiandra D et Masci S, pour m'avoir accueilli dans leur laboratoire de biochimie des protéines et de génétique des céréales. Toute ma gratitude va également à Santagati V.D et Sistelli F pour leur aide durant l'expérimentation.

Un très grand merci à Reguerre A.L, UR 1268, Biopolymères, Interactions Assemblages, INRA de Nantes pour son aide précieuse dans l'analyse et l'interprétation de la morphologie des mies des pains.

Toute ma gratitude va également aux personnes qui m'ont aidé à réaliser les différentes parties de ce travail : Sidi-Mansour T et Trabezi A pour l'échantillonnage, Tazrout Ch pour la rhéologie, Le staff de Lesaffer baking pour les essais de panification ainsi que pour les tests organoleptiques et enfin Metna B pour toutes les analyses statistiques.

Un très grand merci aux Professeurs Ounane S.M (ENSA-Alger) et Derridj A (FSBA – UMM-Tizi Ouzou) pour leurs soutiens et leurs aides inestimables.

Merci à toutes les personnes qui, de près ou de loin, m'ont aidé dans ce travail.

Liste des communications

Article dans un journal à comité de lecture

Yesli, A., Latati, M., Tellah, S., Abdellaoui, Z. et Ounane, G. (2017). Physicochemical and rheological properties and bread-making potential of durum flour and semolina. *Journal of Food, Agriculture & Environment*. 15 (2): 14-20.

Communication orale

Yesli, A., Ounane, G. et Tazerout, Ch. (2016). Evaluation de la qualité physicochimique des fractions de mouture de blés durs Algériens. Journée de la Sciences. ENSA 18 Avril 2016.

Communication par affiche

Yesli, A., Ounane, G. et Tazerout, Ch. (2015). Polymeric proteins, rheological properties and bread making quality of durum wheat flours and semolina. International Conference on Chemical, Agricultural and Biological Sciences 'CABS-2015). Sept. 4-5. Istanbul. Turkey.

Table des matières

Résumé	i
Abstract	ii
Liste des abréviations	iii
Liste des figures	iv
Liste des tableaux	v
Introduction générale	1
Chapitre I : Revue bibliographique	4
I.1. Production de blé en Algérie et dans le monde	4
I.2. Le procédé de mouture	5
I.3. Propriétés fonctionnelles des constituants biochimiques	8
I.3.1. L'amidon	8
I.3.1.1. Rôle en panification	10
I.3.2. Les protéines	11
I.3.2.1. Les protéines de réserves : gliadines et gluténines	12
I.3.2.1.1. Les gliadines	13
I.3.2.1.2. Les gluténines	14
I.3.2.1.2.1. Sous unité gluténines de haut poids moléculaire (SG-HPM)	14
I.3.2.1.2.2. Sous unité gluténines de faible poids moléculaire (SG-FPM)	15
I.3.2.1.2.3. Les agrégats protéiques	15
I.3.2.2. Les protéines cytoplasmiques	16
I.3.2.3. Rôle en panification	16
I.3.2.3.1. Le pétrissage	16
I.3.2.3.2. Le traitement hydrothermique	19
I.3.3. Les constituants mineurs	19
I.3.3.1. Les lipides	19
I.3.3.1.1. Rôle en panification	20
I.3.3.2. Les pentosanes	20
I.3.3.2.1. Rôle en panification	21
I.3.3.3. Les puroindolines	21
I.3.3.3.1. Rôle en panification	22
I.4. Rhéologie et comportement de la pâte aux déformations	22
I.4.1. Rhéologie empirique	23
I.4.2. Rhéologie fondamentale	24
I.5. Caractérisation rhéologique de l'amidon	26
I.6. La panification	29
I.6.1. Généralités sur la panification du blé dur	29
I.6.1.1. Le procédé de panification	29
I.6.1.2. Les Conditions de pétrissage	31
I.6.1.3. Développement du réseau glutineux	32
I.6.1.4. L'encapsulation d'air	33
I.6.2. La fermentation	34

I.6.2.1. Fermentation et rétention de gaz	35
I.6.2.2. Formation et croissances des alvéoles dans la pâte	36
I.6.3. La cuisson	37
I.7. Acquisition de la texture de la mie de pain	38
I.8. Analyse sensorielle	39

Chapitre II : Qualité physicochimique des fractions de mouture 41

II.1. Introduction	41
II.2. Matériel et Méthodes	41
II. 2.1. Granulométrie	42
II.2.2. Taux de cendre	42
II.2.3. Teneur en glucose libre	42
II.2.4. Dosage de l'acidité grasse	43
II.2.5. Activité amylasique (Falling Number)	43
II.2.6. Dosage de l'amidon endommagé	43
II.2.7. Dosage des protéines totales	44
II.2.8. Dosage du gluten humide (GH), sec (GS) et gluten index (GI)	45
II.2.9. Détermination de l'Indice de gonflement des gluténines (SIG)	45
II.2.10. Test de sédimentation en présence de dodécylsulfate de Sodium (SDS)	46
II.2.11. Traitement statistique	46
II.3. Résultats et discussion	46
II.3.1. Granulométrie	46
II.3.2. Taux de cendre	49
II.3.3. Teneur en glucose libre	49
II.3.4. L'acidité grasse	50
II.3.5. Activité amylasique	51
II.3.6. Taux en amidon endommagé	52
II.3.7. Teneur en protéines totales	53
II.3.8. Teneur en gluten humide (GH), sec (GS) et gluten index (GI)	53
II.3.9. Indice de gonflement des gluténines (SIG)	55
II.3.10. Test au DodécylSulfate de Sodium (SDS)	55
Conclusion	56

Chapitre III : Etude de la distribution des protéines de réserves dans les farines et les semoules 57

III.1. Introduction	57
III.2. Matériel et Méthodes	58
III.2.1. Séparation séquentielle et dosage colorimétrique des protéines de l'endosperme	58
III.2.1.1. Extraction des Albumines (A) et globulines (B)	58
III.2.1.2. Extraction des gliadines (GLI) et gluténines (GLU)	59
III.2.1.3. Quantification par la méthode de Bradford, (1976)	59
III.2.2. Electrophorèse monodimensionnelle des gluténines	60
III.2.3. Dosage des protéines polymériques par SE-HPLC	61
III.3. Résultats et discussion	63

III.3.1. Teneur en Albumines + Globulines	63
III.3.2. Les gliadines	63
III.3.3. Les gluténines	65
III.3.4. Les protéines polymériques non extractibles (UPP)	70
Conclusion	73
Chapitre IV : Propriétés d'empesage des farines et des semoules	74
IV.1.Introduction	74
IV.2. Matériel et Méthodes	75
IV.2.1. Dosage de l'amidon total par voie enzymatique	75
IV.2.2. Dosage de l'amylose, de l'amylopectine et du ratio amylose/amylopectine	77
IV.2.3. Détermination des propriétés d'empesage avec le Rapid Visco Analyser (RVA)	78
IV.3. Résultats et discussion	80
IV.3.1. Teneur en amidon, amylose et amylopectine	80
IV.3.2. Propriétés d'empesage	83
IV.3.2.1. Pasting température	84
IV.3.2.2. Peak viscosity	85
IV.3.2.3. Le Breakdown (BK)	86
IV.3.2.4 Le Setback (SB)	87
IV.3.2.5. La viscosité finale (FV)	87
Conclusion	88
Chapitre V : Etude des propriétés rhéologiques des pâtes des farines et des semoules	89
V.1.Introduction	89
V.2. Matériel et Méthodes	90
V.2.1. Le farinographe	90
V.2.2. Le mixographe	91
V.3. Résultats et discussion	93
V.3.1. Résultats au farinographe	93
V.3.1. 1. Capacité d'absorption d'eau ou d'hydratation (FaWab)	93
V.3.1. 2. Temps de développement de la pate (FaDT)	95
V.3.1. 3. Stabilité ou temps pendant lequel la farine conserve sa consistance initiale	96
V.3.2. Résultats au mixographe	98
V.3.2.1. le temps de développement de la pâte (TDV)	98
V.3.2.2. Hauteur de la pente de développement (HD)	99
V.3.2.3. Taux d'hydratation (HYDR)	100
V.3.2.4. Scoring	101
Conclusion	101
Chapitre VI : Qualité boulangère des farines et des semoules	102
VI.1.Introduction	102
VI.2. Matériel et Méthodes	104
VI.2.1. Protocole de panification	104
VI.2.2. Mesure du volume et du volume spécifique	105
VI.2.3. Activité de l'eau (aw) de la mie	105

VI.2.4. Acidité du pain	105
VI.2.5. Capacité de rétention d'eau de la mie	105
VI.2.6. Analyse texturale des pâtes et des pains	106
VI.2.6.1. Analyse instrumentale de la texture du pain par analyse d'image	106
VI.2.6.2. Analyse sensorielle de la texture des pâtes et pains	106
VI.2.7. Analyse en composantes principales	107
VI.3. Résultats et discussion	107
VI.3.1. Volume et volume spécifique des pains	107
VI.3.2. Activité de l'eau (a_w)	112
VI.3.3. Acidité des pains	112
VI.3.4. Capacité de rétention d'eau de la mie	113
VI.3.5. Analyse en Composante Principale	114
VI.3.6. Analyse de la texture de la mie	116
VI.3.7. Analyse sensorielle	118
VI.3.7.1. Machinabilité des pâtes des farines et des semoules	118
VI.3.7.2. Aspect global du pain	120
VI.3.7.3. Qualité de la mie	121
Conclusion	122
Conclusion générale et perspectives	123
Références bibliographiques	126
Annexe	143

Résumé

Le blé dur constitue la céréale de choix dans le modèle alimentaire Algérien. Il est consommé, principalement, sous forme de couscous, de pâtes et dans une moindre mesure sous forme de galette. L'objectif de cette thèse est de mettre en évidence les potentialités boulangères de certaines farines générées durant la mouture des grains de blé dur dans la perspective de les valoriser comme complément des pains baguettes fabriquées avec la farine de blé tendre. Ce travail a été subdivisé en deux grandes parties. Dans la première, nous nous sommes intéressés à la composition physicochimique, à la répartition des différentes classes de protéines constitutives du gluten, ainsi qu'au comportement, thermique et rhéologique mesuré respectivement par le Rapid Visco Analyser, le Farinographe et le Mixograhe. La matière première est composée de farines des passages de tête de mouture (passages DD1), milieu de mouture (passages DD4), farine entière (somme de toutes les farines produites durant un cycle de mouture) et de la semoule fine. Les résultats des analyses physicochimiques ont montré que les farines des passages de tête et les semoules ont des concentrations en gluten index élevés. Quant aux protéines du gluten, les gluténines sont les protéines majoritaires, suivies par les gliadines et enfin par les albumines + globulines. Les protéines polymériques comme les HPM, LMWB, LMWC et les UPP sont très dépendantes des mélanges de variétés mises en œuvre. Les résultats des au Rapid Visco Analyser (RVA), montrent que les farines ont des pics de viscosité très élevés tandis que l'amidon des semoules possède les vitesses de rétrogradation (breakdown) les plus faibles. Les tests de compression et relaxation réalisés avec le farinographe et le mixographe, indiquent que les farines et les semoules sont aptes à la panification. Dans la seconde partie, des essais de panification ont été réalisés sur les farines et les semoules en suivant un protocole normalisé. La production de pain de qualité, c'est-à-dire avec des volumes et des densités élevés, a été obtenue avec les farines et les semoules possédant des glutens index élevés. L'alvéolage des mies des pains mesuré par l'analyse d'image, montre que les pains des semoules possèdent des mies aux alvéoles aérés et à texture homogène. Un jury professionnel de dégustateur a positivement noté l'ensemble des pains, à l'exception du goût de semoule, retrouvé dans les pains des farines.

Mots clés : Farine blé dur, propriétés physicochimiques, protéines polymériques, Farinographe, Mixographe, RVA, pain, analyse image.

Abstract

This study aimed to evaluate physicochemical and rheological properties assessing bread-making potential of durum flour and semolina from Algeria. Twelve selected samples durum wheat were collected at a mill, and used in our study. These samples were selected from first break roller (F1), fourth break roller (F4), and the total obtained flour (DF). Significant differences between flours and semolina ($p < 0.05$) in gluten index and SDS sedimentation test were revealed. Flour from F1 and semolina were characterized by good elasticity balance of gluten according to the gluten index, whereas the sedimentation test of DF was higher. The fractionating of total protein on albumins + globulins, gliadins and glutenins, has shown that the F4 was richer in Albumins + globulins, while meal was higher in gliadins. Polymeric proteins HMW and LMW separated by SDS-PAGE electrophoresis and the UPP by SE-HPLC were statistically similar in all the studied samples. Farinographic parameters such as the level of water absorption increased in durum flours and semolina, however in F1 and F4, it remains the same. On the other hand, dough development time and dough stability were shorter in all samples. Pasting properties of semolina were higher than flours. Semolina exhibited the lowest peak viscosity, moderate breakdown, lowest setback viscosities, and greatest stability during heating as well as longer time to reach peak viscosity. The baking tests have shown that particle size index, gluten index and mixing dough tolerance had positive effect on the bread volume. Bread made with F1 and semolina had a higher loaf volume than that of F4 and DF.

Keywords: Bread, farinograph, gluten index, polymeric proteins, rapid visco analyzer, starch damage, unextractable polymeric protein.

خلاصة

هذه الدراسة تهدف إلى تقييم الخصائص الفيزيائية والكيميائية لصنع الخبز من دقيق القمح الجزائري. اثنا عشر عينات القمح مستخدمة في هذه الدراسة. تم اختيار هذه العينات من أول فاصل الاسطوانة (F1)، الرابعة فاصل الاسطوانة (F4)، وحصل على المجموع الطحين. هامة الخلاقات بين الطحين والسميد ($0.05 > P$) في الغلوتين. الدقيق من F1 وسميد اتسمت مرونة جيدة التوازن من الغلوتين وفقا للغلوتين index، حين اختبار الترسيب مدافع كان أعلى. تجزئة من مجموع البروتين في Globuline + Albumine، Gliadine، و Glutenine، وقد بينت F4 كان أكثر ثراء في Albumine + Globuline، بينما كان وجبة أعلى في Gliadine، و Glutenine البروتينات حمو و LMW فصل من. معلمات فارينوجرافيك مثل مستوى امتصاص الماء زاد في دقيق القمح وسميد، لكن في F1 و F4، فإنه لا يزال هو نفسه. من ناحية أخرى، الوقت اللازم لتطوير العجين والاستقرار العجين كانت أقصر في جميع العينات. لصق خصائص سميد كانت أعلى من الطحين. بتحيط الاختبارات أظهرت أن مؤشر حجم الجسيمات، مؤشر الغلوتين وخط العجين التسامح أثر إيجابي على حجم الخبز. الخبز المصنوع من F1 وسميد أن حجم رغيف أكبر من ذلك من F4 و durum flours

الكلمات الرئيسية: الخبز، فارينوجراف، فهرس الغلوتين، البروتينات البوليمرية، محلل فيسكوالسريع

Liste des abréviations

A	Albumines
ACP	Analyse en Composantes principales
AM	Amylose
ANOVA	Analyse de la variance
AP	Amylopectine
Aw	Activité de l'eau
B	globulines
BK	Breakdown
CP	CentiPoise
D50	Granulométrie moyenne
FaDT	Temps de développement ou de formation de la pâte au farinigraphe
FaST	Stabilité ou temps au farinigraphe
FaWab	Capacité d'absorption d'eau ou d'hydratation au farinigraphe
FMM	Farine du milieu de mouture
FTM	Farine de tête de mouture
FN	Activité amylasique
FTOT	Farine totale
FV	Final viscosity
GH	Gluten humide
GI	Gluten index
GL	Gliadines
GLU	Gluténines
GS	Gluten sec
HCW	Capacité de rétention d'eau de la mie
HD	Hauteur de la pente de développement
HYDR	Taux hydratation au mixographe
LMWC	Low molecular weight type c
MON	Protéines Monomériques
POLY	Protéines Polymériques
PT	Pasting temperature » ou température d'empesage de l'amidon
PT	Protéines totales
PV	Peak viscosity ou viscosité maximale
RVA	Rapid Visco Analyser
SB	Setback
SD	Starch damage
SDS	Dodécylsulfate de Sodium
SDS-PAGE	Sodium Dodecyl Sulfate Polyacrylamide Gel Electrophoresis
SE-HPLC	Chromatographie d'exclusion-diffusion
SG-FPM	Sous unité gluténine faible poids moléculaire
SG-HPM	Sous unité gluténine haut poids moléculaire
SIG	Indice de gonflement des gluténines
TDV	Temps de développement ou temps de pétrissage au mixographe
TG	Holding strength ou viscosité à chaud
UPP	Protéines polymériques non extractibles

Liste des figures

Figure 1 : Evolution de la production algérienne en blé (blé dur et tendre)	4
Figure 2 : Coupe longitudinale d'un grain de blé	6
Figure 3 : Les produits de la mouture du blé dur	7
Figure 4 : Grains d'amidon natifs vus au microscope électronique	9
Figure 5 : Représentation schématique de la structure de l'amylose	9
Figure 6 : Structure de l'amylopectine	10
Figure 7 : changement de l'état de l'amidon sous l'action d'un traitement hydrothermique	11
Figure 8 : composition des protéines de la farine	12
Figure 9 : Représentation simplifiée de la structure primaire des gliadines	13
Figure 10 : Représentation simplifiée de la structure primaire des SG-FPM et SG-HPM	15
Figure 11 : Modèle d'association des sous unités gliadines	18
Figure 12 : Représentation schématique de la pâte	18
Figure 13 : Répartition des lipides libres et liés dans la farine de blé	19
Figure 14 : Observation de pâte à pain en microscopie confocale à balayage	20
Figure 15 : Courbe de résistance à l'extension de la pâte enregistrée à l'extensographe	24
Figure 16 : Différentes sollicitations d'une pâte à pain	25
Figure 17 : Comportement de l'amidon lors d'un cycle de chauffage et refroidissement	27
Figure 18 : Représentation schématique de la gélatinisation de l'amidon	28
Figure 19 : formation du réseau de gluten dans la pâte	33
Figure 20 : Mécanisme d'encapsulation du gaz par le réseau viscoélastique de la pâte	34
Figure 21 : Représentation schématique du mécanisme de formation du film liquide	36
Figure 22 : Evolution de la taille et de la forme des alvéoles gazeuses	36
Figure 23 : distribution des sous unités gluténines	61
Figure 24 : Chromatogramme UPP séparés par SE-HPLC	62
Figure 25 : variation des rapports protéines polymériques sur protéines totales	67
Figure 26 : SDS –PAGE des SG-HPM et SG-FPM des farines et semoules	70
Figure 27 a et b : Chromatogramme UPP Farine blé dur	71
Figure 28 : Viscoamylogramme et paramètres de viscosité de l'amidon de blé	79
Figure 29 : Courbes de viscosité des amidons des farines et semoules de blé dur	83
Figure 30 : Farinogramme d'une farine panifiable	91
Figure 31 : Mixogramme	92
Figure 32 : Scoring des mixogrammes	92
Figure 33 : Volume des pains de farines et semoules	108
Figure 34 : Volume spécifique des pains	112
Figure 35 : Projection des variables (35a) et projection des pains (35b)	115
Figure 36 : Exemple de mies des pains fabriqués avec les fractions de mouture du blé dur	117
Figure 37 : Carte de ressemblance des mies des pains	118
Figure 38 : Représentation graphique du comportement des farines et semoules lors du pétrissage	119
Figure 39 : Acceptabilité des pains en fonction de leur aspect extérieur	120
Figure 40 : Représentation graphique de la qualité de la mie des pains	121

Liste des tableaux

Tableau 1 - Composition chimique du grain de blé en pourcentage de matière sèche	8
Tableau 2 : Contraintes subies par la pâte durant la panification	26
Tableau 3 : Exemples d'améliorants utilisés en panification	31
Tableau 4 : Comparaison des caractéristiques de fonctionnement des pétrins	32
Tableau 5 : Qualité physico chimique des farines et semoules	47
Tableau 6 . Analyse de variance qualité physico chimiques	48
Tableau 7 : Comparaison des valeurs moyennes par station de prélèvement	48
Tableau 8 : corrélation entre les paramètres physicochimiques	51
Tableau 9 : Qualité des protéines de réserves des farines et semoules	54
Tableau 10 : Composition protéinique des farines et semoules	64
Tableau 11 : corrélation entre les constituants protéiques et les paramètres physicochimiques	65
Tableau 12 . Analyse de variance sur les différentes protéines	66
Tableau 13 : Répartition des Sous unités gluténines dans les farines et les semoules	69
Tableau 14 : Répartition des protéines polymériques non extractible	72
Tableau 15 : Propriétés d'empesage des farines et semoules	81
Tableau 16 . Analyse de la variance sur l'amidon, l'amylose et les paramètres du RVA	82
Tableau 17 : Comparaison des valeurs moyennes par station de prélèvement	83
Tableau 18 : corrélation entre les paramètres viscoamylolytique	84
Tableau 19 : Propriétés rhéologiques des farines et semoules de blé dur commercial	93
Tableau 20 : Comparaison des valeurs moyennes par station de prélèvement	94
Tableau 21 . Analyse de variance sur les paramètres mesurés au farinographe et mixographe	95
Tableau 22 : Classification des semoules et des farines en fonction du gluten	96
Tableau 23 : Corrélation entre les paramètres qualitatifs et rhéologiques	97
Tableau 24 : Relation entre le temps de développement e la pâte et la force du gluten	99
Tableau 25 . Analyse de la variance sur les paramètres qualitatifs des pains	108
Tableau 26 : corrélation entre les paramètres qualitatifs des pains	109
Tableau 27 : Comparaison des valeurs moyennes des pains par station de prélèvement	109
Tableau 28 : Qualité des pains des farines et semoules de blé dur	113
Tableau 29 : Classement des pâtes en fonction de leur comportement au pétrissage	119
Tableau 30 : Classement des pains en fonction de leur aspect extérieur	120
Tableau 31 : Classement des pains en fonction de la mie des pains des farines et semoules	121

Introduction générale

L'autosuffisance alimentaire demeure à l'heure actuelle le plus grand déficit des pays en développement. Il devient primordial d'augmenter la production alimentaire pour couvrir les besoins de la population qui va en croissant d'année en année. En Algérie, le blé couvre une part importante des besoins énergétiques et protéiques de la population et demeure indispensable à l'équilibre alimentaire. La consommation par habitant est estimée à 200 kg/hab/an et couvre 88% des besoins énergétiques. Malgré les pics de production durant ces dernières années, notre pays reste un gros importateur de blé. La production nationale est irrégulière et fortement tributaire de la pluviométrie. Le déficit structurel est comblé par des importations massives afin de satisfaire les besoins de la population. En tonnage, les importations s'élèvent annuellement à plus de 7,66 MT et classent l'Algérie comme un des plus gros importateurs de blé après l'Egypte, l'Océanie, le Brésil, l'Europe, le Japon et l'Indonésie. La culture du blé dur est plus importante que celle du blé tendre et couvre 40% de la surface emblavée. Le basculement depuis les années quatre vingt vers la consommation de pain à base de farine de blé tendre, oblige les pouvoirs publics à rechercher sur le marché mondial jusqu'à 4.0 MT de blé tendre pour couvrir le déficit. Parallèlement, l'industrie semoulière produit annuellement plus de 4,6 MT de semoule et 1 MT de farine

La panification du blé dur est pratiquée sur tout le pourtour de la méditerranée depuis très longtemps. L'étude de la compréhension des mécanismes physicochimiques régissant la qualité boulangère n'a démarré qu'à partir des années 80 suite aux progrès réalisés dans le fractionnement des protéines de réserve du blé et par l'intérêt des pays exportateurs de blé dur de trouver des débouchés en année de surproduction, autres que ceux des pâtes alimentaires et couscous.

Payne *et al.* (1984) et Boggini (1985) ont montré que la qualité boulangère du blé dur est codée par les génomes A et B plus précisément par le chromosome 1 B codant pour la force du gluten. La stabilité au pétrissage est élevée chez les cultivars présentant la sous unité gliadine $\gamma 42$ couplée avec les sous unités gluténines à haut poids moléculaire (SG-HPM) bandes $7+8 > 6+8$, tandis que chez la sous unité $\gamma 45$ complexée à SG-HPM, la stabilité au pétrissage est retrouvée avec la configuration $6+8$ suivie de $(6+8) + (6+7)$ et en dernier $(6+8) + 20$ (Boggini 1985). Quant au volume, les blés de type $\gamma 45$ - SG-HPM ($7+8$) donnent des pains très bien développés, avec une mie bien alvéolée et un aspect extérieur très engageant suivi par les $\gamma 42$ – SG-HPM dans l'ordre $(6+8) > (7+8) > 20 > (6+17)$. Sur le plan moléculaire, un consensus est actuellement établi quant à l'influence positive des sous gluténines à haut poids moléculaires renfermant les bandes protéiques $6+8$ ou $7+8$. La supériorité de SG-HPM $6+8$ proviendrait des possibilités de ces sous unités à former des liaisons secondaires avec les gliadines. Sur le plan technologique, le volume du pain est positivement influencé par les faibles forces boulangères et les rapports de la ténacité sur l'extensibilité de la pâte mesurée à l'alvéographe. Durant le stockage, les pains de blé dur restent plus frais par rapport aux pains de froment. Ammar *et al.* (2000) et Edwards *et al.* (2007) montrent que le rapport protéines polymériques sur protéines totales, la force boulangère, le taux d'hydratation des protéines de réserves en milieu SDS, et les insolubles protéiques (UPP) agissent positivement sur le développement du pain. Durant la panification, des temps de fermentation courts (15mn), en présence de teneurs élevées en insolubles gluténines sont recommandés pour l'obtention de pains volumineux.

L'objectif de cette thèse est de valoriser la farine de blé dur dans l'optique de contribuer à la réduction des importations en blé tendre, et ainsi créer de nouvelles opportunités pour l'utilisation de cette farine dans l'alimentation humaine. Pour atteindre cet objectif, la thèse est structurée en deux parties :

- Détermination des paramètres physicochimiques, protéiques, rhéologiques et d'empesages discriminants,
- Identification des fractions de blé dur à haut potentiel boulanger.

Ainsi, la première partie de cette thèse est consacrée à l'état des connaissances concernant la farine, sur le rôle des composants biochimiques sur la qualité du pain, les instruments utilisés pour étudier la rhéologie de la pâte une fois hydratée et aussi son comportement durant un cycle de chauffage et de refroidissement. Il est précisé également la contribution de chaque étape de la panification sur le produit final. La deuxième partie expérimentale est traitée sous forme de chapitres indépendants dans lesquels sont détaillés les matériels et les méthodes utilisés pour atteindre les objectifs de la thèse. Les résultats de chacun des chapitres font l'objet d'une discussion et d'une conclusion.

La conclusion générale, permet de statuer sur la pertinence des paramètres étudiés quant à la sélection de fractions aptes à la panification. Et enfin, quelques perspectives sont présentées afin de proposer des actions permettant de répondre aux questions soulevées par ce travail.

Partie A
Bibliographie

Chapitre I : Revue bibliographique

I.1. Production de blé en Algérie et dans le monde

Le blé dur et le blé tendre occupent une place prépondérante dans notre alimentation, notamment pour la production de la semoule (couscous et pâtes) et de la farine (pain). La production de ces deux céréales se caractérise par leur extrême volatilité en termes de volume et de qualité des récoltes. Ces fluctuations témoignent d'une maîtrise insuffisante de cette culture et de l'importance des facteurs climatiques, plus particulièrement la pluviométrie. La demande en blé est satisfaite, pour une faible partie par la production nationale qui oscille, selon les campagnes, entre 614 420 tonnes et 3 432 231 tonnes (FAO 2016). Le reste par les importations. La production de blé se répartit entre blé dur (70%) et blé tendre (30%), avec une importante variabilité interannuelle. Bien adapté au climat semi aride, le blé dur demeure la céréale prépondérante en Algérie avec une production de plus de 1,9 millions de tonnes contre 0.8 pour le blé tendre (Rastoin et Benbderrazik, 2014).

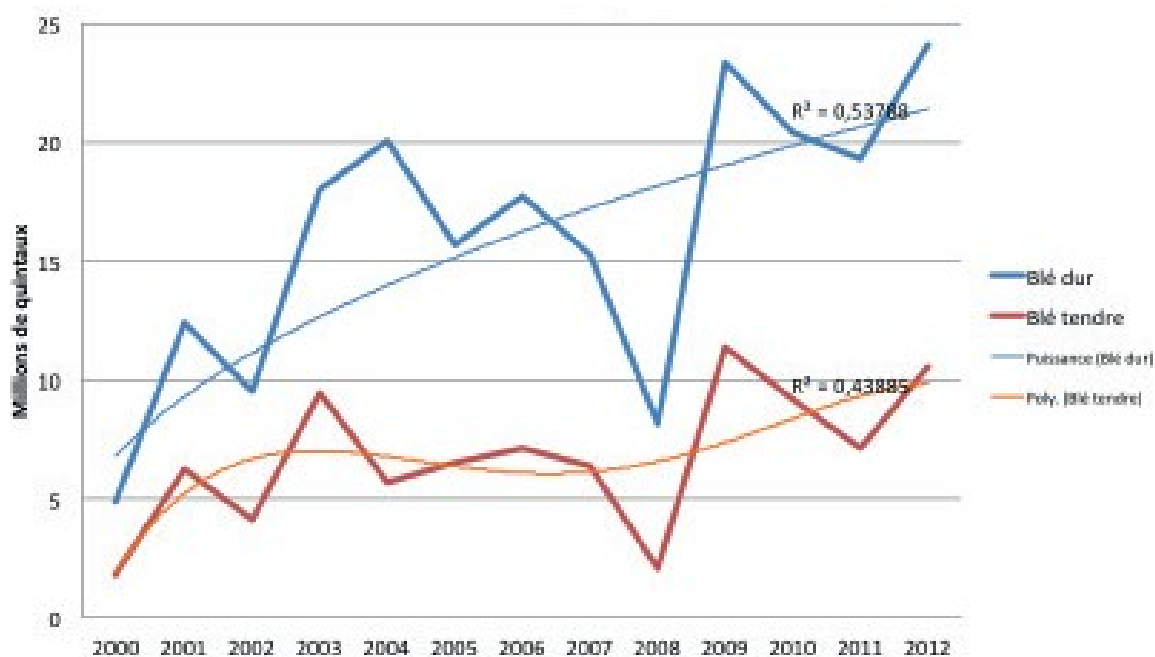


Figure 1 : Evolution de la production algérienne en blé (blé dur et tendre) (Rastoin et Benbderrazik, 2014)

La production mondiale de blé reste monopolisée par quelques grands pays producteurs. En termes de volume, la répartition de la production est dominée par l'Union Européenne, la Chine, l'Inde, les Etats Unis, le Canada et la Russie et représente plus de 60% de la production mondiale. Sur une production annuelle en 2016 de 736 millions de tonnes, seulement 391 millions de tonnes sont échangés sur le marché mondial (Faostat 2017). Les principaux pays exportateurs sont par ordre d'importance, la Russie, l'Union Européenne, les Etats Unis, l'Australie, et l'Argentine. En termes de production. Le blé tendre se distingue par des tonnages très élevés (696,9 million de tonnes) par rapport au blé dur (39.1 million de tonnes) soit 5% de la production mondiale (Faostat 2017).

I.2. Le procédé de mouture

Le blé dur est une monocotylédone, appartenant au genre *Triticum* de la famille des Poaceae (Gramineae). Le grain est un fruit sec, appelé caryopse, constitué d'une graine et d'un tégument dont les enveloppes sont intimement soudées. Les deux espèces les plus cultivées dans le monde sont le blé tendre (*Triticum aestivum*), destiné à la fabrication des pains et des produits de pâtisseries, et le blé dur (*Triticum durum*) utilisé principalement pour la fabrication du couscous, des pâtes alimentaires et de la galette (Ounane *et al.*, 2006). Du point de vue morphologique, le grain de blé se présente sous la forme ovoïde avec une longueur moyenne de 6 mm, un diamètre moyen de 3 mm et un poids de 20 à 50 mg. Le grain comprend trois parties principales :

- ✚ Les enveloppes: 13 à 16 % du poids total du grain, constituées du péricarpe, du tégument séminal, de la bande hyaline et de l'assise protéique,
- ✚ L'amande: 82 à 84 % du poids total du grain, qui forme l'albumen amylicé contenant l'amidon et les protéines de réserve,
- ✚ Le germe: 2 à 3 % du poids total du grain

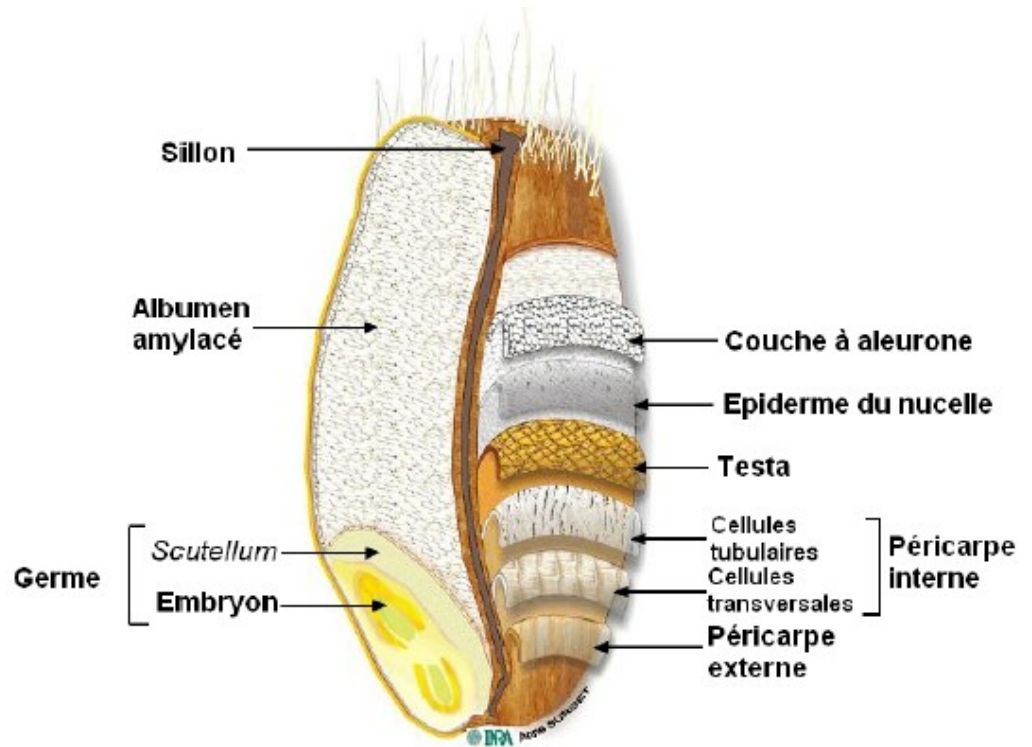


Figure 2 : Coupe longitudinale d'un grain de blé (Surget et Barron, 2005)

La mouture a pour objectif d'isoler l'albumen amylicé des enveloppes du grain et du germe. La fragmentation du blé dur consiste à le débarrasser en premier lieu des divers impuretés organiques et inorganiques par le biais d'une série d'appareils de nettoyage, avant de le conditionner par l'ajout d'une quantité d'eau bien appropriée dans le but d'assouplir les enveloppes et de faciliter la séparation des différentes parties du grain. Dans la pratique, le conditionnement consiste à ramener l'humidité du grain à 15.5% par l'ajout de l'eau en deux étapes séparés par un temps de repos à chaque fois. La mouture est de nos jours conduite sur des appareils à cylindres subdivisés en broyeurs, diviseurs, convertisseurs et détacheurs. A chaque étape de mouture, divers produits sont générés et sont classés et purifiés par le biais des plansichters et sasseurs. Le diagramme suivant, résume de façon très schématique les différents produits générés par la mouture.

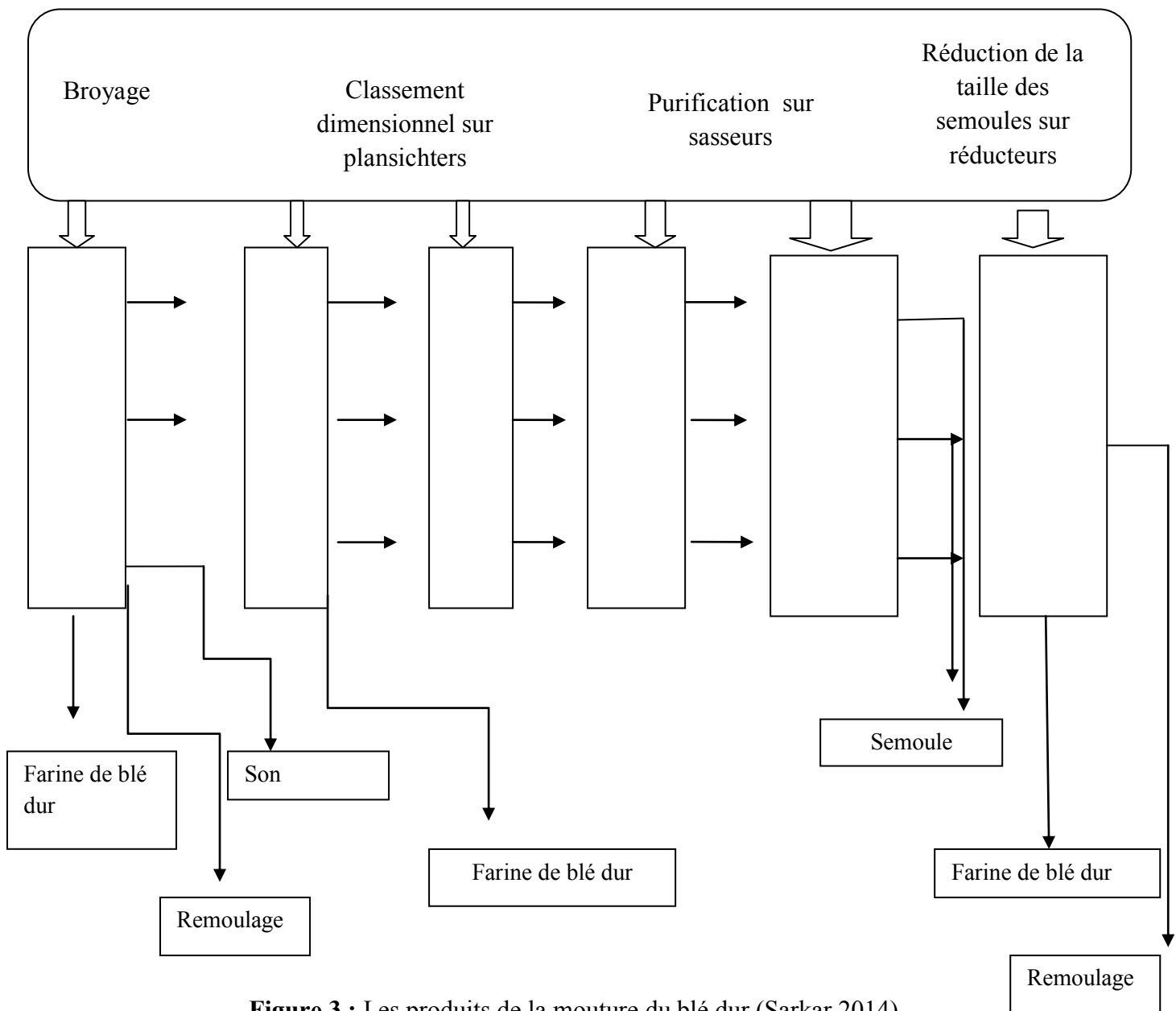


Figure 3 : Les produits de la mouture du blé dur (Sarkar 2014)

Produits de mouture:

- Semoule : 60-65%
- Farine : 20-25%
- Issues (enveloppes, germes, graines autres que le blé) : 10-20%.

La semoule et la farine de blé dur sont les ingrédients de base servant à la fabrication du couscous, des pâtes et du pain en raison de leur composition très complexes (tableau 1) en différents constituants (protéines, amidons, lipides, etc.) qui leurs permettent de supporter les

forces de grenaison, de malaxage, d'extension bidirectionnelle par suite de la fermentation biologique et d'expansion durant la cuisson (Abecassis *et al.*, 2013).

Tableau 1 - Composition chimique du grain de blé en pourcentage de matière sèche (Boyacioglu et D'Appolonia, 1995 ; Abecassis 2015)

Tissus	Grain entier	semoule	Farine blé dur	Germe
Protéines	14.0	12.0	15.0	30.5
Lipides	2.1	1.6	-	11.8
Amidon	68.8	82.0	72.4	0
Sucres réd	2.3	1.6	3.0	30.5
Pentosanes	7.7	1.4	1.7	7.5
Cellulose	2.7	0.3	-	2.3
Minéraux	1.9	0.6	0.86	6.2

I.3. Propriétés fonctionnelles des constituants biochimiques

I.3.1. L'amidon

L'amidon est composé de granules réparties en deux populations distinctes (figure 4): de gros granules (10-35 μm), de forme lenticulaire et minoritaires en nombre, et des petits granules (1-10 μm) sphériques, majoritaires en nombre (Massaux *et al.*, 2006). La répartition des granules d'amidon est directement influencée par le rapport amylose sur amylopectine (Tester et Morisson , 2007). Du point de vue chimique, l'amidon est un polymère constitué à 98-99% de résidus de D- glucose reliées entre eux par des liaisons glucosidiques (Guilbot et Mercier, 1985). C'est le polysaccharide le plus important qui se trouve dans tous les organes des végétaux supérieurs (BeMiller et Whistler, 2009). Ces polymères confèrent à l'amidon sa capacité de gélification et d'épaississant.

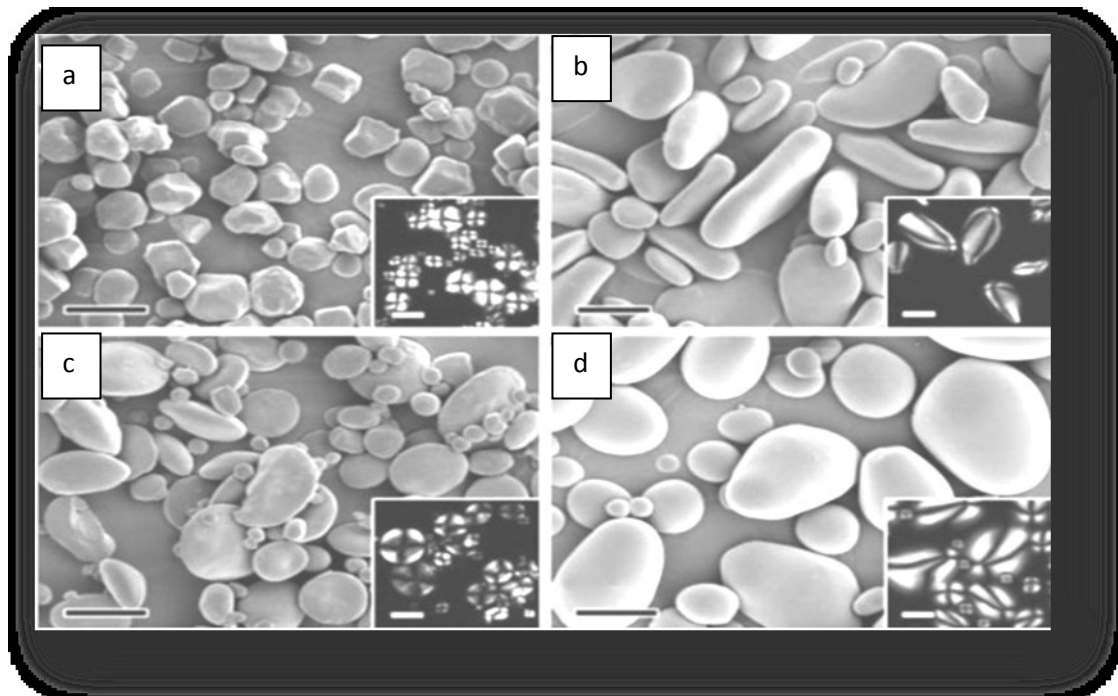


Figure 4 : Grains d'amidon natifs vus au microscope électronique (Pérez et Bertoft, 2010)
a – maïs, b – banane verte, c – blé, d – pomme de terre.

L'amylose constitue 25 à 30 % de l'amidon du blé et peut varier de 0 % chez les mutants «waxy» du maïs, de la pomme de terre ou du riz, à 70 % dans certains mutants de maïs ou de pois (Guilbot et Mercier, 1985), est une molécule linéaire non droite constituée d'un enchaînement d'unités α -D-glucopyranose liées par des liaisons de type α (1,4) (Figure 5). L'amylose native de blé contient en moyenne 2000 à 3000 unités glucose (Roger et Colonna, 1992);

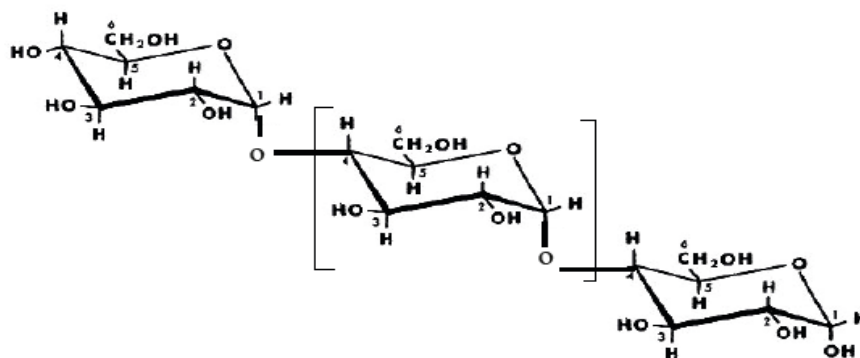


Figure 5 : Représentation schématique de la structure de l'amylose (Buléon 1990)

L'amylopectine constitue 70 à 75 % de l'amidon du blé, et se présente sous forme d'une molécule ramifiée. Les unités α -D-glucopyranose sont reliées par des liaisons de type α -(1,4) et α -(1,6) (Figure 6). Ces dernières représentent 5 à 6 % du nombre total de liaisons et sont à l'origine de la ramification. L'amylopectine présente un degré de polymérisation de $5 \cdot 10^3$ à 10^5 unités glucosyl, conduisant à des masses moléculaires de 10^6 à 10^8 g/mol, beaucoup plus élevées que l'amylose (Colonna et Mercier, 1984).

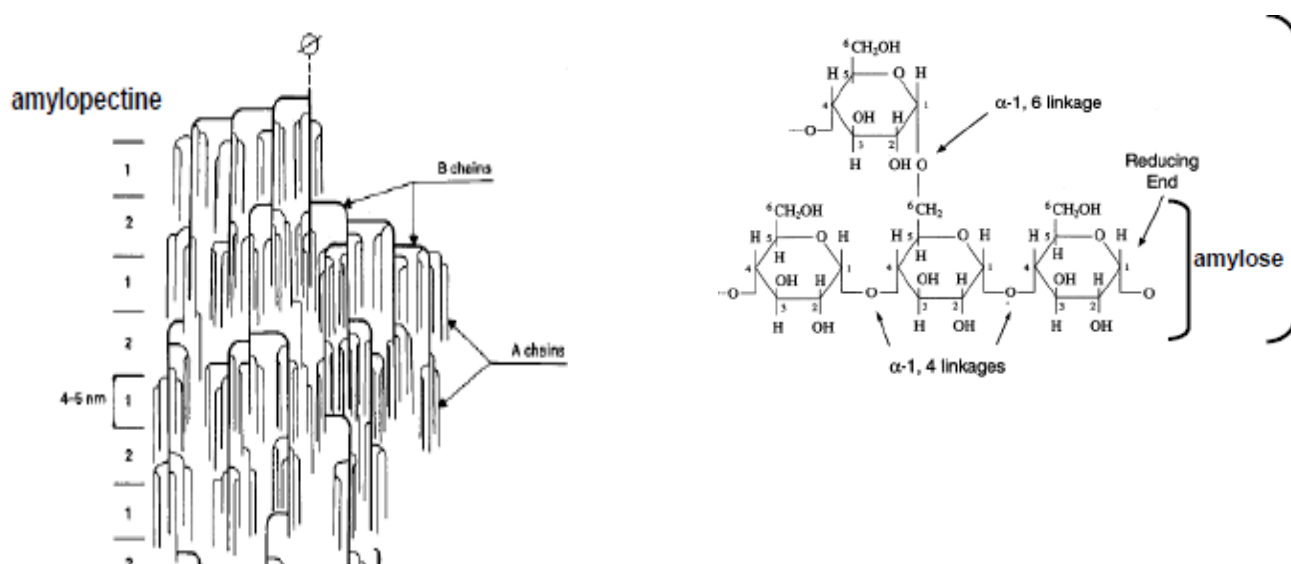


Figure 6 : Structure de l'amylopectine (Robin *et al.*, 1975)

I.3.1.1. Rôle en panification

Le rôle de l'amidon en panification est dépendant des interactions qu'il établit avec l'eau lorsqu'il est soumis à un traitement thermique. L'amidon est avant tout une source majeure en sucre simple pour les agents biologiques responsables de la fermentation gazeuse. Et intervient dans l'expansion du pain et de la qualité finale de la mie. Eliasson et Svensson (1995) ont montré que l'aptitude à la panification des amidons de blé serait d'autant meilleure que leur température de gélatinisation est élevée. Ce phénomène est expliqué en supposant

que la prise de volume du pain au four s'arrête au moment où l'amidon est gélatinisé et que le pain se développe d'autant plus que la gélatinisation est tardive (Feillet 2000). En présence d'un excès d'eau (plus de 60% matière humide) et d'un apport constant en chaleur (supérieure à 60°C), les granules d'amidons gonflent, perdent leur structure cristalline se gélifient et fusionnent (figure 7). En même temps, les protéines du réseau de gluten subissent une thermoréticulation conduisant à la formation de la mie (Cuq *et al.*, 2003). De plus, l'amidon contribue à la dilution du gluten et la formation de liaisons non covalentes (liaisons H) avec les protéines et contribue à la formation de la pâte (Feillet 2000). Après la cuisson, les vitesses de réorganisations structurales des molécules d'amylose et de l'amylopectine (rétrogradation au cours du refroidissement) expliquent l'origine du rassissement du pain.

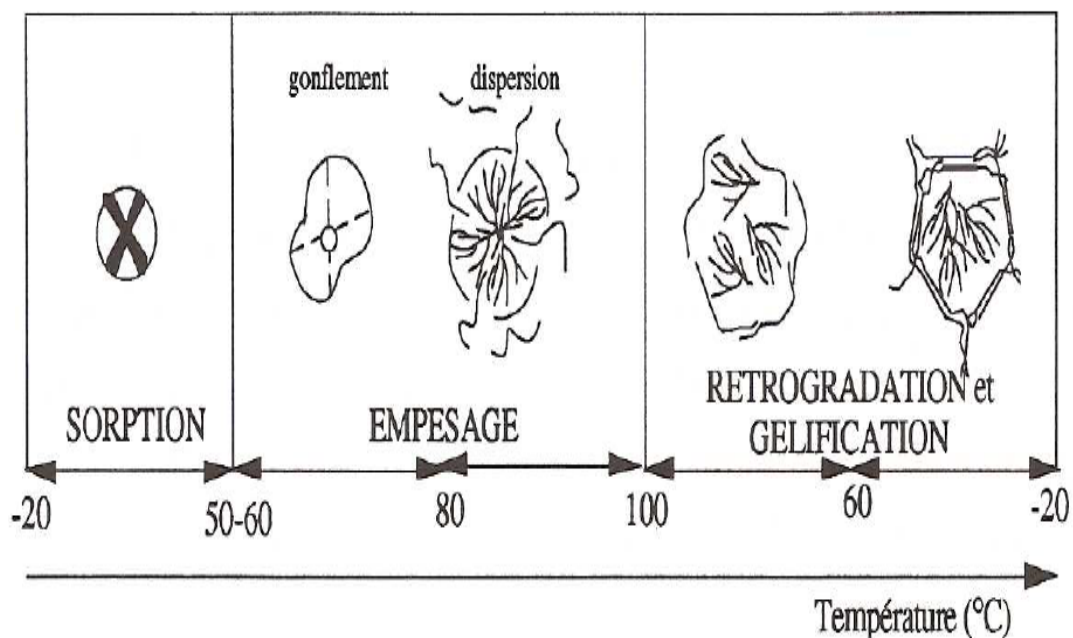


Figure 7 : changement de l'état de l'amidon sous l'action d'un traitement hydrothermique (Duprat *et al.*, 1980)

I.3.2. Les protéines

Deuxième constituant pondéral des semoules et farines, les protéines se répartissent inégalement entre les différents tissus du grain. La teneur en protéines dépend des conditions de développement de la plante, notamment en eau et engrais azotés, mais également des

origines variétales. La qualité des produits à base de blé est étroitement dépendante des propriétés fonctionnelles qu'elles établissent entre elles durant les phases d'hydratation, de panification et/ ou de pastification. La classification des protéines est fonction de leur solubilité dans les solvants organiques et inorganiques (Osborne 1907), de leur degré de polymérisation et de la teneur en acides aminés soufrés des protéines insolubles (Shewry *et al.*, 1986). Les albumines et les globulines sont regroupées sous le terme de protéines métaboliques et sont considérées à l'heure actuelle sans contribution à la qualité boulangère et pastière, tandis que les gliadines et les gluténines sont les principales composantes du gluten et constituent les protéines de réserve (figure 8).

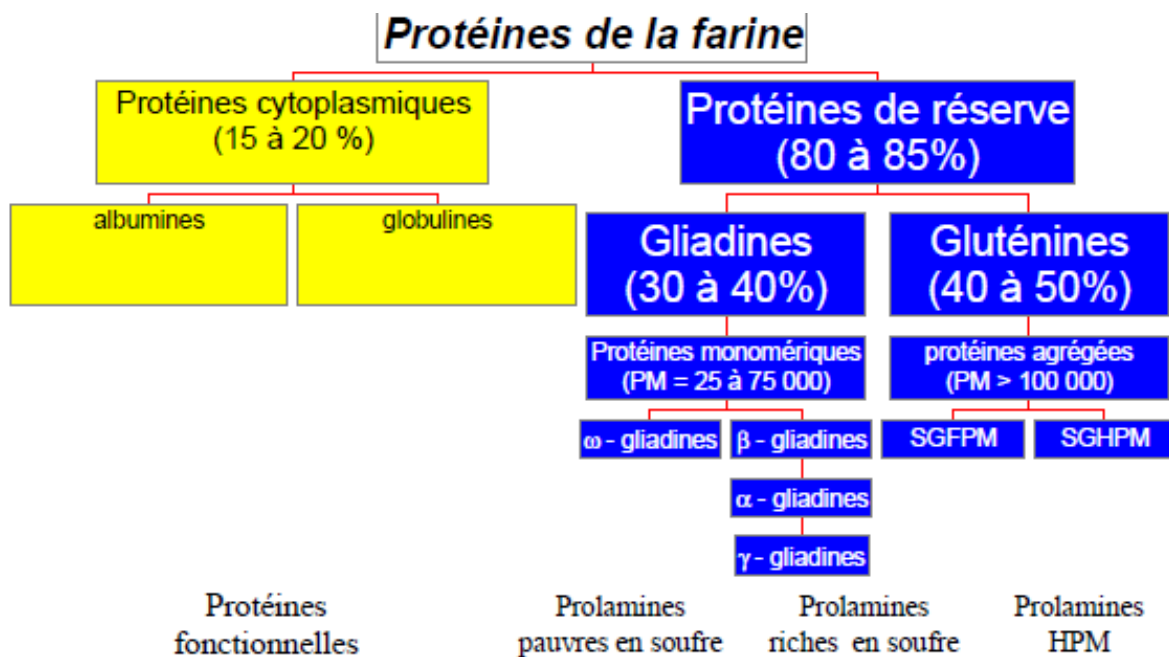


Figure 8 : composition des protéines de la farine : rapprochement entre les classifications d'Osborne et de Shewry (Feillet 2000).

I.3.2.1. Les protéines de réserves : gliadines et gluténines

La structure primaire des prolamines se subdivise en domaines distincts dont certains sont constitués par des séquences répétitives de 6 à 8 acides aminés ou en séquences enrichies par un acide aminé particulier (Shewry et Halford, 2002).

I.3.2.1.1. Les gliadines : Sont des protéines monomériques, associées par des liaisons hydrogènes et des interactions hydrophobes, avec une masse moléculaire comprise entre 30 et 80 kDa. En fonction de leur mobilité électrophorétique par électrophorèse en gel de polyacrylamide en milieu acide (PAGE), la vingtaine de gliadines individualisées sont classées en fonction de leur mobilité croissante en quatre classes : ω -, γ -, β - et α - gliadines (Feillet 2000).

La séquence primaire des gliadines se compose d'un domaine N-terminal constitué de séquences répétées et d'un domaine C-terminal unique. Le domaine répétitif est représenté par des séquences en acides aminés riches en proline et en glutamine (Shewry *et al.*, 1995). Le domaine non répétitif contient la quasi-totalité des résidus cystéine (Shewry et Tatham, 1990). Les α -, β - et γ - gliadines se caractérisent par une composition en acides aminés et une structure très voisine (Feillet 2000). En raison de la plus grande similarité de composition et de structure en acides aminés (figure 9). Les α - et β - gliadines sont souvent regroupées dans une seule famille des α - gliadines ou α/β gliadines. Les γ - gliadines riches en cystéines, présentent une forte analogie avec les gluténines de faible poids moléculaire. Les ω - gliadines sont dépourvues d'acides aminés soufrés et sont donc incapable de participer à la formation d'un réseau protéinique (Feillet 2000).

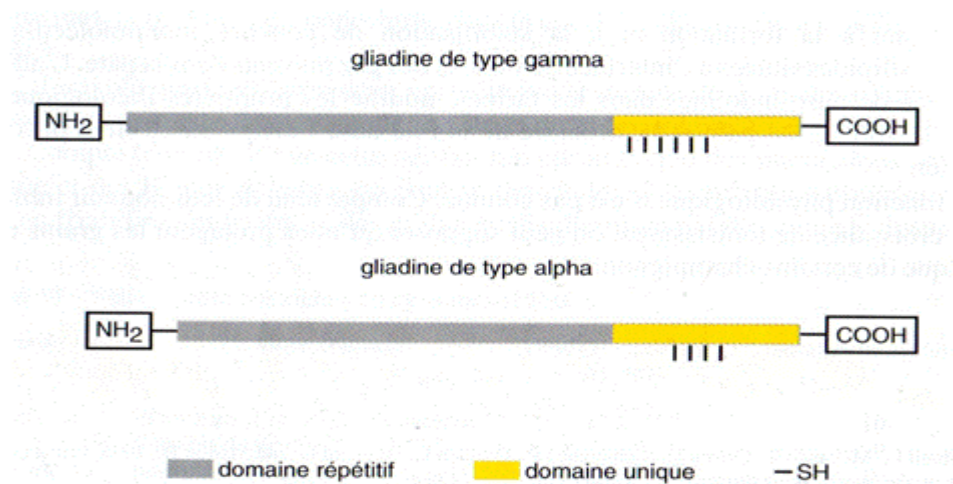


Figure 9. Représentation simplifiée de la structure primaire des gliadines (Feillet 2000).

I.3.2.1.2. Les gluténines : Constituent une famille hétérogène de polymères de sous unités de faible et haut poids moléculaire et constituent des agrégats par l'intermédiaire de liaison S-S, de liaisons hydrogènes non covalentes et d'interactions hydrophobes (Shewry *et al.*, 1995). L'aptitude de ses sous unités à s'associer par des liaisons disulfures est à l'origine de la panification du blé (Gupta *et al.*, 1990). En fonction de leur mobilité électrophorétique sur un gel au sodium dodecyl sulfate polyacrylamide (SDS-PAGE), les gluténines se divisent en deux grandes classes. Les sous unité gluténines de haut poids moléculaire (SG-HPM) ou *high molecular weight* glutenin subunits (*SG-HMW*) et les sous unité gluténines de faible poids moléculaire (SG-FPM) ou *low molecular weight* glutenin subunits (*SG-LMW*).

I.3.2.1.2.1. Sous unité gluténines de haut poids moléculaire (SG-HPM), sont des protéines linéaires avec un poids moléculaire compris entre 100 et 160 (Shewry *et al.*, 1986), riches en cystéines en position C et N terminales avec une région centrale répétitive contribuerait à l'élasticité du gluten (Feillet 2000). La structure primaire est composée d'un domaine répétitif de 481 à 690 acides aminés avec la présence ou l'absence de cystéines tandis que les régions N et C terminales contiennent respectivement 3-5 et 1 cystéines (figure 10). La structure secondaire, se caractérise par un domaine répétitif en acide glutamique et glycolle sous forme de coude bêta tandis que les régions terminales sont en hélice alpha (Feillet 2000). Les travaux de Payne *et al.* (1981) et Shewry *et al.* (1984) ont montré que les SG-HPM se divisent en deux sous groupes en fonction de leur vitesse de mobilité sur le gel de SDS-PAGE. Les SG-HPM_x de poids moléculaire (83-120) possèdent quatre résidus cystéine dont 3 dans le domaine N-terminal, et 1 dans le domaine C-terminal, les sous-unités de type y de PM (64-76) contiennent généralement 5 résidus de cystéine dans le domaine N-terminal, 1 dans le domaine répétitif et 1 dans le domaine C terminal (Branlard *et al.*, 1989).

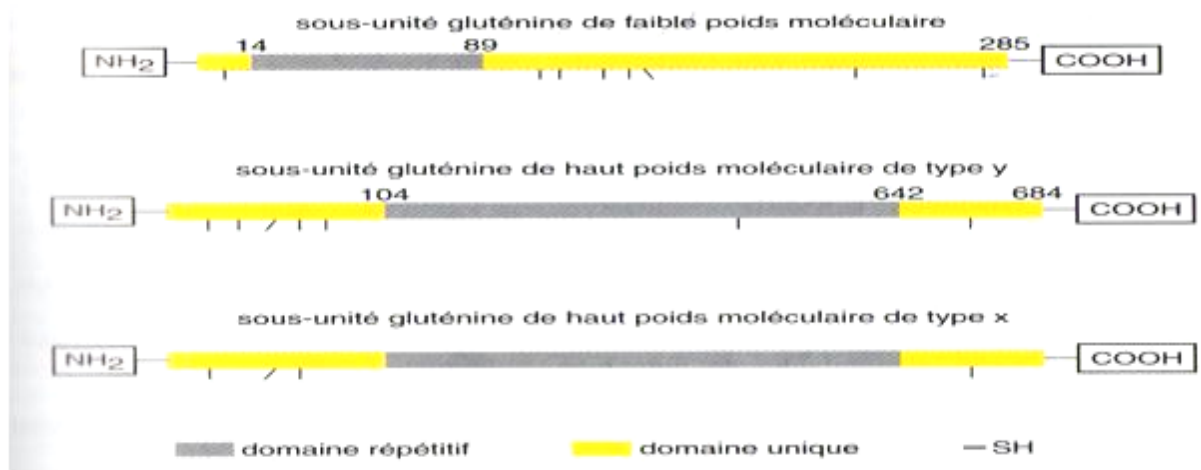


Figure 10- Représentation simplifiée de la structure primaire des SG-FPM et SG-HPM (Feillet 2000).

I.3.2.1.2.2. Sous unité gluténines de faible poids moléculaire (SG-FPM), de poids moléculaire entre (30 et 75), représentent plus de 60% des gluténines, riches en cystéine et en acides aminés hydrophobes mais pauvres en glycocolle (MacRitchie *et al.*, 1990). La structure primaire est constituée d'un domaine N-terminal répétitif riche en proline et en glutamine (figure 11) et une structure secondaire formée par 37% d'hélices α , 15% de feuillet β , 28% de coudes β et 20% de structure aléatoire (Feillet 2000). Les SG-FPM sont constituées de plusieurs sous groupes basées sur leur mobilité électrophorétique après réduction. Il s'agit de sous groupe B, C et D (Payne et Corfield, 1979; Jackson *et al.*, 1983).

I.3.2.1.2.3. Les agrégats protéiques, sont des unités polypeptidiques constitutives des gluténines liées par des liaisons S-S pour donner des molécules de masse moléculaire de plusieurs millions. Les plus gros polymères sont insolubles dans des solutions à base de SDS et nécessitent l'emploi d'énergie pour leur extraction. Ces polymères sont couramment appelés macropolymères de gluténine (Feillet 2000) ou unextractible polymérique protein (Gupta *et al.*, 1993).

1.3.2.2. Les protéines cytoplasmiques

Constituées en majorité par les albumines et les globulines solubles dans les solutions aqueuses et salines. Elles représentent 15 à 20% des protéines de la farine et de la semoule et se distinguent par leur teneur élevée en cystéine et la présence de protéines aux propriétés fonctionnelles comme les enzymes, les protéases, les oxydoréductases, les inhibiteurs d'enzymes, etc... (Feillet 2000).

1.3.2.3. Rôle en panification

Après hydratation de la farine, il se forme dans la pâte des fibrilles protéiques très extensibles de type gliadines (Feillet 2000). Au cours du pétrissage en présence d'une quantité suffisante en eau et en ingrédients (levure, NaCl, agents d'oxydoréduction, auxiliaires de fabrication, etc.), les molécules en présence s'hydratent et établissent de nombreuses interactions de types liaisons hydrogènes, ioniques, hydrophobes et covalentes. Au cours de la cuisson, les protéines globulaires coagulent, tandis que les protéines du gluten polymérisent (Turbin-Orger 2012)

1.3.2.3.1. Le pétrissage, est l'étape primordiale pour la mise en pâte des produits pulvérulents en présence d'eau. Au cours du pétrissage, il y'a développement d'un réseau protéique sous l'action des groupements thiol (SH) et sulfudryles (S-S) impliquant l'ensemble des protéines porteuses de groupement SH. De nombreux modèles ont été proposés pour élucider les interactions entre les sous unités constitutives des gluténines. Le premier modèle a été établi par Ewart en 1968 dans lequel les sous-unités de gluténines se positionnent linéairement au sein d'un polymère de gluténine avec possibilité d'existence de ramifications. Sur la base de la taille et de l'encombrement moléculaire des sous unités gluténines, Khan et Bushuk (1979) ont proposé un modèle reposant sur l'existence de deux chaînes polypeptidiques. Dans ce modèle, les SG-HPM forment un réseau, agrégées par des liaisons disulfures et des liaisons covalentes très fortes, tandis que les SG-FPM sont liées par des liaisons non covalentes et

reliées aux SG-HPM par des liaisons disulfures intermoléculaires et stabilisées par des liaisons non-covalentes extrêmement fortes.

Graveland *et al.* (1985) ont émis comme hypothèse que les polymères de gluténine s'édifient sur la structure linéaire des SG-HPM liées à leurs extrémités terminales une fois par SG-HPM de type x et une autre fois par SG-HPM de type y. Sur cet enchaînement linéaire, les SG-FPM viendraient se brancher en se connectant avec les SG-HPM de type y, qui possèdent un nombre impair de cystéines. Kasarda (1989) a proposé un autre modèle basé sur les connaissances disponibles sur les structures et la composition des sous-unités de gluténine. Ce modèle propose que les cystéines des extrémités des SG-HPM de type-x et de type-y forment des ponts intermoléculaires par l'intermédiaire d'une ou plusieurs SG-FPM. Il a également suggéré que ce mode de polymérisation aléatoire ne serait pas favorable à la formation de longues chaînes de SG-HPM dans la mesure où le nombre de SG-FPM est six fois supérieur au nombre de SG-HPM. Gao *et al.* (1992), pensent que le gluten est constitué d'unité de base de SG-HPM reliés entre eux par des ponts disulfures et à leur périphérie viendrait s'accrocher par des liaisons intermoléculaires S-S avec les SG-FPM. Chaque unité de base serait constituée de deux ou plusieurs dimères identiques ou différents. Sur cet ensemble viennent s'associer les gliadines par des liaisons de faible énergie (figure 11). Hamer et Van Vliet (2000) proposent 3 niveaux d'agrégation des gluténines. Le premier niveau est constitué par les sous unités SG-HPM et SG-FPM liées par des ponts disulfures. Le second niveau d'agrégation est formé par de large polymère de SG-HPM et de SG-FPM stabilisés par des interactions hydrogènes, électrostatiques et hydrophobes. Le troisième niveau d'agrégation se développe au cours du pétrissage, par association entre les larges polymères de sous unités de gluténines avec les autres composés de la pâte. Actuellement, aucun des modèles proposés ne fait l'unanimité et l'organisation moléculaire des polymères de gluténines n'est toujours pas connue du fait, principalement, de leur solubilisation difficile et de la grande diversité des

sous-unités de gluténines entrant dans leur composition. Dans l'ensemble, tous ces auteurs s'accordent sur la présence de ponts disulfures inter et intramoléculaires et d'interactions hydrophobes au sein du réseau de gluten.

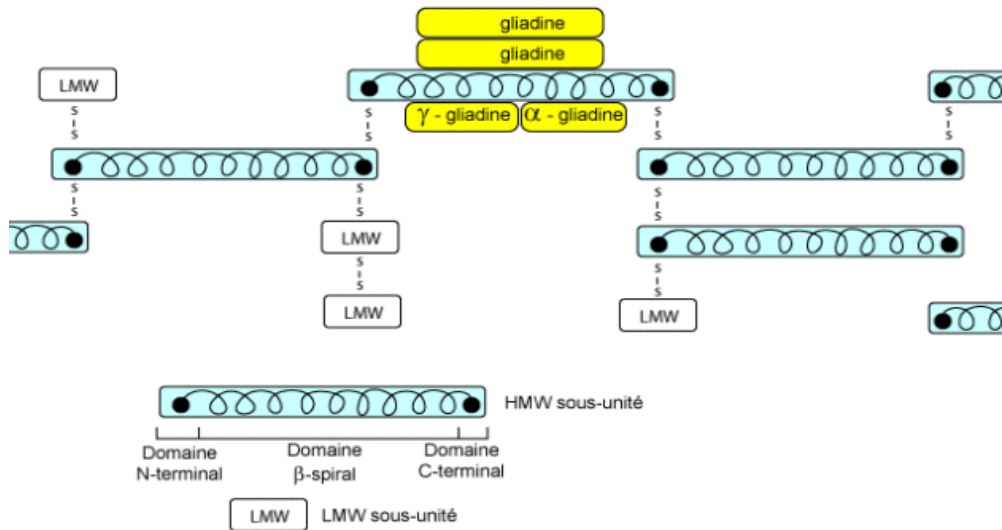


Figure 11: Modèle d'association des sous unités gliadines selon Gao *et al* (1992), Pendant le pétrissage, les molécules protéiques s'étirent en un réseau continu enchâssent les grains d'amidon, encapsulent l'air, le gaz carbonique et les composés présents (figure 12).

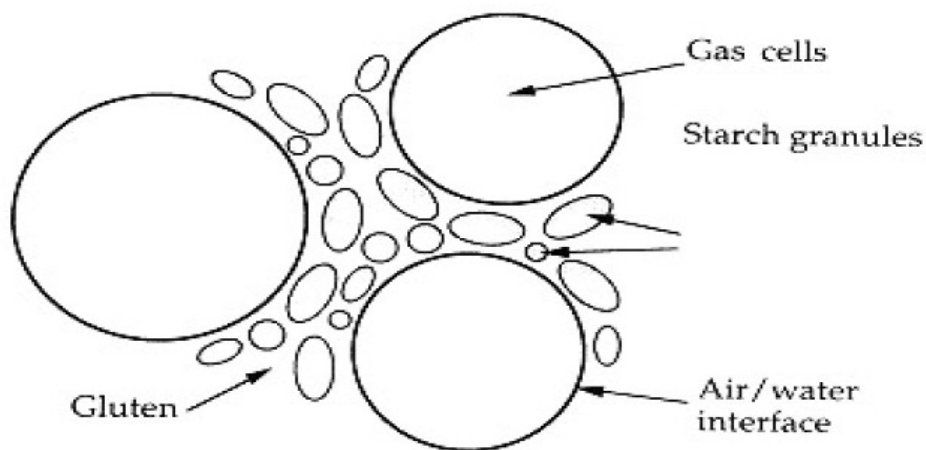


Figure 12 : Représentation schématique de la pâte (Eliasson *et al.*, 1993)

I.3.2.3.2. Le traitement hydrothermique, Les protéines globulaires et les protéines du gluten réagissent différemment à la chaleur. Les premières subissent deux étapes successives avant la coagulation. Sous l'effet de la chaleur, plus particulièrement dans le voisinage de 60 à 70°C, la structure secondaire stabilisée par les liaisons hydrogènes rompt entraînant un dépliement réversible de la protéine appelé transconformation suivi d'une association irréversible des molécules suite à la mise en place d'interactions hydrophobes, et de ponts S-S: c'est la coagulation (Mitchell et Jag, 2000). Au cours de la cuisson de la pâte, l'accroissement de la température, jusqu'environ 60 °C, provoque la thermoréticulation des gluténines et la polymérisation des autres protéines de gluten par la mise en place de ponts disulfure (Rouillé *et al.*, 2010).

I.3.3. Les constituants mineurs

I.3.3.1. Les lipides :

Présents à des teneurs très faibles (figure 13), les lipides endogènes agissent sur les propriétés de la pâte, le comportement en cours de cuisson et sur le rassissement du pain (Godon 1991). En fonction de leur solubilité dans les solvants organiques (Morrison 1981), les lipides de la farine se répartissent en lipides apolaires (lipides de réserve du grain) et lipides polaires (lipides de structure du grain).

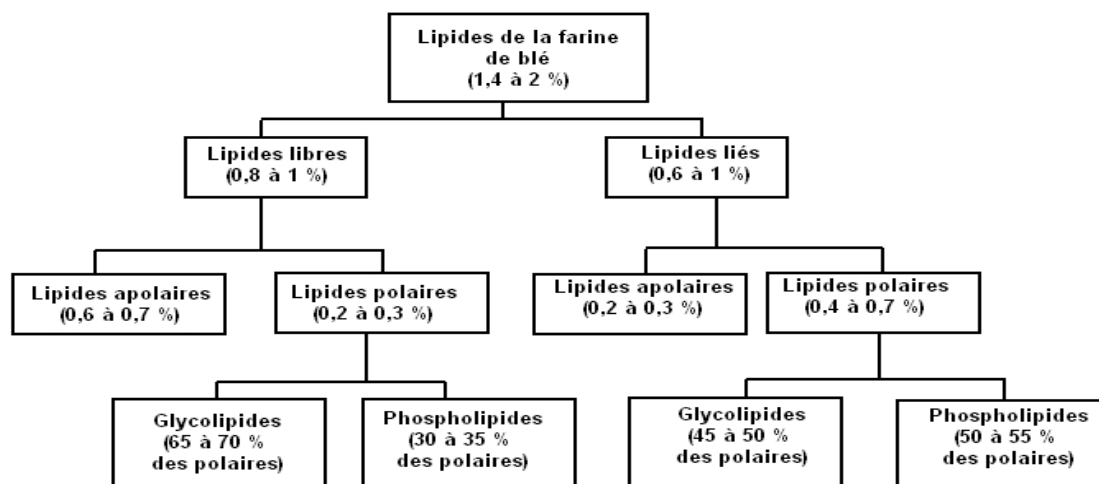


Figure 13 : Répartition des lipides libres et liés dans la farine de blé (Morrison 1981)

I.3.3.1.1. Rôle en panification :

Au cours du pétrissage, les lipides libres se lient au gluten par des liaisons hydrophobes et forment des zones de jonction entre les protéines apolaires. Ces zones constituent alors des plans de glissement qui fournissent au gluten des propriétés plus plastiques (Godon 1969). Durant le développement de la pâte, des gouttelettes lipidiques sont uniformément réparties dans la matrice protéique aux interfaces air- eau (Dubreil *et al.*, 2002), agissent sur la formation ainsi que sur la stabilisation des bulles de gaz pendant la fermentation et la cuisson (figure 14). L'oxydation des acides gras polyinsaturés, catalysée par les lipoxygénases participent aussi au réarrangement des liaisons disulfures au sein du réseau protéique. Les lipides polaires (glycolipides et phospholipides) stabilisent les alvéoles et améliorent le volume du pain (Gan *et al.*, 1995) .

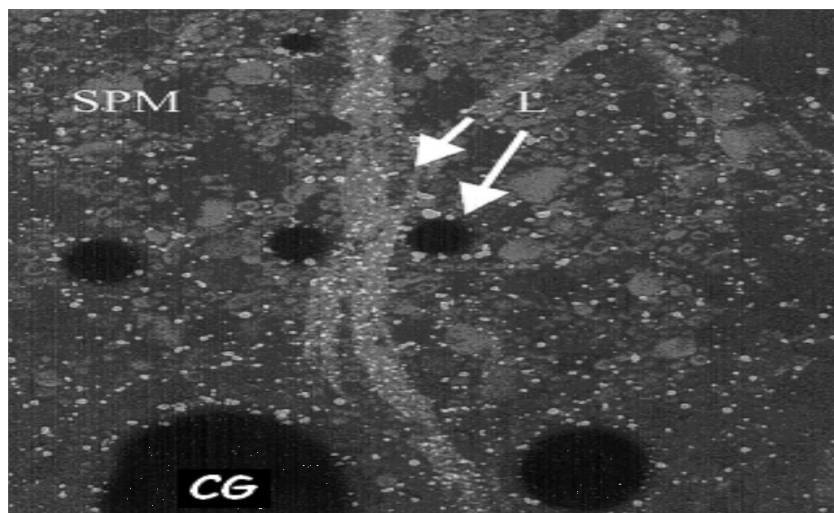


Figure 14 : Observation de pâte à pain en microscopie confocale à balayage laser. Lipides 'L' en vert et jaune marqués au Rhodol green (lipophile), matrice protéique 'SPM' en rouge marquée au Bodipy (hydrophile) et alvéoles 'CG' en noir (Dubreil *et al.*, 2002).

I.3.3.2. Les pentosanes

Les pentosanes sont des polysaccharides non amylacés, formés d'unités d'anhydropentoses (Wade 1988). Ils sont les principaux constituants des parois cellulaires de l'albumen (70 à 80%) et représentent 2 à 3% de la farine. selon que leur squelette est constitué d'unités D-Xylose ou D-galactose, les pentosanes sont classés en :

- Arabinoxylanes, constitués d'une chaîne de xyloses (β -D-xylopyranose) associée par des liaisons β -(1-4), ramifiée (carbones 2 et 3 de xylose) par des arabinoses (α -L-arabinofuranose). Certains arabinoxylanes (25 à 50 %) présentant une masse moléculaire (20000 - 60 000 au lieu de 100 000 - 150 000) sont hydrosolubles et se différencient des arabinoxylanes insolubles par un taux de branchement (nombre d'arabinoses pour 100 molécules de xylose, 0,6 - 0,7 au lieu de 0,7 - 1,1). L'insolubilité d'une fraction des arabinoxylanes proviendrait de la dimérisation de l'acide férulique, qui constitue un pont entre les molécules.
- Les arabinogalactanes sont constitués d'un squelette ramifié de D-galactoses (β -D-galactopyranose) liés en β -(1-3) et β -(1-6) et sur lesquels sont branchées des unités d' α -L-arabinofuranose. Ils sont très hydrosolubles et forment des complexes avec les protéines de la farine. Ces complexes (0,1 à 0,2 % de la farine) sont riches en acides féruliques et ont une forte aptitude à gélifier.

I.3.3.2.1. Rôle en panification

Les arabinoxylanes se caractérisent par une forte capacité d'absorption en eau (Rouau 1993). Cette capacité homogène d'absorption d'eau est régulée, tout au long de la formation du gluten tout en influençant fortement les caractéristiques rhéologiques des pâtes (Rouau *et al.*, 1994). Les pentosanes insolubles favorisent une prise d'eau trop importante au détriment de la formation du réseau de gluten. Les pentosanes jouent un rôle positif durant la conservation du pain en ralentissant le dessèchement et le rassissement (rétrogradation de l'amidon) (Shelton et D'Appolonia, 1985).

I.3.3.3. Les puroindolines

Les puroindolines appartiennent à la famille des protéines fixatrices de lipides que l'on retrouve dans la fraction albumine. Ce sont des protéines hydrosolubles de faibles poids moléculaires (12.8 kDa), isolées du grain de blé (*Triticum aestivum*) et appelées puroindolines

A (PIN-A) et B (PIN-B) du grec « puros » signifiant blé et du mot « indoline » faisant référence au noyau indole du tryptophane (Blochet *et al.*, 1993), localisées dans la couche à aleurone, dont une partie est mélangée à l'albumen au cours de l'extraction des farines. Elles sont codées par les gènes Pina-D1 et Pinb-D1 sur le chromosome 5DS et sont les principaux facteurs déterminants de la dureté du grain chez le blé tendre, et exercent un fort impact sur le rendement et la granularité de la farine, la digestion de l'amidon, l'absorption d'eau, les propriétés rhéologiques ainsi que sur la cuisson des pâtes (Gazza *et al.*, 2011).

I.3.3.3.1. Rôle en panification

Elles possèdent des propriétés moussantes et participeraient aux mécanismes de formation de la structure alvéolaire de la mie en stabilisant les interfaces gaz / liquide constituées de couches monomoléculaires de protéines et de lipides (Douliez *et al.*, 2000). Dubreil *et al* (1997) rapportent qu'une addition de 0,1g pour 100g de farine (base sèche) de puroindolines dans une farine modifie les propriétés rhéologiques de la pâte, le volume du pain et la structure de la mie dont l'alvéolation devient plus fine et régulière.

I.4. Rhéologie et comportement de la pâte aux déformations

La rhéologie étudie le comportement d'un milieu en écoulement et les contraintes appliquées à un matériau en fonction du temps (Barnes 1989). Elle est essentielle pour définir l'arrangement spatial de ses composants et les forces les reliant, responsables de sa qualité boulangère (Bloksma et Bushuk, 1988). Une pâte boulangère, biscuitière ou pastière est un système rhéologique complexe possédant à la fois les propriétés d'un solide et celle d'un liquide: c'est un matériau viscoélastique (Feillet 2000). Les propriétés rhéologiques de la pâte peuvent être déterminées selon la rhéologie empirique ou dites fondamentales (considérées comme les méthodes de références). Cependant, les difficultés de mise en œuvre

de ces techniques et de leur coût font que les méthodes empiriques sont les plus employées de nos jours.

I.4.1. Rhéologie empirique

Consiste à reproduire à petite échelle une étape liée à la transformation de la pâte et à en tirer les paramètres discriminants et prédictifs des propriétés étudiées (Lassoued-Oualdi 2005). Les appareils utilisés sont divisés en deux catégories :

I.4.1.1. Les pétrins enregistreurs de l'évolution des caractéristiques de la pâte au cours de sa formation:

I.4.1.1.1. *Le Mixographe* muni d'un pétrin à aiguille, enregistre la consistance de la pâte au cours du pétrissage. Le mixogramme renseigne sur la qualité du gluten, le temps optimum de développement, la tolérance au pétrissage et la qualité globale de la pâte.

I.4.1.1.2. *Le Farinographe* est un pétrin mesureur de la résistance de la pâte au cours du pétrissage. L'essai permet de déterminer l'hydratation de la farine nécessaire pour atteindre une consistance fixée (500 unités Brabender), le temps de développement pour atteindre cette consistance, la période de stabilité de cette consistance, et l'intensité de l'affaiblissement après 12 minutes de pétrissage.

I.4.1.2. Les pétrins enregistreurs de la consistance, de la ténacité, de l'extensibilité ainsi que de l'élasticité de la pâte et se rapprocheraient des phénomènes intervenant lors de la mise en forme et de la levée de la pâte :

I.4.1.2.1. *L'Alvéographe* permet de mesurer la résistance d'un film de pâte à l'extension biaxiale. Après pétrissage et temps de repos de 20 minutes, une bulle de pâte est formée par gonflement, jusqu'à la rupture. L'alvéogramme fournit la pression maximale liée à la résistance à l'extension de la pâte, appelée ténacité, l'indice de gonflement lié à l'aptitude de la pâte à l'extension, et la force boulangère qui correspond au travail nécessaire à la déformation de la bulle jusqu'à la rupture.

I.4.1.2.2. *L'Extensographe* enregistre en fonction du temps la résistance opposée par la pâte à la déformation. Les paramètres mesurés sont la fermeté de la pâte, l'élasticité de la pâte et son aptitude à la déformation sans se briser (Figure 15).

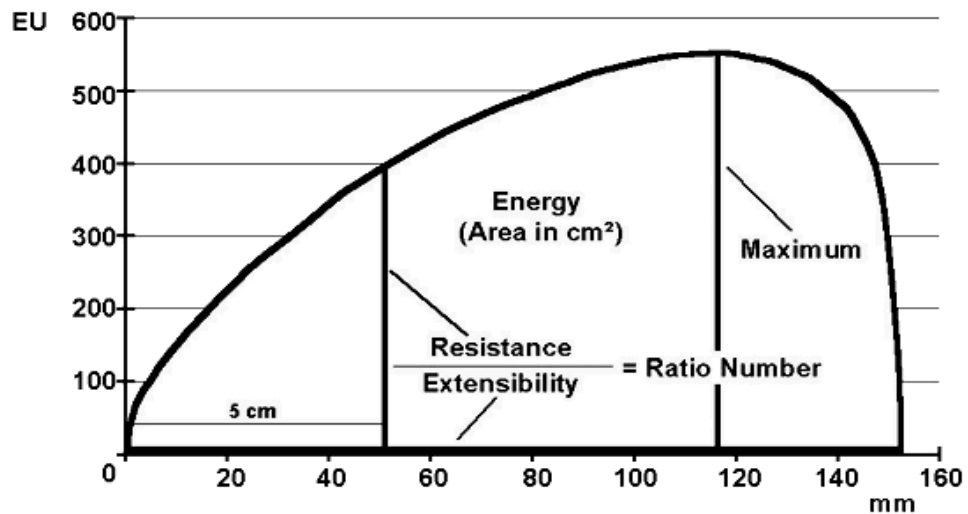


Figure 15 : Courbe de résistance à l'extension de la pâte enregistrée à l'extensographe.

I.4.2. Rhéologie fondamentale

La rhéologie fondamentale appréhende les relations entre les forces ou plus exactement les contraintes et les déformations d'un élément de volume solide ou liquide (Agassant *et al.*, 1996). Elle permet d'accéder aux propriétés intrinsèques de la matière pour nous informer sur sa structure et son comportement en cours de transformation (Roussel *et al.*, 2010).

I.4.2.1. *Rhéologie aux faibles déformations*, permet de caractériser le comportement viscoélastique des pâtes et d'obtenir des informations sur la structure de la pâte, c'est-à-dire sur l'arrangement spatial de ses constituants et les forces les reliant. Ces mesures se font en régime harmonique, aux faibles déformations non destructives de la structure. Dans ce cas, on cherche à rester dans le domaine de linéarité viscoélastique (le rapport entre la contrainte et la déformation, ou module, demeure constant). Les mesures se pratiquent le plus souvent en cisaillement simple (figure 16).

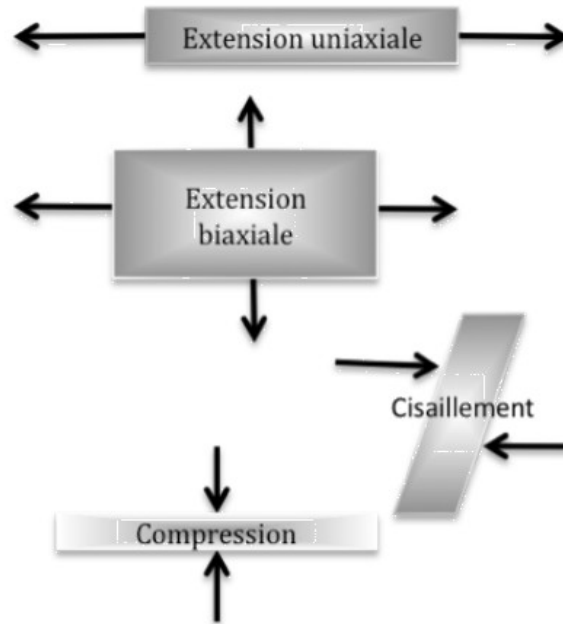


Figure 16 : Différentes sollicitations d'une pâte à pain (Roussel et *al.*, 2010).

I.4.2.2. *Rhéologie aux grandes déformations*, les mesures rhéologiques aux grandes déformations cherchent à caractériser le matériau dans des conditions de contrainte ou de déformation les plus proches possible des sollicitations imposées au matériau dans les conditions réelles du procédé de fabrication (Shehzad 2010). En panification, la pâte est le siège d'une multitude de sollicitations en commençant par le pétrissage, suivi de la fermentation, et enfin la cuisson. Toutes les contraintes subies par la pâte au cours de la panification peuvent être mesurées par la rhéologie aux grandes déformations (tableau 2).

Deux tests de mesure rhéologique aux grandes déformations sont en usage actuellement:

- Test de recouvrance au cisaillement simple (creep test), mesure le comportement de la pâte durant le pétrissage et des alvéoles lors de la fermentation (Shehzad 2010)
- Test de compression uniaxiale en conditions lubrifiées pour le mode bi-extensionnel ("Lubricated Squeezing Flow" ou LSF), Cet essai permet de déterminer la viscosité élongationnelle et l'indice de rhéodurcissement de la pâte. La pâte doit avoir une viscosité suffisamment élevée pendant une durée suffisante afin de permettre un

développement des alvéoles adéquat au four (Bloksma et Bushuk,1989) ainsi que de bonnes propriétés de rhéodurcissement pour le développement d'une mie fine tout en limitant la coalescence des bulles dans la pâte (Rouillé *et al.*, 2005).

Tableau 2 : Contraintes subies par la pâte durant la panification (Roussel *et al.*, 2010).

Étape procédé	Pétrissage	Laminage, boulage	Fermentation	Cuisson
Phénomène	Mélange, Aération, Développement réseau	Mise en forme	Croissance de bulles	Croissance de bulles Transition pâte/mie
Mode de déformation	Cisaillement Extension	Cisaillement Extension	Extension planaire	Extension planaire
Vitesse de déformation (s ⁻¹)	10-10 ³	5-500 ; 0,1-10	10 ⁻⁴ -10 ⁻³	10 ⁻³
Propriété sensorielle caractéristique	Consistance Extensibilité	Extensibilité	Tenue Relâchement Porosité	Tenue Collant
Caractérisation instrumentale empirique	Farinographe Alvéographe		Alvéographe Rhéofermento- mètre	Amylographe (excès d'eau)
Méthode rhéologique	test de fluage / recouvrance		compression uniaxiale lubrifiée	analyse thermo- mécanique dynamique (faibles déformations)

I.5. Caractérisation rhéologique de l'amidon

Lors du chauffage d'une suspension d'amidon en présence d'un excès en eau, les grains d'amidon gonflent, se solubilisent, se désagrègent sous l'effet du cisaillement, et les macromolécules d'amylose et d'amylopectine se réassocient lors du refroidissement (figure 17) (BeMiller et Whistler, 2009). Les appareils communément utilisés pour caractériser la rhéologie de l'amidon du blé sont le viscoamylographe Brabender ou le rapid viscoanalyser de Newport.

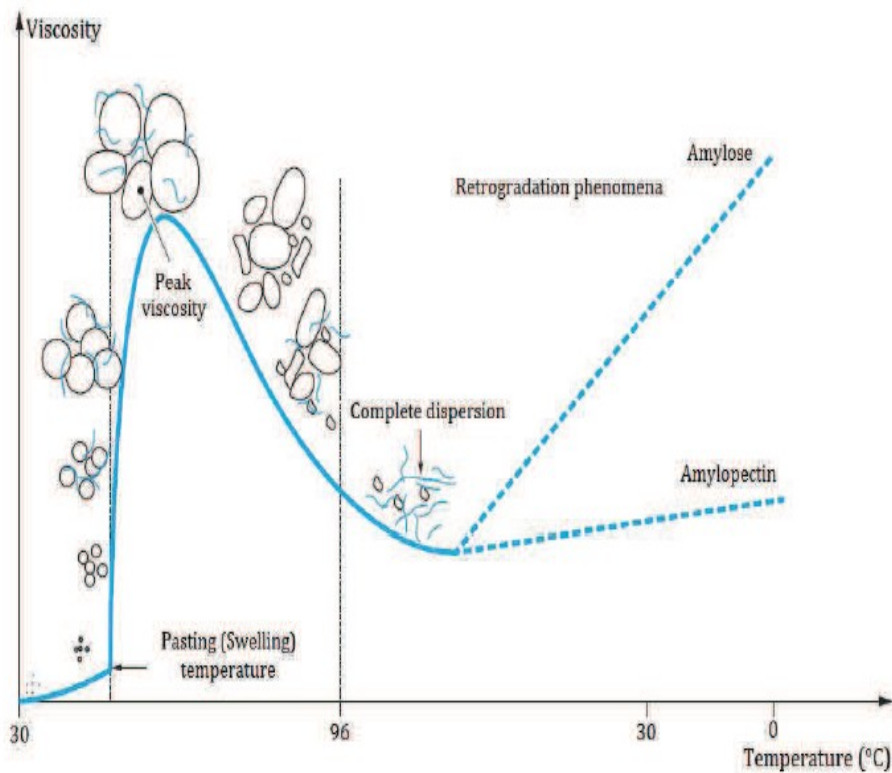


Figure 17 : Comportement de l'amidon lors d'un cycle de chauffage et refroidissement (BeMiller et Whistler, 2009)

La rhéologie de l'amidon consiste donc en la mesure des propriétés épaississantes et de gélatinisation durant un cycle de chauffage et de refroidissement. Les granules d'amidons passent d'un état ordonné à un état désordonné. La perte de cristallinité et d'anisotropie se traduit par la disparition de la croix noire de polarisation (figure 18). Le changement d'état de l'amidon dans l'eau, en présence d'un chauffage et refroidissement contrôlés, se déroule en 3 étapes (Feillet 2000) :

I.5.1. Solubilisation de l'amidon, débute par la migration de l'eau vers le centre amorphe du grain et continue pour atteindre un pic vers 65°C. Au delà, fonte du complexe lipide amidon qui est à son maximum vers 90°C. La viscosité apparente des empoids d'amidon croit avec le poids moléculaire des polymères en solution et diminue avec l'augmentation de la température.

I.5.2. Refroidissement, la baisse de la température de la solution entraîne l'agrégation des molécules d'amylose qui se lient entre elle par le biais de liaisons hydrogènes pour former un gel. L'amylopectine reste visqueuse, stable et ne se gélifie qu'après une longue période de repos. L'empois qui se forme se caractérise par la présence de fantôme de granules d'amidon gonflés et d'amylose en solution dans l'eau. L'amidon devient sensible aux hydrolyses enzymatiques. C'est un phénomène irréversible.

I.5.3. Rétrogradation, se manifeste par la réassociation et la cristallisation des molécules d'amylose et d'amylopectine, c'est le passage d'un état amorphe à un état cristallin. La rétrogradation est maximale entre 0 et 5°C et peut être retardé et limité en présence d'amidon pauvre en amylose. C'est un phénomène partiellement réversible. En panification, ce phénomène est à l'origine du rassissement du pain par suite de la migration de l'eau de la mie vers la croûte.

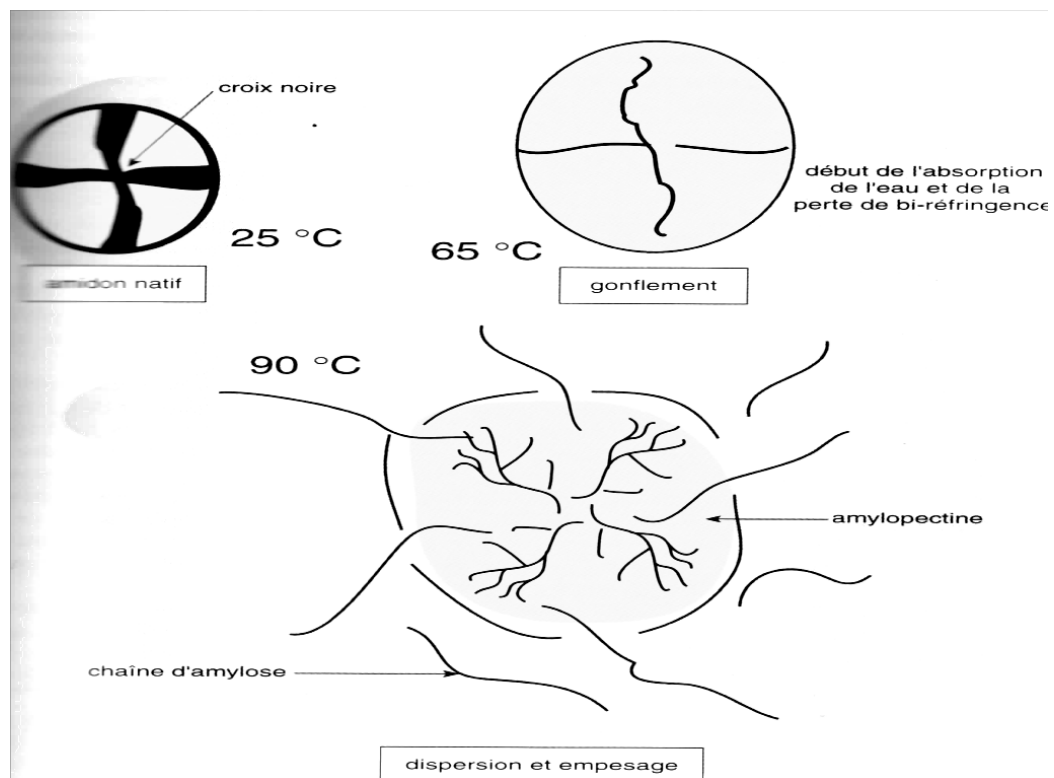


Figure 18 : Représentation schématique de la gélatinisation de l'amidon (Feillet 2000).

I.6. La panification

La technologie de panification est le résultat de la mise en œuvre d'une bonne farine, d'un pétrissage, d'une première fermentation, d'une division de la pâte, d'un façonnage des pâtons, d'une deuxième fermentation et d'une cuisson appropriée (Calvel 1984). Toutes ces opérations doivent être menées sous l'action d'un apport contrôlé d'énergie mécanique et thermique (Feillet 2000).

I.6.1. Généralités sur la panification du blé dur

La panification à base de farine ou et de semoule consiste à fabriquer des produits de boulangerie à partir d'un lot de blé dur possédant des aptitudes panifiables, seul ou en association avec d'autres blés panifiables dans des proportions plus ou moins grandes (Boyacioglu et D'Appolonia, 1994 ; Sissons 2008).

Ces trente dernières années dans les grands pays producteurs et exportateurs de blé dur en l'occurrence les Etats Unis, le Canada, l'Italie et l'Australie se sont développées des variétés dites mixtes, c'est-à-dire aptes à la pastification et à la panification (Liu *et al.*, 1996). L'addition de la farine de blé dur à une farine de blé tendre de faible qualité boulangère améliore ses propriétés boulangères et retarde le rassissement du pain (Boggini et Pogna, 1990; Torbica *et al.*, 2011; Licciardello *et al.*, 2013).

Il est bien établi à la suite des travaux de Liu *et al.* (1996), que la panification du blé dur requière principalement la présence de concentrations élevées en gluten capables de former un réseau viscoélastique souple et une pâte machinable.

I.6.1.1. Le procédé de panification

I.6.1.1.1. Le pétrissage, est une étape primordiale dont la bonne conduite conditionne en grande partie la qualité des produits finis. Il assure l'hydratation des ingrédients, par mélange de la farine avec de l'eau qui passe d'un milieu hétérogène à un milieu homogène ; le développement de la viscoélasticité de la pâte par la mise en réseau des protéines permettant

une bonne rétention gazeuse ainsi que l'incorporation de l'air qui formera les noyaux des cellules gazeuses par brassage de la pâte (Bolksma et Bushuk, 1988).

I.6.1.1.2. Rôle des ingrédients,

- L'eau hydrate la farine, donne la cohésion à la pâte et fournit la mobilité nécessaire aux divers constituants pour la réalisation des réactions chimiques. Au cours du pétrissage, par la multiplication des contacts, les molécules d'eau diffusent dans les particules de farine, se lient aux divers constituants, et favorisent leurs interactions (Shehzad 2010). L'eau joue le rôle de plastifiant en favorisant la mobilité des protéines (Levine et Slade, 1990), et indirectement sur la rétention gazeuse (Gan *et al.*, 1995).
- Le sel alimentaire (NaCl) solubilisé dans l'eau crée des liaisons ioniques avec les protéines de la farine, améliore la capacité d'absorption d'eau, le développement de la pâte, ainsi que la coloration de la croûte, qui reste pâle en son absence (Roussel et Chiron, 2002).
- La levure de boulangerie « *Saccharomyces cerevisiae* », qui appartient à la famille des champignons transforme les sucres fermentescibles en dioxyde de carbone et en éthanol, forme les précurseurs du goût en induisant la production de composés aromatiques (Giannou *et al.*, 2003).
- Les Améliorants sont introduits dans les produits de panification afin de corriger les défauts de certaines farines, rendre plus constantes leur qualité et faciliter certains types de panification. Les plus employés en boulangerie sont donnés dans le tableau(3)

Tableau 3 : Exemples d'améliorants utilisés en panification
(Roussel et Chiron, 2002).

Catégorie	Exemples	Rôle
Produits d'oxydation et de réduction	Acide ascorbique	Augmente l'élasticité et diminue l'extensibilité de la pâte, améliore la machinabilité et la tenue des pâtons
	Glucose oxydase	Augmente la consistance de la pâte et diminue le collant
	Levure désactivée (glutathion)	Augmente le développement du gluten et l'extensibilité de la pâte
	Farine de fève et de soja	Action sur les réactions de coloration de la croûte et de la mie
Emulsifiants	Lécithines, E322	Diminue de la porosité de la pâte
	Monoglycéride saturé, E471	Augmente la régularité alvéolaire
	Esters diacetyl-tartriques de monoglycérides, E47	Augmente le volume des pains
Produits enzymatiques d'hydrolyse	Farine de malt	Augmente l'activité fermentaire et la vitesse des réactions de coloration
	Hémicellulases	Augmente le volume des pains et la coloration de la croûte
	Lipases	Augmente le volume des pains et la régularité alvéolaire
Conservateurs	Acides sorbique et sorbates	Augmente la durée de conservation
	Acide acétique et acétates	Effet antimicrobien et propriétés organoleptiques
Gluten de blé	Gliadine, glutenines	Augmentation la rétention gazeuse, la fixation d'eau et diminue le rassissement du pain

I.6.1.2. Les Conditions de pétrissage

Le pétrissage optimal permet l'acquisition des propriétés viscoélastiques de la pâte (lisse et tenace) avec la formation d'un réseau suffisamment extensible pour permettre aux alvéoles de se former lors de la fermentation et suffisamment élastique pour que ces alvéoles résistent sans se rompre sous la pression du CO₂ produit (Levasseur 2007). Durant cette opération, la pâte est soumise aux différentes contraintes mécaniques exercées (étirement, compression, cisaillement) et d'apport énergétique par le biais des bras du pétrin.

De nos jours, le pétrissage est réalisé selon trois types de pétrissage: le pétrissage conventionnel, le pétrissage intensif et le pétrissage amélioré. Le tableau (4) présente les caractéristiques de chaque procédé (Roussel et Chiron, 2002). Selon Feillet (2000), le pétrissage conventionnel assure un apport d'énergie mécanique insuffisant quand le gluten des

farines est tenace. Le pétrissage amélioré assure un bon équilibre entre développement de la pâte, conservation de sa texture, goût et arôme mais au détriment du volume final du pain. Le pétrissage intensifié donne un pain volumineux et blanc, mais insipide

Tableau 4 : Comparaison des caractéristiques de fonctionnement des pétrins les plus répandus (Roussel et Chiron, 2002)

Type de pétrin	Capacités (kg _{farine})	Vitesse (rpm)	Energie fournie (kJ.kg ⁻¹ pâte)	Echauffement des pâtes (°C.min ⁻¹)	Curve
Axe oblique	30 à 200	V1 (4 min) : 35-50 V2 (12 min) : 70-80	V1 : 3,75 à 5,25 V2 : 15,75 à 24,75	V1 : 2,3 à 3,5 V2 : 3,5 à 5,5	libre
Spirale	16 à 200	V1 (2 min) : 100-110 V2 (8 min) : 200-220	V1 : 1,5 à 3 V2 : 24 à 30	< 1	libre
Cycloïdal Bras plongeants		V1 (2-4 min) : 40-50 V2 (17-18 min) : 70	7,2 à 10,8	V2 : 0,2 à 0,3	libre
Horizontal (sitoxographe)	1,5 – 5 kg	V1 (1-2 min) : 30 V2 (13 min) : 30-75	V1 : 5 à 10 V2 : 42,5 à 90	V2 : 0,1 à 0,3	five

I.6.1.3. Développement du réseau glutineux,

Le pétrissage transforme la farine et l'eau en une pâte viscoélastique cohésive, dans laquelle, les molécules protéiques sont étirées en un réseau continu de feuillets, qui enchâssent les grains d'amidon (figure 19) (Bolksma et Bushuk, 1988). La formation optimale du gluten au pétrissage est essentielle pour la formation de la structure de la mie (Scanlon et Zghal, 2001). Au cours du pétrissage, les protéines, se lient entre elles, sous l'effet des réactions d'échange SH / SS impliquant l'ensemble des composés porteurs de groupement SH ainsi qu'avec les lipides de la farine et quelques composés glucidiques, formant un réseau viscoélastique encapsulant l'air, les grains d'amidon et d'autres éléments comme des fragments de son (Khan et Bushuk, 1979). L'oxygène introduit dans la pâte durant le pétrissage provoque l'augmentation de l'extractibilité des protéines de

haut poids moléculaires suite à la dépolymérisation du réseau protéique (Surel *et al.*, 2006). Les SG-HPM forment des chaînes et des réseaux alors que les SG-FPM s'assemblent en petits groupes d'agrégats (Lindsay et Skerrit, 1998). Cette phase protéique continue, viscoélastique et imperméable pourra ainsi se distendre au cours de la fermentation et retenir le CO₂ produit (Bloksma et Bushuk, 1988)

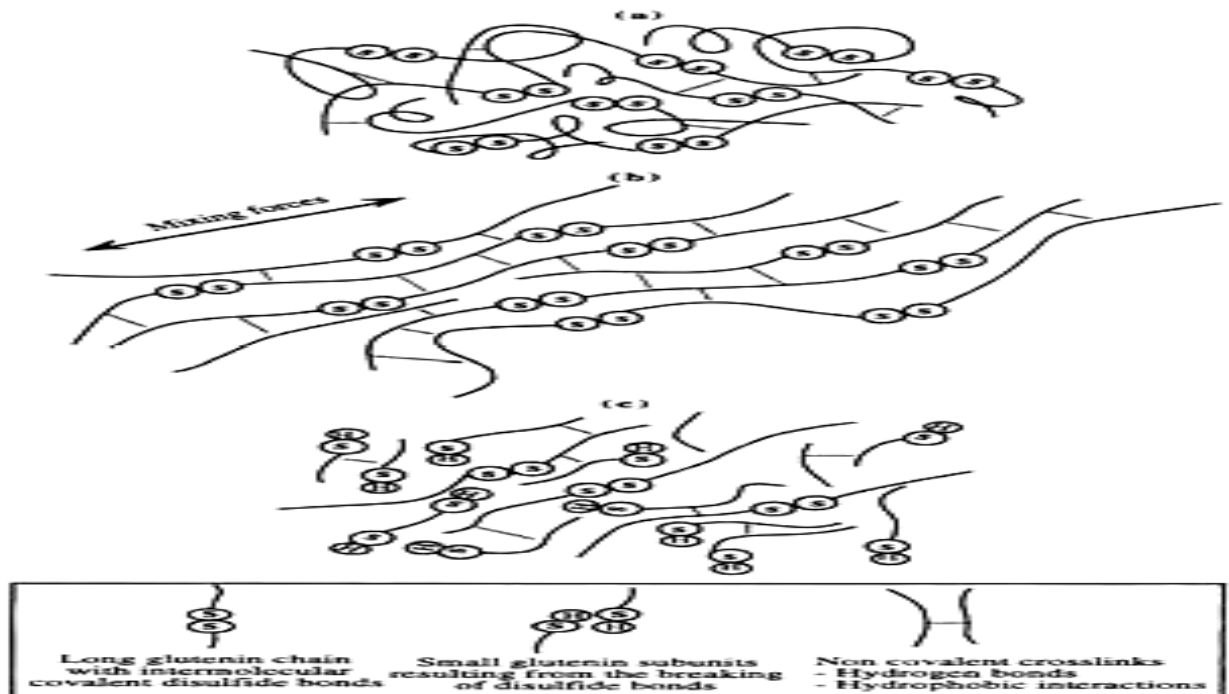


Figure 19 : formation du réseau de gluten dans la pâte (Létang *et al.*, 1999)
(a : début pétrissage, b : pétrissage optimum, c : surpétrissage)

I.6.1.4. L'encapsulation d'air,

Durant le pétrissage, les bras du pétrin provoquent l'incorporation de l'air dans la pâte sous forme de nucléi sphériques de petite taille (10 à 100 µm) (Junge et Hosney, 1981). La fraction volumique d'air incluse au pétrissage sera dépendante du type de pétrin (Whitworth et Alava, 2004). Ces bulles constitueront le noyau des futures alvéoles du pain, où une partie du gaz carbonique produit par les levures va s'accumuler (Gan *et al.*, 1995). Selon Buche (2011), l'expansion des alvéoles de gaz dépendra du rapport entre les gliadines sur les gluténines. En présence de concentrations élevées en gluténines, les alvéoles se développent que très faiblement impliquant la réduction du volume du pain.

Dans le cas d'une trop forte quantité de gliadines, le film de pâte entourant les alvéoles est trop fin, perméable au gaz carbonique formé et réduit par conséquent le volume du pain (figure 20).

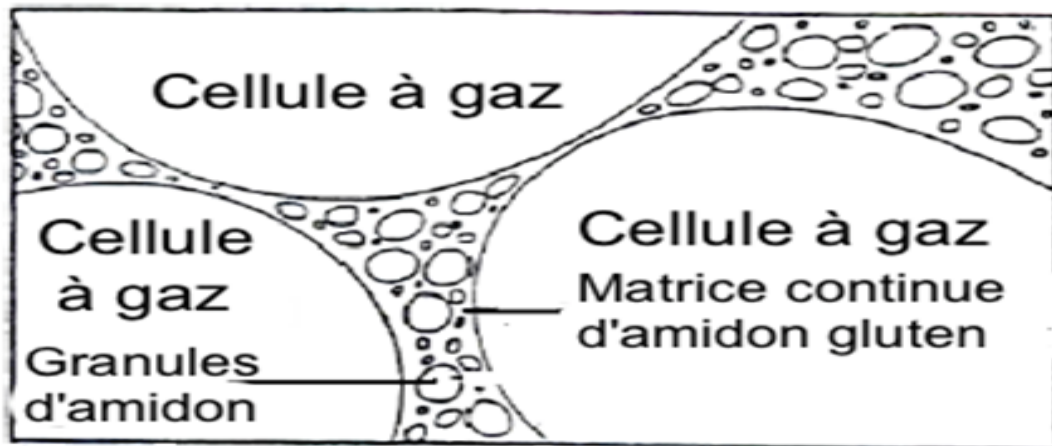


Figure 20 : Mécanisme d'encapsulation du gaz par le réseau viscoélastique de la pâte (Bolksma et Bushuk, 1988)

I.6.2. La fermentation

La fermentation débute sous l'action des levures introduites dans la pâte, en présence de quantités suffisantes en glucides libres ou libérés par les amylases de la farine, et dans des conditions d'anaérobioses, les levures transforment les sucres simples en CO₂, éthanol et acides organiques (Roussel et Chiron, 2002). Le CO₂ est produit par les levures *Saccharomyces cerevisiae* selon la réaction suivante :



La fermentation se déroule en deux phases :

- La première fermentation en cuve, Appelée aussi pointage ou piquage est considérée comme la première fermentation qui se déroule dans la cuve du pétrin et débute dès que les levures entrent en contact avec le mélange farine plus eau. Durant le pointage, la pâte devient lisse, tenace, élastique et moins extensible (Chiron 2000) . durant cette

phase, nous assistons à la formation du réseau glutineux élastique continu emprisonnant le gaz carbonique, responsable de la levée de la pâte et du volume du pain.

- La deuxième fermentation, ou apprêt, suit la fin de la mise en forme de la pâte et avant la mise au four. C'est une étape primordiale pour donner du volume au pain. L'apprêt se déroule dans une chambre de pousse sous des conditions de température et d'hygrométrie bien contrôlées (Langraf 2002).

I.6.2.1. Fermentation et rétention de gaz

Selon Gan *et al.* (1995), la rétention du gaz de fermentation par la pâte est dépendant de la qualité du film de gluten qui se forme autour des alvéoles, de la viscosité de la pâte qui doit être suffisamment élevée pour réduire la migration des bulles, mais extensible pour permettre une expansion sans rupture des parois inter-alvéolaires (figure 21). La stabilité du film interfacial proviendrait des interactions tensioactives entre les protéines solubles, les pentosanes, et les lipides polaires. Au cours de la fermentation, les alvéoles gazeuses entourées de ce film interfacial, grandissent et, en se développant, génèrent des discontinuités dans la matrice. Le taux d'apparition de ces discontinuités serait dépendant de l'extensibilité de la matrice amidon-protéines, et plus largement des protéines de gluten (Shehzad 2010). L'intégrité des cellules gazeuses est plus maintenue par la surface du film interfacial que par la matrice amidon-protéines (Chiotellis et Campbell, 2003). La rétention du CO₂, la croissance des alvéoles et de la structure alvéolaire du pain ont lieu durant la fermentation, par croissance et coalescence des alvéoles gazeuses (Rouillé *et al.*, 2005a). La stabilité des bulles ne serait pas affectée par la cuisson, mais plutôt entrainerait leur fixation sans perturber leur régularité et agit faiblement sur l'accroissement du volume (Babin *et al.*, 2008).

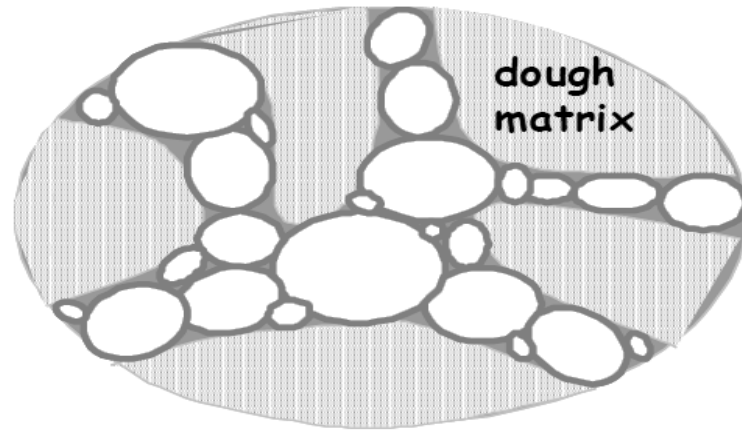


Figure 21: Représentation schématique du mécanisme de formation du film liquide autour des alvéoles gazeuses de la pâte (Babin *et al.*, 2008)

I.6.2.2. Formation et croissances des alvéoles dans la pâte

Durant le pétrissage et la fermentation, le dioxyde de carbone produit se dissout dans la phase liquide de la pâte pour diffuser dans les alvéoles (figure 22). Arrivé à saturation, le gaz se détend dans les alvéoles, et devient alors le moteur de leur expansion au cours de la fermentation (Nacitas 2012). Au début de la phase d'expansion, l'espace disponible pour la fraction gazeuse est suffisant pour le maintien de la forme sphérique de l'ensemble des bulles gazeuses. La pâte entourant les bulles subit une déformation biaxiale sous l'effet de la pression élevée en CO₂. Les cellules gazeuses se déforment alors d'une manière prononcée et les alvéoles sphériques se transforment en cellules plus ou moins polyédriques (Vliet *et al.*, 1992).

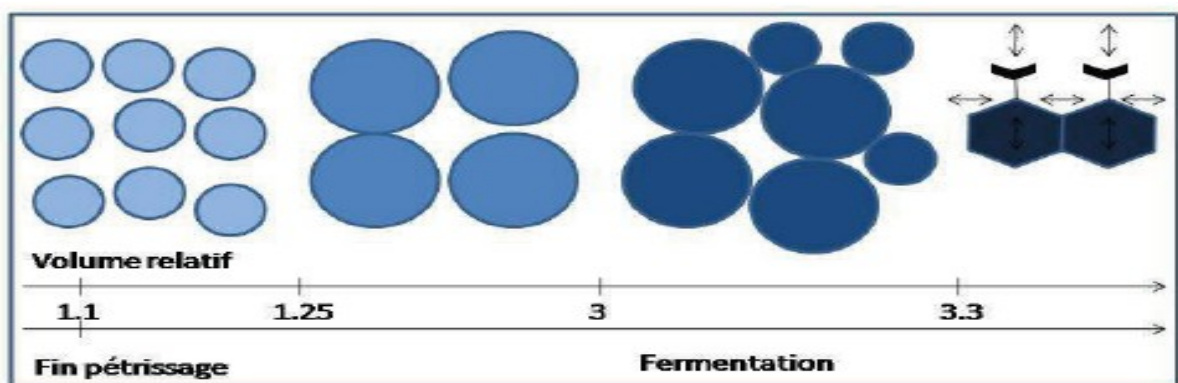


Figure 22 : Evolution de la taille et de la forme (de sphérique à polyédrique) des alvéoles gazeuses dans une pâte en cours de fermentation (Vliet *et al.*, 1992).

I.6.3. La cuisson

Dernière phase de la panification, elle vise à figer la structure du pain dans un four saturé de vapeur d'eau pendant un temps suffisant pour permettre la gélification de l'amidon, le développement de l'arôme et la formation de la croûte. La bonne conduite de cette étape, se répercute grandement sur la qualité du produit final. En général, le temps de cuisson est compris entre 20 et 30 min à une température dans le four se situant entre 200 et 300 °C.

I.6.3.1. Augmentation du volume de la pâte

Dès l'introduction du pâton dans le four, le volume de la pâte augmente sous l'action de la dilatation des alvéoles par suite de l'augmentation de l'activité de fermentation, entraînant la production de grande quantité de CO₂ jusqu'à leur destruction lorsque la température à l'intérieur du pain dépasse les 50°C. Parallèlement, le CO₂, l'éthanol et l'eau de la phase liquide s'évaporent vers les cellules gazeuses et les gaz présents se dilatent entraînant l'expansion de la pâte (Feillet 2000).

I.6.3.2. Rigidification de la matrice amidon-protéines

Pendant la cuisson, l'amidon se gélatinise et les protéines coagulent sous l'action combinée de la température et de la vapeur d'eau.

- A des températures supérieures à 200°C, la surface de la pâte se déshydrate et passe d'une teneur en eau de 40-50 % (base humide) à une teneur en eau d'environ 10 % (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008).
- Développement des réactions de caramélisation et de brunissement non enzymatique par condensation de l'amidon avec les protéines (réaction de Maillard).
- Changement de l'état de l'amidon, notamment le gonflement des grains, ainsi que la thermoréticulation des protéines qui sont responsables de la rigidité de la matrice qui peut être associée à la transition pâte/mie (Rouillé *et al.*, 2010).

I.6.3.3. Le passage à une structure cellulaire ouverte

La formation d'une structure alvéolaire ouverte débute lorsque la température interne de la pâte est au-dessus de 60 °C, ainsi que l'augmentation de la viscosité de la pâte qui se traduira par l'élévation de la contrainte de tension dans les parois de la pâte, leur rupture et le décroissement des pores (Singh et Battacharya, 2005 ; Feillet 2000). Les gaz s'échappent alors et l'excès de pression disparaît. Cependant, les parois des alvéoles peuvent se rompre prématurément par suite d'un manque d'extensibilité de la pâte et entraînant une diffusion prématurée de gaz (Bloksma et Boushuk, 1988).

I.7. Acquisition de la texture de la mie de pain

L'analyse de la texture de la mie des pains permet de différencier objectivement plusieurs produits grâce au traitement mathématique de la forme des alvéoles qui sont considérées comme des textures visuelles. C'est une méthode instrumentale basée sur la classification des produits céréaliers moelleux, comme le pain, selon la finesse et l'hétérogénéité de leurs alvéoles. L'appréciation visuelle constitue l'un des principaux critères d'évaluation de la qualité des produits de panification par le consommateur, mais devient fastidieuse et souvent entachée d'erreur lorsque le nombre de mie à traiter est élevé. L'analyse d'images est basée sur des opérations de morphologie mathématique. Elle est suivie d'un traitement statistique des résultats par Analyse en Composantes Principales. L'ensemble des images est ainsi classé selon des critères objectifs de texture visuelle (Rouille *et al.*, 2005b). Les images sont préalablement scannées par le biais d'un scanner à plat, puis conversion des images couleurs en monochromes. Le traitement consiste à identifier sur la mie les régions d'intérêt, à savoir la répartition des alvéoles. Pour cela, deux étapes sont employées.

- La première étape consiste à éliminer le fond de l'image par seuillage, puis à définir un masque de la mie sans la croûte,

- La seconde étape permet d'appliquer une succession d'opérations d'érosion, qui consiste à diminuer le niveau de gris à chaque fois, afin de faire ressortir la taille des alvéoles, suivie de η dilatations qui visent à déterminer la distribution de ces alvéoles dans la zone délimitée.

L'ensemble de ces opérations est ensuite synthétisé dans un tableau de données en prenant en considération les corrélations entre elles (Lassoued-Oualdi 2005).

I.8. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle fait appel aux différents sens humains pour quantifier et qualifier un produit alimentaire. Elle permet de rendre compte de ses propriétés gustatives, olfactives, visuelles, auditives et tactiles. Les tests sensoriels sont regroupés en deux grandes catégories.

I.8.1. Les épreuves analytiques :

Sont destinées à mettre en évidence des différences entre produits ou à décrire les propriétés sensorielles des produits. Les épreuves analytiques se divisent en épreuves discriminatives, épreuves de similitudes, épreuves de classements, épreuves d'intervalles et épreuves de descriptions quantifiées (Delvaux 1992).

I.8.2. Les épreuves hédoniques.

Concernent l'étude des préférences et des aversions des consommateurs, des utilisateurs ou des clients (Claustriax 2001). On distingue des épreuves hédoniques de classements et d'évaluations comme les épreuves de lassitude, d'authenticité et du profil du produit idéal (Delvaux 1992).

En panification, l'évaluation de l'état de la pâte et du pain fait appel à des descripteurs complexes des opérations unitaires (Roussel *et al.*, 2000). Dans la pratique de la panification de pain alvéolé, la norme AFNOR (NF V03-716) est souvent la plus employée pour évaluer l'état des pâtes et du pain en conditions standardisées. Pour chaque critère d'évaluation, une note spécifique est attribuée en fonction de l'état de la pâte. Ces notes spécifiques sont

pondérées pour calculer une note par opération unitaire et une note globale pour le processus. Chaque note rend compte de l'appréciation sensorielle du jury qui dans la plupart des cas est constitué de boulangers expérimentés. Les paramètres pris en compte dans cette analyse portent sur la pâte et le pain. Pour la pâte, les critères d'évaluation sont : Le lissage, le collant, l'extensibilité, l'élasticité et la stabilité. Quant aux aspects de la mie et du pain, les critères basés sur le développement, l'uniformité et la saveur sont les plus notés. A fin de réduire au maximum la subjectivité du jugement, une échelle de notation très précise des observations sensorielles à 7 valeurs est appliquée (Roussel *et al.*, 2000).

Chapitre II

Qualité physicochimique des fractions de mouture

II.1.Introduction

La production de blé en Algérie se caractérise par de fortes fluctuations de tonnages à la récolte. Cette instabilité est principalement due à la non maîtrise de la céréaliculture, malgré les moyens déployés par les pouvoirs publics à travers une série de mesure d'accompagnement et d'encouragement. Les besoins en blé dur sont couverts en partie par la production nationale et le reste par les importations, dont les volumes sont souvent importants et ne correspondent pas à la demande réelle du marché. La qualité des produits de mouture est appréciée par divers tests. La granulométrie (Hou *et al.*, 1996), la force du gluten (Cubbada *et al.*, 1992), le taux en protéines totales (Feillet 2000), l'acidité (Trentesaux, 1995), le pourcentage d'amidon endommagé (Preston *et al.*, 1991) et le taux de minéralisation (Cubbada *et al.*, 2009) constituent les paramètres clés pour la fabrication du couscous, des pâtes alimentaires et du pain. Dans ce chapitre, la qualité des produits de mouture de blé dur provenant de la mouture industrielle d'un mélange de variétés est étudiée par le biais des paramètres physiques et chimiques.

II.2. Matériel et Méthodes

Douze fractions de mouture de blé dur provenant d'un mélange de variétés cultivées dans différentes zones céréalières d'Algérie sont analysées. Elles sont prélevées au niveau de trois semouleries du centre du pays (Tizi Ouzou, Boumerdes et Alger) possédant la même technologie et la même capacité de production journalière. Les échantillons sont collectés aux niveaux des passages suivant (Annexe) :

- Farine de tête de mouture (FTM) correspond à la farine extraite par les broyeurs (1 - 2) et les désagrégeurs (1 - 2). C'est une farine qui provient du centre de l'albumen,

- Farine du milieu de mouture (FMM) provenant des broyeurs (3-4-5) et désagrégateurs (3-4),
- Farine totale (FTOT) correspond à la somme de toutes les farines produite durant la mouture,
- et la Semoule fine totale (STM) collectée avant stockage.

II. 2.1. Granulométrie :

La granulométrie est déterminée à partir de la distribution de la taille des particules des farines et des semoules par tamisage d'un échantillon de 100g pesée à 0.01g près sur un tamiseur muni d'un jeu de tamis standardisé disposés dans l'ordre décroissant (450, 300, 200,180 et 150 µm) pendant 5 min. Le refus de chaque tamis est pesé. Les résultats sont exprimés en % cumulés de la masse totale récupérée et la granulométrie moyenne D50 correspondant au diamètre équivalent pour lequel la valeur de la distribution cumulée est de 50 %.

II.2.2.Taux de cendres :

La matière minérale correspond à la partie d'un produit végétal qui reste lorsque la matière organique en a été totalement calcinée. Le taux de cendre ou de minéralisation des farines et semoules est réalisé selon la méthode AACC (2000). Les résultats sont exprimés en pourcentage de matière sèche. Un échantillon de farine ou de semoule (3-5 g) est pesé dans un creuset en porcelaine puis incinéré à 575-590 °C jusqu'à l'apparition d'une fine couche blanche. Après refroidissement, la teneur en cendre est calculée comme suit:

$$\text{Taux de cendre \%} = [\text{poids résidu (g)} / \text{poids échantillon (g)}] \times 100$$

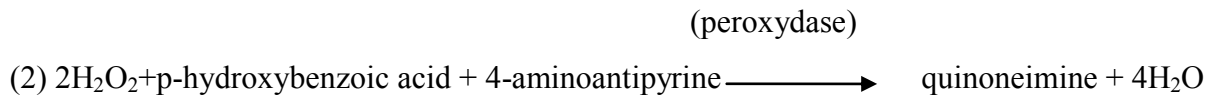
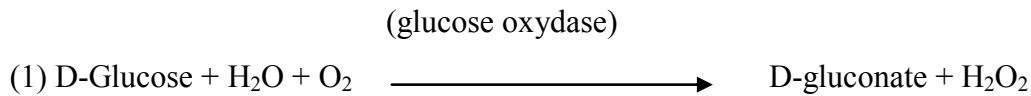
$$\text{Taux de cendre \% (ms)} = [\text{Taux de cendre \%} / 100 - \text{humidité de l'échantillon \%}] \times 100$$

II.2.3. Teneur en glucose libre

Le dosage de la teneur en glucose libre est déterminé en utilisant un kit de dosage D-Glucose (Megazyme, Irlande). La méthode repose sur l'oxydation du glucose en acide gluconique en présence de Glucose Oxydase/Peroxydase (GOPOD), et formation de peroxyde d'hydrogène.

En présence de peroxydase, le peroxyde d'hydrogène oxyde un chromogène (changement de couleur) que l'on dose par spectrophotométrie à 510 nm.

Principe:



II.2.4. Dosage de l'acidité grasse

L'acidité grasse de la farine et de la semoule est déterminée selon la procédure décrite par la norme ISO 7305-1998. L'acidité grasse correspond à l'acidité provenant de l'oxydation des acides gras non estérifiés issues de l'hydrolyse des triglycérides par des lipases endogènes.

Le dosage se fait en deux étapes :

1. Extraction des acides gras libres par l'éthanol à 95%(V/V)
2. Dosage des acides gras solubilisés par une solution N/20 de NaOH.

L'acidité est exprimée en % d'acide sulfurique pour 100 grammes de matière sèche.

II.2.5. Activité amylasique (Falling Number)

L'activité amylasique est déterminée en utilisant le Falling Number 1500 de Perten Instruments AB, (Sweden) en suivant la procédure de l'ICC (2003). Le test consiste en la mesure de l'activité de l'alpha-amylase dans les farines et semoules. Il correspond au temps total nécessaire pour un agitateur viscosimétrique de traverser une distance prédéterminée en tombant dans un gel aqueux, préparé en chauffant un mélange de farine ou de semoule, et d'eau dans un tube viscosimétrique. Le gel subit une liquéfaction due à l'attaque de l'alpha-amylase.

II.2.6. Dosage de l'amidon endommagé

Le taux d'amidon endommagé est déterminé par le biais du kit Megazyme. Le protocole employé est celui décrit dans le manuel fourni par la société Megazyme Int, (Wicklow, Ireland). Dans un tube de 10 ml, peser exactement 100mg de farine ou semoule, additionné

de 10ml d'alpha amylase fongique. Vortexer le tube puis incuber à 40°C pendant 10 minutes, afin d'hydrater et d'hydrolyser les granules d'amidon endommagés en maltodextrines et dextrines. Stopper la réaction par l'ajout de 5 ml d'acide sulfurique à 0,2%. Centrifuger à 1000g pendant 5 minutes et prélever 100µl de surnageant, puis rajouter 100µl d'amyloglucosidase diluée dans un tampon acétate de sodium pH 5. Vortexer à nouveau, puis incuber à 40°C pendant 10 minutes pour hydrolyser les dextrines formées en glucose. Parallèlement, 2 tubes eppendorf contenant 200µl d'acétate de sodium pH 5 sont préparés comme essai blanc et 2 autres tubes contenant chacun 100µl de solution de glucose standard et 100µl de tampon acétate de sodium pH5 sont ajoutés comme témoin glucose. Pour chaque tube, 4ml de réactif GOPOD sont rajoutés puis incubation à 40°C pendant 20 minutes. L'absorbance est mesurée à 510nm contre les blancs. Le taux d'amidon endommagé est calculé comme suit :

$$\text{Amidon endommagés (\%)} = \Delta E \times F \times 90 \times (1/1000) \times (100/W) \times (162/180) = \Delta E \times (F/W) \times 8,1$$

Avec : ΔE = absorbance mesurée contre le blanc

$F = 150$ (µg de glucose)/absorbance de 150 µg de glucose

$1/1000$ = Correction de volume

$100/W$ = facteur pour exprimer le résultat en pourcentage massique

W = masse humide en milligramme de la prise d'essai.

$162/180$ = ajustement du glucose au glucose anhydre

Une farine témoin de taux d'amidons endommagés connu et fournie avec le kit est analysée en parallèle avec les échantillons pour valider le résultat du dosage.

II.2.7. Dosage des protéines totales

La teneur en azote est mesurée par la méthode de Kjeldahl selon le protocole AACC (2000).

Le dosage consiste en la minéralisation de l'échantillon, l'alcalisation des produits de la réaction, la distillation de l'ammoniac libéré et son titrage. La teneur en protéines totale (PTT) est obtenue en multipliant la teneur en azote par un facteur de conversion $K = 5.7$. Le résultat est exprimé en pourcentage par rapport à la matière sèche.

II.2.8. Dosage du gluten humide (GH), sec(GS) et gluten index (GI)

Le gluten est une masse viscoélastique constituée par l'association de protéines monomériques (gliadines) et polymériques (gluténines).

Le gluten humide (GH) est obtenu par lixiviation manuelle d'une pâte sous un filet d'eau jusqu'à disparition des traces d'amidon et centrifugation à 6000 ± 5 tr/min dans un Glutomatic Perten Instruments (Perten Instruments AB, Sweden) selon la méthode AACC (2000).

Teneur en Gluten Humide (GH) = Gluten Humide Total (g) x 10

Le gluten Index est défini comme étant le pourcentage de gluten humide qui reste fixé sur un tamis intérieur de 88 µm d'ouverture de mailles.

Gluten Index (GI) = [Gluten humide intérieur filière (g) : Gluten Humide Total (g)] x 100

Le gluten sec est le séchage de la totalité du gluten humide à 150 °C minimum pendant 4 minutes dans le Glutork 2020 (Perten Instruments AB, Sweden).

Teneur en Gluten Sec (GS) = Poids de Gluten Sec (g) x 10

II.2.9. Détermination de l'Indice de gonflement des gluténines (SIG)

L'Indice de gonflement des gluténines (SIG) est déterminé selon la procédure décrite par Wang et Kovacs (2002), 40 mg d'échantillon de farine ou de semoule sont versés dans un tube Eppendorf de 2.0ml préalablement taré. 0.8 ml d'eau distillée est ajouté puis vortexé 5 sec pour obtenir une hydratation totale. Les tubes sont rapidement portés dans un Thermomixer, centrifugés à 1400 rpm durant 10 min à 25°C avant d'ajouter, 0.4 ml d'une solution d'acide lactique isopropanol (acide lactique 4.5% v/v, isopropanol 20% v/v). Vortexer, puis placer à nouveau dans le Thermomixer (1400 rpm) pendant 10 min, et centrifuger 5min à 100xg. Le surnageant est éliminé à l'aide de papier buvard. Les tubes Eppendorf sont pesés, et le SIG est calculé selon la formule suivante:

SIG= [(le poids du Tube avec le gel – poids du tube vide)/poids de l'échantillon]

II.2.10. Test de sédimentation en présence de dodécylsulfate de Sodium (SDS)

Le test de sédimentation au SDS qui permet de mesurer la force du gluten est réalisé selon le protocole de Dick et Quick (1983). Un gramme (1g) d'échantillon est versé dans un tube en présence de 4 ml d'eau distillée, suivi d'une agitation au vortex durant 2 sec. Laisser décanter 5min, vortexer à nouveau durant 2sec et laisser au repos 5min. Ajouter 12 ml d'une solution fraîche: acide lactique-SDS (1 :48, v /v) à partir de solutions préalablement préparées de SDS (2%, p/v) et Acide lactique à 85% - eau (1:8, v/v), retourner lentement 10 fois le tube à essai. Laisser décanter pendant 10 min puis mesurer la hauteur du dépôt à l'aide d'une règle ou d'un papier millimétré. Les résultats sont exprimés en mm.

II.2.11. Traitement statistique

Les tests ANOVA, Newman et Keuls et Pearson sont utilisés pour déterminer respectivement, les différences statistiquement significatives, les moyennes entre les échantillons et les corrélations pouvant exister entre les différents paramètres au seuil de 95% de confiance. Le logiciel Statistica 7.1 (Statsoft, Inc., Tulsa, OK, USA) a été utilisé.

II.3. Résultats et discussion

II.3.1. Granulométrie

La granulométrie moyenne (D50) des farines et semoules est présentée dans le tableau (5). La D50 est fortement dépendante du meunier et de l'interaction origine histologique x process de fragmentation (Tableau 6). Les farines et semoules peuvent être regroupées en 3 catégories. Les farines de têtes (FTM) et de milieu de mouture (FMM) présentent une granulométrie statistiquement identique (Tableau 7) tandis que les farines totales (FTOT) et les semoules (STM) ont des granulométries différentes. Dans l'ensemble, les farines ont des D50 inférieures aux semoules.

Tableau 5 : Qualité physico chimique des farines et semoules

Fraction	Station	GRANULO (D50 μ m)	CENDRES (%ms)	GLUCOSE (%ms)	ACIDITE (% H ₂ SO ₄)	FN (S)	AE (%m)
FTM	M1	171 \pm 4,2	1,04 \pm 0,16	1,71 \pm 0,11	0,068 \pm 0,006	326 \pm 3	6,85 \pm 0,12
	M2	123 \pm 3,5	1,23 \pm 0,01	1,65 \pm 0,10	0,055 \pm 0,005	490 \pm 11	5,27 \pm 0,13
	M3	164 \pm 5,7	1,40 \pm 0,23	1,40 \pm 0,11	0,061 \pm 0,004	776 \pm 6	6,28 \pm 0,28
	Moyenne	152\pm26	1,22\pm0,18	1,59\pm0,17	0,061\pm0,007	530\pm227	6,13\pm0,80
FMM	M1	164 \pm 2,8	1,40 \pm 0,01	1,45 \pm 0,06	0,112 \pm 0,004	776 \pm 1	6,99 \pm 0,47
	M2	173 \pm 3,5	1,97 \pm 0,01	1,69 \pm 0,26	0,090 \pm 0,009	525 \pm 13	8,19 \pm 0,20
	M3	164 \pm 4,2	1,68 \pm 0,08	1,55 \pm 0,04	0,077 \pm 0,009	720 \pm 10	6,59 \pm 0,12
	Moyenne	167\pm 6	1,68\pm0,28	1,62\pm0,07	0,101\pm0,011	673\pm132	7,26\pm0,83
FTOT	M1	169 \pm 0,7	1,06 \pm 0,02	1,71 \pm 0,11	0,052 \pm 0,009	326 \pm 6	6,46 \pm 0,13
	M2	167 \pm 3,5	1,42 \pm 0,06	1,51 \pm 0,22	0,039 \pm 0,001	556 \pm 8	5,48 \pm 0,06
	M3	164 \pm 6,4	1,43 \pm 0,04	1,32 \pm 0,07	0,071 \pm 0,008	846 \pm 3	7,16 \pm 0,01
	Moyenne	166\pm2	1,30\pm0,21	1,51\pm0,20	0,054\pm0,016	576\pm260	6,37\pm0,84
STM	M1	209 \pm 2,1	0,78 \pm 0,03	1,49 \pm 0,06	0,074 \pm 0,004	329 \pm 4	6,43 \pm 0,12
	M2	233 \pm 4,2	0,82 \pm 0,03	1,45 \pm 0,06	0,093 \pm 0,013	559 \pm 1	5,85 \pm 0,20
	M3	212 \pm 2,8	0,97 \pm 0,27	1,37 \pm 0,07	0,045 \pm 0,001	783 \pm 6	6,57 \pm 0,45
	Moyenne	218\pm13	0,85\pm0,10	1,43\pm0,06	0,071\pm0,024	557\pm227	6,28\pm0,38

L'hétérogénéité de la granulométrie des produits de mouture affecte la vitesse d'hydratation durant la mise en pâte lors de la fabrication. Une granulométrie très fine (<180 μ m) se traduit par une plus grande capacité d'adsorption d'eau durant l'hydratation (Hatcher *et al.*, 2009). Hou *et al.* (1998) ont remarqué que les grandes particules de farines nécessitent plus de temps pour s'hydrater et tendent à donner des pâtes visqueuses. Tian *et al.* (1991) suggèrent donc, l'emploi d'une matière première de granulométrie fine en raison de son grand pouvoir de fixation d'eau, qui se traduit par une meilleure cohésion de la pâte après l'interaction des différents composés durant la panification. En général, les granules de taille élevée s'hydratent difficilement et insuffisamment. Une hydratation optimale requière une

granulométrie homogène et fine (Graybosch *et al.*, 1993). La distribution granulométrique de l'ensemble des échantillons utilisés dans cette étude est inférieure à 250µm, ce qui présage une hydratation facile lors de la panification.

Tableau 6. Analyse de variance relative à l'effet des facteurs fraction de mouture et station de prélèvement sur les valeurs des tests de qualité physico chimiques.

Test de qualité	Variabilité due à			
	Station (%)	Fraction (%)	Interaction(%)	Résiduelle (%)
Granulométrie	4,55*	319,55**	36,46**	2,22
Cendres	5,62*	75,09**	3,61*	8,89
Glucose	1,41*	1,73*	3,13*	8,19
Acidité	6,63*	33,40**	13,46**	10,31
FN	8397,88***	72,69**	38,46**	1,29
AE	71,30**	71,37**	54,33**	3,76
PTT	11,48**	170,17***	9,76*	1,85
GH	48,70**	25,51**	1,91*	4,51
GS	32,17**	13,29**	5,32*	4,44
GS/GH	0,259	0,005	0,683	5,89
GI	361,48**	594,32***	63,97*	1,71
SIG	8,62*	4,95*	2,81*	10,97
SDS	49,56**	29,16**	6,72*	4,26

*, **, ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de P≤0.05, 0.01 et 0.001%.

Tableau 7 : Comparaison des valeurs moyennes par station de prélèvement

	Fraction				Station		
	FTM	FMM	FTOT	STM	M1	M2	M3
Granulométrie	c	b	b	a	a	b	ab
Cendres	b	a	b	c	b	a	a
Glucose	-	-	-	-	-	-	-
Acidité	c	a	c	b	a	ab	b
FN	c	c	a	b	c	b	a
AE	b	a	b	c	a	b	a
PTT	c	a	b	b	b	a	a
GH	c	b	b	a	c	b	a
GS	b	a	a	a	c	b	a
GS/GH	a	a	a	b	-	-	-
GI	a	d	c	b	a	c	b
SIG	ab	b	a	b	a	b	a
SDS	a	b	ab	c	b	c	a

Les lettres a,b,c indiquent les farines et semoules composent un même groupe pour le test de qualité considéré

II.3.2. Taux de cendres

La teneur en cendres est considérée comme un bon indicateur de la pureté des produits de mouture des semoules et farines. Elle est directement reliée au taux d'extraction et renseigne sur la minéralisation des grains mis en mouture (Cubadda *et al.*, 2009). La teneur moyenne en cendres des farines FTM, FMM et FTOT varient de 1,22 à 1,68 %ms tandis que celles des semoules, sont en moyenne plus faibles (0,85%ms) (Tableau 5). Ces valeurs sont comparables à celles rapportés par Cubbada (1988) et Bouyacioglu et D'Appolonia, (1994). Les variations des taux de cendres proviendraient des variétés mises en œuvre (Cubbada 1988), de la partie du grain extraite et du procédé d'extraction (tableau 5) (Dexter et Edwards, 1998). En effet, El Porai *et al.* (2013) trouvent que le serrage des cylindres de mouture augmente la teneur en cendres par la production d'une grande quantité de fins sons difficiles à éliminer lors du sassage (Tableau 8). La comparaison des moyennes par fraction de mouture montre une certaine homogénéité des FTM et FTOT (tableau 7). Des taux de cendre en deçà de 0,80 à 0,90% indiquent que les échantillons sont assez purs (Troccoli *et al.*, 2000).

Une minéralisation élevée affecte principalement le classement des semoules à la vente et souvent utilisée comme un bon indicateur de la présence de pique de son (Dexter et Edwards., 1998). La farine de blé dur est considérée comme étant un produit de seconde catégorie. Les limites tolérées par la réglementation nationale sont de $1,3 \text{ %ms} \pm 0,3$ (JORADP 2013).

II.3.3. Teneur en glucose libre

La teneur en glucose des différents produits varie très faiblement d'une fraction à l'autre (Tableau 5). Elle est en moyenne plus faible dans les semoules (1,43% ms) que dans le reste des farines. Les FMM sont relativement les plus pourvues (1,62% ms). Cependant, ces variations sont très peu significatives (Tableau 6) et sont dépendante de la D50 (Tableau 8) et

de la quantité d'amidon endommagé dans les farines ou les semoules (Bouyacioglu et D'Appolonia, 1994). Potus *et al.* (1994) montrent que la présence de sucres simples fermentescibles utilisables par la levure boulangère est indispensable pour le démarrage de la fermentation. Ces sucres simples proviennent principalement de l'hydrolyse de l'amidon par les β -amylases suivi des α -amylases qui hydrolysent à la fois l'amidon des granules intacts (blés germés) et des granules endommagés. L'absence de sucres simples, retarde le démarrage de la fermentation et pénalise la qualité finale des pains (Saperstein *et al.*, 2007). Henry et Saini, (1989) trouvent que le glucose libre dans les farines joue un rôle majeur lors du développement du volume du pain. C'est le sucre que *Saccharomyces cerevisiae* utilise en premier lieu, suivi du fructose et enfin le saccharose.

II.3.4. L'acidité grasse

L'influence de l'acidité grasse sur la qualité des semoules et farines a fait l'objet de nombreuses études qui ont conduit à éditer des normes qu'il ne faut pas dépasser au risque de compromettre la qualité organoleptique des produits finis (couscous, pâtes alimentaires et pain), et le volume des pâtes levées (Castello *et al.*, 1999) . Il ressort des résultats du tableau (4), qu'à l'exception des FMM (0,101%), les autres échantillons ont des acidités grasses très voisines (tableau 6) et confinées dans les limites imposées par la réglementation en vigueur (JORADP 2013). L'analyse du tableau (6), explique pour 33,40 % l'origine histologique de l'acidité grasse des FMM tandis que le tableau (8), souligne le rôle néfaste des cendres, principalement les enveloppes périphériques du grain et le germe riche en lipides et lipases ($r= 0,41$, $p\leq 0,05$). L'acidité titrable, provient de l'oxydation des acides gras non estérifiés, des acides aminés et des acides phosphoriques présents dans la farine et la semoule (Drapron et Berger, 1976, Castello *et al.*, 1999).

Tableau 8 : corrélation entre les paramètres physicochimiques

	D50	Acidité	SDS	PTT	GH	GS	GS/GH	GI	Cend	SIG	Glu	AE	FN
D50	1												
Acidité	0,20	1											
SDS	-0,56*	-0,18	1										
PTT	0,02	0,52*	-0,12	1									
GH	0,50*	-0,12	0,02	0,21	1								
GS	0,21	0,00	0,23	0,55*	0,80***	1							
GS/GH	-0,50*	0,23	0,26	0,42*	-0,55*	0,07	1						
GI	0,30	-0,28	-0,08	-0,67**	-0,30	-0,47*	-0,15	1					
Cend	-0,49*	0,41*	0,24	0,79**	-0,07	0,32	0,56*	-0,73**	1				
SIG	-0,30	-0,17	0,45*	-0,39	-0,21	-0,23	0,04	0,04	-0,08	1			
Glu	-0,41*	0,25	0,47*	0,01	-0,12	-0,08	0,08	-0,08	0,32	0,19	1		
AE	0,08	0,46*	0,21	0,53*	0,06	0,23	0,25	-0,27	0,49*	0,15	0,14	1	
FN	0,01	-0,25	0,42*	0,08	0,74**	0,67**	-0,29	-0,36	0,14	0,08	0,17	0,02	1

*. **. ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de $P \leq 0.05$, 0.01 et 0.001% .

II.3.5. Activité amylasique

En panification, la mesure de l'activité amylasique est importante pour le choix des farines à mettre en œuvre. Une farine issue de blé germé absorbe moins d'eau, donne une pâte collante, et difficile à pétrir mécaniquement. Les pains obtenus ont de faible volume, s'affaissent lors de la cuisson et présentent une croûte rouge et foncée. Les résultats du tableau (5), font ressortir que les taux en α amylase des produits de blé dur sont dans l'ensemble faibles (temps de chute au falling number élevé (FN)). Ces produits peuvent être regroupés en 3 grandes familles (Tableau 6). Les FTOT ont les FN les plus élevés (576 sec) suivi des STM (557sec) et enfin les FTM et FMM. Les travaux de Boggini (1985) sur une collection de blé dur italiens, font ressortir des FN compris entre 264 et 526 sec. Les mêmes résultats sont

rapportés par Smaan *et al.* (2006) sur les blés durs syriens. Boyacioglu et D'Appolonia, (1994), imputent les faibles activités amylasiques des blés méditerranéens aux conditions climatiques qui sont généralement sèches et chaudes, inhibant la germination sur pied des grains de blé dur.

II.3.6. Taux en amidon endommagé

L'amidon endommagé (AE) influence en très grande partie les propriétés rhéologiques des farines et semoules. Lindhael et Eliasson, (1992) ont montrés qu'il est possible à partir de blés à teneur en protéines différentes d'obtenir des pâtes aux propriétés rhéologiques semblables seulement en jouant sur les taux d'amidons endommagés. Un gramme d'amidon endommagé a une capacité d'absorption d'eau qui peut varier de 0,5 à 3 g (Kent 1994). Le tableau (5), montrent que les farines et semoules présentent des taux en AE inférieurs à ceux rapportés par Boyacioglu et D'Appolonia, (1994), mais proches des résultats, De Angelis *et al.* (2008). Ces auteurs trouvent dans les cultivars de blé dur italiens les plus employés en pastification des AE compris entre 2,8 et 3,9%. Dans cette étude, la mouture et l'origine histologique expliquent pour plus de 70 % les taux bas en AE des échantillons (Tableau 6). Leur classement en famille homogène (Tableau 3), permet de distinguer 3 groupes. Les FMM ont les teneurs les plus élevées, suivi des FTM, STOT et en fin les STM. Godon et Willm, (1979), rapporte que les claqueurs et les convertisseurs sont responsables à 80% de l'endommagement de l'amidon des farines. En panification, les taux en AE habituellement acceptés varient entre 7 et 12%. Tout excès en AE, entraîne un relargage de l'eau absorbée par la pâte durant le pétrissage conduisant à la formation de pâtes collantes et difficilement machinables (Dubat 2004).

II.3.7. Teneur en protéines totales

Il est bien établi que les protéines jouent un rôle clé dans la rhéologie des pâtes alimentaires, en pastification et en panification des farines et semoules des blés. De nombreux auteurs recommandent des teneurs en protéines supérieures ou égales à 13% MS (Sissons 2008). Les différentes teneurs en protéines totales (PTT) des farines et semoules (Tableau 9) sont dans l'ensemble au dessus du minimum fixé par la commission du Codex Alimentarius qui doit être supérieure à 7% pour le blé (FAO 1987). Le tableau (8) montre que la richesse en PTT des FMM provient d'une part des protéines des enveloppes (son) ($R=0,79$, $p\leq 0,05$) et d'autre par du diagramme de mouture (Tableau 6). Comme le montre le tableau (9), les FMM ont les taux en protéines les plus élevés (12,86%ms) et les FTM les taux les plus faibles (10,83%ms). Pasqualone *et al.* (2011) rapportent que la législation italienne recommande en panification des semoules remoulues, des teneurs en protéines totales oscillant entre 13,5% et 14,5%ms. Cependant, Khatkar *et al.* (1995), attribuent, plutôt, la qualité boulangère chez certains cultivars aux teneurs plus élevées en protéines, tandis que chez d'autres, à leur composition protéique, lorsque la teneur en protéines est similaire.

II.3.8. Teneur en gluten humide (GH), sec (GS) et gluten index (GI)

Le gluten constitue la forme de stockage des protéines de réserve du blé, et se forme à la suite de l'hydratation de la farine et de la semoule en s'associant aux autres composés présents comme les lipides, les pentosanes et les minéraux pour former une masse viscoélastique (Feillet 2000). Les teneurs en gluten humide (GH) et en gluten sec (GS) varient d'une fraction de mouture à une autre (Tableau 9). Les semoules sont les plus pourvues en gluten humide (28,70%mh), tandis que les farines de tête sont les plus pauvres en gluten humide (22,91 % mh). Quant au GS, le tableau (7), classe les différents produits en 2 grandes catégories. Les semoules forment un seul groupe et les farines le deuxième groupe.

Un autre paramètre de prédiction de la capacité d'absorption des farines et semoules est actuellement employé. Il s'agit du rapport GS/GH (Liu *et al.*, 1996). Pour les pâtes, ce rapport est généralement compris entre 31 et 35%, alors que dans les farines de blé tendre, il est souvent supérieur à 60%.

Tableau 9 : Qualité des protéines de réserves des farines et semoules

Fraction	Station	PTT (%ms)	GH (%)	GS (%ms)	GS/GH (%)	GI (%)	SIG	SDS (mm)
FTM	M1	10,61±0,33	20,49±1,27	7,96±0,63	38,80±0,66	63,22±0,57	3,69±0,06	21±0,7
	M2	10,40±0,03	21,89±1,54	8,00±0,53	36,70±5,01	49,02±0,92	3,07±0,49	20±0,7
	M3	11,48±0,11	26,37±1,05	10,39±0,30	39,40±0,42	62,81±0,54	2,91±0,30	23±0,7
	Moyenne	10,83±0,57	22,91±3,07	8,78±1,39	38,3±1,41	58,35±8,08	3,22±0,41	21±1
FMM	M1	11,48±0,01	26,37±0,71	10,39±0,23	39,40±0,30	62,81±0,30	2,91±0,30	23±1,4
	M2	13,90±0,14	27,12±2,23	10,62±0,11	39,29±3,63	39,68±0,66	2,45±0,07	19±0,7
	M3	13,21±0,03	28,58±0,57	11,30±0,07	39,54±0,54	35,32±1,14	3,07±0,00	22±0,0
	Moyenne	12,86±1,24	27,35±1,12	10,77±0,47	39,41±0,12	45,93±14,77	2,81±0,32	21±2
FTOT	M1	10,79±0,01	23,31±0,16	8,96±0,37	38,43±1,32	59,07±0,75	3,63±0,39	20±0,7
	M2	12,10±0,04	27,39±1,93	10,45±0,09	38,25±3,03	45,52±0,92	2,66±0,70	18±0,7
	M3	11,12±0,03	29,94±0,62	10,60±0,38	35,40±0,54	41,49±0,94	4,13±0,30	24±0,7
	Moyenne	11,33±0,68	26,88±3,34	10,00±0,90	37,36±1,70	48,69±9,20	3,47±0,74	20±3
STM	M1	11,20±0,14	26,62±0,96	9,61±0,13	36,12±0,83	64,28±0,63	2,64±0,27	18,0±0,0
	M2	11,45±0,64	29,28±0,59	9,79±0,62	33,42±1,45	53,59±1,58	2,58±0,21	15±0,7
	M3	11,37±0,03	30,21±0,49	9,94±0,83	32,88±2,22	53,01±0,76	3,16±0,34	18±0,7
	Moyenne	11,34±0,12	28,70±1,86	9,78±0,16	34,14±1,73	56,96±6,34	2,79±0,32	17±2

Comme, rapportés par Sisson *et al.* (2007), nous trouvons pour l'ensemble des échantillons des rapports supérieurs à 30% (Tableau 8). Les propriétés viscoélastiques du gluten et sa force sont aussi, mesurées par le test au gluten index (GI), qui est fortement corrélé avec le volume du pain de blé tendre (Cubbada *et al.*, 1992) et de blé dur (Edwards *et al.*, 2007).

Le tableau (7), classe les différents échantillons comme suit :

- FTM+STM ont un gluten équilibré, c'est-à-dire proche des rapports préconisés en panification du blé tendre (60 à 80%) (Raiffaud 2010),
- FMM + FTOT, donnent un gluten extensible, avec des GI inférieurs à 50%.

La viscoélasticité du gluten (Tableau 8) est fortement influencée par la répartition des protéines de réserves lors des opérations de fragmentation et de sassage (Troccoli *et al.*, 2000). Les variétés mises en œuvres sont aussi responsables de la qualité rhéologique du gluten, puisque qu'il existe des corrélations négatives entre les protéines totales, le gluten sec et le gluten index ($r=-0,67$, $p\leq 0,05$) et ($r=-0,47$, $p\leq 0,05$) respectivement (Tableau 8). Liu *et al.*, (1996), Sisson (2008), Pena (2010) trouvent que la qualité du gluten est plus fortement dépendante du génotype que de l'environnement.

II.3.9. Indice de gonflement des gluténines (SIG)

La mesure du SIG des farines et semoules permet de déterminer directement la capacité de fixation de l'eau des gluténines, de prédire la qualité rhéologique de la pâte et son aptitude à la panification (Wang et Kovacs, 2002). Le tableau (7) permet de classer les échantillons en 3 groupes homogènes. En fonction de leur teneur en SIG, les farines et semoules se classent comme suit : FTOT>FTM>FMM et STM. Ces résultats sont dans l'ensemble compris dans l'intervalle inférieur rapporté par De Angellis *et al.* (2008) et Li *et al.* (2013). Les variations en SIG (Tableau 6) sont plutôt influencées par le process que par l'origine histologique. Des teneurs en SIG > 6 sont positivement corrélées à la bonne tenue des pâtes à la cuisson (De Angellis *et al.*, 2008) et au volume des pains de mie (Penã *et al.*, 2012).

II.3.10. Test au DodécylSulfate de Sodium (SDS)

L'appréciation de la valeur d'utilisation des cultivars de blé dur pur ou en mélange au moment de la sélection ou d'orientation se fait de plus en plus en faisant recours au test rapide de sédimentation en présence du dodécylsulfate de sodium et de l'acide lactique pour apprécier les aptitudes pastières et boulangères des produits de blé dur (Ammar *et al.*, 2000 ; Feillet et Dexter, 2006 ; Edwards *et al.*, 2007 ; Saperstein *et al.*, 2007 ; Guzmán *et al.*, 2016). Les valeurs de SDS sont principalement élevées dans les farines que les semoules (Tableau 9). Comme rapportés par Boyacioglu et D'Appolonia (1994), les semoules ont les dépôts les plus

faibles comparativement aux farines. Les fractions de mouture sont classées dans l'ordre décroissant suivant FTM>FMM+FTOT>FTS respectivement $21\pm 1 > 21\pm 2 + 20\pm 3 > 17\pm 2$ mm. Les faibles dépôts des semoules proviendraient de la granulométrie (tableau 8). Ces résultats sont en accord avec les travaux antérieurs de Penã (2000), Wang et Kovacs (2002) et Morris *et al.*, (2007), qui trouvent que le test au SDS est fortement dépendant de la granulométrie de la matière première. Comme, rapporté par Penã *et al.* (2012) et Li *et al.* (2013), nous observons dans le tableau (8) des corrélations significatives entre les tests au SDS et au SIG ($r=0,45$, $p\leq 0,05$).

Conclusion

L'orientation des produits de mouture de blé dur, surtout en panification, nécessite la présence de produit à granulométrie fine et homogène, ce qui se traduira par une bonne hydratation et donc la formation rapide du réseau viscoélastique, indispensable pour supporter les opérations de pétrissages mécaniques. Les farines et semoules ont des granulométries moyennes inférieures à 250 μ m, des acidités faibles, à l'exception de la farine de milieu de mouture qui a une acidité supérieure à la limite maximale admise. Les résultats des teneurs en protéines totales, en gluten humides, secs et en gluten index, montrent aussi bien les farines que les semoules présentent des aptitudes à la panification en raison de leur composition physicochimique conforme aux données rapportées par la littérature scientifique. Cependant, des glutens index supérieurs à 60% sont plutôt recommandés pour donner des produits finis répondant aux exigences des consommateurs et aussi pouvoir rentrer plus facilement dans les process de fabrication mécanisés et minutés des boulangeries actuelles. Au regard dans ce travail, l'indice de solubilité des gluténines (SIG) a permis une meilleure discrimination des produits de mouture en raison de son indépendance de la granulométrie, et peut servir de test de prédiction de la capacité d'hydratation des gluténines des semoules et farines.

Chapitre III

Etude de la distribution des protéines de réserves dans les farines et les semoules.

III.1.Introduction

La qualité des pâtes alimentaires et des pains dépend pour une grande part de la quantité et de la qualité des protéines de l'endosperme du grain de blé. En panification, le gluten joue un rôle primordial dans la structuration de la mie, la résistance de la pâte à l'expansion et à l'élaboration de la texture moelleuse (Mastromatteo *et al.*, 2014). Bien que, les protéines totales continuent d'être prises comme critère de qualité lors des transactions commerciales, leurs pertinences dans la prévision du volume des pains restent très limitées (Ammar *et al.*, 2000). Le gluten, est de nos jours, le composé biochimique majeur qui gouverne la qualité du blé, en raison de son caractère héritable (Schewry *et al.*, 1983) à l'opposé des protéines solubles qui sont très dépendantes des conditions du milieu de culture (Feillet 2000). Le gluten est responsable de la viscoélasticité des pâtes alimentaires et se forme par l'association des protéines fonctionnelles de l'endosperme en présence d'eau sous pétrissage (Damidaux *et al.*, 1978). L'élasticité et la ténacité du gluten sont associées aux gluténines tandis que la viscosité et l'extensibilité sont attribuées aux gliadines (Weiser *et al.*, 2006). Le rapport gluténine sur gliadine, qui exprime la viscosité et l'extensibilité des gliadines sur la ténacité des gluténines est primordial en panification (Edwards *et al.*, 2007 ; Saperstein *et al.*, 2007). Le volume est étroitement lié à l'élasticité du gluten, toutefois, au delà d'un seuil limite, le gluten devient poreux et la pâte perd du volume par diffusion du gaz de fermentation vers l'extérieur (Saperstein *et al.*, 2007). Les albumines et les globulines sont présentes dans l'endosperme à des taux n'excédant pas les 25% (Merlino *et al.*, 2009). Leur rôle en panification et en pastification est très limité (Liu *et al.*, 1996 ; Sisson 2008).

Comme pour le blé tendre, la qualité du blé dur est dépendante de la quantité et de la qualité des gluténines. Les gluténines constituent la molécule la plus volumineuse de la nature, avec un poids moléculaire de plus d'un million (Wrigley 1996). L'élasticité des gluténines dépend des sous-unités qui la compose (Gupta *et al.*, 1992 ; Khatkar *et al.*, 2002 ; Abecassis *et al.*, 2012) et se répartissent en 2 sous unités de poids moléculaire différents. Les gluténines à hauts poids moléculaires (SG-HPM : 90-120) et les gluténines de faible poids moléculaires (SG-FPM : 30-70) (Fischella *et al.*, 2003). Les SG-HPM se composent de type x ou y (Halford *et al.*, 1992) tandis que les SG-FPM se répartissent en trois groupes sur la base de leur mobilité électrophorétique sur gel de SDS-PAGE en B-(SG-FPM : 42-51KDa), C-(SG-FPM : 30-40KDa) et D-(SG-FPM : 55-70KDa) (Payne et Corfield, 1979 ; D'Ovidio et Masci, 2004 ; Mendichi *et al.*, 2008). Dans le blé dur, les SG-HPM et les SG-FPM interviennent de concert pour moduler la rhéologie du gluten lors de la panification (Abecassis *et al.*, 2012). Chez certains cultivars, les SG-FPM du groupe B codées par le locus Glu- B3, plus particulièrement les SG-FPM -2 et les protéines polymériques non extractibles (UPP) sont responsables de la qualité boulangère (Ammar *et al.*, 2000 ; Peña *et al.*, 2002 ; Sisson *et al.*, 2005 ; Edwards *et al.*, 2007).

III.2. Matériel et Méthodes

III.2.1. Séparation séquentielle et dosage colorimétrique des protéines de l'endosperme

Les protéines des farines et semoules de blé dur sont extraites séquentiellement par l'intermédiaire de solvants de polarités différentes (Osborne 1907) et quantifiées par spectrophotométrie à 595nm (Bradford 1976).

III.2.1.1. Extraction des Albumines (A) et globulines (B) par la méthode de Hurkman et Tanaka (2004).

200mg de farine/semoule sont mis en suspension dans 1000µl d'un tampon de chlorure de potassium (50 mM Tris-HCl, 100 mM KCl, 5 mM EDTA, pH 7.8). Brève agitation au

vortex. Extraction à froid dans un bac contenant des glaçons durant 5 minutes sous agitation intermittente au vortex, suivi d'une centrifugation 15 minutes dans une centrifugeuse à 14.500 x g thermostatée réglée à 4°C. Le surnageant recueilli correspond au mélange albumines + globulines.

III.2.1.2. Extraction des gliadines (GLI) et gluténines (GLU) par la méthode de Singh et al. (1991).

Pour l'extraction des gliadines, le culot est repris par une solution contenant 50 % v/v propan-1-ol., pendant 30 minutes dans un bain thermostaté réglé à 60°C sous agitation. Vortexer toutes les dix minutes, suivi d'une centrifugation à 14.500 x g pendant 5 minutes. Le surnageant contenant les gliadines est transféré dans un tube eppendorf.

Avant d'extraire les gluténines, le culot est repris deux fois avec 500µl de propan-1-ol à 50 % v/v, à 65°C pendant 30 minutes, centrifugation à 14.500 x g pendant 1 minute puis élimination du surnageant par aspiration. Les gluténines sont extraites, en rajoutant au culot 1000 µl d'une solution contenant 50 % v/v propanol-1-ol., 3M Tris HCl pH8.8, dithiothreitol à 1 %. Incubation à 65°C sous agitation et centrifugation à 14.500 x g pendant 5 minutes. Transférer, le surnageant contenant les gluténines dans un nouvel eppendorf.

III.2.1.3. Quantification par la méthode de Bradford, (1976)

La quantification des différentes fractions de protéines est effectuée par la méthode colorimétrique de Bradford (1976). Un colorant, le Coomassie Brilliant Blue G-250, est ajouté à la solution de protéine dans des conditions de pH acide. Le Coomassie se lie à la protéine par des interactions non-covalentes (ponts hydrogène, interactions hydrophobes et interactions ioniques). On mesure l'absorbance à 595 nm. Une gamme étalon est utilisée (concentrations de 0,1 à 1,5 mg/ml).

III.2.2. Electrophorèse monodimensionnelle des gluténines sur gel d'acrylamide en présence de SDS (SDS-PAGE)

L'électrophorèse SDS-PAGE (Sodium Dodecyl Sulfate Polyacrylamide Gel Electrophoresis) permet la séparation des protéines en fonction de leur poids moléculaire sous l'action d'un champ électrique. Cette migration se déroule dans un milieu dénaturant (SDS) sur gel de polyacrylamide. Le protocole de Singh *et al.* (1991) est utilisé pour la séparation des sous-unités de gluténines, solubilisées par un excès de Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) en présence d'un agent de dénaturation (DTT). Un complexe SDS-protéines dénaturé se forme avec une charge globale négative et séparation des protéines selon la taille, l'encombrement et la masse moléculaire. Une aliquote contenant 20 µl de gluténines est transféré dans un eppendorf, séché sous vide. Ajouter 20 µl d'une solution stock SDS (10% SDS, gamma pyronine, TRIS 0,5 M, pH 6,8, triglycerol et Diméthylformamide) en présence de 10% DTT. Après agitation, 4µl sont déposés sur un gel de polyacrylamide (Acrylamide + Bisacrylamide 10%, Tris 3 M HCl, pH 8,8, APS 10% et de 0,05% (v/v) TEMED, agent de polymérisation), de dimension : 14x16 cm et 1 mm d'épaisseur. La migration est réalisée durant environ 3 heures et 30 minutes jusqu'à l'arrivée du front de migration en bas du gel, à un ampérage constant de 30 mA par gel, à une température régulée de 25°C.

Coloration des gels : Pour la coloration au Bleu de Coomassie, les gels sont plongés pendant une nuit dans une solution d'éthanol 20% (v/v), sulfate d'ammonium 10% (p/v), acide ortho-phosphorique 0,8% (v/v) et Bleu de Coomassie G250 0,1% (p/v). Pour retirer l'excès de colorant et révéler les bandes protéiques, les gels sont rincés deux fois 10 minutes dans l'eau de robinet.

Acquisition d'images : L'obtention des images fluorescentes est obtenue grâce à un scanner Epson perfection V750 Pro Scanner Gel. L'obtention des images des gels colorés au Bleu de Coomassie est effectuée avec un niveau de résolution de 350 DPI (« Dots Per Inch » : pixels

par pouce). L'acquisition d'images est réalisée à l'aide du logiciel LabImage 1D L340 PE (Kapelan Bio-Imaging software 2.12) analyzer. LES sous unités SG-HPM et SG-FPM sont identifiés selon Fu et Sapirstein, (1996) (figure 23) et les pourcentages relatifs des sous unités sont calculés.

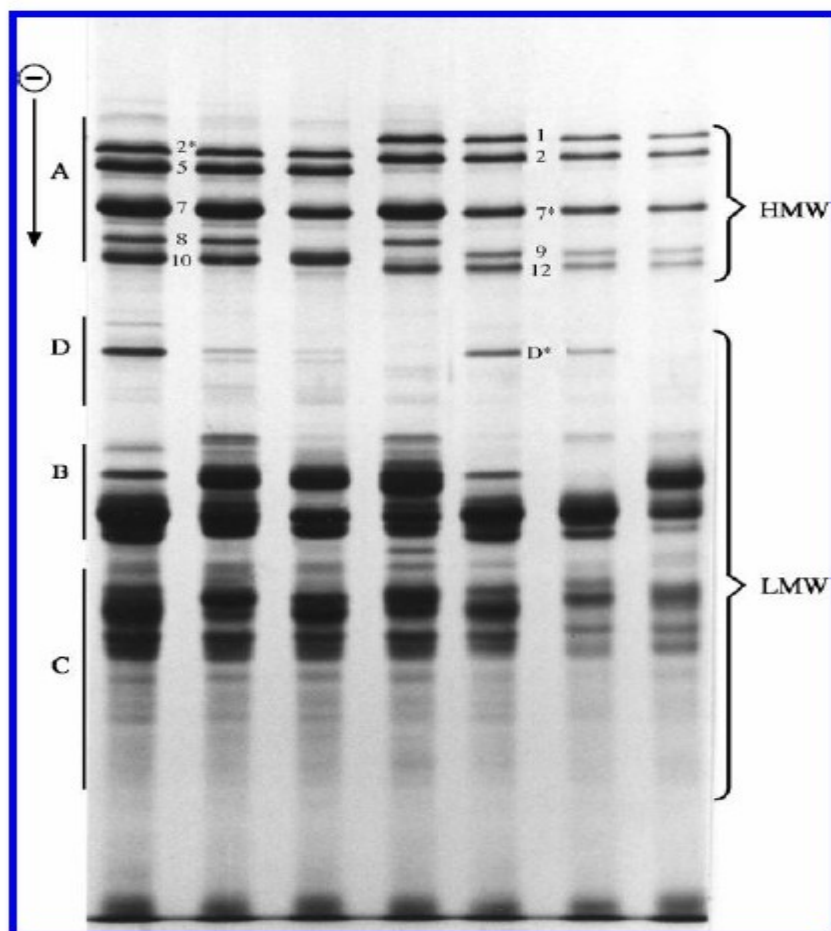


Figure 23 : distribution des sous unités gluténines (Fu et Sapirstein, 1996)

III.2.3. Dosage des protéines polymériques par SE-HPLC

Les farines et semoules sont extraites selon le protocole de Gupta *et al.* (1993). Ainsi, une aliquote de 10 mg de farine/semoule est mis en suspension dans 1000 μ L d'une solution composée de l'acétonitrile (ACN) 50% et de l'acide trichlorofluoroacétique (TFA) 0,05% et

agitée vigoureusement pendant quelques secondes au vortex, puis laisser au repos 5 minutes à température ambiante. Après centrifugation à 13000 x g pendant 5 minutes, les protéines solubles dans le solvant d'extraction sont filtrées sur cartouche micropore 0,45µm (Tuffryn Acrodisc® Syringe Filter), avant injection. 50 µl de protéines solubles sont prélevés pour injection dans une chromatographie d'exclusion-diffusion (SE-HPLC). Les protéines sont séparées en fonction de leur poids moléculaire sur une colonne TSK 3000 SWXL 5µm (300 mm x 7,8 mm), muni d'un détecteur UV-visible. Les protéines sont éluées par un mélange de solvant : A (50% ACN + 0,05% TFA) et B (0,05% TFA) avec un débit de 1 mL.min⁻¹. L'absorbance des protéines est mesurée à 214 nm. Le culot d'extraction contenant la fraction protéique insoluble dans le détergent est ré-extrait avec la même solution (1000 µL) et les protéines résiduelles sont solubilisées à l'aide d'ultrasons délivrant une puissance de 10 watts pendant 5 secondes. Après centrifugation à 13,000 x g et filtration sur cartouche micropore, les protéines solubilisées à partir du culot sont séparées sur la même colonne. Pour un même échantillon de blé, deux chromatogrammes sont obtenus. Les aires des chromatogrammes sont calculées par le module SE-HPLC Beckman Coulter. Les protéines polymériques non extractibles (UPP) sont calculées comme donné dans la figure (24).

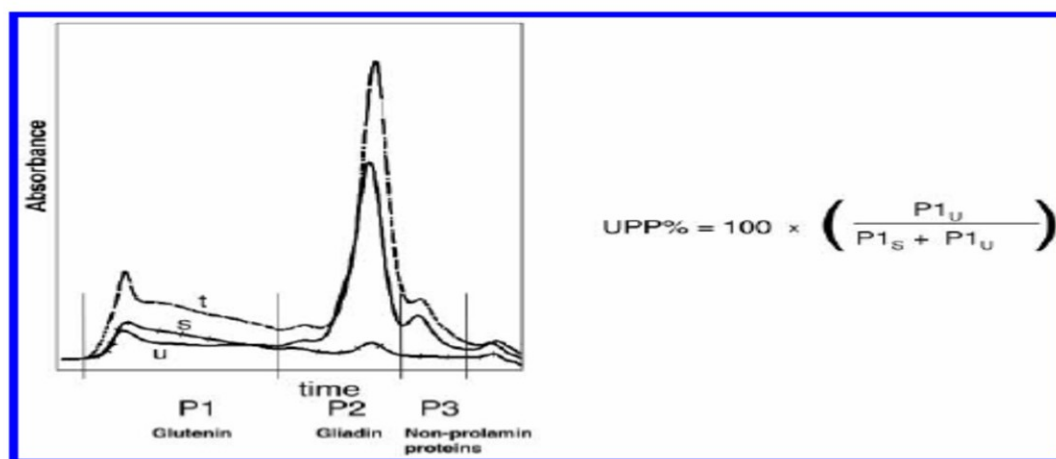


Figure 24. : Chromatogramme UPP séparés par SE-HPLC
 Pu : Protéines non extractibles, Ps : Protéines extractibles

III.3. Résultats et discussion

III.3.1. Teneur en Albumines + Globulines

Les protéines sont divisées selon leurs caractéristiques biologiques et leur localisation dans le grain. Les albumines et les globulines appartiennent à la classe des « non gluten protéines » et sont solubles dans l'eau et les solutions salines. Les résultats du tableau (10), montre que d'une manière générale, les FMM sont riches en A+G, suivi des FTOT, FTM et enfin STM. Les teneurs élevées en A+G des FMM proviendraient de l'enrichissement de cette fraction par les enveloppes durant la mouture ($r=0,48$, $p<0,05$) et par la plus grande diffusion des solvants d'extraction dans les granules de farines et semoules ($r=-0,45$, $p<0,05$) (tableau 11). Vensel *et al.* (2005) rapportent que ces protéines sont généralement distribuées dans les enveloppes plus précisément au niveau de l'assise protéique et interviennent dans le métabolisme cellulaire durant les phases de développement du grain. De nombreux auteurs mentionnent que cette famille regroupe un grand nombre de protéines se différenciant par leurs propriétés physico-chimiques (poids moléculaire, point isoélectrique, acides aminés) et fonctionnelles (activités enzymatiques : alpha et beta-amylase, protéases, oxydoréductases ; inhibiteurs enzymatiques, pouvoir émulsifiant et moussant). Cependant, leur implication dans la qualité des produits de panification est limitée au brunissement non enzymatique (Feillet 2000).

III.3.2. Les gliadines

Sont des protéines monomériques constitutives du réseau viscoélastique lors de l'hydratation et sont impliquées dans la rhéologie de la pâte lorsqu'elle est soumise à des contraintes de déformation. Chez le blé dur, la concentration en gliadines varie de 30 à 40% (Feillet 2000). Le tableau (12) montre que les variations en gliadines des échantillons proviennent pour 5.63% de la fraction de mouture tandis que la station de mouture agit très faiblement (2.15%). Taupier-Létage (2001), a montré que les variations en gliadines proviennent du diagramme de mouture tandis que Flagella *et al.* (2010) l'attribuent aux variétés.

Tableau 10: Composition protéinique des farines et semoules

Fraction	Station	A+B	GLI	GLU	GLU/GLI	MON/POL	MON/PT	POLY/PT
FTM	M1	12,45±0,11	32,05±4,05	55,49±3,94	1,75±0,34	0,81±0,13	4,50±0,18	6,50±1,09
	M2	12,74±0,79	38,39±5,26	48,87±6,06	1,30±0,34	1,06±0,26	3,86±0,52	8,55±1,23
	M3	16,45±1,11	29,34±0,43	54,21±0,69	1,85±0,00	0,84±0,02	3,87±0,27	4,93±0,33
	Moyenne	13,88±2,23	33,26±4,64	52,86±3,51	1,63±0,29	0,90±0,14	4,08±0,37	6,66±1,82
FMM	M1	16,60±2,61	34,09±1,93	49,31±0,68	1,45±0,06	1,03±0,03	5,84±0,18	13,04±1,55
	M2	13,89±0,90	27,50±3,22	58,61±2,32	2,15±0,34	0,71±0,07	3,16±0,18	7,28±1,02
	M3	14,23±0,25	27,68±0,24	58,09±0,00	2,10±0,02	0,72±0,00	3,58±0,03	7,62±0,04
	Moyenne	14,91±1,48	29,76±3,75	55,34±5,23	1,90±0,39	0,82±0,18	4,19±1,44	9,31±3,23
FTOT	M1	17,11±2,10	32,09±1,48	50,80±3,58	1,59±0,18	0,97±0,14	4,49±0,80	8,90±1,32
	M2	11,29±5,68	33,06±13,2	55,65±2,14	1,69±0,64	0,80±0,35	3,85±1,81	5,44±3,92
	M3	14,23±1,15	31,47±1,37	54,30±2,52	1,73±0,15	0,84±0,09	4,60±0,54	7,55±1,10
	Moyenne	14,21±2,91	32,21±0,80	53,58±2,50	1,67±0,07	0,87±0,09	4,31±0,41	7,30±1,74
STM	M1	10,89±0,78	36,44±3,64	52,67±2,86	1,46±0,22	0,90±0,10	4,04±0,29	11,26±1,18
	M2	8,44±1,43	34,84±1,03	56,72±0,40	1,63±0,04	0,76±0,01	3,28±0,04	6,85±0,17
	M3	13,84±0,92	36,37±1,30	49,79±2,22	1,37±0,11	1,01±0,09	4,92±0,58	7,95±1,56
	Moyenne	11,06±2,70	35,88±0,90	53,06±3,48	1,49±0,13	0,89±0,13	4,08±0,82	8,69±2,30

En panification, les gliadines constituent la phase "diluante" des gluténines, en contribuant à diminuer l'élasticité du gluten et à en augmenter l'extensibilité, ce qui se traduit par la stabilisation des alvéoles suite à la formation d'un film protéinique le long des parois des bulles de gaz lors de la fermentation et par la modulation de l'expansion de la pâte au cours de la panification (Örnebro *et al.*, 2000).

Tableau 11 : corrélation entre les constituants protéiques et les paramètres physicochimiques des farines et semoules

	D50	SDSCM	PTT	GH	GS	GS/GH	GI	CENDR	SIG
A+B	-0,45*	0,45*	-	-	-	0,42*	-	0,48*	0,44*
GLI	-	-0,46*	-0,51*	-	-0,58*	-0,51*	-	-0,53*	-
GLU	-	-	-	-	0,57*	-	-	-	-
GLU/GLIA	-	-	0,52*	-	0,60*	-	-	0,47*	-
MON/POL	-	-	-	-	-0,58*	-	-	-	-
MON/PT	-	-	-	-	-	-	-	-	0,48*
POLY/PT	-	-	-	-	-	-	-	-	-
UPP	-	-	-	0,52*	-	-0,41*	-	-	-
POLPROT/GLI	-	-	-	0,67**	0,55*	-	-0,42*	-	-
GLI/POLPROT	-	-	-0,56*	-	-	-0,52*	0,53*	-0,70**	-
GLU/GLI(ES)	-	-	-	-	-	-	-	-	-
HPM/FPM	-	-	-0,70**	-	-0,57*	-	-	-0,65**	-
FPM / HPM	-	-	0,71**	-	0,54*	-	-	0,67**	-
HPM +LMWB/LMWC	-	-	-0,69**	-	-0,61*	-	0,44*	-0,59**	-
HPM /LMWB+LMWC+GLI	-	-	-0,72**	-	-0,60*	-	0,43*	-0,65**	-

*. **. ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de $P \leq 0,05$; 0,01 et 0,001%.

III.3.3. Les gluténines

Les tableaux (10 et 12), montrent que les teneurs en gluténines varient très faiblement en allant des farines aux semoules. Abecassis *et al.* (2012) ; Sisson *et al.* (2008) ont montrés que la qualité pastière et boulangère des pâtes de blé dur est sous la dépendance des gluténines. Les variétés les plus riches en gluténines possèdent les glutens les plus viscoélastiques suite aux multiples liaisons disulfures qui s'établissent entre les protéines des gluténines d'une part et les protéines des gliadines d'autre part, au cours des opérations de pétrissage et de cuisson (Khatkar *et al.*, 2002 ; Weiser 2006).

La classification des farines et semoules en fonction des rapports Glu/Gli , MON /POL, MON /PT et POLY /PT, illustrée dans la figure (25), fait ressortir que les farines provenant du centre du grain sont les plus riches en gluténines et en protéines polymériques. Uthayakumaran *et al.* (2002), Edwards *et al.* (2007) et Sisson *et al.* (2008) rapportent que les variétés avec des rapports gluténines sur gliadines élevés sont généralement classées dans la catégorie des blés à gluten de qualité élevée (gluten strength). Les autres vont de moyen à faible.

Tableau 12. Analyse de variance relative à l'effet des facteurs fraction de mouture et station de prélèvement sur les différentes protéines

Test de qualité	Variabilité due à			
	Station (%)	Fraction (%)	Interaction (%)	Résiduelle (%)
A+B	10,94**	14,385**	4,949*	9,27%
GLI	2,147*	5,629*	2,892*	7,99%
GLU	0,973	2,253*	4,184*	5,21
GLU/GLIA	4,279*	2,004*	3,59*	12,14%
MON/POL	0,747	1,727*	3,851*	12,23%
MON/PT	0,429	16,146**	6,267*	10,03%
POLY/PT	8,224*	20,537**	6,603*	13,09%
HPM/FPM	13,899**	8,795*	5,616*	4,99%
FPM/HPM	13,835**	7,845*	5,085*	5,07%
HPM+LMWB/LMWC	10,032**	5,421*	2,968*	8,11%
HPM/LMWB+LMWC+GLI	16**	9,851*	5,635*	6,10%
GLU/GLI(ES)	1,666*	10,255**	3,41*	5,25%
UPP	40,497**	74,318**	34,051**	1,99%

*, **, ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de $P \leq 0,05$; 0,01 et 0,001%,

En tenant compte de cette classification, les farines et semoules sont hiérarchisées comme suit : FMM>FTOT>FTM>STM, par contre la classification s'inverse, lorsque le rapport protéines polymériques sur protéines totales est pris en compte. Les semoules apparaissent en seconde position juste après les FMM. Comme rapporté par Feillet (2000) et Wrigley *et al* (2006), les protéines totales et le taux de gluten extractible exercent un effet positif sur la viscoélasticité de la pâte (tableau 11). Le rapport Glu/Gli est fortement corrélé avec PTT ($r=0.52$, $p\leq 0.05$) et GS ($r=0.60$, $p\leq 0.05$). Les protéines hautement polymérisées à haut poids moléculaire sont responsables de la fermeté du gluten, par le biais de la formation d'un réseau tridimensionnel enchâssant les granules d'amidon grâce aux ponts disulfures qui se créent entre les groupements thiols libres oxydés durant les phases de mise en forme de la pâte, ce réseau permet au pain de lever et à la pâte de conserver sa forme (Edwards *et al.*, 2003). La qualité viscoélastique du gluten dépend pour une large part de la quantité en sous unité gluténines présentes.

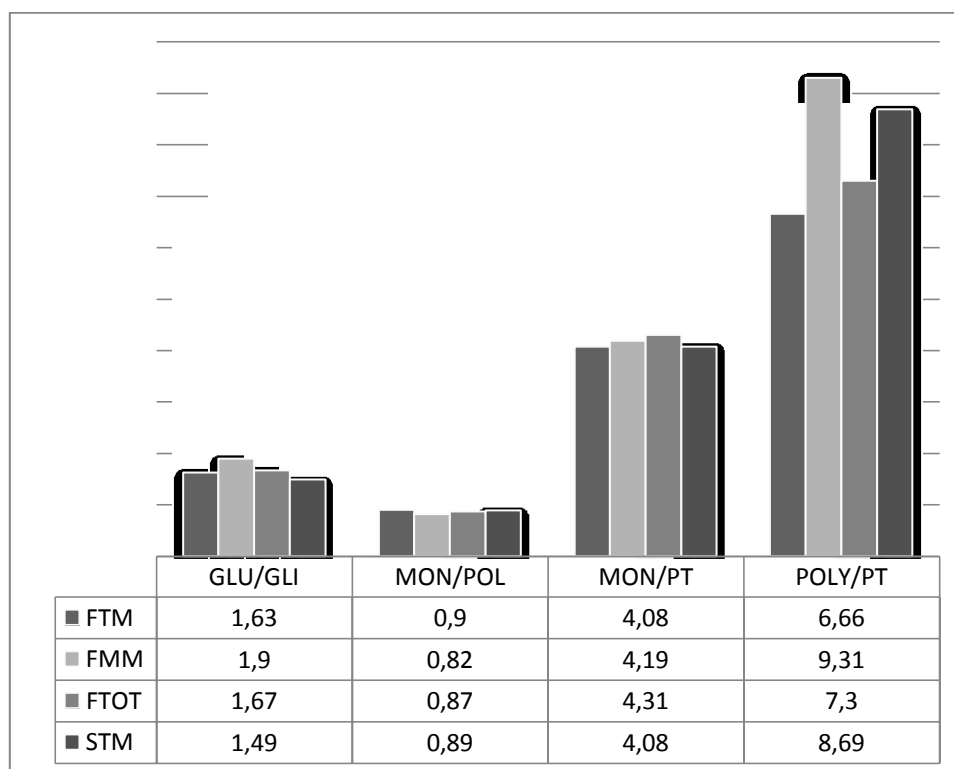


Figure 25: Variation des rapports protéines polymériques sur protéines totales

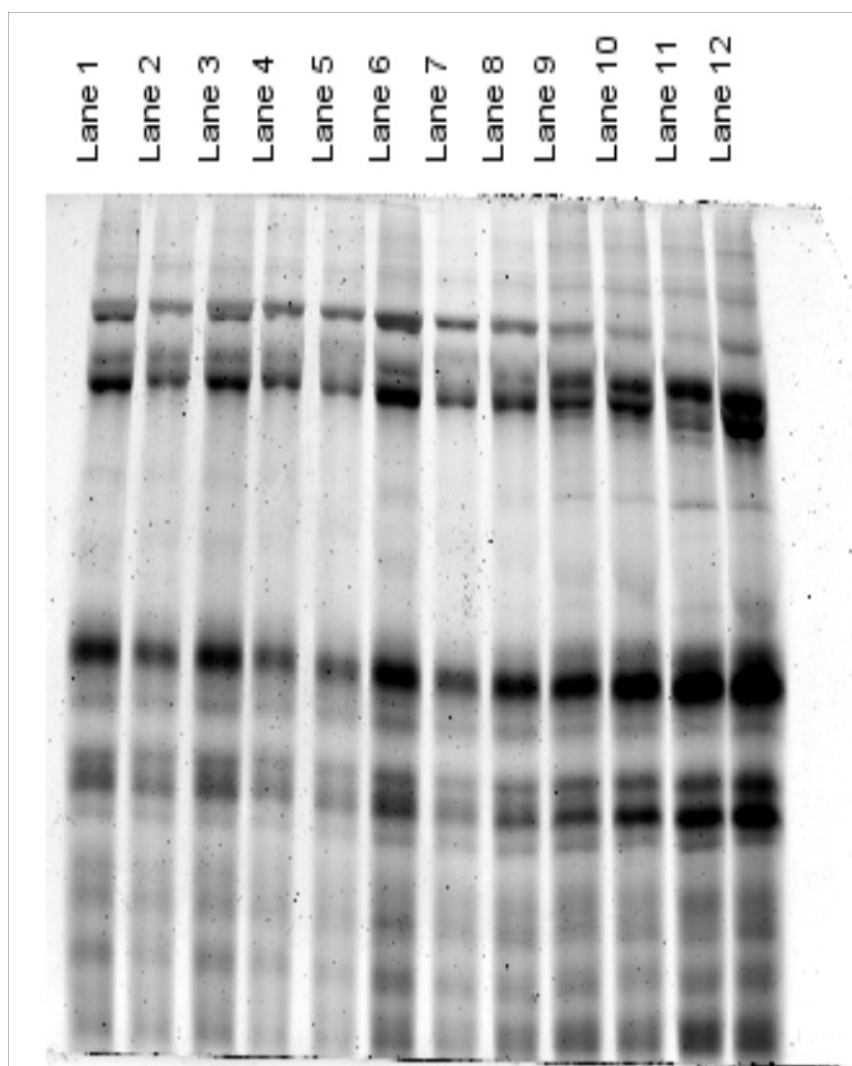
Chez le blé tendre, les SG-HPM représentent 20% de la fraction gluténique et contrôlent 70% de la qualité boulangère (Branlard et Dardevet, 1985, Payne *et al.*, 1987).

Quant au blé dur, l'absence du chromosome D, fait que ceux sont surtout les SG-FPM (60-80% des glutenines) codées par le locus Glu-A3, Glu-B3 et Glu-B2 du chromosome 1, qui sont responsables des propriétés viscoélastiques de la pâte (Oak et Dexter, 2006, Edwards *et al.*, 2007). Sur la base de leur poids moléculaire et de leur point isoélectrique, les SG-FPM se subdivisent en 3 sous groupes appelés B, C et D (Porceddu *et al.*, 1997 ; Oak et Dexter, 2006). La sous unité LMW D provient de la mutation des ω gliadines (Masci *et al.*, 1999). Les SG-HPM sont présents mais à des teneurs très faibles en raison du silence des locus des gènes Glu-1 du chromosome 1 (Oak et Dexter, 2006). La qualité rhéologique du gluten serait liée à la qualité des interactions entre les sous unités gluténines et gliadines (Wrigley *et al.*, 2006), et au niveau de l'expression des allèles (Autran et Morel, 1990). Lindsay et Skerritt, (1999) ont montré que les SG-HPM forment des chaînes linéaires regroupées en réseau sur lesquelles se branchent sous forme d'agrégat et de cluster les SG-FPM. La séparation des glutenines en SG-HPM, SG-FPM qui sont à leur tour en LMWB et LMWC, sont illustrés par l'électrophorégramme donné dans la figure (26) et les résultats sont regroupés dans le tableau (13). Nous observons que les SG-HPM / SG-FPM de l'ensemble des échantillons sont inférieurs à 1. Les valeurs sont comprises entre $0,80 \pm 0,02$ (FMM) et $0,95 \pm 0,08$ (FTOT). Les travaux d'Edwards *et al.* (2007) sur une collection de blé dur mondiale, montrent que les meilleurs cultivars en panification sont ceux qui ont un gluten peu tenace et légèrement élastique. Ce qui permet de déduire que les FMM et STM ont les meilleurs glutens et sont les mieux indiqués en panification (Edwards *et al.*, 2001). Cependant, l'analyse fine de la contribution des LMW à l'élasticité du gluten (tableau 13), fait apparaître que les LMWb seraient la fraction qui contrôlerait l'élasticité du gluten et constituent la sous unité SG-FPM vraie à faible PM des glutenines de blé dur (D'Ovidio et Masci, 2004).

Tableau 13 : Répartition des Sous unités gluténines dans les farines et les semoules.

Fraction	Station	HPM/FPM	LMW/HPM	HPM+LMWB/LMWC	HPM/LMWB+LMWC+GLI
FTM	M1	1,02±0,06	0,98±0,06	4,12±0,42	0,69±0,06
	M2	1,01±0,03	0,99±0,03	3,94±0,46	0,67±0,04
	M3	0,80±0,04	1,25±0,07	3,04±0,07	0,50±0,02
	Moyenne	0,94±0,12	1,07±0,15	3,70±0,58	0,62±0,10
FMM	M1	0,78±0,05	1,28±0,08	2,86±0,02	0,48±0,02
	M2	0,81±0,01	1,23±0,02	2,76±0,15	0,49±0,02
	M3	0,80±0,00	1,25±0,00	2,97±0,46	0,50±0,03
	Moyenne	0,80±0,02	1,25±0,03	2,86±0,11	0,49±0,01
FTOT	M1	1,04±0,01	0,96±0,01	3,72±0,08	0,67±0,01
	M2	0,92±0,07	1,09±0,08	3,56±0,07	0,60±0,03
	M3	0,88±0,07	1,15±0,09	3,03±0,18	0,54±0,05
	Moyenne	0,95±0,08	1,07±0,10	3,44±0,36	0,60±0,07
STM	M1	0,86±0,03	1,16±0,04	3,14±0,01	0,54±0,01
	M2	0,97±0,03	1,03±0,03	3,56±0,01	0,63±0,02
	M3	0,91±0,06	1,11±0,07	3,25±0,45	0,57±0,06
	Moyenne	0,91±0,06	1,10±0,07	3,32±0,22	0,58±0,05

Les variations dans les quantités de SG-HPM et SG-FPM des gluténines proviennent essentiellement du diagramme de mouture (tableau 12). Ce qui suggère, que le choix de variétés à teneur élevée en SG gluténines doit être toujours pris comme premier critère lors de l'élaboration des mélanges commerciaux, plus particulièrement les LMW qui influencent positivement le gluten index (tableau 11), considéré de nos jours comme le paramètre mesurant la force du gluten (Cubbada *et al.*, 2009). Actuellement, il est bien admis que les variétés possédant les sous unités gluténines codées par les allèles Glu-B1 portant les bandes 6+8 et 7+8 en présence des protéines de type SG-FPM 2 sont les plus indiquées en panification du blé dur (Boggini et Pogna, 1989 ; Peña *et al.*, 1994. ; Ammar *et al.*, 2000 ; Edwards *et al.*, 2007).



Ligne 1-3 :FTM ;Ligne 4-6 :FMM ; Ligne 7-9 :FTOT; Ligne 10-12:STM

Figure 26 : SDS –PAGE des SG-HPM et SG-FPM des farines et semoules

III.3.4. Les protéines polymériques non extractibles (UPP)

Les UPP sont reliées au potentiel technologique du blé (Gupta *et al.*, 1993, Ammar *et al.*, 2000, Sisson *et al.*, 2005 ; Edwards *et al.*, 2007). Les variétés présentant des teneurs au delà de 30% d’UPP sont généralement très corrélées à la qualité du pain (Edwards *et al.*, 2007). A titre d’exemple, l’allure du chromatogramme des UPP des farines totales est illustrée dans la figure (27) et les résultats des autres échantillons sont synthétisés dans le tableau (14).

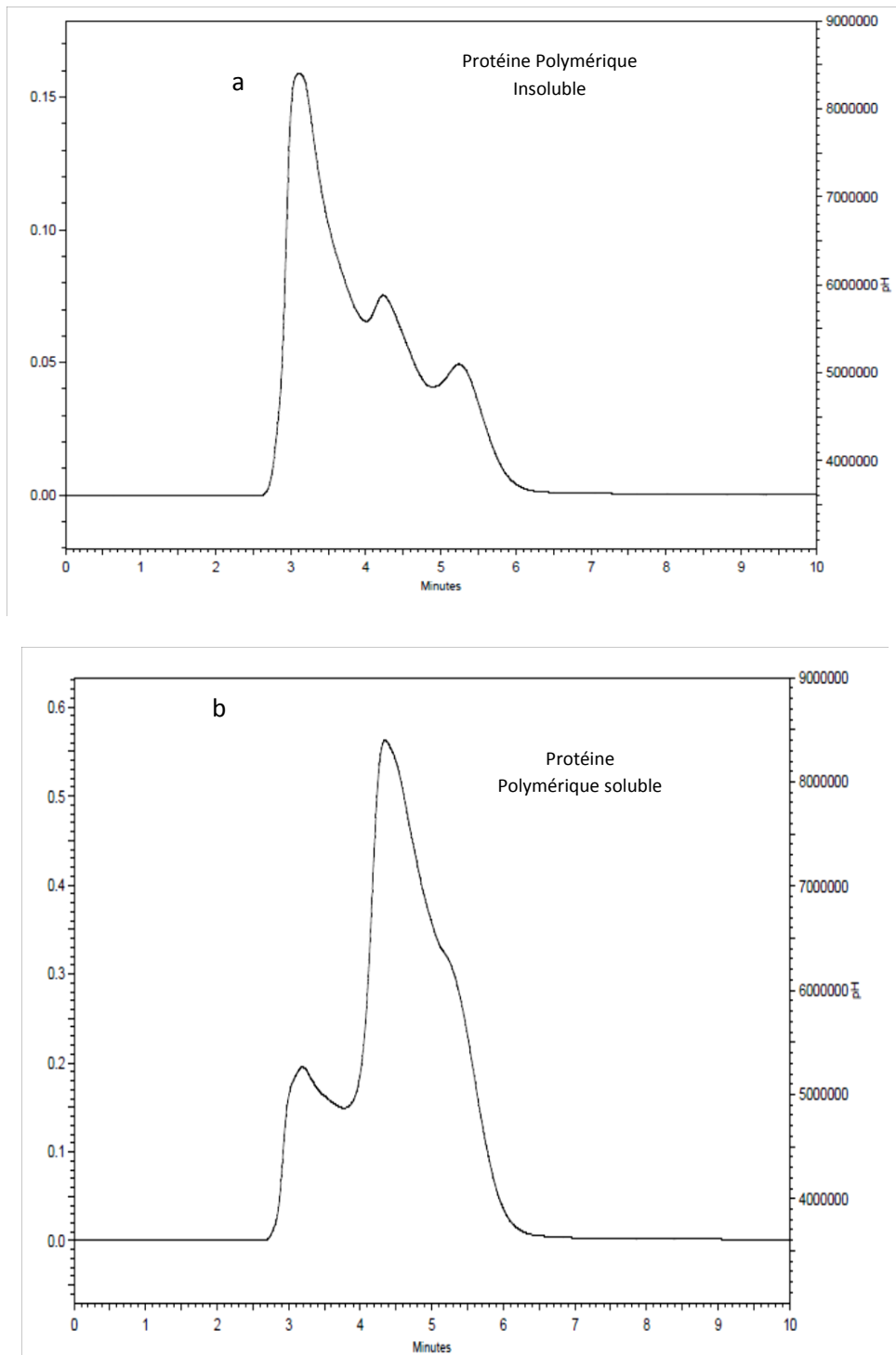


Figure 27 a et b : Chromatogramme UPP Farine blé dur (FTOT)

Globalement, le tableau (14) montre que les UPP varient très faiblement en allant des farines aux semoules. Ces variations sont dues à 74, 3% à l'échantillon et 40, 49% à la mouture (tableau 12).

Tableau 14 : Répartition des protéines polymériques non extractible (UPP) dans les farines et les semoules.

Fraction de mouture	Station de prélèvement	INSOLPP*	INSOSPP*	SOLLPP*	SOLSPP*	% UPP
FTM	M1	5693203	3083769	7842212	40390123	42,07±0,33
	M2	6802072	3239959	7667536	35189049	46,97±1,19
	M3	5685605	3003427	8222258	39872650	40,88±1,35
	Moyenne	6060293	3109051	7910668	38483940	43,31±3,23
FMM	M1	6640565,5	3062728,5	9655623	25498418	40,73±0,70
	M2	9208601	4015385	12824177	47778507	41,88±1,32
	M3	8733249	5463134	8977685	43077759	49,31±0,16
	Moyenne	8194138	4180415	10485828	38784894	43,97±4,66
FTOT	M1	6178685	2859061	7096966	32291089	46,56±1,69
	M2	6561987	3056690	7992696	35756351	45,05±0,48
	M3	8695030	4990237	9463424	43111757	47,90±0,46
	Moyenne	7145234	3635329	8184362	37053065	46,50±1,43
STM	M1	8542187	5500800	9620703	45995637	47,03±0,07
	M2	7106467	3700466	9056767	45737588	43,95±0,25
	M3	7327004	3951185	8134657	48651498	47,31±1,01
	Moyenne	7658552	4384150	8937375	46794907	46,10±1,86

INSOLPP : Insoluble Large Polymeric Protein, INSOSPP : Insoluble Small polymeric protein, SOLLPP : Soluble Large polymeric protein, SOLSPP : soluble small polymeric protein, UPP: Unextractible polymeric protein. *Surface avec unité arbitraire.

Pour l'ensemble des fractions étudiées, les UPP sont supérieures à 40% et sont très corrélées au GH ($r=0,52$, $p\leq 0,05$) (tableau 11). Edwards *et al.* (2007), trouvent que les UPP sont fortement corrélées au gluten index. Comme ce test nécessite de très faibles quantités de matière première, de l'ordre de 10mg, son emploi comme test de screening lors des phases de sélection est vivement conseillé (Edwards *et al.*, 2007).

Conclusion

Les protéines de réserve de la farine et de la semoule sont les composants technofonctionnels du blé. Ils interviennent dans la modulation des propriétés viscoélastiques des pâtes alimentaires lors des opérations de malaxage, de tréfilage et de poussée en cuve en panification. Ces propriétés sont principalement dépendantes de la quantité et de la qualité en sous unités composants la gluténine. Ces unités s'assemblent après hydratation par l'intermédiaire de ponts disulfures entre les SG-HPM et SG-FPM. La concentration en différentes classes protéiques mesurée par plusieurs méthodes montre que les gluténines sont la fraction majoritaire, suivi des gliadines et des albumines + globulines. L'analyse de la variance révèle que les concentrations en gluténines sont fortement dépendantes de la fraction de mouture, c'est-à-dire de la qualité des mélanges de blés mis en œuvres. Les variations dans les fractions possédant les rapports gluténines sur gliadines inférieurs à 1% sont les mieux indiquées pour la panification. L'analyse des sous unités gluténines par SDS- PAGE et des insolubles gluténines, protéines nécessitant l'emploi de forte énergie pour leur solubilisation par SE-HPLC, révèlent que les variations dans les rapports HPM, LMWB, LMWC et en UPP dépendent des variétés constituant le mélange de départ suivit par le diagramme de mouture qui intervient très faiblement dans la majorité des cas. Il faut signaler que les sous unités gluténiques sont très corrélées à la teneur en gluten (GS, GH ou GI), ce qui corrobore les études antérieures sur le rôle du gluten en panification et pastification. Les fractions possédant des teneurs élevées en LMW et en UPP semblent constituer les produits les mieux appropriés pour confectionner des pains volumineux et aérés.

Chapitre IV

Propriétés d'empesage des farines et des semoules

IV.1.Introduction

L'amidon est une macromolécule formée par un enchainement de glucides de type glucose, et constitue la principale source d'énergie sous forme de glucides. C'est le composant majoritaire des céréales, où il est très abondant (65-70%) (Buléon *et al.*, 1990). L'amidon se trouve sous forme de particules, appelées grain d'amidon. Ces particules sont identiques pour une même origine botanique (Jane 2006) et fournissent plus de 80% des calories consommées par les êtres humains dans le monde (Thomas et Atwell, 1999). L'amidon se présente sous la forme de grains formés de zones concentriques alternativement claires et sombres, entourant un centre plus foncé appelé « hile ». C'est un homopolymère de D-glucose en conformation chaise, liées à plus de 95% par des liaisons α (1,4) et dans une faible proportion (4 à 5 %) par des liaisons α (1,6) qui sont à l'origine de la ramification. L'amidon est composé de deux polymères de structure primaire différente: l'amylose, molécule essentiellement linéaire et l'amylopectine, molécule ramifiée. Selon l'origine botanique, les teneurs en amylose et en amylopectine varient respectivement de 20 à 30% et de 70 à 80% (Lafiandra *et al.*, 2008). Cependant, quelques espèces d'amidon peuvent contenir moins de 1% d'amylose (maïs cireux ou waxy) ou entre 45 à 80% d'amylose (amylomaïs) (Zobel 1988). À l'état natif, les molécules d'amylose et d'amylopectine sont disposées au niveau d'entités granulaires semi-cristallines. Deux populations de particules sont présentes dans l'amidon. De larges particules lenticulaires (A-type), avec un diamètre moyen de 13-16 μm , et de petites particules sphériques (B-type), de diamètre inférieur à 3 – 5 μm (Soulaka et Morrison, 1985). Ces deux particules ont des caractéristiques physiques, chimiques et fonctionnelles différentes (Craig *et al.*, 1989). L'amidon joue un rôle important par son pouvoir gélifiant, viscosifiant et fixateur

d'eau. En présence d'un excès d'eau (plus de 60 %) et à une température supérieure à 60 °C, le grain gonfle par sorption d'eau puis se gélatinise en un empois qui est une dispersion de grains gonflés enrichis en amylopectine dans une phase amorphe d'amylose solubilisée (Tester et Morrison, 1990). Au-delà de 95 °C, les particules d'amidon se désintègrent, les molécules d'amylose et d'amylopectine migrent vers l'extérieur et l'intérieur des grains (Hug-Iten *et al.*, 1999). La viscosité de l'amidon est étroitement liée au niveau de gonflement des particules, de la quantité d'amylose dispersée (Lan *et al.*, 2008), et de la rupture des particules (Bloksma et Bushuk, 1988). Au cours de la panification, l'amidon fournit les sucres fermentescibles pour la levure boulangère et fixe jusqu'à 45% d'eau apportée à la farine (Wade 1988). Il constitue une charge de remplissage et de dilution du gluten par la formation de liaisons non covalentes (liaisons H) avec les protéines de réserve en contribuant à la structuration de la pâte, la formation de la mie, la fraîcheur et la texture du pain (Miyazaki *et al.*, 2006).

L'objectif de ce chapitre est d'analyser, d'une part, l'influence de la mouture sur la teneur en amidon, amylose et sur le rapport amylose / amylopectine, et d'autre part, d'étudier, le comportement d'empesage mesurée par la méthode rapide d'analyse de viscosité (RVA).

IV.2. Matériel et Méthodes

IV.2.1. Dosage de l'amidon total par voie enzymatique

Le dosage de l'amidon total a été déterminé en utilisant un kit de dosage de l'amidon total K-TSTA (Megazyme, Irlande) en concordance avec la norme AACC 2000. La méthode repose sur l'hydratation de l'échantillon suivie de l'hydrolyse de l'amidon en maltodextrines en présence de α -amylase thermostable (95-100°C). Les maltosaccharides sont entièrement hydrolysés en glucose par l'amyloglucosidase sous un pH acide et à température contrôlée. La teneur en glucose est déterminée par la méthode au GOPOD. Un échantillon de 100 mg (préalablement tamisé avec un tamis de 500 μ m) est placé dans un tube, auquel on ajoute 0.2

ml d'éthanol à 80 % pour l'hydrater Il est ensuite vortexer avec 3ml d'une solution thermostable de α - amylase,puis mis à incuber dans un bain-marie bouillant pendant 6 min avec des agitations à 2, 4 et 6 min.

Après l'incubation l'échantillon est vortexé en présence de 2.5 ml d'éthanol à 80 %. L'ensemble est centrifugé pendant 10 min à 1000 g. Le surnageant est éliminé, et le culot est resuspendu dans 5 ml d'éthanol à 80 %, vortexé puis centrifugé comme précédemment. Le surnageant est de nouveau délicatement éliminé. Le culot est repris dans 1 ml de DMSO, puis bien homogénéisé au vortex. Le tube est transféré dans un bain-marie à 50°C pendant 5 min pour s'équilibrer, et 2 ml de tampon d'acétate de sodium (200 mM) et 50 μ l de solution amyloglucosidase sont ajoutés. La solution obtenue est ensuite homogénéisée vigoureusement au vortex, puis incubés à 50°C pendant 30 min. Le contenu du tube est transféré dans des fioles de 100 ml qui sont complétées avec de l'eau jusqu'au trait de jauge. Après homogénéisation, et centrifugation à 3000 g pendant 10 min. la phase limpide est prélevée pour le dosage. Une gamme étalon de glucose est préparée à partir d'une solution mère (SM) à 1mg/ml comme suit :

	Blanc réactif	Standard de glucose	Echantillons
Solution de GOPOD	3,0ml	3,0ml	3,0ml
Standard de glucose	-	0,1ml	-
Echantillon	-	-	0,1ml
Eau	0,2ml	0,1ml	0,1ml

Les tubes sont ensuite mis à incuber à 50°C pendant 20 min. Les absorbances sont mesurées à 510 nm contre le blanc réactif.

Calcul de la teneur en Amidon total (%) :

$$\begin{aligned}\% \text{ Amidon (base humide)} &= \Delta A \times F \times FV/0.1 \times 1/1000 \times 100/W \times 162/180 \\ &= \Delta A \times F/W \times FV \times 0.9\end{aligned}$$

Avec:

ΔA = Absorbance (réaction) contre le blanc réactif.

F = 100 (μg of D-glucose) facteur de conversion de l'absorbance de 100 μg de glucose en mg

FV = volume Final

0.1 = volume de l'échantillon.

1/1000= Conversion des μg en mg .

100/W= Facteur d'expression de l'"amidon" en pourcentage de la prise d'essai.

W = poids en milligramme (en matière humide) de la prise d'essai.

162/180= facteur de correction de D-glucose libre en anhydro D-glucose (forme majoritaire dans l'amidon).

$$\% \text{ Amidon (base sèche)} := \% \text{ Amidon, (base humide)} \times 100/100\text{-teneur en eau échantillon (\%w/w)}$$

IV.2.2. Dosage de l'amylose, de l'amylopectine et du ratio amylose/amylopectine

La détermination de la composition en amylose, amylopectine et du ratio amylose/amylopectine des farines et semoules a été précédée préalablement par l'extraction et purification de l'amidon suivie du dosage spectrophotométrique de l'amylose. L'amidon est isolé de la semoule et la farine selon la procédure de Zhao et Sharp, (1996). 10 mg de farine/semoule sont pesés à 0.01mg près dans un tube en présence de 1000 μl d'eau distillée, laisser au repos toute la nuit à 4°C avant centrifugation à 13000rpm pendant 1min et élimination du surnageant. Reprendre le culot avec 300 μl d'eau distillée puis extraire l'amidon avec un pilon en plastique. Centrifugation à 13000rpm, 2min puis élimination du surnageant. Dissoudre le culot dans 500 μl d'eau distillée, agitation et centrifugation. Répéter la même opération une deuxième fois. 1000 μl d'acétone sont additionnés au culot, vortexer puis centrifuger 1min à 13000rpm. Jeter l'acétone et laisser sécher dans une hôte en marche pendant 2 h jusqu'à disparition complète de l'acétone. Finir le séchage, en posant sur la paille toute la nuit les tubes ouverts. La teneur en amylose est ensuite déterminée selon la méthode décrite par Chrastil (1987) sur l'amidon extrait de chaque échantillon. Peser exactement 14 mg d'amidon pure dans un tube en présence de 5ml de méthanol à 85% (v/v), puis homogénéiser au vortex. Placer les tubes au bain-marie réglé à 60°C pendant 30 min

avec des agitations régulières, Centrifuger 1min à 13000 rpm, Prélever 0,1ml du surnageant, ajouter 0,5ml de l'acide trichloracétique à 0,5% (v/v), Vortexer puis additionner 0,05ml d'une solution 0,01N d'iodure de potassium (1,27g de I₂/L + 3g de KI/L) et mélanger rapidement, Laisser 30 min à l'obscurité pour développer la couleur bleue puis lire contre un blanc d'eau distillée l'absorbance à 620 nm dans un spectrophotomètre à double cuve, Parallèlement, une gamme étalon de l'amylose est préparée.

IV.2.3. Détermination des propriétés d'empesage avec le Rapid Visco Analyser (RVA)

La mesure de la viscosité au cours de la gélatinisation de l'amidon vise à fournir les informations sur le comportement de différents amidons soumis aux forces de cisaillement et de cuisson. Le but est de rechercher la contribution des caractéristiques de l'amidon sur les propriétés de gélification des farines et semoules de blé dur. L'analyse de la viscosité a été employée pour quantifier ces changements par le biais du rapid visco analyser (RVA series 4, Newport Scientific, Sidney, Australia) en suivant les indications de la norme AACC. 76-21 (2000). La quantité de semoule ou farine utilisée est calculée selon les recommandations de Batey et Curtin (2000).

$$M2 = (100-14) \times M1 / (100 - W1)$$

$$W2 = 25 + (M1 - M2)$$

Avec M1 = masse de l'échantillon recommandé (i.e., 3 g),

M2 = masse réelle à peser, W1 = humidité initiale, et W2 = volume d'eau à rajouter (ml).

Procédure.

La semoule / la farine est dispersée dans l'eau distillée (25 ml) pour obtenir une suspension. Une première agitation à 960 rpm est appliquée pendant les 10 premières secondes, puis à 160 rpm pendant le temps restant. La viscosité est enregistrée selon le profil de température suivant : chauffage de 50°C à 90°C à une vitesse de 6°C.min⁻¹, maintien à 90°C pendant 4 min, refroidissement à une vitesse de 6°C.min⁻¹ jusqu'à 50°C, enfin maintien à 50°C pendant

4 min. La Viscosité moyenne de 2 réplicas est calculée avec le logiciel Thermocline pour Windows (TCW) et les résultats sont exprimés en Rapid Visco Unit (RVU). Les paramètres mesurés sur le viscoamylogramme sont consignés dans la Figure (28) :

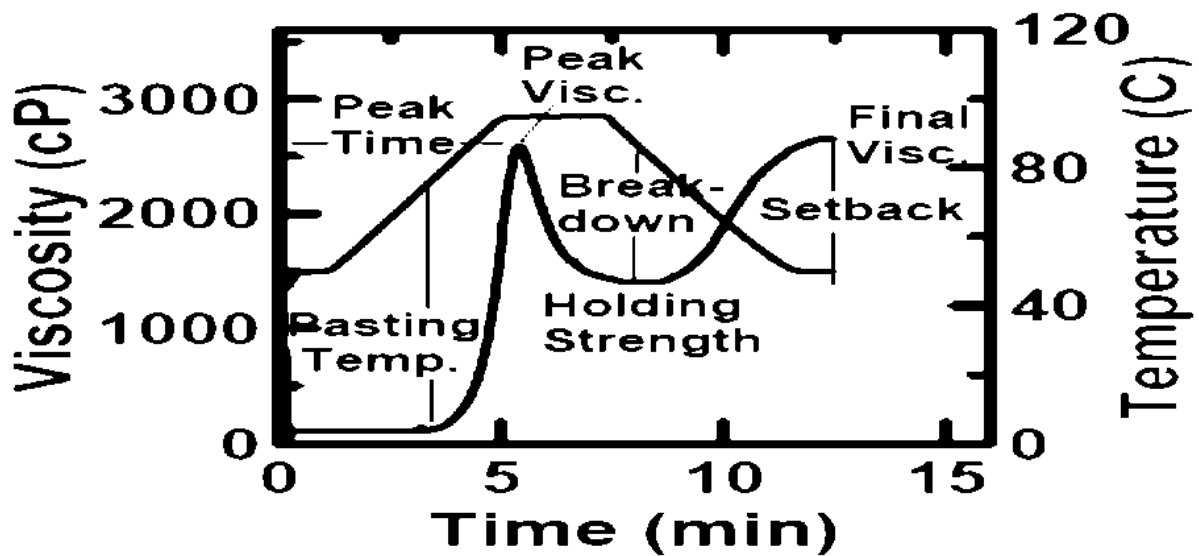


Figure 28 : Viscoamylogramme et paramètres de viscosité de l'amidon de blé
(Perten Instruments 2016)

Paramètres du viscoamylogramme.

- a. **Pasting temperature** » ou **température d'empesage de l'amidon (PT)** : température à laquelle les granules d'amidon commencent à gonfler, perdant leur cristallinité (disparition de la croix de polarisation) et démarrant la viscosité du milieu de cuisson.
- b. **Peak viscosity** ou **viscosité maximale (PV)** : indique le point auquel l'amidon atteint la viscosité maximale au cours de la gélatinisation.
- c. **holding strength** ou **viscosité à chaud (TG)** : Capacité de l'échantillon à résister aux forces de cisaillement lors du mélange
- d. **Breakdown (BK)**: indique la chute de viscosité en fin de cuisson.
- e. **Setback (SB)**: indicateur de la rétrogradation de l'amylose
- f. **Final viscosity (FV)** : caractérise la capacité d'un amidon à gélifier après cuisson

IV.3. Résultats et discussion

IV.3.1. Teneur en amidon, amylose et amylopectine

Le tableau (15) présente la concentration en amidon, amylose (AM) et amylopectine (AP) des farines et semoules. D'une manière générale, la teneur en amidon varie significativement ($p < 0,05$) en partant des farines du centre aux semoules. Les teneurs élevées en amidon sont trouvées chez les FTM ($79,57 \pm 6,68\%$) tandis que les FMM sont les moins pourvues ($72,25 \pm 0,95\%$). Les variations entre farines sont de 6 % et entre semoules et farines de 0,47 %. Ces teneurs sont comparables à celles mentionnées par Smaan, (2006), qui rapporte que les blés durs mitadinés sont plus riches en amidon que les blés vitreux. La conduite de la mouture et l'origine histologique (Tableau 16) ont aussi une influence très significative sur la teneur en amidon, avec cependant un effet très prépondérant de la station de mouture (35,98%) sur la fraction (31.43%). En fonction de la teneur en amidon, les échantillons se répartissent comme suit : FTM > FTOT, STM > FMM (Tableau 17). Les propriétés rhéologiques de l'amidon comme la texture des pâtes est très dépendante de la variation des proportions relatives en amylose, amylopectine et de l'origine botanique (Eliasson 2004). Les teneurs en amylose varient en fonction de l'origine histologique. Des écarts de l'ordre 4,15% sont observés entre les FMM et les FTOT. Les teneurs les plus élevées en amylose sont chez les FTOT, tandis que les semoules ont des teneurs comprises entre 26,39 et 27,58 % (De angelis *et al.*, 2008). Zeng *et al.* (1997), ont montré que la diminution de la teneur en amylose s'accompagne toujours par l'élévation de la viscosité à chaud, se traduisant par la réduction de l'épaississement de l'amidon à froid. Cependant, en panification, il a été démontré que la vitesse de rassissement du pain est en relation directe avec la concentration en amylose (Lee *et al.*, 2001).

Tableau 15 : Propriétés d'empesage des farines et semoules

Fraction	Station	AMIDON (%ms)	AM (%ms)	AM/AP	PTIME (min)	PVISC (RVU)	BK (RVU)	SETBACK (RVU)	FV (RVU)
FTM	M1	83,59±0,44	24,51±0,17	0,33±0,01	8,7±0,00	139,6±2,40	78,7±1,06	122,6±2,00	183,4±3,32
	M2	83,26±1,86	22,83±0,49	0,30±0,01	8,8±0,09	146,6±2,24	77,9±2,06	153,6±1,89	222,2±2,06
	M3	71,86±2,60	24,50±0,73	0,33±0,01	8,9±0,00	189,5±3,77	71,7±1,53	174,9±0,00	292,7±2,24
	Moyenne	79,57±6,68	23,95±0,97	0,32±0,02	8,8±0,1	158,6±27,0	76,1±3,8	150,4±26,3	232,8±55,4
FMM	M1	73,34±0,84	20,33±0,66	0,26±0,01	9,1±0,00	134,8±2,12	58,2±1,48	148,1±2,24	224,6±2,83
	M2	71,59±1,70	21,01±0,19	0,27±0,01	8,9±0,47	191,2±0,71	71,7±0,29	183,5±3,42	303,5±3,71
	M3	71,81±0,06	27,47±0,35	0,38±0,01	8,7±0,09	182,2±3,65	69,3±2,30	184,4±4,12	297,3±5,48
	Moyenne	72,25±0,95	22,94±3,94	0,30±0,07	8,9±0,2	169,4±30,3	66,4±7,2	172,0±20,7	275,1±43,9
FTOT	M1	76,78±0,71	25,56±0,47	0,35±0,01	8,8±0,05	137,7±7,64	75,7±1,84	147,3±1,71	209,2±7,57
	M2	77,78±1,92	30,07±1,11	0,43±0,03	8,7±0,09	132,0±1,59	73,9±0,41	127,4±4,30	185,5±3,12
	M3	72,84±1,00	25,65±0,47	0,35±0,01	9,1±0,42	192,1±2,59	69,6±4,36	181,8±9,60	304,3±7,84
	Moyenne	75,80±2,61	27,09±2,58	0,38±0,05	8,9±0,2	153,9±33,2	73,1±3,1	152,2±27,5	233,0±62,9
STM	M1	76,11±0,77	27,58±0,28	0,38±0,00	8,5±0,38	146,2±4,38	87,2±2,76	105,6±1,71	160,4±5,89
	M2	78,13±0,44	21,63±0,70	0,28±0,01	8,1±0,00	98,0±1,06	56,9±0,77	71,7±0,77	112,8±1,06
	M3	74,57±0,77	26,39±1,01	0,36±0,01	8,5±0,00	140,2±4,01	26,6±6,54	145,4±2,83	258,9±0,29
	Moyenne	76,27±1,79	25,20±3,15	0,34±0,05	8,4±0,2	128,1±26,3	56,9±30,3	107,6±36,9	177,4±74,5

Après cuisson, et durant les phases de refroidissement du pain, l'amylose subit en premier la rétrogradation par la formation de double hélice et se réorganise en un réseau tridimensionnel par l'intermédiaire de liaisons hydrogènes, tout en éliminant les molécules d'eau associées aux hélices, c'est le phénomène de synérèse. Une partie de l'eau liée à l'amylose par des liaisons hydrogènes va être rejetée entraînant la séparation des deux phases constituées par l'amylose et l'amylopectine (Sindic *et al.*, 2009). La classification des échantillons en fonction de leur pouvoir de rétrogradation peut s'établir comme suit (tableau 17), FTOT>STM>FMM>FTM. En plus de l'origine botanique rapportée par Sistelli *et al.* (2010),

nous remarquons que la variation dans la teneur en amylose est fortement dépendante de la mouture (tableau 16).

Tableau 16. Analyse de la variance relative à l'effet des facteurs fraction de mouture et station de prélèvement sur l'amidon, l'amylose et les paramètres du RVA

Test de qualité	Variabilité due à			
	Station de prélèvement(%)	Fraction de mouture (%)	Interaction(%)	Résiduelle (%)
Amidon	35,98**	31,43**	9,62*	1,72
Amylose	49,459**	24,437**	48,438**	2,52
AM/AP	52,448**	21,517**	49,379**	3,32
PTIME	8,475*	0,919	1,487*	2,50
PVISC	149,679***	270,149**	96,601**	2,30
FV	489,251***	1063,292***	135,955***	1,93
BK	58,699**	69,525**	66,419**	3,99
SETBACK	4415,626***	4110,533***	790,367***	2,56

*. **. ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de $P \leq 0,05$; 0,01 et 0,001%,

Le rapport amylose/amylopectine de l'amidon agit sur la taille, la répartition des granules d'amidon et sur les propriétés physicochimiques des semoules (Lafiandra *et al.*, 2010), sur la susceptibilité à l'hydrolyse enzymatique, sur les propriétés gélifiantes et épaississantes (Sindic *et al.*, 2009). La classification des échantillons en fonction du ratio AM/AP, montre que les FTOT ont les ratios les plus élevés ($0,38 \pm 0,05$) et les FMM le plus bas ($0,30 \pm 0,07$). Cependant l'ANOVA (tableau 16), fait ressortir que la mouture intervient pour 52,45%, et l'origine histologique seulement pour 21,52%. L'examen détaillé des résultats des farines FMM, montrent que des ratios entre 0,26 et 0,27 sont susceptibles de donner après panification des gèls assez résistants à la rétrogradation avec une texture souple et crémeuse après cuisson (Charles *et al.*, 2005).

Tableau 17 : Comparaison des valeurs moyennes par station de prélèvement

	Fraction				Station		
	FTM	FMM	FTOT	STM	M1	M2	M3
Amidon	a	c	b	b	a	a	b
Amylose	c	d	a	b	b	b	a
AM/AP	c	d	a	b	b	b	a
PTIME	a	a	a	b	-	-	-
PVISC	b	a	c	d	b	b	a
BK	a	b	a	c	a	b	c
SETBACK	b	a	b	c	b	b	a
FV	b	a	b	c	c	b	a

IV.3.2. Propriétés d'empesage

Les propriétés de viscosité de l'amidon sont mesurées par l'analyseur rapide de viscosité (RVA). Le test permet d'évaluer les propriétés épaississantes et gélifiantes de l'amidon soumis à un cycle de chauffage et de refroidissement. Les résultats de viscosité à chaud, présentés dans le tableau (15) et sur la figure (29), montrent que les amidons des farines et semoules développent des propriétés d'empesage différentes au seuil de ($p \leq 0.05$) (tableau 16).

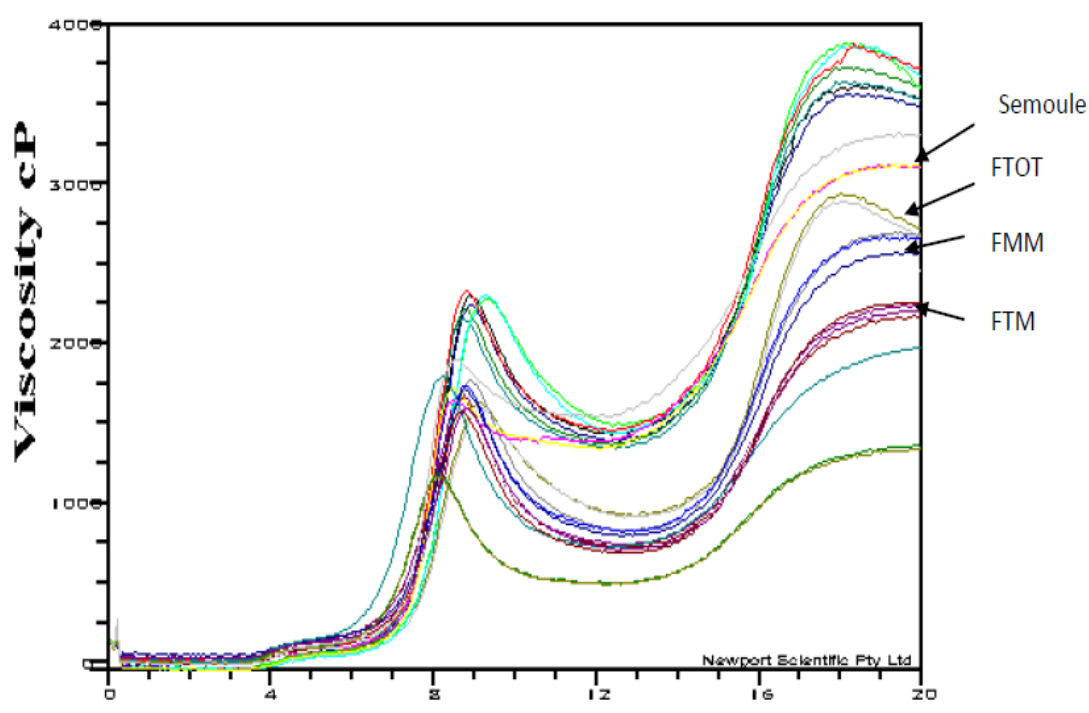


Figure 29 : Courbes de viscosité des amidons des farines et semoules de blé dur

IV.3.2.1. Pasting température

La température de gélatinisation ou Pasting temperature (PT), indique la température minimale requise pour cuire un échantillon donné, et a été définie comme la température à laquelle la différence entre la viscosité mesurée et la ligne de base devient supérieure à 20 cP. La figure (29) montre que les températures de gélatinisation sont autour de 8.9 min pour les farines et 8.4 min pour les semoules avec des PT légèrement plus faibles (tableau 15).

Tableau 18 : corrélation entre les paramètres viscoamylolytique et les paramètres qualitatifs des farines et semoules

	Amidon	AM	AM/AP	PT	PVC	BK	SB	FV
AMIDON	1	-	-	-	-0.59*	-	-0.55*	-0.64**
AM	-	1	0.99**	-	-	-	-	-
AM/AP	-	0.99**	1	-	-	-	-	-
D50	-	-	-	-0.65**	-0.46*	-0.44*	-0.64**	-0.47*
SDS	-	-	-	0.46*	0.78**	-	0.72**	0.69**
PROT	-0.65*	-	-	-	-	-	-	-
GH	-0.51*	-	-	-	-	-0.42*	-	-
GS	-0.73**	-	-	-	0.48*	-	-	0.47*
GS/GH	-	-	-	0.58*	-	-	-	-
GI	0.42*	-	-	-	-	-	-0.52*	-0.50*
CENDRES	-0.51*	-	-	0.68**	0.55*	-	0.70*	0.65**
GLUC	-	-	-	0.48*	0.47*	-	0.50*	0.48*
AE	-0.56*	-	-	-	0.53*	-	0.46*	0.52*
FN	-0.49*	-	-	-	0.51*	-0.44*	0.46*	0.61*
A+B	-0.40*	-	-	0.54*	0.47*	-	0.69**	0.62*
GLI	0.49*	-	-	-	-0.58*	-	-0.50*	-0.52*
GLU/GLI	-	-	-	-	0.53*	-	-	0.43*
UPP	-	-	0.52*	-	-	-	-	-
HPM/FPM	0.76**	-	-	-	-0.54*	-	-0.46*	-0.53*
HPM+LMWB/LMWC	0.88**	-	-	-	-0.52*	-	-0.46*	-0.54*
HPM/LMWB+LMWC+GLI	0.83**	-	-	-	-0.56*	-	-0.48*	-0.56*

*, **, ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de $P \leq 0.05$, 0.01 et 0.001%.

Thomas et Atwell, (1988) observent que durant le chauffage, les granules d'amidon perdent leur cristallinité, gonflent et entraînent la lixiviation de l'amylose hors des granules d'amidon.

La vitesse de gélatinisation est négativement influencée par la granulométrie de la matière

première ($r=-0.65$, $p\leq 0.01$) et positivement par la composition protéiniques (SDS,GS/GH,A+B) respectivement ($r=0.46$, $p\leq 0.05$; $r=0.58$, $p\leq 0.01$; $r=0.54$, $p\leq 0.05$), (tableau 18). Les protéines du gluten en s'associant aux granules d'amidon, retardent l'hydratation, entraînent le déplacement des plages de cuisson vers des temps plus long (Soh *et al.*, 2006).

IV.3.2.2. Peak viscosity

Le pic de viscosité « Peak viscosity » ou viscosité maximale, indique la capacité de rétention d'eau de l'amidon ou du mélange lors du chauffage et sert d'indicateur de la viscosité maximale que peut atteindre l'échantillon au cours de la gélatinisation. Il est souvent corrélé avec la qualité finale du produit. Dans le cas des amidons de blé dur, des comportements d'empesage très différents ont été observés. Au sein des farines, des variations de viscosité de 15.5 RVU en allant des FTOT (153.9 RVU) au FMM (169.4 RVU) sont aussi observées (tableau 15). Les températures de gélatinisation des semoules sont en moyenne de 128.1 RVU. A l'intérieur de chaque fraction, il existe des variations importantes en viscosité. Ces variations proviennent principalement de la composition des semoules et farines (Soh *et al.*, 2006). La viscosité maximale des farines et des semoules s'établit comme suit: FMM > FTM > FTOT > STM, ce qui est comparable aux résultats de la littérature (Sho *et al.*, 2006, De Angelis *et al.*, 2008 ; Singh *et al.*, 2010). Le tableau (18), montre que la teneur en amidon ($r= -0.59$, $p\leq 0.05$), la granulométrie ($r = -0.46$, $p\leq 0.05$), les gliadines ($r = -0.58$, $p\leq 0.05$), HPM/FPM($r=-0.54$, $p\leq 0.05$), HPM+LMWB/LMWC ($r=-0.52$, $p\leq 0.05$), HPM / LMWB+LMWC+GLI ($r=-0.56$, $p\leq 0.05$) exercent un effet positif sur la viscosité, tandis que le SDS ($r = 0.78$, $p\leq 0.01$), GS ($r = 0.48$, $p\leq 0.05$), les cendres ($r = 0.55$, $p\leq 0.05$), le Glucose ($r = 0.47$, $p\leq 0.05$), l'amidon endommagé ($r = 0.53$, $p\leq 0.05$), l'activité amylasique ($r = 0.51$, $p\leq 0.05$) et A+B ($r = 0.47$, $p\leq 0.05$) agissent négativement sur le pouvoir de fixation d'eau à chaud de l'amidon. Ces résultats révèlent que les profils de viscosité des amidons étudiés

corroborent les constatations de plusieurs auteurs (De Angelis *et al.*, 2008 ; Singh *et al.*, 2010). Les différences de structure et de composition de l'amidon comme la taille des granules, l'endommagement des amidons et aussi la présence de lipides liés aux granules exercent une part positive sur la gélification durant le chauffage en mobilisant l'eau du milieu au détriment des structures du grain d'amidon entraînant l'augmentation de la plage de gélatinisation (Lenartz *et al.*, 2006). L'influence négative des différentes classes de protéines sur la viscosité provient de la compétition pour l'eau disponible avec comme conséquence directe l'augmentation de la viscosité du milieu (Sho *et al.*, 2006, Barak *et al.*, 2013) . En panification, des viscosités élevées sont plutôt recherchées en raison de l'enrobage des alvéoles par un film protéinique ce qui conduit à l'augmentation du volume de la pâte et du pain (Gan *et al.*, 1995). Les faibles viscosités sont dues à l'inhibition de la fixation d'eau suite à la lixiviation de l'amylose des granules d'amidons (Ryu *et al.*, 1993).

IV.3.2.3. Le Breakdown (BK)

La Chute de viscosité en fin de cuisson « Breakdown » indique la vitesse de perte de viscosité et reflète l'affaiblissement de la structure des granules d'amidon après leur gonflement au cours de la gélatinisation. Un breakdown élevé est lié à une faible capacité des échantillons à résister aux contraintes de cisaillement. La capacité de l'échantillon à résister à cette température et à cette force de cisaillement constitue un facteur clé dans de nombreux processus. Une grande variabilité dans le Breakdown a été trouvée entre les échantillons, comme l'indique le test de Newman et keuls (Tableau 17). Ce test montre 3 groupes :

- i) Un premier groupe constitué de 2 échantillons (FTM et FTOT) à BK élevé (73.1 à 76.1 RVU).
- ii) un deuxième groupe regroupant les FMM avec des BK intermédiaires en moyenne de 66.4 RVU.
- iii) et un troisième groupe renfermant les semoules avec des BK faibles allant de 26,6 à 87.2 RVU.

Selon, Singh *et al.* (2010), les faibles breakdowns sont indiqués pour la préparation des aliments à haute température, en raison de la résistance de leur amidon aux forces de cisaillement à chaud. La granulométrie ($r = -0.44$, $p < 0,05$), l'activité amylasique ($r = -0.44$, $p < 0,05$) et la teneur en gluten humide ($r = -0.42$, $p < 0,05$) sont responsables des viscosités élevées en fin de cuisson (tableau 18). Le rôle négatif des protéines dans l'élévation de la viscosité en fin de cuisson a été rapporté par Singh *et al.* (2011) et Barak *et al.* (2013).

IV.3.2.4 Le Setback (SB)

Ce paramètre est un indicateur de la rétrogradation ou recombinaison des molécules d'amidon pendant le refroidissement plus particulièrement la réassociation des molécules d'amylose sous forme de doubles hélices (Thomas et Atwell, 1988). Nos résultats (tableau 15) montrent que les setback des différents échantillons se regroupent comme suit : FMM > FTM \approx FTOT > STM avec de valeurs respectives 172.0 > 150.4 \approx 152.2 > 107.6. Ces diminutions en Setback proviendraient d'une part, d'une faible rétrogradation de l'amylose (Alvarado 2014), et d'autre part, des protéines qui en enrobant les granules d'amidon limiteraient la diffusion de l'amylose hors du granule ce qui entraîne la diminution de la viscosité lors du refroidissement (Barak *et al.*, 2013). Le tableau (18) montre que les faibles rétrogradations sont associées à la présence de concentration élevées en amidon, à la granulométrie fine, à la minéralisation des échantillons, aux teneurs élevées en gliadines et en protéines à haut poids moléculaire (SG-HPM, SG-FPM). Les SB élevés sont souvent associés aux amidons faiblement digestibles (Shittu *et al.*, 2007). Boggini et Pogna, (1989), montrent que les pains de blé dur se caractérisent par des temps de rassissement prolongés, en raison de la lenteur de la rétrogradation de l'amidon durant le stockage.

IV.3.2.5. La viscosité finale (FV)

Est le paramètre le plus fréquemment utilisé pour définir la qualité d'un échantillon et renseigne sur la capacité d'une farine ou semoule à former une pâte visqueuse ou un gel après

cuisson et refroidissement. Le tableau (17), distingue les farines des semoules. Les farines ont les FV élevées (247 RVU) tandis que les semoules ont des FV les plus faibles (177.4 RVU). Durant le cycle de cuisson et de refroidissement, les farines donnent des pâtes visqueuses alors que les semoules acquièrent l'aspect de pâte plastique. La viscosité des farines proviendrait de l'agrégation des molécules d'amylose lors du refroidissement (Miles *et al.*, 1985), suite à la rupture des liaisons hydrogènes qui lient les lipides à l'amylose (Collar 2003), et à la présence de granule A, pauvre en lipide (Sahlström *et al.*, 2002). Tandis que les protéines interviendraient très faiblement sur la viscosité finale (Blazek et Copeland, 2008). Cependant, Lassoued -Oualdi (2005) observent que les FV élevés sont souvent associés à la production de pains de faible volume.

Conclusion

Les farines de fin de mouture et les semoules se distinguent par leur richesse en amidon total, amylose et amylopectine. Leur concentration dépend aussi bien de la fraction que de la station de mouture. En fonction de la vitesse de rétrogradation de l'amidon, les semoules ont un pouvoir de rétrogradation plus faible. Les farines sont très sensibles à l'hydrolyse enzymatique en raison des rapports amylose/amylopectine faibles ce qui donnerait à la cuisson des pâtes à texture souple et crémeuse. L'analyse de la variance fait ressortir que la viscosité de l'amidon des farines et semoules mesurée par l'analyseur rapide de viscosité (RVA), est fortement dépendante du lieu de prélèvement et de la fraction de mouture. La température de gélatinisation des semoules est plus faible que celle des farines et est sous contrôle de la granulométrie et de la composition protéinique. Les farines se distinguent des semoules par des capacités de rétention d'eau élevées. Les faibles viscosités et de rétrogradation de l'amidon des semoules après cuisson expliqueraient la supériorité de leurs pains en termes de volume et de rassissement différé lors de l'entreposage.

Chapitre V

Etude des propriétés rhéologiques des pâtes des farines et des semoules

V.1.Introduction

Les pâtes de blé se forment par hydratation d'une quantité déterminée de semoule ou de farine pour donner une matrice viscoélastique hydratée, constituée de gluten, enchâssant les granules d'amidon. Le comportement mécanique des pâtes est souvent en relation avec l'arrangement spatial des nombreux composés présents, aux propriétés physiques différentes et interagissant les uns avec les autres, pour déterminer la qualité boulangère (Bloksma et Bushuk, 1988). Le mot « rhéologie » (du grec : $\rho\acute{\epsilon}\iota\nu$, s'écouler) a été proposé par Bingham, en 1928, pour désigner « la science qui étudie les déformations et l'écoulement de la matière » (Persoz et Radenkovic, 2016). Tout test associant un mode de déformation suivi de la quantification de la déformation correspondante (écraser un morceau de pâte ou de mie entre les doigts par exemple) peut être considéré comme un test rhéologique (Roussel *et al.*, 2010). Les propriétés rhéologiques des pâtes peuvent être mesurées soit par la quantification de petites déformations (rhéologie dynamique ou oscillatoire), soit par la quantification des grandes déformations (rhéologie empirique). La viscoélasticité de la pâte à pain provient à la fois des propriétés liquides (viscosité) et solides (élasticité). L'analyse des qualités rhéologiques consiste en la mesure de la consistance, du collant, du relâchement, du lissage, de l'extensibilité, de l'élasticité, de la tolérance et du développement (pousse) de la pâte (Roussel *et al.*, 2010). La caractérisation des propriétés rhéologiques des pâtes céréalières est de nos jours mesurées par la mesure des grandes déformations, appelée aussi mesure empirique (Lassoued-Ouladi 2005). La rhéologie dite empirique, consiste en la reproduction à l'échelle de laboratoire de l'étape liée à la transformation de la pâte et de mesurer les paramètres discriminants et prédictifs des propriétés étudiées. Les appareils les plus utilisés sont les pétrins enregistreurs

comme l'alvéographe, le farinographe et le mixographe. Tous ces appareils mettent en jeu un étirement qui se rapprocherait des phénomènes intervenant lors de la mise en forme et de la levée de la pâte (Bartolucci 1997).

Dans cette présente étude, le comportement des fractions de mouture de blé dur soumises à des contraintes mécaniques est mesuré par l'intermédiaire de deux instruments à savoir le farinographe et le mixographe. Le choix de ces deux instruments provient d'une part de l'existence de protocoles normalisés adaptés au blé dur, et d'autre part, de fournir des indications à prendre en compte lors de la panification de chacune de ces fractions.

V.2. Matériel et Méthodes

V.2.1. Le farinographe

Le farinographe est un instrument utilisé pour mesurer les variations de la consistance d'une pâte soumise à un pétrissage dans un pétrin muni d'une cuve thermostatée dans laquelle deux friseurs horizontaux tournent en sens inverse à des vitesses différentes (63 et 93 rpm respectivement). Les essais se déroulent dans les conditions opératoires décrites par la norme : ICC (ICC-1995). Plusieurs paramètres sont calculés à partir des farinogrammes (figure 30) :

- ✓ Capacité d'absorption d'eau ou d'hydratation (FaWab) nécessaire pour atteindre 500 UB (unités Brabender, unités arbitraires)
- ✓ Temps de développement ou de formation de la pâte (FaDT) en min
- ✓ Stabilité ou temps pendant lequel la farine conserve sa consistance initiale (FaST) en min

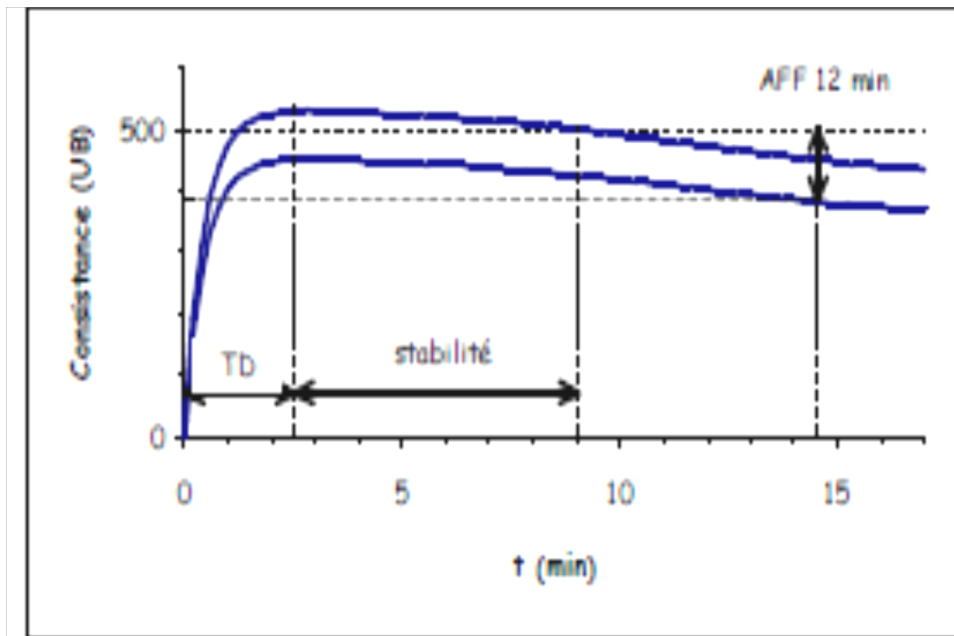


Figure 30 : Farinogramme d'une farine panifiable

V.2.2. Le mixographe :

Est un autre instrument également utilisé pour mesurer la consistance de la pâte. Il est constitué d'un pétrin à aiguilles dont le couple moteur enregistre les contraintes subies par la pâte (figure 31). Les tests sont effectués en suivant les recommandations de la norme 54-40A de l'AACC (2000). L'essai consiste en l'hydratation de 35 grammes de farine/semoule sous hydratation constante. La quantité d'eau ajoutée est fonction de la teneur en protéine de l'échantillon. La durée totale du pétrissage est de 8 minutes.

Les paramètres étudiés sont :

- ✓ Temps de développement ou temps de pétrissage (TDV) en minute : qui caractérise la force de la pâte ou pic de consistance
- ✓ Hauteur de la pente de développement (HD) en % : indicateur de la tolérance de la pâte au pétrissage, correspond à la viscosité de la pâte
- ✓ Taux hydratation au mixographe (HYDR) en %: indicateur de la quantité maximale que peut absorber la farine ou la semoule sans perdre sa consistance de pâte.

- ✓ Scoring : classification des échantillons en comparaison à des mixogrammes de références (figure 32).

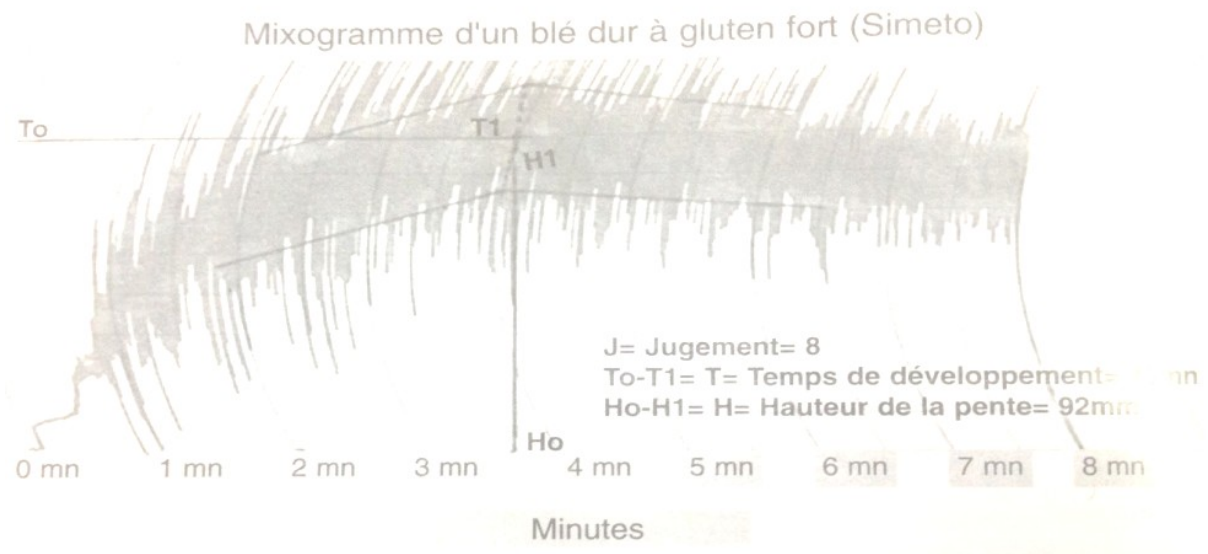


Figure 31 : Mixogramme (Mebtouche 1998)

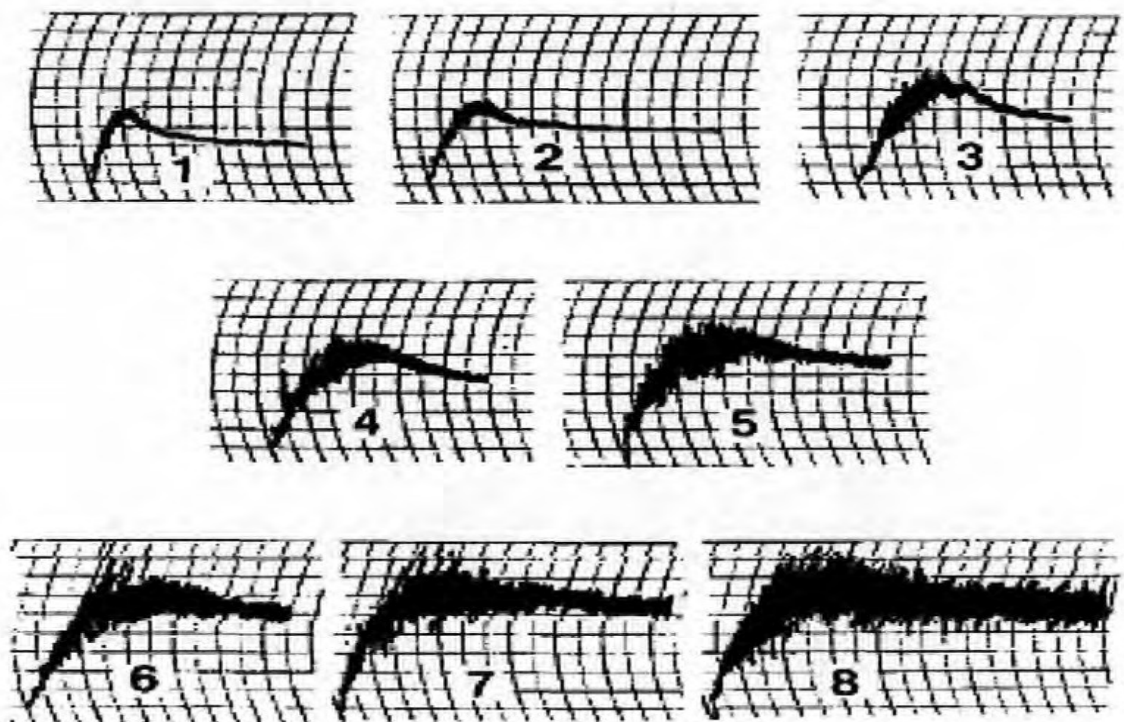


Figure 32 : Scoring des mixogrammes (1 = gluten faible, 8 = gluten de force) (Anon 2005).

V.3. Résultats et discussion

Les paramètres déterminant les caractéristiques rhéologiques des pâtes des farines et des semoules de blés durs sont mentionnés dans le tableau (19).

Tableau 19 : Propriétés rhéologiques des farines et semoules de blé dur commercial

Fraction	Station	FARINOGRAPHE			MIXOGRAPHE		
		FaWab (%)	FaDT (min)	FaST (min)	TDV (mn)	HD (%)	HYDR (%)
FTM	M1	55,69±0,27	1,9±0,1	3,9±1,0	3,12±0,07	40,5±2,1	61,4±0,0
	M2	56,80±0,56	2,8±1,9	4,6±0,3	1,46±0,01	46,5±2,1	61,4±0,0
	M3	60,65±0,21	2,8±0,2	3,8±0,7	1,13±0,12	44,0±1,4	63±0,0
	Moyenne	57,71±2,60	2,53±0,55	4,10±0,4	1,91±1,06	43,7±3,0	62±1,0
FMM	M1	55,7±0,28	1,9±0,1	3,9±0,9	1,15±0,01	35,0±0,01	66,2±0,0
	M2	61,35±0,35	3,5±0,7	3,3±0,2	1,30±0,10	51,0±1,4	67,4±0,2
	M3	55,20±0,14	2,5±0	3,3±0,9	1,45±0,10	44,0±1,4	66±0,0
	Moyenne	57,42±3,42	2,63±0,81	3,52±0,3	1,30±0,15	43,3±8,0	67±1,0
FTOT	M1	59,8±0,42	2,8±0,2	3,8±0,9	2,07±0,10	40,0±0,01	62,0±0,0
	M2	59,05±3,18	3,1±2,4	5,9±1,0	1,3±0,10	51,0±0,0	64±0,0
	M3	55,20±0,14	2,5±0	3,3±0,9	1,25±0,07	44,0±1,4	63±0,0
	Moyenne	58,02±2,47	2,82±0,30	4,37±1,4	1,54±0,46	45,0±5,6	63±1,0
STM	M1	56,8±0,56	2,8±1,9	4,6±0,3	2,39±0,08	43,0±1,4	62,7±0,2
	M2	59,05±3,18	3,1±2,4	5,9±1,0	2,26±0,27	51,5±0,70	63±1,0
	M3	56,75±0,35	3,1±0,4	6,2±0,1	3,33±0,05	50,0±0,0	63±0,0
	Moyenne	57,53±1,31	3,02±0,14	5,60±0,9	2,66±0,59	48,2±4,5	63±0

V.3.1. Résultats au farinographe

3.1. 1. Capacité d'absorption d'eau ou d'hydratation (FaWab)

Le farinographe permet de déterminer l'hydratation nécessaire pour atteindre une consistance fixée arbitrairement à 500 unités Brabender, et ce en relation avec la teneur en protéine, en amidon, et les autres constituants présents dans la farine et la semoule. Les résultats du tableau (20), répartissent les semoules et les farines en 2 grands groupes sur la base de leur pouvoir d'absorption. Les farines totales absorbent plus d'eau que les semoules, tandis que les

farines de tête de mouture et de passage ont des taux d'absorption en eau statistiquement identiques. Nous pouvons classer les farines et semoules en fonction de leur FaWab comme suit : FTOT > STM > FTM \approx FMM, respectivement 58,02 > 57,53 > 57,71 \approx 57,42 %. En panification, une farine ou une semoule doit avoir une bonne absorption en eau et une bonne machinabilité. Les quantités d'eau recommandées pour une pâte à pain doivent être supérieures à 40 % (Gan *et al.*, 1995). En deçà de ces valeurs, c'est-à-dire à des taux de 35% en eau totale, la pâte n'est pas capable de retenir les bulles d'oxygènes introduites durant le pétrissage (Mac Ritchie 1976). L'eau est responsable de la dissolution des composés solubles, en assurant l'homogénéité et la cohésion de la pâte tout en modulant les propriétés rhéologiques de la pâte, comme la cohésion, la consistance, la viscoélasticité, etc. (Lassoued – Oualdi 2005). Les variations des teneurs en eau des farines et semoules de nos échantillons sont pratiquement non corrélées aux protéines de réserves à l'exception des UPP ($r = - 0,42$, $p < 0,05$) (Tableau 23). Cependant, Quayson *et al.* (2016) expliquent que les variations dans les teneurs en eau proviennent de l'amidon endommagé. En accord avec AbuHammad *et al.* (2012), la capacité d'absorption d'eau ou d'hydratation (FaWab) des produits de blé dur mesurée au farinographe semble ne pas être un bon indicateur pour mesurer la qualité du gluten

Tableau 20 : Comparaison des valeurs moyennes par station de prélèvement

	Fraction				Station		
	FTM	FMM	FTOT	STM	M1	M2	M3
<u>Farinographe</u>							
FaWab	bc	ab	a	c	b	b	a
FaDT	-	-	-	-	-	-	-
FaST	b	ab	a	ab	-	-	-
<u>Mixographe</u>							
TDV	b	d	c	a	a	b	c
HD	b	b	b	a	c	a	b
HYDR	c	a	b	b	b	a	a

Les lettres a,b,c indiquent les farines et semoules composent un même groupe pour le test de qualité considéré

V.3.1. 2. Temps de développement de la pâte (FaDT)

Ce paramètre renseigne sur le temps nécessaire pour que la courbe atteigne son sommet. Le FaDT correspond au temps de pétrissage nécessaire pour permettre au gluten de se déployer dans la pâte. Il est actuellement, largement utilisé comme paramètre analytique de mesure de la force du gluten. L'analyse de l'ANOVA (tableau 21), montre qu'il n'existe pas de différences significatives au seuil de ($P > 0.05$) entre les farines et les semoules.

Tableau 21. Analyse de variance relative à l'effet des facteurs fraction et station sur les paramètres mesurés au farinographe et mixographe

Test de qualité	Variabilité due à			
	Station de prélèvement(%)	Fraction de mouture (%)	Interaction(%)	Résiduelle (%)
Farinographe				
FaWab	46,49**	49,60**	10,25**	21,54
FaDT	1,27*	2,75*	1,06*	19,66
FaST	0,14	6,24*	19,50**	6,64
Mixographe				
TDV (mn)	1,50*	6,35*	5,35*	0,11
HD (%)	433,08***	87,49**	66,91**	19,50
HYDR (%)	4,00*	72,12**	8,70*	1,32

*. **. ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de $P \leq 0.05$. et 0.01 et à 0.001%.

En se référant au gradings de Williams *et al.* (1988) (tableau 22), les farines et les semoules peuvent être classées dans la catégorie à gluten de force moyenne (medium strong). Durant la panification et plus particulièrement au moment de la fabrication de pains longs de type baguette, des concentrations élevées en gluten sont souvent associées à des panifications aisées (Branlard et Autran, 1986). Ceci ne signifie pas que les blés qui ont des temps de développement élevés sont automatiquement de qualité boulangère supérieure par rapport aux autres cultivars (Edwards *et al.*, 2007).

Tableau 22 : Classification des semoules et farines en fonction du gluten (Williams *et al.*, 1988)

Flour	Development time (min)	Stability (min)
Weak	1	1
Medium strong	2-4	4-7
Strong	3-5	8-14
Extra strong	4-12	20-23

V.3.1. 3. Stabilité ou temps pendant lequel la farine conserve sa consistance initiale (FaST)

La stabilité de la pâte au pétrissage, mesurée par le temps pendant lequel la farine ou la semoule conserve sa consistance initiale (FaST), permet de distinguer les farines des semoules. La stabilité des semoules au pétrissage est en moyenne de 5,60 min et les farines de 3,99 min. Au sein des farines, la stabilité est plus grande pour les FTOT (4,37 min) suivie par les FTM et FMM (4,10 et 3,52 min respectivement). Les farines et les semoules constituent 3 groupes (tableau 20). Les STM et les FMM forment un seul groupe, tandis que les farines de tête se détachent des farines totales en termes de stabilité au pétrissage. En panification, le pétrissage joue un rôle primordial dans l'édification du réseau de gluten, responsable de la viscoélasticité de la pâte à pain. Des temps de stabilité élevés sont souvent synonymes de tolérance de la pâte à un surpétrissage (Feillet 2000). Une pâte de bonne qualité possède des temps de stabilité au pétrissage oscillant entre 4 et 12 min (Kulhomäki et Salovaara, 1985). Dans la pratique, des blés avec des FaST de l'ordre de 6 min sont jugés facilement panifiables (Koppel et Ingver, 2010). En boulangerie industrielle, des temps de stabilité courts sont indésirables, en raison du relâchement de la pâte durant la fermentation.

la stabilité de la pâte à l'action mécanique est positivement influencée par la taille des particules de semoules et de farines ($r= 0,49$, $p\leq 0,05$) (tableau 23).

Tableau 23 : Corrélation entre les paramètres qualitatifs et rhéologiques

	TDV	HD	HYDR	FaWab	FaDT	FaST
GRANULO	0,56*	0,30	0,02	0,08	0,11	0,49*
SDS	-0,28	-0,31	-0,12	-0,23	-0,13	-0,65**
PTT	-0,47*	0,08	1,00**	0,18	0,11	-0,21
GH	-0,01	0,61**	0,23	0,06	0,17	0,24
GS	-0,36	0,43*	0,56*	0,22	0,27	-0,02
GI	0,55*	-0,20	-0,67**	0,19	-0,01	0,20
SIG	0,12	-0,51	-0,40	-0,36	-0,22	-0,24
GLUCO	-0,44*	-0,36	0,02	-0,10	-0,18	-0,48*
AMIDON	0,42*	0,00	-0,68**	-0,15	-0,09	0,30
AMYLO TT	0,16	0,17	-0,22	-0,14	0,08	0,24
AMYLO/AMYLOP	0,16	0,17	-0,21	-0,11	0,10	0,27
AE	-0,05	-0,18	0,52	0,06	0,00	-0,51
FN	-0,19	0,45	0,11	-0,02	0,15	0,06
GLI	0,36	0,01	-0,50	-0,29	-0,13	0,44*
GLU	-0,14	0,37	0,36	0,24	0,20	-0,14
GLU/GLIA	-0,30	0,16	0,50	0,28	0,17	-0,38
UPP	0,24	0,21	-0,22	-0,42*	0,08	0,17
HPM/FPM	0,48*	0,06	-0,71	-0,02	-0,04	0,22

*. **. ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de $P\leq 0,05$, 0,01 et à 0,001%.

Une granulométrie fine, se répercute négativement sur la capacité d'hydratation des particules, en raison de l'incapacité des grains d'amidon endommagé à fixer la totalité de l'eau ajoutée initialement (Saperstein *et al.*, 2007). Des teneurs élevées en glucose dans la farine et la semoule affectent négativement les FaST ($r= - 0,48$, $p\leq 0,05$), en raison de l'augmentation de la viscosité de la pâte, par suite de la diminution des interactions entre les particules de farine et l'eau (Shehzad 2010). De même nous observons que les gliadines affectent négativement la stabilité de la pâte ($r=0,44$, $p\leq 0,05$). Khatkar *et al.* (2002) ont montré que l'extraction puis la reconstitution des farines avec leur propre gliadines seules ou avec leurs sous unités, entraînent la formation d'un gluten faible, affectant négativement la consistance de la pâte et le raccourcissement des temps de pétrissage mesurés au

farinographe. Les mêmes constatations ont été observées par Barak *et al.* (2014) dans les blés indiens riches en gliadines.

V.3.2. Résultats au mixographe

Le mixographe, est un autre instrument pertinent pour la détermination des paramètres rhéologiques des produits de blé dur destinés à la pastification ou à la panification (Dick et Youngs, 1988). Les paramètres reliés à la force du gluten et à la consistance de la pâte sont les plus employés, en raison de leur forte corrélation avec la qualité finale des pains et des pâtes alimentaires (Kovacs *et al.*, 1995).

V.3.2.1. le temps de développement de la pâte (TDV)

Les résultats du tableau (19), montrent que le temps de développement de la pâte (TDV) en relation avec la force du gluten varie de 1,33 min (FMM) à 2,66 min (STM). La hiérarchisation en fonction de la force du gluten des farines et semoules selon un ordre ascendant, permet de distinguer les farines des semoules : FMM < FTOT < FTM < STM (tableau 20). La consistance des farines au pétrissage est plus faible que celle des semoules. Cependant, on se basant sur le classement de William *et al.* (1988), les farines et les semoules se subdivisent en deux catégories. Les farines que se soit de tête de mouture ou totales sont rangées dans la catégorie des glutens faibles, tandis que les semoules appartiennent à la classe des glutens moyens (tableau 24). Les résultats du tableau (23), montre que le temps de développement est influencé par la granulométrie ($r = 0,56, p \leq 0,05$), la teneur en amidons ($r = 0,42, p \leq 0,05$) et par les protéines de réserves plus particulièrement par le rapport HPM/FPM ($r = 0,48, p \leq 0,05$). Au cours de l'hydratation, l'amidon interagit avec les protéines du gluten. Celle-ci, en présence de quantité suffisante en eau se polymérisent en un réseau viscoélastique. La stabilité de l'édifice est assurée par les différentes liaisons disulfures et hydrogènes, qui s'établissent entre les chaînes protéiques (Feillet 2000 ; Gras *et al.*, 2001 ; Willis et Okos, 2003). Nous observons que les protéines totales agissent négativement sur la

stabilité de la pâte ($r = - 0,47, p \leq 0,05$). Cependant, Singh *et al.* (2016), observent des corrélations positives entre les TDV et les protéines totales. L'existence de corrélations négatives entre le TDV et les protéines totales des semoules et farines provient selon Sisson (2008), Amar *et al.* (2010) et Edwards *et al.* (2007) de la pauvreté du blé dur en protéines polymériques. Le temps de développement de la pâte est aussi négativement affecté par la présence de concentration élevées en glucose ($r = -0,44, p \leq 0,05$). ce pendant, en panification des semoules ou farines, des temps de développement de 4 à 5 minutes sont recommandés. Pour Wrigley *et al.* (2009) des TDV allant de 3 à 3,5 minutes sont plutôt préférés, en raison de la réduction des temps de pétrissage et de la diminution de l'énergie à apporter à la pâte.

Tableau 24 : Relation entre le temps développement de la pate et la force du gluten (William *et al.*, 1988)

Flour	Peak time min
Very Weak	0.5 - 1.4
Weak	1.5 - 2.4
Medium	2.5 - 3.4
Strong	3.5 - 5.0
Extra Strong	5.0 - 6.0

V.3.2.2. Hauteur de la pente de développement (HD)

Les résultats du tableau (20) permet de distinguer les farines des semoules sur la base de la tolérance de leur pâte au pétrissage appelée aussi viscosité de la pâte, mesurée par la hauteur de la pente de développement (HD), en 2 catégories. Les farines se regroupent pour former une seule famille avec des HD moyens (44,6 %) légèrement plus faibles que ceux des semoules (48,2%). La viscosité de la pâte mesurée au mixographe est d'autant meilleure que la matière première est riche en GH ($r = 0,61, p \leq 0,01$) et GS ($r = 0,43, p \leq 0,05$) (tableau 23). Dans le cas contraire, la pâte se désagrège durant le pétrissage (Willis et Okos, 2003) avec

relargage de l'eau lié aux protéines, à l'amidon endommagé et aux pentosanes (Gras *et al.*, 2001).

V.3.2.3. Taux d'hydratation (HYDR)

La quantité maximale en eau que peut absorber la farine ou la semoule sans perdre sa consistance de pâte mesurée au mixographe, donne des valeurs moyennes de 63,75% nettement supérieures à celles du farinographe qui sont en moyenne de l'ordre de 57,67% (tableau 19). Ces variations proviennent d'une part, de la nature du pétrin: dans le farinographe, le pétrissage est assuré par deux friseurs horizontaux tournant en sens inverse à des vitesses différentes 63 et 93 rpm respectivement, tandis au mixographe, se sont des aiguilles tournant à 88 ± 2 rpm et d'autre part, du mode de détermination de l'optimum en eau à ajouter.

Au farinographe, la quantité d'eau est déterminée empiriquement, par addition d'eau jusqu'à atteindre une consistance arbitraire de 500 UB (unité Brabender), tandis que pour le mixographe, l'eau est fonction de l'humidité de l'échantillon et de la concentration en protéines. Ohm et Chung (1999) proposent de prendre en compte, en plus des protéines totales, la teneur en gluten humide et sec dans le calcul de l'optimum d'hydratation du mixographe :

$$\text{Optimum mixograph water absorption} = 55,2 + 0,52 \times (\text{WG}) - 9,33 \times (\text{DG/FP})$$

WG: teneurs en gluten humide, DG: teneur en gluten sec, FP : teneur en protéine de l'échantillon.

En se référant aux résultats du tableau (20), nous classons l'hydratation optimale pour obtenir une pâte boulangère comme suit : FMM>FTOT \approx STM>FTM ; respectivement : 67>63 \approx 63>62%. En panification française, plus particulièrement, lors de l'utilisation du protocole BIPEA, la quantité d'eau recommandée pour le pain courant est égale à l'absorption déterminée au farinographe + 9 % (Roussel et Chiron, 2002).

V.3.2.4. Scoring

L'utilisation de la classification ou scoring de Anon (2005) relatif à l'allure générale des courbes des mixogrammes mesurant la qualité boulangère (figure 33), permet de classer les farines : $FTM \approx FMM \approx FTOT$ dans le Score 3, tandis que les Semoules dans le Score 5. Selon les travaux de Rao *et al.* (2001), les variations dans les allures proviendraient principalement de la concentration en gluten de la matière de départ.

Conclusion :

La détermination des propriétés rhéologiques des produits de mouture de blé dur au moyen d'instruments empiriques a pour but d'optimiser les conditions de fabrication du pain. La détermination de l'optimum d'hydratation des semoules et farines est meilleure avec le mixographe. En général, l'hydratation des farines est semoules oscille entre 57 et 67%. La résistance au pétrissage de la pâte, témoin de la qualité du gluten, est plutôt mieux déterminée par le mixographe que le farinographe. Les semoules possèdent les meilleurs temps de développements, suivies par les farines. Quant à la consistance de la pâte durant le pétrissage, que se soit au farinographe ou au mixographe, les farines et les semoules sont très sensibles au pétrissage prolongé et intensif. D'où l'intérêt dans le cas de la panification de privilégier des pétrissages conventionnels, c'est-à-dire des pétrissages avec un minimum de cisaillement de la pâte.

Chapitre VI

Qualité boulangère des farines et des semoules

VI.1.Introduction

Le pain est l'aliment de base de notre alimentation et représente une source importante d'énergie, de protéines, de vitamines du groupe B, de minéraux et de fibres alimentaires (Leenhardt 2005). Le pain de consommation est défini comme le produit obtenu par la cuisson d'une pâte provenant de la mouture de céréales en présence d'eau, de levure ou de levain, de sel et éventuellement d'améliorants, sous l'action d'un apport contrôlé d'énergie mécanique et thermique (Feillet 2000). Le pain est un mélange de farine (100%), d'eau (60%), de sel (2%) et de levure biologique (2%). Pour assurer une qualité constante et des rendements élevés, d'autres ingrédients et additifs sont habituellement rajoutés à une formulation type de pains (Feillet 2000). En Algérie, le pain baguette est principalement fabriqué à partir de la farine de blé tendre avec éventuellement l'addition d'autres céréales panifiables à l'exception des céréales fourragères (Joardep 1991). La qualité boulangère d'une céréale dépend essentiellement de la quantité et de la qualité des protéines de réserve. En effet, les gliadines et les gluténines sont responsables du comportement des produits de mouture des céréales en panification. La rhéologie de la pâte à pain et son aptitude à supporter les contraintes mécaniques lors des opérations de pétrissage, de boulage, de mise en forme et de cuisson sont essentiellement sous la dépendance de la teneur en protéines totales, des proportions respectives en gliadines et gluténines, et du ratio SG- HPM /SG-FPM (Ammar *et al.*, 2000). La supériorité du blé tendre en panification, par rapport aux autres céréales, est en grande partie liée à la présence des génomes A, B et D, codant pour plus d'une centaine de protéines différentes de types gliadines et gluténines (Branlard 2012). La qualité de la farine dépend pour une grande part du rapport entre gliadine sur gluténine et d'autre part, du rapport entre la viscosité et l'élasticité sur la ténacité (Khatkar *et al.*, 1995).

Un pain de bonne qualité, c'est-à-dire possédant un volume élevé est généralement associé à un ratio gluténines sur gliadines compris entre 1 et 1.2 (Feillet 2000). Les sous unités SG-HPM possédant la bande 2*, 5, 10, 5+10, sont positivement associées à la force, au volume et à la ténacité des pâtes, tandis que les 13+16 et 17+18 régulent l'extensibilité de la pâte (Payne *et al.*, 1984 ; Branlard *et al.*, 1989). La contribution des gliadines à la qualité boulangère est à l'heure actuelle controversée. Pour, Khatkar *et al* (2002), les gliadines ne contribuent aucunement à la qualité, à l'opposé d'Uthayakumaran *et al.* (2001) et Ohm *et al.* (2010) qui observent leurs participations au volume du pain.

Il est de tradition dans les pays du pourtour de la méditerranée de consommer du pain ou assimilés provenant de la panification du blé dur. Le pain à base de semoule ou de la farine de blé dur se caractérise par un temps de rassissement plus long en relation avec la grande capacité de la mie à retenir l'eau et en sa richesse en pigments caroténoïdes (Quaglia 1988 ; Trentesaux 1995). La fabrication de pain de blé dur alvéolé a longtemps été difficile à obtenir en raison de la très grande ténacité du gluten et de son inaptitude à supporter des traitements thermiques élevés (Quaglia 1988). L'introduction dans les années 90 de nouvelles variétés riches en SG-HPM ont permis à Boyacioglu et D'Appolonia, (1994) de fabriquer des pains alvéolés à partir de semoules et farines initialement destinées à la pastification. Les travaux de Ammar *et al.* (2000) ont aboutis à identifier les allèles responsables de la qualité boulangère, tandis que Edwards *et al.* (2007) ont proposé les outils moléculaires pour la sélection de lignées aptes à la panification. Les conditions expérimentales à respecter pour produire du pain alvéolé de qualité et de façon régulière ont été précisées par Saperstein *et al.* (2007). Actuellement, il est bien admis que les variétés possédant la bande 6+8, ou 7+8, riches en UPP avec une amande à texture soft sont susceptibles de produire des pains de bonne qualité avec des volumes élevés (Ammar *et al.*, 2000, Edawrds *et al.*, 2007, Saperstein *et al.*, 2007 ; Morris *et al.*, 2015). En plus de la qualité du gluten, la composition et la taille des particules

de l'amidon sont aussi impliquées. Le comportement de l'amidon durant les phases de gélification est de rétrogradation est aussi déterminant dans la qualité du pain (Quaglia 1988). La capacité de l'amidon à absorber de l'eau et à former une pâte est affectée d'une part par les variations des proportions du rapport amylose / amylopectine et d'autre part par la taille des granules d'amidon (Tester et Morrison, 1990). L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence de la composition biochimique, rhéologique et de l'empesage sur la qualité des pains produits à partir des farines et des semoules de blé dur.

VI.2. Matériel et Méthodes

VI.2.1. Protocole de panification

La panification est réalisée dans une boulangerie artisanale en suivant le protocole français de panification décrits par Rouillet *et al.* (2010). 1000 g de farine/semoule sont mélangés à 25 g de levure déshydratée, 22 g de chlorure de sodium et d'eau (la quantité d'eau est préalablement déterminée par le biais du farinographe). Le Frassage est effectué durant 2 mn dans un pétrin à bras oblique, suivi d'un pétrissage de 8 mn pour la formation de la pâte et le développement du réseau glutineux. La pâte est laissée au repos durant 20 mn, puis mise en boule manuellement avant le façonnage mécanique en baguettes. Les pâtons sont laissés fermenter une première fois pendant 15 mn à température ambiante, suivi d'une deuxième fermentation à 27°C, sous une humidité relative de 75% durant 65 min. une saccarification des pâtons est réalisée dans le but de prévoir un éventuel déchirement des pâtons sous l'action d'un dégagement brutal de CO₂ par les levures boulangères. Cuisson dans un four à plaque à 220°C muni d'un système d'injection de vapeur durant 15 mn. Après défournement, les pains sont laissés au repos à température ambiante pendant 2 h avant analyses.

VI.2.2. Mesure du volume et du volume spécifique

Le volume du pain est déterminé par volumétrie. Dans un récipient parallélépipédique (30*5*10 cm) des graines de colza sont versées pour déterminer le volume complet du récipient. Le récipient est vidé à moitié, puis le pain est déposé. Remplissage sans tassement par les graines restantes. Après arasement de la surface par une règle plate, les graines en excès sont récupérées dans une éprouvette graduée. Leur volume correspond à celui du pain (cm³). Le volume spécifique est le quotient du volume du pain par sa masse (cm³/g).

VI.2.3. Activité de l'eau (aw) de la mie

L'Activité de l'eau est mesurée sur la mie de pain (11 ± 1mm d'épaisseur) par un hygromètre Hygropalm (Rotronic Instruments Ltd, UK) selon les instructions du constructeur.

VI.2.4. Acidité du pain

L'acidité grasse du pain est l'acidité provenant de l'oxydation des acides gras libres formés par hydrolyse ou par oxydation des lipides. Sa détermination est réalisée selon la méthode ISO (7305-1998). Le solvant d'extraction utilisé, l'éthanol à 95 %, rompt toutes les liaisons de faible énergie où les acides gras sont impliqués, et solubilise rapidement et quantitativement ces derniers, à l'exclusion de la majeure partie des acides aminés et des sels minéraux. Les résultats sont exprimés en gramme d'acide sulfurique pour 100 g de matière sèche.

VI.2.5. Capacité de rétention d'eau de la mie

La capacité de rétention d'eau est déterminée selon la méthode de Chau *et al.* (1997). 1g de mie de pain broyée est hydratée avec 10 ml d'eau distillée puis agitée pendant 30 min à température ambiante, suivie d'une centrifugation à 2200 rpm pendant 30 min à 25 °C. La capacité de rétention d'eau est déterminée par la différence entre le poids du surnageant et de l'échantillon de départ. Le résultat est exprimé en gramme d'eau par gramme d'échantillon.

VI.2.6. Analyse texturale des pâtes et des pains

La texture d'un aliment est l'ensemble des qualités organoleptiques détectées par les récepteurs mécaniques, tactiles, visuels et auditifs. Elle représente une propriété de l'aliment perçue sur le plan sensoriel et qui évolue depuis la mise en bouche jusqu'à la formation du bol (AFNOR V03 - 716, 2002). La mesure des caractéristiques texturales peut se faire de manière instrumentale ou sensorielle.

VI.2.6.1. Analyse instrumentale de la texture du pain par analyse d'image

L'analyse de la texture de la mie appelée aussi analyse granulométrique par morphologie mathématique vise à classer les structures alvéolaires des mies de pain selon la finesse et l'hétérogénéité. La méthode repose sur l'analyse de chaque tranche après acquisition de l'image en couleurs, au format TIFF non-compressé par scanner (Devaux *et al.*, 2005). Le principe repose sur l'application d'un masque et de son déplacement sur toute la surface de la tranche. La taille et la forme de ce masque sont choisies pour mettre en évidence certaines caractéristiques de l'image comme la taille, la forme, l'épaisseur de la croûte, etc. Les transformations de base sont l'érosion et la dilatation. L'érosion consiste à donner au pixel central la valeur minimale observée dans la fenêtre définie par le masque et la dilatation la valeur maximale. Les effets respectifs sont la diminution et l'augmentation de la taille des objets clairs (Devaux *et al.*, 2005).

VI.2.6.2. Analyse sensorielle de la texture des pâtes et pains

L'appréciation générale de la qualité des pains est réalisée à l'aide de descripteurs sensoriels (Roussel *et al.*, 2010). L'analyse sensorielle est réalisée avec un jury de 4 boulangers entraînés. Le jury a jugé 12 échantillons provenant de la panification des farines et semoules de blé dur. Les descripteurs pris en compte sont la machinabilité de la pâte : c'est à dire son aptitude au pétrissage sans difficultés (collant, élasticité, stabilité et aptitude à la déformation de la pâte), l'aspect extérieur du pain (section, couleur de la croûte et développement des

coups de lame), et la qualité de la mie (couleur, odeur, taille et homogénéité des alvéoles). Les descripteurs de qualités pris en compte dans cette étude sont précisés par la norme AFNOR (2002). La machinabilité de la pâte est notée en insuffisance sur une échelle de 10: -1 (très insuffisant), -4 (insuffisant), -7 (un peu insuffisant) et 10 (normal). L'aspect et la mie du pain sont jugés en insuffisance et en excès sur une échelle de 10 : +7 (un peu excessif), +4 (excessif), +1 (très excessif).

VI.2.7. Analyse en composantes principales

L'Analyse en Composantes principales (ACP) est utilisée pour identifier les variables qui sont corrélées entre elles, de celles qui ne le sont pas aux autres. Ces variables sont projetées dans un système d'axes dans lequel la variance la plus élevée sera représentée par le premier axe ou première composante principale, la deuxième variance plus importante associée au deuxième axe, etc. En général, ces deux axes expliquent la majeure partie de la variance des variables initiales pour l'interprétation des résultats (Duby et Robin, 2006). L'analyse a été effectuée avec le logiciel Statbox version 6.5.

VI.3. Résultats et discussion

VI.3.1. Volume et volume spécifique des pains

Les résultats du tableau (25) montrent que des différences significatives sont observées entre les différents pains concernant les paramètres de qualité qui sont le volume et le volume spécifique. En effet, la figure (33) fait ressortir que les volumes des pains sont compris entre 510 cm^3 (FTOT) et 841 cm^3 (STM). Nous observons que les farines de tête et les semoules sont les fractions qui produisent les pains volumineux, et donc commercialement très avantageux. Parmi les sources de variation de la qualité des pains, nous trouvons la granulométrie (tableau 26) qui selon Auger *et al.* (2009) joue un rôle important dans la mise en place de filaments de gliadines à la suite de la fixation de grande quantité d'eau.

Tableau 25. Analyse de la variance à l'effet des facteurs fraction de mouture et station de prélèvement sur les paramètres qualitatifs des pains

Test de qualité	Variabilité due à			
	Station (%)	Fraction (%)	Interaction(%)	Résiduelle (%)
Volume pain	88112,56***	170505,3***	80079,44***	510
Vsp (cm ³ /g)	1,297*	4,478*	1,468*	0,012
Acidite	0,006	0,048	0,144	0,1
WHC	0,296	0,192	1,106	2,37
AW (%)	0,001	0	0	0,004

*, **, ***: indiquent des effets significatifs aux niveaux de probabilité respectifs de P≤0,05. et 0,01 et à 0,001%.
Vsp : volume spécifique, WHC : capacité d'hydratation de la mie, AW : activité d'eau

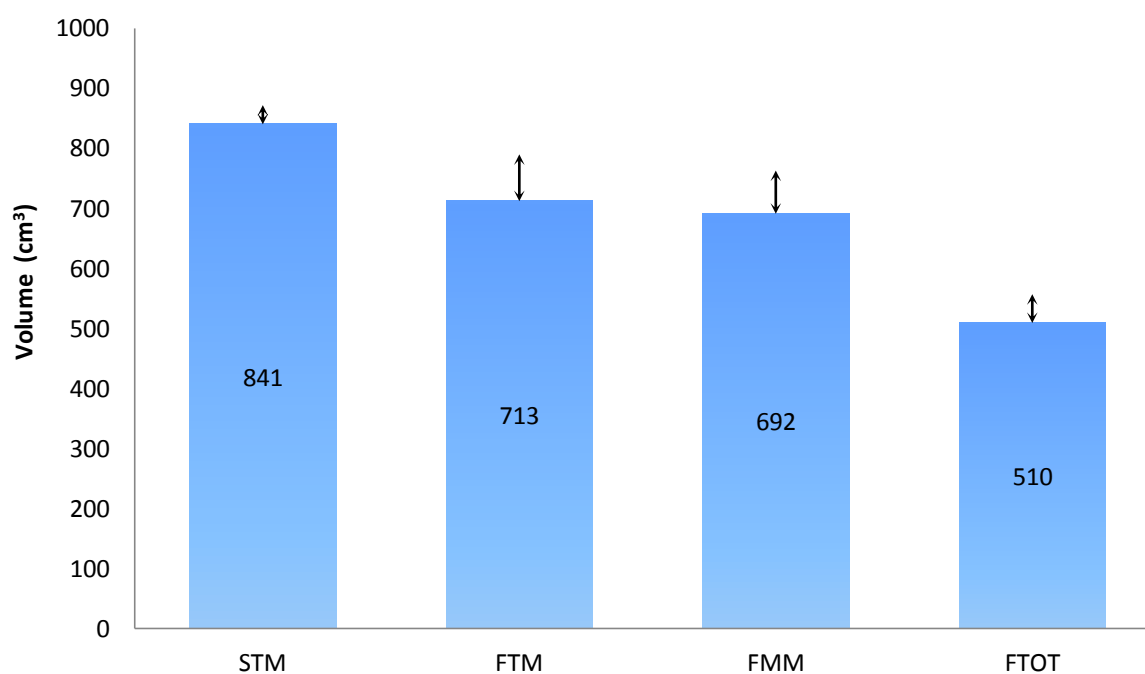


Figure 33 : volume des pains de farines et semoules

Tableau 26 : corrélation entre les paramètres biochimiques, rhéologiques, et les paramètres qualitatifs des pains.

	ACIDTMAT	VOLUPAIN	DV	WHC	AW
GRANULO	0.20	0,61	0,64	0.04	-0.23
SDSCM	-0.18	-0,41	-0,49	0.21	0,41
PTT	0,52	-0.20	-0.16	-0.03	-0.21
GH	-0.12	-0.16	-0.13	0.21	0.01
GS	0.00	-0.37	-0.36	0.27	0.04
GI	-0.28	0,59	0,51	-0.10	0.10
SIG	-0.17	-0.08	-0.19	0.26	0.27
GLUCO	0.25	-0.22	-0.23	-0.01	0.28
AMIDON	-0.29	0.15	0.18	-0.05	-0.04
AMYLO TT	-0,67	-0.23	-0.33	0.19	0.23
AMYLO/AMY	-0,67	-0.23	-0.34	0.21	0.22
AE	0,46	-0.01	-0.01	-0.08	-0.15
FN	-0.25	-0.36	-0.40	0.31	0.33
PVISC	0.00	-0,53	-0,54	0.05	0.31
BK	0.00	-0.38	-0.30	-0.02	0.07
FV	-0.03	-0,44	-0,51	0.02	0.27
SETBACK	-0.06	-0,52	-0,58	-0.04	0.25
PTIME	0.17	-0,50	-0,56	-0.10	-0.03
GLI	-0.19	0.29	0.31	-0,41	-0.06
GLU	0.22	-0.26	-0.18	0,48	0.01
GLU/GLIA	0.21	-0.31	-0.28	0,43	0.06
LUPP	-0,41	-0.11	-0.12	0.10	0.21
HMW/LMW	-0,45	0.17	0.19	-0.08	-0.08
LMW/HMW	0,47	-0.16	-0.19	0.05	0.10
HYDR1	0,50	-0.21	-0.17	-0.04	-0.18
VOLUPAIN	0.19	1	0,96	-0.21	-0.05
DV	0.30	0,96	1	-0.25	-0.09
TD	-0.24	0,72	0,67	-0.08	0.00
HD	-0.31	-0.23	-0.12	-0.04	-0.12
HYDR	0,50	-0.21	-0.17	-0.04	-0.18
FARINWA	-0.16	-0.04	-0.01	-0.07	0.05
FARINODT	-0.22	-0.07	-0.02	0.14	0.32
FARINOST	-0.34	0.25	0.24	0.09	-0.14

En gras, valeurs significatives (hors diagonale) au seuil alpha=0,05 (test bilatéral)

Tableau 27 : Comparaison des valeurs moyennes des pains par station de prélèvement

	Fraction de mouture			
	FTM	FMM	FTOT	STM
Volume pain	b	c	d	a
Vsp (cm ³ /g)	b	b	c	a

Les lettres a,b,c indiquent les farines et semoules composent un même groupe pour le test de qualité considéré

En effet, la capacité d'hydratation des produits est d'autant plus élevée que les particules des farines et des semoules ont une granulométrie inférieure à 200 μm (Hatcher *et al.*, 2009). L'eau joue le rôle de dissolvant des composés solubles (chlorure de sodium), participe aux réactions physico-chimiques se déroulant dans la pâte, intervient dans la formation du réseau de gluten par le biais de liaisons hydrogènes et sur la capacité de rétention gazeuse de la pâte (Eliasson et Larsson, 1993 ; Roussel *et al.*, 2002 ; Lassoued-Oualdi 2005). Les protéines du gluten interviennent aussi dans la variation du volume des pains de blé dur (Ammar *et al.*, 2000). Comme rapporté par Cubbada *et al.* (1992) et Edwards *et al.* (2007), nous observons des corrélations significatives entre le volume des pains de semoule et de farine de tête de mouture et le gluten index ($r = 0,59$, $p \leq 0,05$). En effet, la viscoélasticité du gluten et donc sa capacité à résister aux différentes forces durant la panification est très fortement dépendant du réarrangement des protéines du gluten. La variation de volume du pain peut être attribuée à la capacité des farines de tête et les semoules possédant un gluten suffisamment élastique, de développer un film protéiques autour des granules d'amidons hydratés pour emprisonner des quantités élevées en gaz carbonique sans se rompre (Feillet 2000). Actuellement, des glutens index compris entre 50 et 100 sont recherchés en panification du blé tendre (Bonfil et Posner, 2012) et dur (Pasqualone *et al.*, 2004). Nous trouvons aussi que le volume des pains est hautement corrélé avec le temps de développement mesuré au mixographe ($r = 0,72$, $p \leq 0,01$). Il est bien établi que l'extensibilité de la pâte est attribuée aux gliadines et son élasticité aux gluténines, tandis que le développement de la pâte au rapport gliadines / gluténines, plus particulièrement à la présence de teneurs élevées en SG HPM et en UPP (Uthayakumaran *et al.*, 2002 ; Sisson *et al.* , 2005 ; Edwards *et al.* , 2007). Cette étude, montre que ces paramètres ne sont pas corrélés au volume des pains de blé dur (tableau 26). Au cours de la cuisson, les bulles de gaz gonflent, l'amidon se gélatinise et se transforme en une mousse solide déformable (Lassoued-Oualdi 2005).

L'expansion et la stabilité des bulles de gaz dépendront principalement de la viscoélasticité de la pâte (Chiron *et al.*, 2002). Des corrélations significatives négatives entre les propriétés d'empesage de l'amidon (PVISC) et le volume du pain sont observées ($r = -0,53$, $p \leq 0,05$). L'augmentation de la viscosité entraîne l'augmentation de la contrainte d'étirement à l'interface air/pâte, ce qui se traduit par l'enrobage des alvéoles par un film protéinique, entraînant l'expansion du volume de la pâte et donc du pain (Gan *et al.*, 1990). La viscosité finale (FV) renseigne sur l'aptitude de la farine ou de la semoule à former un gel après cuisson et refroidissement. Des FV négatives ($r = -0,44$, $p \leq 0,05$) sont souvent corrélées à des pains volumineux (Lassoued-Oualdi 2005). Le Breakdown est synonyme de perte de viscosité de la pâte ($r = -0,52$, $p \leq 0,05$). Les farines et semoules de blé dur sont très indiquées pour résister aux hautes températures durant les traitements de cuisson, en raison de la résistance de leur amidon aux forces de cisaillement à chaud (Singh *et al.*, 2010). La température de gélatinisation ou Pasting temperature agit de façon inverse sur le volume du pain ($r = -0,50$, $p \leq 0,05$). Durant la cuisson, l'amidon se gélatinise à une température supérieure à 80°C (Boyacioglu et D'Appolonia, 1994), température à laquelle la levure boulangère est définitivement désactivée, ce qui se traduit par l'arrêt de la production de gaz carbonique et donc de l'expansion de la pâte (Bloksma et Bushuk, 1988). Selon, Feillet (2000), le cœur de la pâte ne se gélatinise complètement qu'au bout de 15 mn, temps suffisant pour les levures de produire du gaz carbonique. Le volume spécifique (V_{sp}) varie entre 2,37 et 4,01 cm³/g (figure 34). Les faibles V_{sp} des pains des autres farines proviendraient de la porosité de la pâte de farine par suite du relâchement du réseau viscoélastique capable de retenir le gaz de fermentation, ce qui donne des pains moins développés (tableau 26).

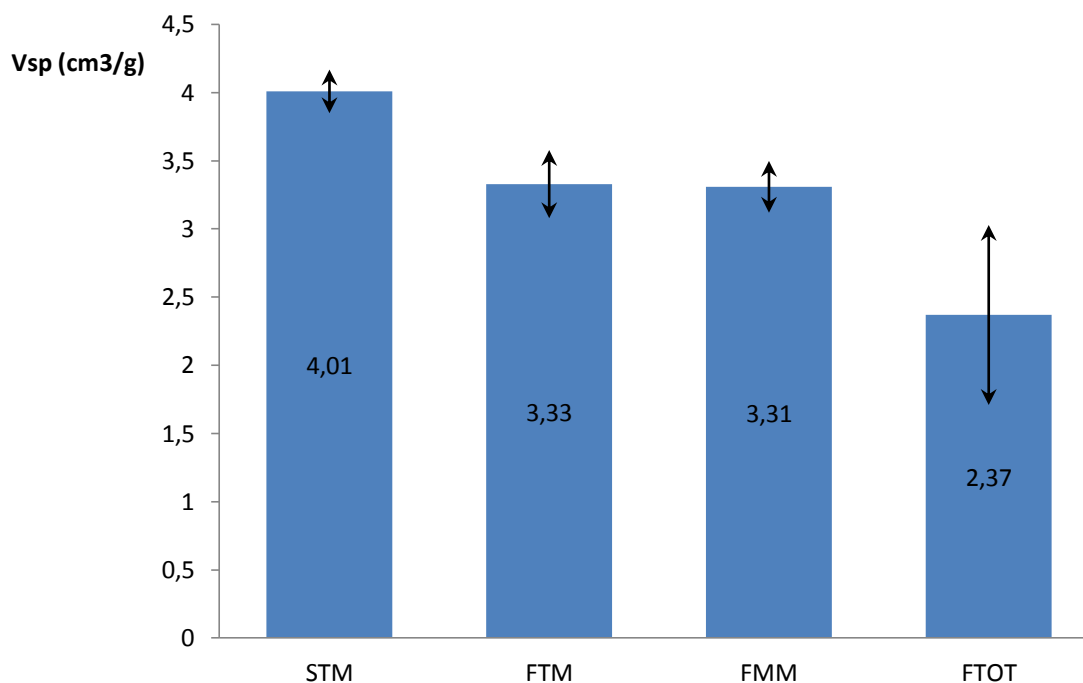


Figure 34 : Volume spécifique des pains

VI.3.2. Activité de l'eau (a_w)

L'activité de l'eau (a_w) de la mie joue un rôle primordial dans sa stabilité et sa qualité organoleptique (Pomeranz et Meloan, 1994). Toutes variations affectent les propriétés rhéologiques du pain. Les résultats de l'analyse de la variance (tableau 25), et de comparaison des moyennes (tableau 27), ne montrent pas de variations significatives en a_w des différents pains. Les résultats moyens sont compris dans une fourchette de 0,90% (tableau 28). Ces valeurs correspondent à celles rapportées par Giannone *et al.* (20116). Selon, Piazza et Masi, (1995), une activité de l'eau élevée est considérée comme un attribut sensoriel favorable pour les produits de boulangerie car elle est synonyme de fraîcheur et de palatabilité.

VI.3.3. Acidité des pains

La fermentation est une étape primordiale en panification. Elle se caractérise par la fermentation des sucres fermentescibles en alcool, acides organiques comme l'acide carbonique, production de gaz carbonique et acidification de la pâte (Feillet 2000). Cette

acidité améliore la qualité gustative des pains. Les résultats de l'ANOVA portés dans le tableau (28) montrent que l'acidité ne diffère pas entre les pains des semoules et des farines au seuil de $p \leq 0,05$. L'utilisation de levures sèches instantanées provenant de culture contrôlée est à l'origine de la production de pain peu acidifié et sans goût (Roussel *et al.*, 2002).

Tableau 28 : Qualité des pains des farines et semoules de blé dur

Fraction	Station	Acidite (g acide sulfurique /100 g ms)	WHC (g /g mh)	AW (%)
FTM	M1	0,057±0,000 ns	0,028±0,005 ns	0,91±0,03 ns
	M2	0,054±0,000 ns	0,023±0,004 ns	0,91±0,00 ns
	M3	0,056±0,014 ns	0,028±0,007 ns	0,92±0,02 ns
	Moyenne	0,056±0,017	0,026±0,003	0,91±0,01
FMM	M1	0,057±0,000 ns	0,026±0,009 ns	0,89±0,02 ns
	M2	0,058±0,000 ns	0,023±0,007 ns	0,89±0,01 ns
	M3	0,056±0,007 ns	0,029±0,005 ns	0,92±0,00 ns
	Moyenne	0,057±0,008	0,026±0,003	0,90±0,02
FTOT	M1	0,056±0,014 ns	0,024±0,006 ns	0,91±0,02 ns
	M2	0,056±0,007 ns	0,029±0,005 ns	0,90±0,03 ns
	M3	0,056±0,000 ns	0,031±0,002 ns	0,91±0,01 ns
	Moyenne	0,056±0,004	0,030±0,001	0,91±0,01
STM	M1	0,056±0,007 ns	0,024±0,003 ns	0,90±0,00 ns
	M2	0,056±0,021 ns	0,028±0,003 ns	0,90±0,02 ns
	M3	0,056±0,000 ns	0,025±0,000 ns	0,91±0,01 ns
	Moyenne	0,056±0,004	0,026±0,002	0,90±0,01

ns : valeurs non significatives au seuil de $p \leq 0,05$, WHC : capacité rétention eau, AW : activité de l'eau

VI.3.4. Capacité de rétention d'eau de la mie (WHC)

C'est est un autre paramètre souvent utilisé pour évaluer l'aptitude d'un pain à garder son moelleux après le défournement et sa fraîcheur pendant le stockage. Il renseigne sur la capacité de la mie à ralentir la migration de l'eau de la mie vers la croûte et vers l'extérieur (Guinet *et al.*, 2012). Nos résultats (tableau 28), montrent que quelque soit le type de pains, la

capacité de rétention d'eau est statistiquement identique au seuil de $p \leq 0,05$. En accord avec Borges et Salas-Mellado (2016), nos résultats suggèrent que la fraîcheur des pains de blé dur évoluera de la même façon durant le stockage. Cependant, des teneurs en eau dans la mie compris entre 35 et 45% sont souvent responsables de l'accélération du temps de rassissement du pain à la suite d'une plus grande mobilité des chaînes d'amyloses et d'amylopectines au cours de conservation (Zeleznaek et Hosenev, 1986, Cuq *et al.*, 2003).

VI.3.5. Analyse en Composante Principale

Afin d'identifier la contribution des paramètres biochimiques, rhéologiques et d'empesage à la qualité boulangère, nous avons procédé à une analyse en composantes principales (ACP), en ne retenant que les paramètres qui ont présentés des variations à l'ANOVA pour les 12 échantillons étudiés (Figure 35a). L'analyse de l'ACP montre l'apport positif et négatif des différents paramètres sélectionnés au volume du pain. Nous observons que seul l'axe de la première composante principale (PC1) contribue effectivement à hauteur de 33% à la variation du volume et volume spécifique des pains. La projection dans l'espace des variables qualitatives (Figure 36b) confirme l'apport très élevé de la granulométrie (D50) des farines et des semoules, des protéines de réserves (GI) et du déploiement du gluten lors du pétrissage (TDV) sur le volume des pains. Néanmoins, comme rapporté par Guzmán *et al* (2016), des taux modérés en SDS sont plutôt recommandés en panification du blé dur.

Le comportement d'empesage de l'amidon au cours de la cuisson influe grandement sur la capacité de panification du blé dur. Des faibles valeurs du setback (SB), de viscosité finale (FV) et du pic de viscosité (Pvisc) sont des paramètres qui agissent grandement sur la qualité finale des pains.

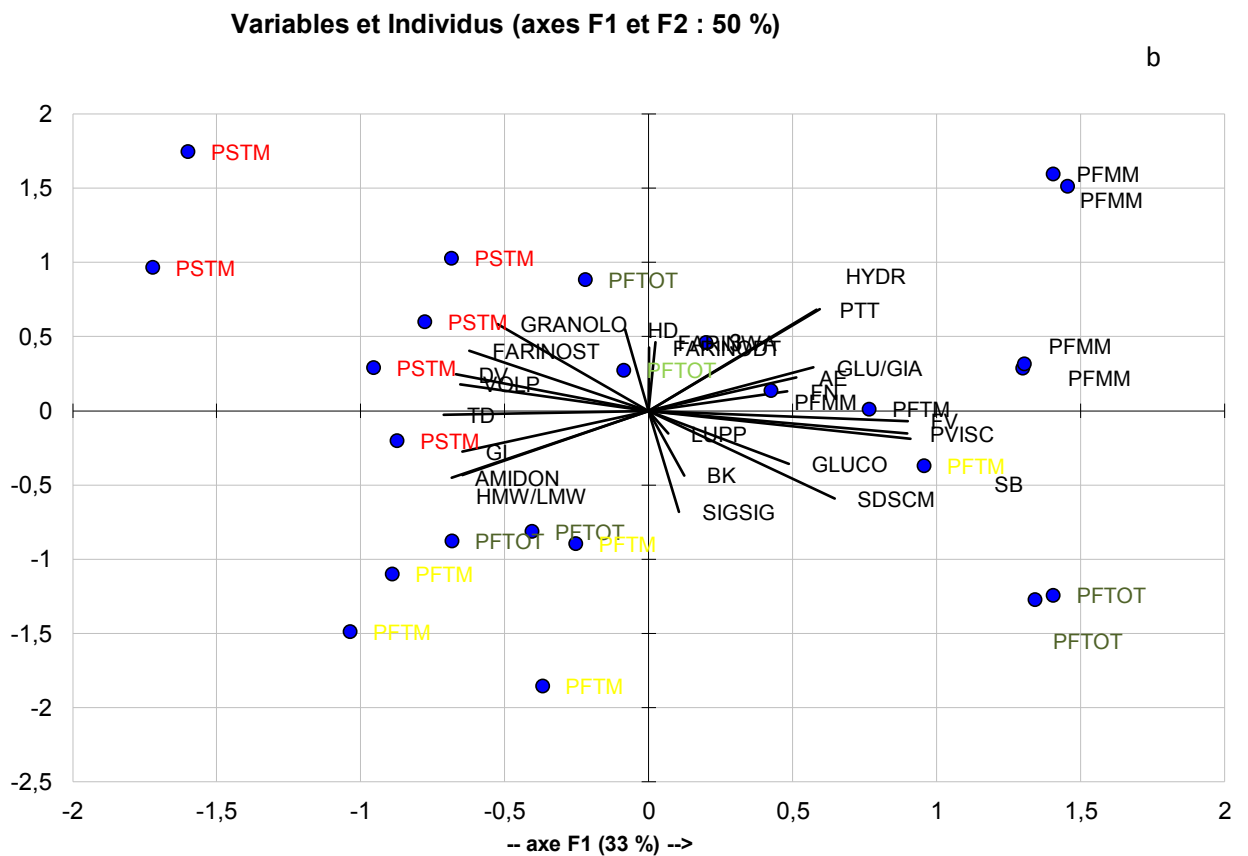
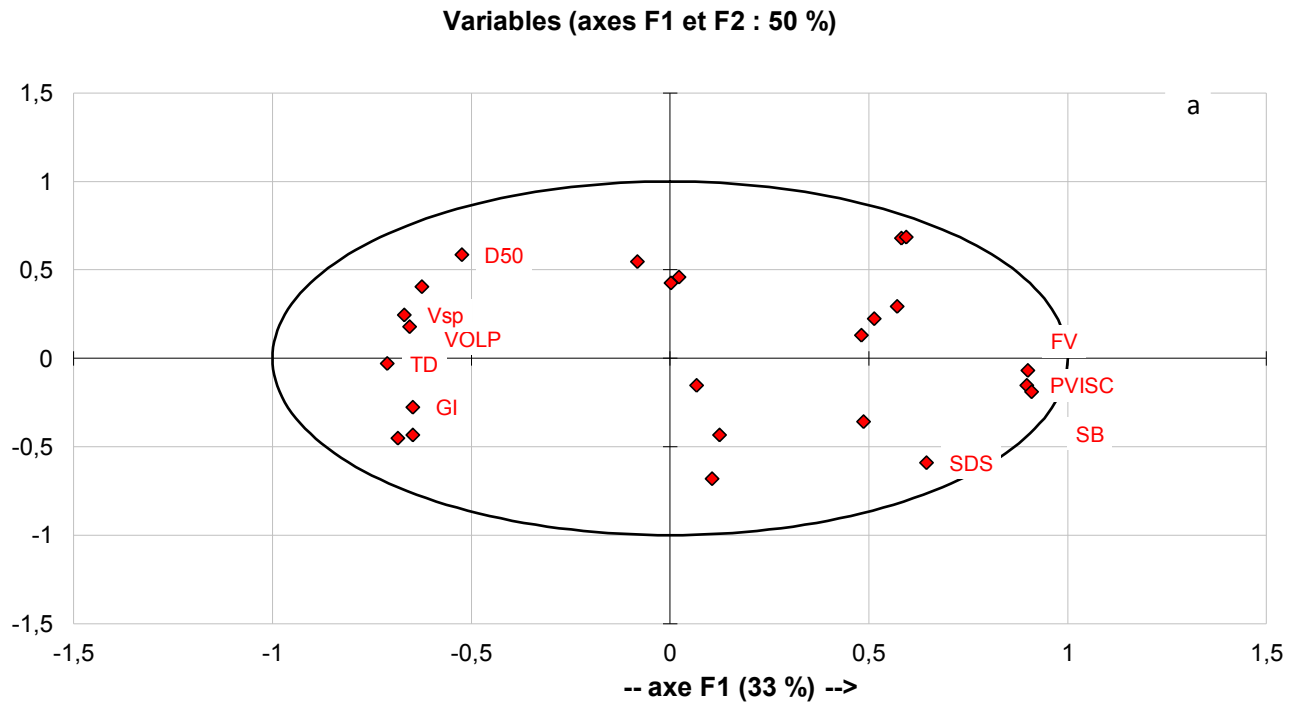


Figure 35 : Projection des variables (35a) et projection des pains (35b) des principales composantes 1 et 2 décrivant la contribution des variables. PSTM = pain semoule, PFTOT= pain farine totale, PFMM= pain farine milieu mouture et PFTM= pain farine tête mouture. D50 = Diamètre moyen des particules, Vsp = volume spécifique, Volp = volume pain, TD = temps de développement, GI = gluten Index, FV = Final Viscosity, PV = Peak viscosity, SB = Set back, SDS = capacité d'hydratation des protéines de réserves.

VI.3.6. Analyse de la texture de la mie

La consommation de sucres par les levures et la production de gaz carbonique sont en grande partie à l'origine de la croissance et de la coalescence des alvéoles, qui se répercutent sur l'expansion du volume de la pâte et du pain. Le nombre, la taille et la distribution des alvéoles dans la mie, traduisent le caractère moelleux du produit et son acceptabilité par le consommateur. Dans le but d'hierarchiser les différents pains, nous avons procédé à leur traitement par analyse d'image (figure 36), afin de ressortir l'homogénéité, la finesse et la régularité des alvéoles. L'Analyse en Composante Principale a permis de discriminer les échantillons et de les représenter sur une carte de similitude de leurs profils de texture (figure 37). La texture des mies est expliquée par 2 axes : CP1 et CP2 qui regroupent plus de 97% de la variance prise en compte. La première composante principale (CP1) met en évidence des mies à textures fines (axe droit) à celles qui ont des alvéoles « grossières » (axe gauche). La texture dite grossière correspond à des mies aérées (Lassoued-Oualdi 2005). La deuxième CP2, par contre, décrit l'homogénéité de la distribution des alvéoles dans la mie. Les alvéoles sont donc réparties de la plus homogène, en haut de la carte, à la plus hétérogène, en bas de la carte. Il paraît donc possible d'établir de façon distincte une classification des pains en fonction de leur mie. Ce qui nous donne 3 groupes de pains :

- **Groupe 1** : Pains à base de semoule (PSTM) possédant une texture de la mie aérée et un alvéolage homogène,
- **Groupe 2** : Pains composés de farine tête de mouture (PFTM) et de farine entière (PFTOT) caractérisés par une texture de la mie aérée et un alvéolage hétérogène :
- **Groupe 3** : Pains faits avec la farine de milieu de mouture (PFMM) qui ont une texture de la mie fine et un alvéolage hétérogène.

La taille et l'homogénéité des bulles de gaz dans la pâte durant les phases de pétrissage et de cuisson dépendent des propriétés rhéologiques de la pâte et de sa phase liquide,

principalement l'eau et les composants solubles (Shehzad 2010). La stabilité des alvéoles dans la pâte est étroitement influencée par l'absence d'air dans la pâte, de la cohésion de la matrice, de la viscosité de la pâte qui doit être suffisamment élevée pour réduire la migration des bulles, et extensible pour permettre une expansion sans rupture des parois inter-alvéolaires. Dans le cas contraire, il y'aura rupture des parois entre les cellules gazeuses et perte de gaz (Bloksma et Bushuk, 1988).



MIE PFTM



MIE PFMM



MIE PFTOT



MIE PSTM

Figure 36 : Exemple de mies des pains fabriqués avec les fractions de mouture du blé dur

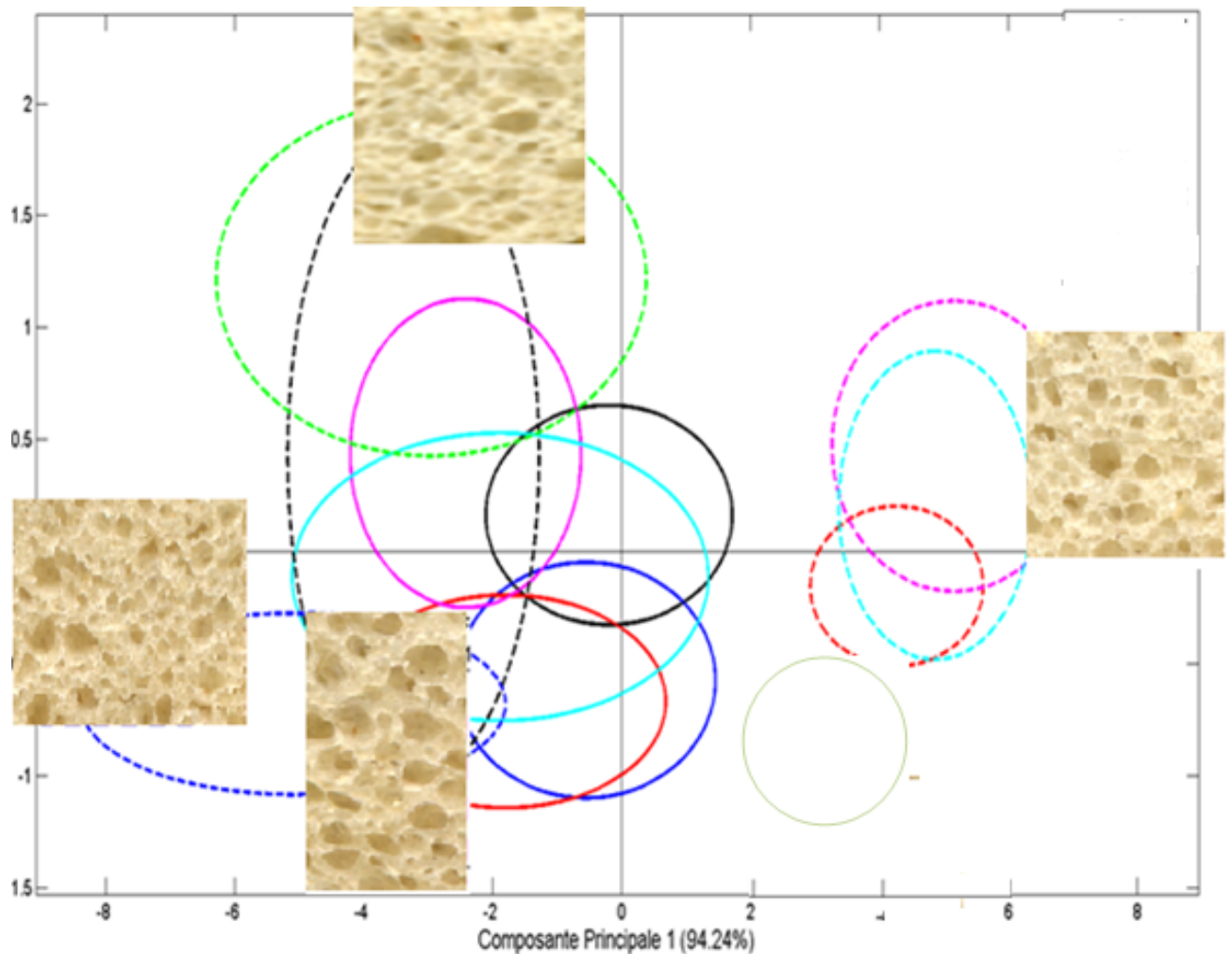


Figure 37 : Carte de ressemblance des mies des pains fabriqués avec les fractions de mouture de blé dur

VI.3.7. Analyse sensorielle

VI.3.7.1. Machinabilité des pâtes des farines et des semoules

L'utilisation de l'analyse sensorielle permet la comparaison de produits en vue de définir un standard de qualité. Ainsi, les pâtes des farines et des semoules se comportent différemment lors du pétrissage. Les résultats de l'analyse de variance et du test de comparaison des moyennes (tableau 29) effectués sur les notes d'appréciation attribuées aux 12 pâtes montrent que les jurys ont établis des différences significatives entre les produits ($p \leq 0,05$). Il ressort de ce tableau des notes allant de -0,694 (M23SF) à +1,82 (M2DD4).

L'analyse des résultats du test de comparaison des moyennes permet de déterminer 8 groupes. Les semoules s'y prêtent bien au pétrissage amélioré, tandis que les farines totales (3SF) sont les moins tolérantes (figure 38). Il apparaît donc, nécessaire d'adapter pour ces produits un pétrissage de type conventionnel, qui se caractérise par un travail mécanique peu intense, c'est-à-dire : faibles forces d'extensions, de compressions et de cisaillements (Feillet 2000).

Tableau 29 : Classement des pâtes en fonction de leur comportement au pétrissage

Echantillons	Moyenne	Classements
M2DD4	1,820	A
M13SE	1,508	A B
M23SE	1,470	A B
M3DD1	0,773	A B C
M13SF	0,760	A B C
M2DD1	0,722	A B C
M33SE	0,497	B C D
M1DD4	0,430	B C D E
M1DD1	0,239	C D E
M3DD4	-0,565	D E
M33SF	-0,615	D E
M23SF	-0,694	E

MDD4 (FMM), M3SE ,(STM), MDD1 (FTM), M3SF (STOT)

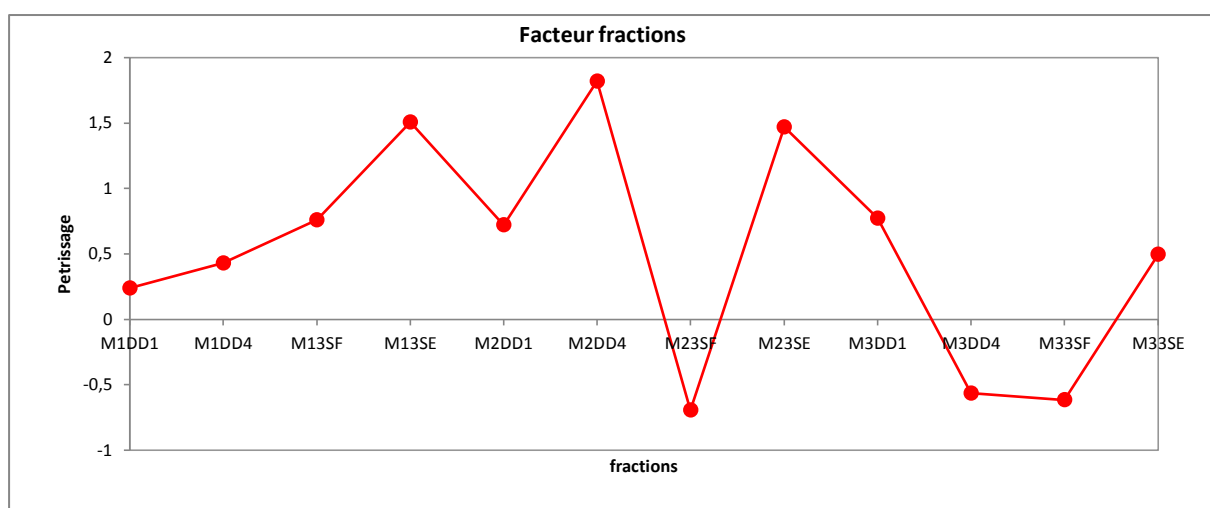


Figure 38: Représentation graphique du comportement des farines et semoules lors du pétrissage

VI 3.7.2. Aspect global du pain

L'aspect extérieur du pain constitue un signe de qualité associé à un produit fraîchement préparé. En général, il motive l'acte d'achat ou de consommer. L'aspect extérieur du pain baguette, est souvent défini par une section ronde uniforme, des coups de lames bien développés et une croûte croustillante. L'analyse de la variance pour la note globale regroupée dans le tableau (30) et illustrée par la figure (39), distingue 3 grands groupes de pains. Les pains qui sont considérés comme très acceptables et qui ont la note globale la plus élevée sont (M₁3SF-M₂DD1- M₂DD4-M₂3SF- M₂3SE), les pains acceptables (M₁3SE- M₃3SE- M₁DD4), et en insuffisance (M₃DD1-M₃DD4- M₃3SF).

Tableau 30 : Classement des pains en fonction de leur aspect extérieur.

Echantillons	Moyenne	Classements
M13SF	0,509	A
M2DD1	0,465	A B
M2DD4	0,448	A B C
M23SF	0,447	A B C
M23SE	0,440	A B C
M13SE	0,372	A B C
M33SE	0,268	A B C
M1DD4	0,098	A B C D
M1DD1	-0,002	A B C D
M3DD1	-0,057	B C D
M3DD4	-0,067	C D
M33SF	-0,354	D

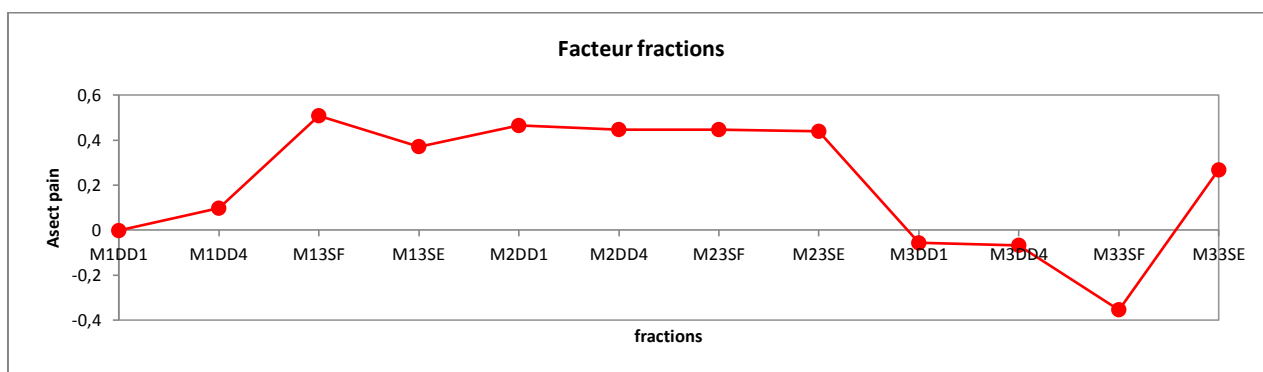


Figure 39 : Acceptabilité des pains en fonction de leur aspect extérieur.

M1DD1 : farine tête mouture moulin 1, M1DD4 : farine milieu mouture moulin 1, M13SF : farine totale moulin 1, M13SE : semouline fine moulin1. M2DD1 : farine tête mouture moulin 2, M2DD4 : farine milieu mouture moulin 2, M23SF : farine totale moulin 2, M23SE : semouline fine moulin2. M3DD1 : farine tête mouture moulin 3, M3DD4 : farine milieu mouture moulin 3, M33SF : farine totale moulin 3, M33SE : semouline fine moulin3.

VI 3.7.3. Qualité de la mie

L'aspect général de la mie des différents pains a été jugé en prenant comme descripteurs la couleur, la souplesse, l'élasticité, le collant, la régularité de l'alvéolage, l'épaisseur et la saveur. La classification effectuée sur la base du test de comparaison des moyennes donne 5 groupes de pains (tableau 31), avec une note maximale pour les mies de pains de M₂DD1 (0,672) et de rejet pour le M₃3SF (- 0,405). La figure (40), fait ressortir que pour l'ensemble des pains, la mie est jugée acceptable par le jury de dégustation à l'exception des de M₃DD4-M₂DD4-M₂3SF et M₃3SF. L'analyse détaillée de la grille de notation, explique que la pénalisation de ces échantillons provient de leurs saveurs qui sont jugées par l'ensemble des boulangers comme ayant un goût intense de semoule.

Tableau 30 : Classement des pains en fonction de la mie des pains des farines et semoules

Pains	Moyenne	classements
M2DD1	0,672	A
M23SE	0,521	A B
M33SE	0,292	A B C
M13SF	0,271	A B C
M13SE	0,203	A B C
M3DD1	0,188	A B C
M1DD1	0,047	A B C
M3DD4	-0,029	A B C
M1DD4	-0,142	A B C
M2DD4	-0,162	A B C
M23SF	-0,258	B C
M33SF	-0,405	C

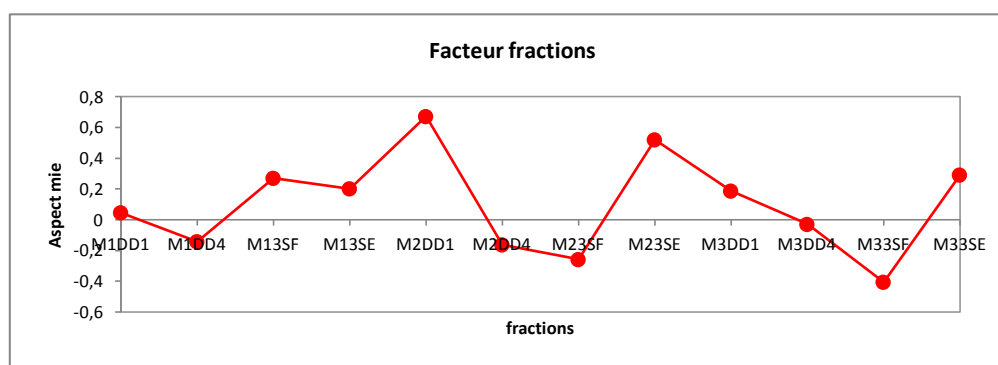


Figure 40 : Représentation graphique de la qualité de la mie des pains des farines et semoules

Conclusion

La production de pain de qualité, c'est-à-dire avec un volume et une densité élevés, nécessite la mise en œuvre de matières premières aux caractéristiques bien ciblées. Il ressort de cette étude, que la taille des particules de farine ou de semoule doit être fine pour assurer une bonne hydratation de la pâte, un gluten équilibré, marqué par une balance entre la ténacité et l'extensibilité. Cet équilibre est représenté par le test au gluten index qui doit être très élevé. Lors du pétrissage, les matières premières qui ont des GI faibles doivent être pétries en mode conventionnel, c'est à dire avec un apport très modéré en énergie par les bras du pétrin. Au cours de la cuisson, des faibles valeurs de rétrogradation de l'amidon couplées aux faibles viscosités (FV et P_{visc}) sont susceptibles d'assurer la production de mie à texture homogène et largement aérée. L'acceptabilité des pains exclusivement confectionnés avec l'une des parties du grain, requière soit l'habitude du consommateur à manger ce type de pain au goût de semoule, ou alors, introduire dans la formulation des graines aromatisantes.

L'objectif principal de cette thèse est de trouver une voie de valorisation des fractions de mouture de blé dur, plus particulièrement de la farine produite durant les différentes phases de mouture.

Dans un premier temps, les farines et les semoules sont caractérisées pour déterminer les paramètres physicochimiques, protéiques, rhéologiques et d'empesages. Il ressort de cette étude que les farines et semoules ont une granulométrie inférieure à 250 μ m, des teneurs en cendres élevées pour les farines et faibles dans les semoules. L'hypodiastase des farines et semoules suivie d'une mouture aménagée (taux en amidons endommagés réduits à moins de 7%) ont pour résultats des teneurs en sucres simples inférieures à 2%. Les farines milieu de mouture sont riches en protéines totales, tandis que, les semoules et les farines de tête ont des glutens index élevés. La concentration et la répartition des différentes classes de protéines dans les différents produits de mouture, montre que les protéines cytoplasmiques en l'occurrence les albumines et les globulines sont particulièrement abondantes dans les farines de milieu de mouture en raison de la richesse de cette fraction en enveloppes. Les protéines de réserves se répartissent différemment. Les semoules et les farines de tête sont les plus riches en gliadines tandis que pour les gluténines, nous trouvons que les farines de milieu de mouture sont les plus riches comparativement aux semoules et aux farines de tête. Les variations en gluténines et gliadines proviendraient principalement de la matière première et accessoirement de la mouture. Le fractionnement des gluténines sur SE-HPLC, en SG-HPM et les SG-FPM en LMWB et LMWC suivi du calcul des rapports relatifs de leur répartition dans les farines et semoules, classe les semoules comme le produit possédant un gluten peu tenace et légèrement élastique suivi par les autres farines (FMM, FTM, FTOT). Les concentrations en insolubles protéines varient très faiblement en allant des farines aux semoules. Ces variations sont attribuées en premier à la matière première et en second lieu à la mouture. Pour l'ensemble des échantillons, les teneurs en insolubles protéines sont

supérieurs à 40%. Les concentrations en amidon des différents échantillons sont très affectées par la station de mouture. Les farines de tête sont très riches en amidon, tandis que les semoules et les farines totales ont des concentrations statistiquement semblables. La même répartition est observée pour l'amylose et le rapport amylose sur amylopectine. L'amidon des farines et des semoules développe des propriétés d'empesage différentes mesurées au rapid viscoanalyser. La température de gélatinisation de l'amidon des semoules est plus faible tandis que les farines ont des pics de viscosité très élevés. La vitesse de rétrogradation de l'amidon ou breakdown, montre que les semoules ont les vitesses de rétrogradation les plus faibles et le contraire pour les farines. Ainsi, l'amidon des semoules est capable de former des gels stables durant un cycle de chauffage et de refroidissement. Ce qui explique le rassissement différé des pains de semoule lors du stockage.

Sur la base des tests de compression et relaxation menés par le biais du farinographe et du mixographe, nous obtenons les optimums d'hydratation avec le mixographe. La qualité du gluten, témoin de la résistance de la pâte au pétrissage, est mieux déterminée par le mixographe par rapport au farinographe. Ce test, classe les semoules comme les produits les plus aptes à résister aux pétrissages mécaniques intensifiés, avec formation d'un réseau glutineux dense et homogène dans toute la pâte, tandis que les farines supporteraient des pétrissages améliorés.

Enfin, dans un deuxième temps, l'aptitude des farines et des semoules à donner des pains volumineux et denses est déterminée par des essais de panification. Il en découle que les farines de tête et les semoules sont les parties du grain les plus aptes à produire des pains volumineux et denses. La contribution de chacun des paramètres biochimiques, rhéologiques et d'empesage sur la qualité des produits finis a été menée par le biais de l'analyse de l'ACP.

Le traitement synthétique de tous ces paramètres a permis de faire ressortir la contribution majeure de la granulométrie, du gluten index et du temps de développement comme paramètres de sélection et d'orientation à la panification.

L'analyse par imagerie de la répartition de la taille des alvéoles des mies des différents pains, a révélé que les pains des semoules ont des mies aérées avec un alvéolage homogène, tandis que les pains des farines sont soit pénalisés par la présence de mie à texture fine ou par un alvéolage hétérogène. Le jury de dégustation a émis des notes positives pour l'aspect extérieur et intérieur de l'ensemble des pains. Cependant, le goût de semoule constaté lors de la dégustation des pains fabriqués avec les différentes farines pourrait être un facteur pénalisant à leur acceptation par le consommateur, habitué de nos jours, à consommer des pains neutres.

Au regard des résultats obtenus, la farine de blé dur s'intègre bien dans les politiques de réduction des importations en blé tendre en Algérie et pourrait être utilisée comme alternative à la production de pains à moindre coût.

Dans le but d'une meilleure valorisation, il serait intéressant :

- De mettre au point un protocole de panification adapté aux pains de blé dur alvéolés,
- D'étudier individuellement dans un moulin pilote, toutes les variétés autorisées à être semées en grande culture, pour proposer les mélanges variétaux adéquats à la panification.

AACC. (2000). Approved Methods of the American Association of Cereal Chemists. Am.Assoc. Cereal Chem. Inc., St. Paul, Minnesota.

Abecassis J. (2015). La Filière Blé dur. <https://colloque.inra.fr/seminaire-ble-dur-trafoon>.

Abecassis J., Boggini G., Cuq B. et Namoune, H. (2013). Other Traditional Durum Derived Products, in: M.J. Sissons, M. Carcea, M. Marchylo, J. Abecassis, Durum Wheat: Chemistry and Technology, seconde éd. AACC International.

AbuHammad, W. A., Elias, E. M., Manthey, F. A., Alamri, M. S. et Mergoum, M. (2012). A comparison of methods for assessing dough and gluten strength of durum wheat and their relationship to pasta cooking quality. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(12), 2561-2573.

AFNOR. (2002). BIPEA, une méthode standard pour la panification Française, V03 716.

Agassant, J. F., Avenas, P., Sergent, J. P., Vergnes, B. et Vincent, M. (1996). La mise en forme des matières plastiques (pp. 612-pages). Technique & Documentation-Lavoisier.

Alvarado, P.G.M. (2014). Determinant factors affecting breadmaking ability of cassava starch modified by fermentation and UV irradiation. (Doctoral dissertation, QualiSud – CIRAD, Montpellier).

Ammar, K., Kronstad, W. E. et Morris, C. F. (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 Chemistry*, 77(2), 230-236.

Anon, J. (2005). Milling and Baking News, Grain and Milling Annual Sosland Publishing Company, Kansas City, Missouri, USA.

Atwell, W. A., Hood, L. F., Lineback, D. R., Varriano-Marston, E. et Zobel, H. F. (1988). The terminology and methodology associated with basic starch phenomena. *Cereal foods world (USA)*.

Auger, F., Morel, M. H., Dewilde, M. et Redl, A. (2009). Mixing history affects gluten protein recovery, purity, and glutenin re-assembly capacity from optimally developed flour–water batters. *Journal of cereal science*, 49(3), 405-412.

Autran, J. et Morel, M. (1990). Contribution de certaines sous unités à la formation d'agrégats. In *Actes du colloque sur les gluténines de haut poids moléculaire et la qualité des blés*. INRA: Paris (pp. 234-244).

Babin, P., Della Valle, G., Chiron, H., Cloetens, P., Hoszowska, J., Pernot, P. et Dendievel, R. (2008). In situ fast X-ray tomography study of the evolution of cellular structure in bread dough during proving and baking. *Bubbles in food*, 2, 265-272.

Barak, S., Mudgil, D. et Khatkar, B. S. (2013). Relationship of gliadin and glutenin proteins with dough rheology, flour pasting and bread making performance of wheat varieties. *LWT-Food Science and Technology*, 51(1), 211-217.

Barak, S., Mudgil, D. et Khatkar, B. S. (2014). Influence of gliadin and glutenin fractions on rheological, pasting, and textural properties of dough. *International journal of food properties*, 17(7), 1428-1438.

Barnes, H.A., Hutton, J.F. et Walters, K. (1989). An introduction to Rheology, Elsevier, 1989.

Bartolucci, J. C. (1997). *Comportement rhéologique des pâtes et qualité des farines de blés tendres français en panification et en biscuiterie* (Doctoral dissertation).

BeMiller J. et Whistler R. (2009). Starch: Chemistry and Technology. in Food Science and Technology (Third Edition). Vol.1, 83-149. Academic Press, Elsevier.

Blazek, J. et Copeland, L. (2008). Pasting and swelling properties of wheat flour and starch in relation to amylose content. *Carbohydrate polymers*, 71(3), 380-387.

Blochet, J. E., Chevalier, C., Forest, E., Pebay-Peyroula, E., Gautier, M. F., Joudrier, P. et Marion, D. (1993). Complete amino acid sequence of puroindoline, a new basic and cystine-rich protein with a unique tryptophan-rich domain, isolated from wheat endosperm by Triton X-114 phase partitioning. *FEBS letters*, 329(3), 336-340.

Bloksma, A.H. et Bushuk, W. (1988). Rheology and chemistry of dough. In 'Wheat Chemistry and Technology', 3rd edn. (Y. Pomeranz, ed.) AACC, St. Paul, MN pp. 131-217.

Boggini, G. (1985). Valutazione dell'attitudine panificatoria di alcune varietà di grano duro. *Tecnica Molitoria*, 7, 579.

Boggini, G. et Pogna, N. E. (1989). The breadmaking quality and storage protein composition of Italian durum wheat. *Journal of cereal science*, 9(2), 131-138.

Boggini, G. et Pogna, N. E. (1990). Use of durum wheat to improve the breadmaking quality of soft wheat. *Tec. Molitoria*, 41, 1025-1030.

Boggini, G., Tusa, P. et Pogna, N. E. (1995). Bread making quality of durum wheat genotypes with some novel glutenin subunit compositions. *Journal of Cereal Science*, 22(2), 105-113.

Bonfil, D. J. et Posner, E. S. (2012). Can bread wheat quality be determined by gluten index?. *Journal of cereal science*, 56(2), 115-118.

Borges, V. C. et Salas-Mellado, M. M. (2016). Influence of α -amilase, trehalose, sorbitol, and polysorbate 80 on the quality of gluten-free bread. *International Food Research Journal*, 23(5).

Boyacioglu, M. H. et D'appolonia, B. L. (1994). Characterization and utilization of durum wheat for breadmaking. I. Comparison of chemical, rheological, and baking properties between bread wheat flours and durum wheat flours. *Cereal chemistry*, 71(1), 21-27.

Bradford, M. M. (1976). A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical biochemistry*, 72(1-2), 248-254.

- Branlard, G. (2012).** La qualité du gluten: variations de sa composition et de ses propriétés. *Médecine & nutrition*, 48(4), 19-23.
- Branlard, G. et Dardevet, M. (1985).** Diversity of grain protein and bread wheat quality: II. Correlation between high molecular weight subunits of glutenin and flour quality characteristics. *Journal of Cereal Science*, 3(4), 345-354.
- Branlard, G., et Autran, J. C. (1986).** L'amélioration génétique de la qualité technologique du blé tendre. *Culture Technique*, 16, 132-144.
- Branlard, G., Autran, J. C. et Monneveux, P. (1989).** High molecular weight glutenin subunit in durum wheat (*T. durum*). *TAG Theoretical and Applied Genetics*, 78(3), 353-358.
- Buche, F. (2011).** Influence de la formulation de pâtes de farine de blé sur leur consommation d'oxygène et leur production de dioxyde de carbone au cours du pétrissage et de la fermentation: Conséquences biochimiques et rhéologiques (Doctoral dissertation, AgroParisTech).
- Buléon, A., Colonna, P. et Leloup, V. (1990).** Les amidons et leurs dérivés dans les industries des céréales. *Industries alimentaires et agricoles*, 107(6), 515-532.
- Calvel, R. (1984).** La boulangerie moderne. 2ème édition. Eyrolles éditeur. Paris. P 459.
- Castello, P., Potus, J., Baret, J. L. et Nicolas, J. (1999).** Effects of mixing conditions and wheat flour dough composition on lipid hydrolysis and oxidation levels in the presence of exogenous lipase. *Cereal chemistry*, 76(4), 476-482.
- Charles, A. L., Chang, Y. H., Ko, W. C., Siroth, K. et Huang, T. C. (2005).** Influence of amylopectin structure and amylose content on the gelling properties of five cultivars of cassava starches. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53(7), 2717-2725.
- Chau, C. F., Cheung, P. C. et Wong, Y. S. (1997).** Functional properties of protein concentrates from three Chinese indigenous legume seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(7), 2500-2503.
- Chiotellis, E. et Campbell, G. M. (2003).** Proving of bread dough I: modelling the evolution of the bubble size distribution. *Food and Bioproducts Processing*, 81(3), 194-206.
- Chiron, H. (2000).** Fifty years of progress in breadmaking technology. Industries des Cereales (France).
- Chrastil, J. (1987).** Improved colorimetric determination of amylose in starches or flours. *Carbohydrate Research*, 159(1), 154-158.
- Claustrioux, J.J. (2001).** Considérations sur l'analyse statistique de données sensorielles. *Ann. Gembloux* 5, p. 155-158.
- Collar, C. (2003).** Significance of viscosity profile of pasted and gelled formulated wheat doughs on bread staling. *European Food Research and Technology*, 216(6), 505-513.
- Colonna, P. et Mercier, C. (1984).** Macromolecular structure of wrinkled-and smooth-pea starch components. *Carbohydrate Research*, 126(2), 233-247.

- Craig, S. A., Maningat, C. C., Seib, P. A. et Hosney, R. C. (1989).** Starch paste clarity. *Cereal chemistry (USA)*.
- Cubadda, R. 1988.** Evaluation of durum wheat, semolina and pasta in Europe. Pages 217-228 in: *Durum Wheat: Chemistry and Technology*. G. Fabriani and C. Lintas, eds. Am. Assoc. Cereal Chem.: St. Paul, MN.
- Cubadda, R., Carcea, M. et Pasqui, L. A. (1992).** Suitability of the gluten index method for assessing gluten strength in durum wheat and semolina. *Cereal foods world (USA)*.
- Cubadda, F., Aureli, F., Raggi, A. et Carcea, M. (2009).** Effect of milling, pasta making and cooking on minerals in durum wheat. *Journal of Cereal Science*, 49(1), 92-97.
- Cuq, B., Abecassis, J. et Guilbert, S. (2003).** State diagrams to help describe wheat bread processing. *International journal of food science & technology*, 38(7), 759-766.
- Damidaux, R., Autran, J. C., Grignac, P. et Feillet, P. (1978).** Mise en évidence de relations applicables en sélection entre l'électrophorégramme des gliadines et les propriétés viscoélastiques du gluten de *Triticum durum* Desf. *CR Acad. Sc. Paris, Série D*, 287, 701-704.
- De Angelis, M., Minervini, F., Caputo, L., Cassone, A., Coda, R., Calasso, M. P. et Gobetti, M. (2008).** Proteomic analysis by two-dimensional gel electrophoresis and starch characterization of *Triticum turgidum* L. var. durum cultivars for pasta making. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(18), 8619-8628.
- Delvaux, A. (1992).** Les épreuves sensorielles. A n n . Gembloux 98, p. 105–115.
- Devaux M.F., Réguerre A.L., Chiron H. et Lassoued N. (2005).** Caractérisation par analyse d'images de produits céréaliers alvéolaires selon leur texture visuelle. *Cah.Tech. Inra*, 56 : 17-32.
- Dexter, J. E. et Edwards, N. M. (1998).** The implications of frequently encountered grading factors on the processing quality of durum wheat. Canadian Grain Commission, Grain Research Laboratory.
- Dick, J. W. et Quick, J. S. (1983).** A modified screening test for rapid estimation of gluten strength in early-generation durum wheat breeding lines. *Cereal Chemistry (USA)*.
- Dick, J. W. et Youngs, V. L. (1998).** Evaluation of durum wheat semolina and pasta in the United States. In G. Fabriani & C. Lintas (Eds.), *Durum wheat, chemistry and technology* (pp. 238–248). St. Paul, MN: American Association of Cereal Chemists.
- Douliez, J. P., Michon, T., Elmorjani, K. et Marion, D. (2000).** Mini review: structure, biological and technological functions of lipid transfer proteins and indolines, the major lipid binding proteins from cereal kernels. *Journal of cereal science*, 32(1), 1-20.
- D'Ovidio, R. et Masci, S. (2004).** The low-molecular-weight glutenin subunits of wheat gluten. *Journal of cereal science*, 39(3), 321-339.
- Drapron, R. et Berger, M. (1976).** La détermination de l'acidité 'grasse' des grains de céréales et de leurs produits de mouture. *Techniques des Industries Céréalières*, 153, 9-16.

- Dubat, A. (2004).** Importance de l'endommagement de l'amidon et évolution des méthodes de mesure. *Industries des céréales*, (137), 2-8.
- Dubreil, L., Compoin, J. P. et Marion, D. (1997).** Interaction of puroindolines with wheat flour polar lipids determines their foaming properties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(1), 108-116.
- Dubreil, L., Biswas, S. C. et Marion, D. (2002).** Localization of puroindoline-a and lipids in bread dough using confocal scanning laser microscopy. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(21), 6078-6085.
- Duby, C. et Robin, S. (2006).** Analyse en composantes principales. *Institut National Agronomique, Paris-Grignon*, 80.
- Duprat, F., Gallant, D. J., Guilbot, A., Mercier, C. et Robin, J. P. (1980).** L'amidon. Les polymères végétaux. Paris: Gauthier-Villars, 176-231.
- Edwards, N. M., Peressini, D., Dexter, J. E. et Mulvaney, S. J. (2001).** Viscoelastic properties of durum wheat and common wheat dough of different strengths. *Rheologica Acta*, 40(2), 142-153.
- Edwards, N. M., Mulvaney, S. J., Scanlon, M. G. et Dexter, J. E. (2003).** Role of gluten and its components in determining durum semolina dough viscoelastic properties. *Cereal chemistry*, 80(6), 755-763.
- Edwards, N. M., Gianibelli, M. C., McCaig, T. N., Clarke, J. M., Ames, N. P., Larroque, O. R. et Dexter, J. E. (2007).** Relationships between dough strength, polymeric protein quantity and composition for diverse durum wheat genotypes. *Journal of Cereal Science*, 45(2), 140-149.
- Eliasson, A. C. (2004).** *Starch in food: Structure, function and applications*. CRC Press. (Ed.).
- Eliasson, A. C., Eliasson, K. C., Larsson, K. et Quaglia, G. N. A. (1993).** *Cereals in breadmaking: a molecular colloidal approach* (No. 664.6). Marcel Dekker,
- El-Khayat, G. H., Samaan, J., Manthey, F. A., Fuller, M. P. et Brennan, C. S. (2006).** Durum wheat quality I: some physical and chemical characteristics of Syrian durum wheat genotypes. *International journal of food science & technology*, 41(s2), 22-29.
- El-Porai, E. S., Salama, A. E., Sharaf, A. M., Hegazy, A. I. et Gadallah, M. G. E. (2013).** Effect of different milling processes on Egyptian wheat flour properties and pan bread quality. *Annals of Agricultural Sciences*, 58(1), 51-59.
- Ewart, J. A. D. (1968).** A hypothesis for the structure and rheology of glutenin. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 19(11), 617-623.
- FAO/WHO. (1987).** Codex Alimentarius Commission. CL 1987/33-VP. Rome.
- FAOSTAT. (2017).** Agricultural production. Available online : <http://faostat.fao.org>
- Feillet, P. (2000).** Le grain de blé: composition et utilisation. Editions Quae.

- Feillet, P. et Dexter, J. E. (1996).** Quality requirements of durum wheat for semolina milling and pasta production. *Pasta and noodle technology*, 95-131.
- Fisichella, S., Alberghina, G., Amato, M. E., Lafiandra, D., Mantarro, D., Palermo, A. et Scarlata, G. (2003).** Purification of wheat flour high-M r glutenin subunits by Reactive Red 120-Agarose and Reactive Yellow 86-Agarose resins. *Journal of cereal science*, 38(1), 77-85.
- Flagella, Z., Giuliani, M. M., Giuzio, L., Volpi, C. et Masci, S. (2010).** Influence of water deficit on durum wheat storage protein composition and technological quality. *European Journal of Agronomy*, 33(3), 197-207.
- Fu, B. X. et Sapirstein, H. D. (1996).** Procedure for isolating monomeric proteins and polymeric glutenin of wheat flour. *Cereal chemistry*, 73(1), 143-152.
- Gan, Z., Angold, R. E., Williams, M. R., Ellis, P. R., Vaughan, J. G. et Galliard, T. (1990).** The microstructure and gas retention of bread dough. *Journal of Cereal Science*, 12(1), 15-24.
- Gan, Z., Ellis, P. R. et Schofield, J. D. (1995).** Gas cell stabilisation and gas retention in wheat bread dough. *Journal of Cereal Science*, 21(3), 215-230.
- Gao, L., P. K. Ng., W. et Bushuk W. (1992).** Structure of glutenin based on farinograph and electrophoretic results. *Cereal Chem* 69(4): 452-455.
- Gazza L, Sgrulletta D, Cammerata A, Gazzelloni G, Perenzin M. et Pogna NE. (2011).** Pastamaking and breadmaking quality of soft-textured durum wheat lines. *J Cereal Sci* 54:481–487.
- Giannone, V., Lauro, M. R., Spina, A., Pasqualone, A., Auditore, L., Puglisi, I. et Puglisi, G. (2016).** A novel α -amylase-lipase formulation as anti-staling agent in durum wheat bread. *LWT-Food Science and Technology*, 65, 381-389.
- Giannou, V., Kessoglou, V. et Tzia, C. (2003).** Quality and safety characteristics of bread made from frozen dough. *Trends in Food Science & Technology*, 14(3), 99-108.
- Godon B. (1969).** Etude physico-chimique des associations protéiques du gluten de blé. Thèse Faculté des Sciences de Paris, n° A.O. 3.274.
- Godon, B et Willm, C. (1991).** Les Industries de Première Transformation des Céréales. Collection Technique et Documentation. Lavoisier : Paris, France ; 679.
- Gras, P. W., Anderssen, R. S., Keentok, M., Békés, F. et Appels, R. (2001).** Gluten protein functionality in wheat flour processing: a review. *Australian Journal of Agricultural Research*, 52(12), 1311-1323.
- Graveland, A., Bosveld, P., Lichtendonk, W. J., Marseille, J. P., Moonen, J. H. E. et Scheepstra, A. (1985).** A model for the molecular structure of the glutenins from wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 3(1), 1-16.
- Graybosch, R., Peterson, C. J., Moore, K. J., Stearns, M., et Grant, D. L. (1993).** Comparative effects of wheat flour protein, lipid, and pentosan composition in relation to baking and milling quality. *Cereal chemistry (USA)*.

Guilbot A. et Mercier C. (1985). Starch. in : Aspinall G.O. (ed.), *The Polysaccharides*, vol. 3, 209-282, Academic Press, London. New York.

Guinet, R. (1992). *Technologie du pain français*. Éditions BPI.

Gupta, R. B., Batey, I. L. et MacRitchie, F. (1992). Relationships between protein composition and functional properties of wheat flours. *Cereal Chemistry*, 69(2), 125-131.

Gupta, R. B., Khan, K. et Macritchie, F. (1993). Biochemical basis of flour properties in bread wheats. I. Effects of variation in the quantity and size distribution of polymeric protein. *Journal of Cereal Science*, 18(1), 23-41.

Gupta, R. B., MacRitchie, F., Shepherd, K. W. et Ellison, F. (1990). Relative contribution of LMW and HMW glutenin subunits to dough strength and dough stickiness of bread wheat. *Gluten proteins*, 71-80.

Guzmán, C., Autrique, J. E., Mondal, S., Singh, R. P., Govindan, V., Morales-Dorantes, A. et Peña, R. J. (2016). Response to drought and heat stress on wheat quality, with special emphasis on bread-making quality, in durum wheat. *Field Crops Research*, 186, 157-165.

Halford, N. G., Field, J. M., Blair, H., Urwin, P., Moore, K., Robert, L. et Shewry, P. R. (1992). Analysis of HMW glutenin subunits encoded by chromosome 1A of bread wheat (*Triticum aestivum* L.) indicates quantitative effects on grain quality. *TAG Theoretical and Applied Genetics*, 83(3), 373-378.

Hamer, R. J. et van Vliet, T. (2000). Understanding the structure and properties of gluten: an overview. Wheat gluten. Proceedings of the 7th International Workshop Gluten 2000, Bristol, UK, 2-6 April 2000. Royal Society of Chemistry.

Hatcher, D. W., Dexter, J. E., Anderson, M. J., Bellido, G. G. et Fu, B. X. (2009). Effect of blending durum wheat flour with hard white wheat flour on the quality of yellow alkaline noodles. *Food chemistry*, 113(4), 980-988.

Henry, R. J. et Saini, H. S. (1989). Characterization of cereal sugars and oligosaccharides. *Cereal Chem*, 66(5), 362-365.

Hou, G., Yamamoto, H. et Ng, P. K. W. (1996). Relationships of quantity of gliadin subgroups of selected US soft wheat flours to rheological and baking properties. *Cereal chemistry*, 73(3), 352-357.

Hou, G., Kruk, M. et Center, W. M. (1998). Asian noodle technology. *Technical Bulletin*, 20(12), 1-10.

Hug-Iten, S., Handschin, S., Conde-Petit, B. et Escher, F. (1999). Changes in starch microstructure on baking and staling of wheat bread. *LWT-Food Science and Technology*, 32(5), 255-260.

Hurkman, W. J. et Tanaka, C. K. (2004). Improved methods for separation of wheat endosperm proteins and analysis by two-dimensional gel electrophoresis. *Journal of Cereal Science*, 40(3), 295-299.

ICC (1995). Standard methods of the International Association for Cereal Science and Technology, Vienna, édition 1995.

ICC (2003). Standard methods of the International Association for Cereal Science and Technology, Vienna, édition 2003.

ISO 7305 (1998). Milled cereals products - determination of fat acidity. International Standardization Organization, Switzerland

Jackson, E. A., Holt, L. M. et Payne, P. I. (1983). Characterisation of high molecular weight gliadin and low-molecular-weight glutenin subunits of wheat endosperm by two-dimensional electrophoresis and the chromosomal localisation of their controlling genes. *TAG Theoretical and Applied Genetics*, 66(1), 29-37.

Jane, J. L. (2006). Current understanding on starch granule structures. *Journal of Applied Glycoscience*, 53(3), 205-213.

JORADP. (1991). Décret exécutif n°91-572 du 31 décembre 1991 relatif à la farine de panification et au pain.

JORADP. (2013). N° 35 du 7 juillet 2013, Page 17 rendant obligatoire la méthode de dosage du taux de cendres par incinération dans les céréales, légumineuses et produits dérivés.

Junge, R. C., Hosoney, R. C. et Varriano-Marston, E. (1981). Effect of surfactants on air incorporation in dough and the crumb grain of bread. *Cereal Chem*, 58(4), 338-342.

Kasarda, D. D. (1989). Glutenin structure in relation to wheat quality. Pages 277-302 in: *Wheat is Unique*. Y. Pomeranz, ed. Am. Assoc. Cereal Chem.: St. Paul, MN.

Kent, N. L. (1994). *Kent's Technology of Cereals: An introduction for students of food science and agriculture*. Elsevier.

Khan, K. et Bushuk, W. (1979). Structure of wheat gluten in relation to functionality in breadmaking. ACS Publications.

Khatkar, B. S., Bell, A. E. et Schofield, J. D. (1995). The dynamic rheological properties of glutes and gluten sub-fractions from wheats of good and poor bread making quality. *Journal of Cereal Science*, 22(1), 29-44.

Khatkar, B. S., Fido, R. J., Tatham, A. S. et Schofield, J. D. (2002). Functional properties of wheat gliadins. II. Effects on dynamic rheological properties of wheat gluten. *Journal of Cereal Science*, 35(3), 307-313.

Koppel, R. et Ingver, A. (2010). Stability and predictability of baking quality of winter wheat. *Agronomy Research*, 8(3), 637-644.

Kovacs, M. I. P., Noll, J. S., Dahlke, G. et Leisle, D. (1995). Pasta viscoelasticity: Its usefulness in the Canadian durum wheat breeding program. *Journal of Cereal Science*, 22(2), 115-121.

Kulhomäki, S. et Salovaara, H. (1985). The quality of bread-the baker's manual. *Bakery Industry Promotion. University of Helsinki*, 45.

Lafiandra, D., Sestili, F., Bucelli, A. S., Silvestri, M. et De Ambrogio, E. (2008). Genetic modification of starch composition in wheat. *Cereal science and technology for*

feeding ten billion people: genomics era and beyond. Zaragoza: CIHEAM-IAMZ/IRTA, 267-270.

Lafiandra, D., Sestili, F., D'Ovidio, R., Janni, M., Botticella, E., Ferrazzano, G. et DeAmbrogio, E. (2010). Approaches for modification of starch composition in durum wheat. *Cereal chemistry*, 87(1), 28-34.

Lan, W., Zhihua, Y., Yun, Z., Bijun, X. et Zhida, S. (2008). Morphological, physicochemical and textural properties of starch separated from Chinese water chestnut. *Starch-Stärke*, 60(3-4), 181-191.

Langraf F. (2002). Produits et procédés de panification. Edit. Technique de l'ingénieur, traité Agroalimentaire, Rouen, 7 p.

Lassoued-Oualdi, N. (2005). Structure alvéolaire des produits céréaliers de cuisson en lien avec les propriétés rhéologiques et thermiques de la pâte: Effet de la composition. Sciences Alimentaires. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, Massy, France, 163.

Lee, M. R., Swanson, B. G. et Baik, B. K. (2001). Influence of amylose content on properties of wheat starch and breadmaking quality of starch and gluten blends. *Cereal chemistry*, 78(6), 701-706.

Leenhardt, F. (2005). *Étude des voies d'amélioration de la densité nutritionnelle du pain* (Doctoral dissertation, Clermont Ferrand 1).

Lenartz, J., Massaux, C., Fernandez Pierna, J. A., Sinnaeve, G., Sindic, M., Bodson, B. et Dardenne, P. (2006). Evaluation de l'utilisation de techniques de régressions linéaires multiples pour la prédiction des caractéristiques des amidons de blé tendre à partir des analyses RVA réalisées sur moutures intégrales.

Letang, C., Piau, M. et Verdier, C. (1999). Characterization of wheat flour–water doughs. Part I: Rheometry and microstructure. *Journal of Food Engineering*, 41(2), 121-132.

Levavasseur, L. (2007). Suivi simultané de la consommation d'oxygène et de la consistance des pâtes de farine de blé tendre à l'aide d'un pétrin instrumenté (le Sitoxygraphe): Tentative d'explications biochimiques et rhéologiques. Application à l'ajout de laccase (Doctoral dissertation, Ph. D. diss. Paris VII and Paris XI Universities, AgroParisTech: Paris).

Levine, H. et Slade, L. (1990). Influences of the glassy and rubbery states on the thermal, mechanical, and structural properties of doughs and baked products. In *Dough rheology and baked product texture* (pp. 157-330). Springer US.

Li, Y. F., Wu, Y., Hernandez-Espinosa, N. et Peña, R. J. (2013). Heat and drought stress on durum wheat: Responses of genotypes, yield, and quality parameters. *Journal of Cereal Science*, 57(3), 398-404.

Licciardello, F., Rizzo, V., Grillo, O., Venora, G. et Muratore, G. (2013). Bread-making performances of durum wheat semolina, as affected by ageing. *Journal of cereal science*, 57(3), 372-376.

- Lindahl, L. et Eliasson, A. C. (1992).** A comparison of some rheological properties of durum and wheat flour doughs. *Cereal Chem*, 69, 30-34.
- Lindsay, M. P. et Skerritt, J. H. (1998).** Examination of the structure of the glutenin macropolymer in wheat flour and doughs by stepwise reduction. *Journal of agricultural and food chemistry*, 46(9), 3447-3457.
- Lindsay, M. P. et Skerritt, J. H. (1999).** The glutenin macropolymer of wheat flour doughs: structure–function perspectives. *Trends in Food Science & Technology*, 10(8), 247-253.
- Liu, C. Y., Shepherd, K. W. et Rathjen, A. J. (1996).** Improvement of durum wheat pasta making and bread making qualities. *Cereal Chem*. 73: 155–166.
- MacRitchie, F. (1976).** Liquid phase of dough and its role in baking. *Cereal Chemistry*.
- MacRitchie, F., Du Cros, D. L. et Wrigley, C. W. (1990).** Flour polypeptides related to wheat quality. *Advances in cereal science and technology (USA)*.
- Masci, S., Egorov, T. A., Ronchi, C., Kuzmicky, D. D., Kasarda, D. D. et Lafiandra, D. (1999).** Evidence for the presence of only one cysteine residue in the D-type low molecular weight subunits of wheat glutenin. *Journal of Cereal Science*, 29(1), 17-25.
- Massaux C, Sindic M, Lenartz J, Sinnaeve G, Bodson B, Falisse A, Dardenne P. et Deroanne C. (2008).** Variation in physicochemical and functional properties of starches extracted from European soft wheat (*Triticum aestivum* L.): the importance to preserve the varietal identity. *Carbohyd Polym.* ;71(1), 32–41.
- Mastromatteo, M., Danza, A., Lecce, L., Spinelli, S., Lampignano, V., Laverse, J. et Del Nobile, M. A. (2014).** Effect of durum wheat varieties on bread quality. *International Journal of Food Science & Technology*, 49(1), 72-81.
- Mebtouche, K. (1998) :** Caractérisation technologique de quelques lignées de blé dur In : *Céréaliculture N°32*. Revue technique et scientifique de l'ITGC. Alger, pp 27-33
- Mendichi, R., Fisichella, S. et Savarino, A. (2008).** Molecular weight, size distribution and conformation of Glutenin from different wheat cultivars by SEC–MALLS. *Journal of cereal science*, 48(2), 486-493.
- Merlino, M., Leroy, P., Chambon, C. et Branlard, G. (2009).** Mapping and proteomic analysis of albumin and globulin proteins in hexaploid wheat kernels (*Triticum aestivum* L.). *Theoretical and Applied Genetics*, 118(7), 1321-1337.
- Miles, M. J., Morris, V. J., Orford, P. D. et Ring, S. C. (1985).** The role of amylose and amylopectin in the gelation and retrogradation of starch. *Carbohydr. Res.* 135:271.
- Mitchell, JR. et JAG, Ar as. (1992).** Structural changes in biopolymers during extrusion. In: Kokini JL, Ho CT, Karwe MV, editors. *Extrusion Cooking Science and Technology*. New York: Marcel Dekker Inc. p 349-360.
- Miyazaki, M., Van Hung, P., Maeda, T. et Morita, N. (2006).** Recent advances in application of modified starches for breadmaking. *Trends in Food Science & Technology*, 17(11), 591-599.

- Morris, C. F., Paszczynska, B., Bettge, A. D. et King, G. E. (2007).** A critical examination of the sodium dodecyl sulfate (SDS) sedimentation test for wheat meals. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87(4), 607-615.
- Morris, C. F., Casper, J., Kiszonas, A. M., Fuerst, E. P., Murray, J., Simeone, M. C. et Lafiandra, D. (2015).** Soft kernel durum wheat—A new bakery ingredient?. *Cereal Foods World*, 60(2), 76-83.
- Morrison, W. (1981).** Starch lipids: A reappraisal. *Starch-Stärke*, 33(12), 408-410.
- Nacitas, J. (2012).** Composition du fruit à pain récolté sur un territoire contrasté: Structure, propriétés et aptitudes technologiques de son amidon (Doctoral dissertation, Antilles-Guyane).
- Oak, M. D. et Dexter, J. E. (2006).** Chemistry, genetics and prediction of dough strength and end-use quality in durum wheat. *Gliadin and Glutenin the Unique Balance of Wheat Quality*, AACC, Inc., St. Paul, 281-305.
- Ohm, J. B. et Chung, O. K. (1999).** Gluten, pasting, and mixograph parameters of hard winter wheat flours in relation to breadmaking. *Cereal Chemistry*, 76(5), 606-613.
- Ohm, J. B., Hareland, G., Simsek, S., Seabourn, B., Maghirang, E. et Dowell, F. (2010).** Molecular weight distribution of proteins in hard red spring wheat: Relationship to quality parameters and intrasample uniformity. *Cereal chemistry*, 87(6), 553-560.
- Örnebro, J., Nylander, T. et Eliasson, A. C. (2000).** Critical review-interfacial behaviour of wheat proteins. *Journal of Cereal Science*, 31(2), 195-221.
- Osborne, T. B. (1907).** The proteins of the wheat kernel (No. 84). Carnegie institution of Washington.
- Ounane, G., Cuq, B., Abecassis, J., Yesli, A. et Ounane, S. M. (2006).** Effects of physicochemical characteristics and lipid distribution in Algerian durum wheat semolinas on the technological quality of couscous. *Cereal chemistry*, 83(4), 377-384.
- Pasqualone, A., Caponio, F. et Simeone, R. (2004).** Quality evaluation of re-milled durum wheat semolinas used for bread-making in Southern Italy. *European Food Research and Technology*, 219(6), 630-634.
- Pasqualone, A., Piergiovanni, A. R., Caponio, F., Paradiso, V. M., Summo, C. et Simeone, R. (2011).** Evaluation of the technological characteristics and bread-making quality of alternative wheat cereals in comparison with common and durum wheat. *Food Science and Technology International*, 17(2), 135-142.
- Payne, P. I. (1987).** Genetics of wheat storage proteins and the effect of allelic variation on bread-making quality. *Annual Review of Plant Physiology*, 38(1), 141-153.
- Payne, P. I. et Corfield, K. G. (1979).** Subunit composition of wheat glutenin proteins, isolated by gel filtration in a dissociating medium. *Planta*, 145(1), 83-88.
- Payne, P. I., Holt, L. M. et Law, C. N. (1981).** Structural and genetical studies on the high-molecular-weight subunits of wheat glutenin. *Theoretical and Applied Genetics*, 60(4), 229-236.

- Payne, P. I., Holt, L. M., Jackson, E. A., Law, C. N. et Damania, A. B. (1984).** Wheat storage proteins: their genetics and their potential for manipulation by plant breeding. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London B: Biological Sciences*, 304(1120), 359-371.
- Peña, R. J. (2000).** Durum wheat for pasta and bread-making. Comparison of methods used in breeding to determine gluten quality-related parameters. *Durum Wheat Improvement in the Mediterranean Region: New Challenges*, Eds: Royo, C. CIHEAM-IAMZ, (40), 423-430.
- Peña, R. J., Trethowan, R., Pfeiffer, W. H. et Ginkel, M. V. (2002).** Quality (end-use) improvement in wheat: compositional, genetic, and environmental factors. *Journal of crop production*, 5(1-2), 1-37.
- Peña, R. J., Hernandez-Espinosa, N., Posadas-Romano, G. et Guzman, C. (2014).** Reliability of gluten-related small-scale tests to estimate dough viscoelasticity and bread loaf volume. In *International Gluten Workshop, 11. Proceedings. Beijing, China; 12-15 Aug. 2012* (p. 119). CIMMYT.
- Pérez, S. et Bertoft, E. (2010).** The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review. *Starch-Stärke*, 62(8), 389-420.
- Persoz, B., et Radenkovic, D. (2016).** « RHÉOLOGIE », *Encyclopædia Universalis* [en ligne], consulté le 15 août 2017. URL : <http://www.universalis.fr/encyclopedie/rheologie/>
- Piazza, L. et Masi, P. (1995).** Moisture redistribution throughout the bread loaf during staling and its effect on mechanical properties. *Cereal Chemistry*, 72(3), 320-325.
- Pomeranz, Y. et Meloan, C. E. (1994).** Rheology. In *Food Analysis* (pp. 449-487). Springer US.
- Porceddu, E., Turchetta, T., Masci, S., D'Ovidio, R., Lafiandra, D., Kasarda, D. D. et Nachit, M. M. (1997).** Variation in endosperm protein composition and technological quality properties in durum wheat. In *Wheat: prospects for global improvement* (pp. 263-271). Springer Netherlands.
- Potus, J., Poiffait, A. et Drapron, R. (1994).** Influence of dough-making conditions on the concentration of individual sugars and their utilization during fermentation. *Cereal chemistry*, 71(5), 505-508.
- Quaglia, G. B. (1988).** Other durum wheat products. Pages 263-282. in: *Durum Wheat: Chemistry and Technology*. G. Fabriani and C. Lintas, eds. Am. Assoc. Cereal Chem.: St. Paul, MN.
- Quayson, E. T., Atwell, W., Morris, C. F. et Marti, A. (2016).** Empirical rheology and pasting properties of soft-textured durum wheat (*Triticum turgidum* ssp. *durum*) and hard-textured common wheat (*T. aestivum*). *Journal of Cereal Science*, 69, 252-258.
- Raiffaud, C. (2010).** *Produits «bio»: de quelle qualité parle-t-on?(édition 2010)*. Educagri editions.

- Rao, V. K., Mulvaney, S. J., Dexter, J. E., Edwards, N. M. et Peressini, D. (2001).** Stress–relaxation properties of mixograph semolina–water doughs from durum wheat cultivars of variable strength in relation to mixing characteristics, bread-and pasta-making performance. *Journal of Cereal Science*, 34(2), 215-232.
- Rastoin, J.L. et Benabderrazik E.H. (2014).** Céréales et oléoprotéagineux au Maghreb Pour un co-développement de filières territorialisées. Chapitre Algérie. Institut de prospective économique du monde méditerranéen (IPMED), Mai 2014 :pp.4-36.
- Robin, P. J., Mercier, C., Duprat, F., Charbonnière, R. et Guilbot, A. (1975).** Amidons Lintnésés Etudes chromatographique et enzymatique des résidus insolubles provenant de l'hydrolyse chlorhydrique d'amidons de céréales, en particulier de maïs cireux. *Starch-Stärke*, 27(2), 36-45.
- Roger, P. et Colonna, P. (1992).** The influence of chain length on the hydrodynamic behaviour of amylose. *Carbohydrate research*, 227, 73-83.
- Rouau, X. (1993).** Investigations into the effects of an enzyme preparation for baking on wheat flour dough pentosans. *Journal of Cereal Science*, 18(2), 145-157.
- Rouau, X., El-Hayek, M. L. et Moreau, D. (1994).** Effect of an enzyme preparation containing pentosanases on the bread-making quality of flours in relation to changes in pentosan properties. *Journal of Cereal Science*, 19(3), 259-272.
- Rouillé, J., Chiron, H., Colonna, P., Della Valle, G. et Lourdin, D. (2010).** Dough/crumb transition during French bread baking. *Journal of cereal science*, 52(2), 161-169.
- Rouillé, J., Della Valle, G., Lefebvre, J. et Sliwinski, E. (2005)a.** Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components. *Journal of Cereal Science*, 42(1), 45-57.
- Rouille, J., Valle, G. D., Devaux, M. F., Marion, D. et Dubreil, L. (2005)b.** French bread loaf volume variations and digital image analysis of crumb grain changes induced by the minor components of wheat flour. *Cereal Chemistry*, 82(1), 20-27.
- Roussel, P., Chiron, H. et Paillard, G. (2002).** Les pains français: évolution, qualité, production. Maé-Erti. 433p
- Roussel, P., Chiron, H., Della Valle, G. et Ndiaye, A. (2010).** Recueil de connaissances sur les descripteurs de qualité des pâtes et des pains ou variables d'état pour la panification française. Glossaire terminologique appliqué aux pains français.
- Ryu, G. H., Neumann, P. E. et Walker, C. E. (1993).** Pasting of wheat flour extrudates containing conventional baking ingredients. *Journal of food science*, 58(3), 567-573.
- Saperstein, H. D., David, P., Preston, K. R. et Dexter, J. E. (2007).** Durum wheat bread-making quality: effects of gluten strength, protein composition, semolina particle size and fermentation time. *Journal of Cereal Science*, 45, 150-161.
- Sarkar, M. A. (2014).** Mouture du blé dur. Institut international du Canada pour le grain : p122 (cgi.ca).

- Scanlon, M. G. et Zghal, M. C. (2001).** Bread properties and crumb structure. *Food Research International*, 34(10), 841-864.
- Sestili, F., Janni, M., Doherty, A., Botticella, E., D'Ovidio, R., Masci, S. et Lafiandra, D. (2010).** Increasing the amylose content of durum wheat through silencing of the SBEIIa genes. *BMC Plant Biology*, 10(1), 144.
- Shehzad, A. (2010).** Rôle du pétrissage de farine de blé sur les propriétés rhéologiques de la pâte et la texture du pain (Doctoral dissertation, Nantes).
- Shelton, D. R. et D'Appolonia, B. L. (1985).** Carbohydrate functionality in the baking process. *Cereal foods world (USA)*.
- Shewry, P. R. et Tatham, A. S. (1990).** The prolamin storage proteins of cereal seeds: structure and evolution. *Biochemical Journal*, 267(1), 1.
- Shewry, P. R., Bradberry, D., Franklin, J. et White, R. P. (1984).** The chromosomal locations and linkage relationships of the structural genes for the prolamin storage proteins (secalins) of rye. *TAG Theoretical and Applied Genetics*, 69(1), 63-69.
- Shewry, P. R. et Halford, N. G. (2002).** Cereal seed storage proteins: structures, properties and role in grain utilization. *Journal of experimental botany*, 53(370), 947-958.
- Shewry, P. R., Napier, J. A. et Tatham, A. S. (1995).** Seed storage proteins: structures and biosynthesis. *The Plant Cell Online*, 7(7), 945-956.
- Shewry, P. R., Halford, N. G. et Lafiandra, D. (2003).** Genetics of wheat gluten proteins. *Advances in genetics*, 49, 111-184.
- Shewry, P. R., Tatham, A. S., Forde, J., Kreis, M. et Miflin, B. J. (1986).** The classification and nomenclature of wheat gluten proteins: a reassessment. *Journal of Cereal Science*, 4(2), 97-106.
- Shittu T. A., Raji A. O. et Sanni L. O. (2007).** Bread from composite cassava-wheat flour: I. Effect of baking time and temperature on some physical properties of bread loaf. *Food Res. Int.* 40:280–290.
- Sindic, M., Massaux, C., Paridaens, A. M., Lenartz, J., Vancutsem, F., Bodson, B. et Sinnaeve, G. (2009).** Valorisation de l'amidon de blé. *Incidences des modalités de culture sur les propriétés techno-fonctionnelles. Les presses agronomiques de Gembloux, Belgium*.
- Singh N. K., Sherpherd K. W. et Cornish B. G. (1991).** Rapid communication: a simplified SDS-PAGE procedure for separating LMW subunits of glutenin. *Journal of Cereal Science* 14, 203-208.
- Singh, A. P. et Bhattacharya, M. (2005).** Development of dynamic modulus and cell opening of dough during baking. *Journal of texture studies*, 36(1), 44-67.
- Singh, S., Gupta, A. K., Gupta, S. K. et Kaur, N. (2010).** Effect of sowing time on protein quality and starch pasting characteristics in wheat (*Triticum aestivum* L.) genotypes grown under irrigated and rain-fed conditions. *Food Chemistry*, 122(3), 559-565.

- Sissons, M.J. (2008).** Role of durum wheat composition on the quality of pasta and bread. *Food*, 2(2), 75-90.
- Sissons, M. J., Soh, H. N. et Turner, M. A. (2007).** Role of gluten and its components in influencing durum wheat dough properties and spaghetti cooking quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87(10), 1874-1885.
- Soh, H. N., Sissons, M. J., et Turner, M. A. (2006).** Effect of starch granule size distribution and elevated amylose content on durum dough rheology and spaghetti cooking quality. *Cereal Chemistry*, 83(5), 513-519.
- Soulaka, A. B. et Morrison, W. R. (1985).** The amylose and lipid contents, dimensions, and gelatinisation characteristics of some wheat starches and their A-and B-granule fractions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 36(8), 709-718.
- Surel, O., Darde, O., Tea, I., Violleau, F. et Kleiber, D. (2006).** Suivi de la solubilisation des protéines par le SDS au cours du pétrissage : comparaison de trois pétrins. *Sciences des Aliments*. 26 (3): 247-258.
- Surget, A. et Barron C. (2005).** Histologie du grain de blé. *Industrie des Céréales*, 145, 3-7.
- Svensson, E. et Eliasson, A. C. (1995).** Crystalline changes in native wheat and potato starches at intermediate water levels during gelatinization. *Carbohydrate Polymers*, 26(3), 171-176.
- Taupier-Létage, B., Viaux, P., Rémésy, C., Abécassis, J., Bar, C., Bonnefoy, M. et Leenhardt, F. (2001).** Maîtrise de la Production de Blé en Agriculture Biologique et des Procédés de Mouture Adaptés à la Fabrication de Farine de Haute Densité Nutritionnelle. *Rapport final Contrat AQS n.*
- Tester R. F. et Morrison, W. R. (1990).** Swelling and gelatinisation of cereal starches. I. Effects of amylopectin, amylose and lipids. *Cereal Chemistry*, 67, 551–557.
- Thomas, D. J. et Atwell, W. (1999).** Practical guides the food industry in starch. *St. Paul: Eagan.*
- Tian, S. J., Rickard, J. E. et Blanshard, J. M. V. (1991).** Physicochemical properties of sweet potato starch. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 57(4), 459-491.
- Torbica, A., Živančev, D., Mastilović, J., Knežević, D. et Bodroža-Solarov, M. (2011).** Impact of changes in climate conditions on the technological quality of wheat. In *Proceedings of 46th Croatian and 6th International Symposium on Agriculture, Opatija, Croatia* (pp. 617-621).
- Trentesaux, E. (1995).** Evaluation de la qualité du blé dur. In *Proceedings of the Seminar on Durum Wheat Quality in the Mediterranean Region* (pp. 53-59). CIHEAM (Centre International de Hautes Etudes Agronomiques Méditerranéennes): Zaragoza, Spain.
- Troccoli, A., Borrelli, G. M., De Vita, P., Fares, C. et Di Fonzo, N. (2000).** Mini review: durum wheat quality: a multidisciplinary concept. *Journal of Cereal Science*, 32(2), 99-113.

Turbin-Orger, A. (2012). Mécanismes d'alvéolation de pâtes à pain en cours de fermentation (Doctoral dissertation, Nantes).

Uthayakumaran, S., Tömösközi, S., Tatham, A. S., Savage, A. W. J., Gianibelli, M. C., Stoddard, F. L. et Bekes, F. (2001). Effects of gliadin fractions on functional properties of wheat dough depending on molecular size and hydrophobicity. *Cereal Chemistry*, 78(2), 138-141.

Uthayakumaran, S., Beasley, H. L., Stoddard, F. L., Keentok, M., Phan-Thien, N., Tanner, R. I. et Bekes, F. (2002). Synergistic and additive effects of three high molecular weight glutenin subunit loci. I. Effects on wheat dough rheology. *Cereal Chemistry*, 79(2), 294-300.

Van Nieuwenhuijzen, N. H., Primo-Martin, C., Meinders, M. B. J., Tromp, R. H., Hamer, R. J. et Van Vliet, T. (2008). Water content or water activity: What rules crispy behavior in bread crust?. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 56(15), 6432-6438.

Vensel, W.H., Tanaka, C.K., Cai, N., Wong, J.H., Buchanan, B.B. et Hurkman, W.J., 2005. Developmental changes in the metabolic protein profiles of wheat endosperm. *Proteomics*, 5, 1594-1611.

Vliet, T. V., Janssen, A. M., Bloksma, A. H. et Walstra, P. (1992). Strain hardening of dough as a requirement for gas retention. *Journal of Texture Studies*, 23(4), 439-460.

Wade, P. (1988). Biscuit, Cookies, and Crackers. Vol. 1. The Principle of the Craft. Elsevier Applied Science: New York.

Wang, C. et Kovacs, M. I. P. (2002). Swelling index of glutenin test. I. Method and comparison with sedimentation, gel-protein, and insoluble glutenin tests. *Cereal chemistry*, 79(2), 183-189.

Whitworth, M. B. et Alava, J. M. (2004). Non-destructive imaging of bread and cake structure during baking. In *Using cereal science and technology for the benefit of consumers: proceedings of the 12th international ICC cereal and bread congress* (Vol. 109, p. 456).

Wieser, H., Bushuk, W. et MacRitchie, F. (2006). The polymeric glutenins. In C. W. Wrigley, F. Bekes, W. Bushuk (Eds.), *Gliadin and glutenin. The unique balance of wheat quality* (pp. 213e240). St. Paul, Minnesota, USA: American Association of Cereal Chemists, Inc.

Williams P.C., El Haramein, F.J., Nakkoul, H. et Rihawi, S. (1988). Crop quality evaluation, methods and guidelines. International Center for Agricultural Research in the Dry Areas. (ICARDA), Aleppo, Syria.

Willis, B. et Okos, M. (2003). Stress and Breakage in Formed Cereal Products Induced by Drying, Tempering, and Cooling. *Food Science and Technology-New York-Marcel Dekker*, 267-310.

Wrigley, C. W. (1996). Giant proteins with flour power. *Nature*, 381(6585), 738.

Wrigley, C. W., Bekes, F. et Bushuk, W. (2006). Gluten: A balance of gliadin and glutenin. Gliadin and glutenin. The unique balance of wheat quality. AACC International Press, St Paul, 3-32.

Wrigley, C., Asenstorfer, R., Batey, I., Cornish, G., Day, L., Mares, D. et Mrva, K. (2009). The biochemical and molecular basis of wheat quality. *Wheat Science and Trade*, 495-520.

Zeleznek, K. J. et Hoseney, R. C. (1986). The role of water in the retrogradation of wheat starch gels and bread crumb. *Cereal Chem*, 63(5), 407-411.

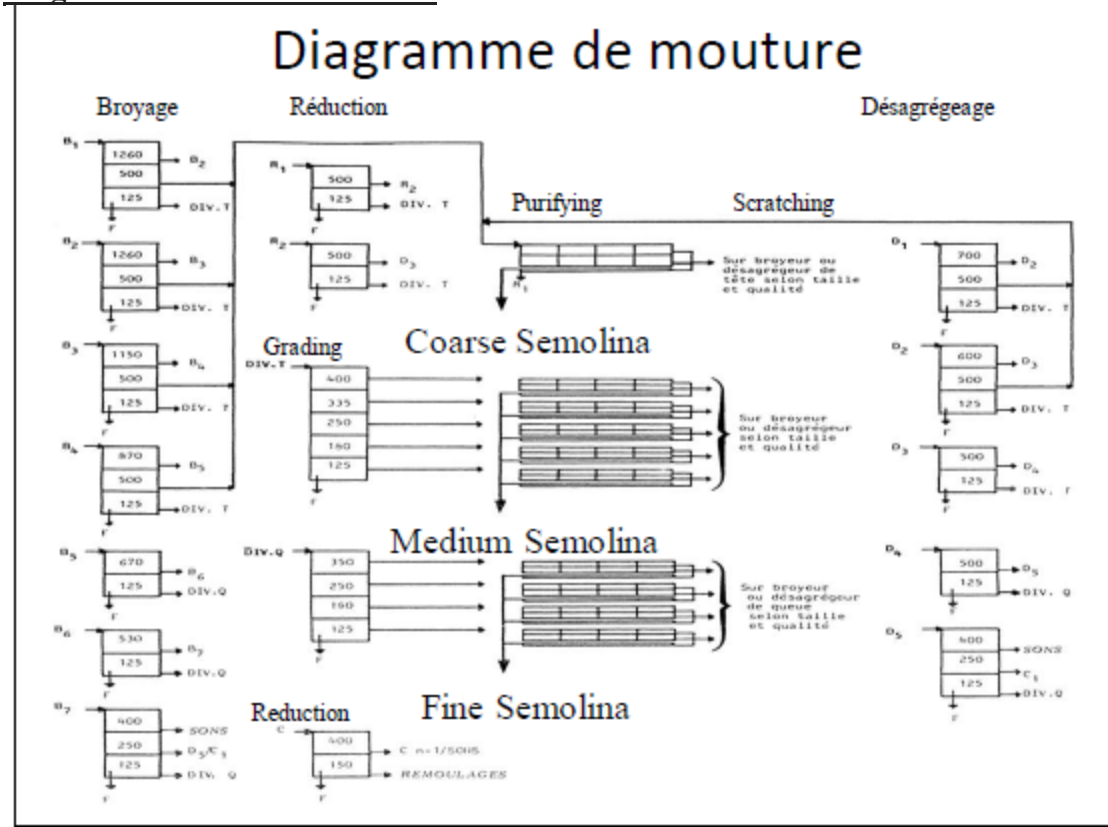
Zeng, M., Morris, C. F., Batey, I. L. et Wrigley, C. W. (1997). Sources of variation for starch gelatinization, pasting, and gelation properties in wheat. *Cereal Chemistry*, 74(1), 63-71.

Zhao, X. C. et Sharp, P. J. (1996). An Improved 1-D SDS-PAGE Method for the Identification of Three Bread Wheat «Waxy» Proteins. *Journal of Cereal Science*, 23(2), 191-193.

Zobel, H. F. (1988). Molecules to granules: a comprehensive starch review. *Starch-Stärke*, 40(2), 44-50.

ANNEXES

Diagramme de mouture blé dur



Pains de blé dur



Mies des pains de blé dur

