HAL open science

Structure alvéolaire des produits céréaliers de cuisson en lien avec les propriétés rhéologiques et thermiques de la pâte : Effet de la composition

Nejla Lassoued

To cite this version:

Nejla Lassoued. Structure alvéolaire des produits céréaliers de cuisson en lien avec les propriétés rhéologiques et thermiques de la pâte : Effet de la composition. Sciences du Vivant [q-bio]. ENSIA (AgroParisTech), 2005. Français. NNT : 2005EIAA0155 . pastel-00003695

HAL Id: pastel-00003695

https://pastel.hal.science/pastel-00003695

Submitted on 17 Jun 2009

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

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

Ecole **N**ationale **S**upérieure des **I**ndustries **A**gricoles et **A**limentaires

THESE

présentée pour obtenir le grade de Docteur

Spécialité : Sciences Alimentaires

par

Nejla LASSOUED – OUALDI

Structure alvéolaire des produits céréaliers de cuisson en lien avec les propriétés rhéologiques et thermiques de la pâte : Effet de la composition

Thèse dirigée par ***Mr. Bernard LAUNAY***

Soutenue publiquement le 2 Décembre 2005, devant le jury composé de :

Mme Karin AUTIO	VTT, Finlande	Rapporteur
M. Christophe LANOS	IUT, Rennes	Rapporteur
M. Mohsen ACHOUR	ESIAT, Tunis	Examinateur
Mme Camille MICHON	ENSIA, Massy	Examinateur
M. Denis LOURDIN	INRA, Nantes	Examinateur
Mme Isabelle GOULLIEUX	CTCPA, Auch	Invité

Remerciements

Tout d'abord un grand merci à Camille Michon qui a suivi la totalité de mon travail. Je la remercie pour l'appui qu'elle m'a accordé, tant sur le plan scientifique que sur le plan humain, pour la patience dont elle a fait preuve en m'orientant logiquement vers un meilleur déroulement de mon travail.

Je remercie Denis Lourdin pour la confiance qu'il m'a accordée en suivant ce travail, pour ses conseils scientifiques et son implication dans mon travail.

Je souhaite également remercier Bernard Launay, pour ses précieux conseils et le suivi de ce travail.

Je remercie Guy Della Valle, initiateur et coordinateur du projet CANAL SALVE, pour ses conseils ainsi que les ouvertures qu'il m'a permis de donner à ce travail.

Je remercie Julien Delarue et Marie Françoise Devaux pour leur suivi respectif de l'étude sensorielle et d'analyse d'image.

C'est avec un grand plaisir que je remercie Hubert Chiron et Anne Laure Reguerre qui ont toujours été là pour répondre à mes questions techniques, et dieu seul sait combien j'en ai eu ! Je les remercie de leurs conseils, de leur disponibilité et de leur qualité humaine.

Je remercie Sylvie Davidou et Sandrine Tarea, collegues et amies, pour leur gentillesse et le temps qu'elles ont consacré à lire mon manuscrit.

Je remercie le CTCPA, qui a été l'organisme support financier de ce travail de thèse, à travers Jérôme Clément et Isabelle Goullieux, qui ont suivi successivement mon travail.

Je tiens à remercier vivement les GMP et DSM Bakery, respectivement en la personne d'Arnaud Coisnon et Fabien Faisy, qui ont toujours répondu positivement à mes demandes et pour m'avoir accueilli dans leurs locaux.

Bien évidemment je remercie les doctorants et les post-doctorant du projet CANAL SALVE qui comptent aujourd'hui parmi mes amis : Perrine, Catriona, Muriel et Jérôme.

Je ne pourrais finir ces remerciements sans penser à tous mes amis et collègues qui ont enrichi ce travail au sein des deux laboratoires d'une dimension humaine inestimable : Margouillat, Speedy, Mikeline, Imen, Picatchu, Maurice, Ali, Brigitte, Anne Marie, Perla, Gérard, Vatou, Hélène, Laurent, Roselyne, Fanny, Paula, thibaud, Aurélien, Grégoire, Nader, Dany et je suis sûre que j'en ai oublié beaucoup !!

Je dédie ce travail à mes parents, mes frère et sœurs, ma belle mère ainsi qu'à mon mari, sans qui beaucoup de choses notamment ce travail, ne seraient pas ce qu'elles sont aujourd'hui. Du fond du cœur MERCI !

SOMMAIRE

Liste des abréviations 1

Introduction 4

Etude bibliographique 7

Chapitre 1 Composition des produits de panification 9

Chapitre 2 Fabrication des produits de panification : processus et rhéologie 16

Chapitre 3 Caractérisation des produits de panification 36

Objectifs 56

Matériel et Méthodes 58

Chapitre 1 Matériel 59

Chapitre 2 Caractérisation de la pâte en sortie pétrissage 63

Chapitre 3 Evolution des propriétés physiques au cours du processus de fabrication 68

Chapitre 4 Caractérisation des produits de cuisson 74

Résultats et Discussion 83

Chapitre 1 Définition du domaine de composition des produits de cuisson 84

Chapitre 2 Propriétés des pâtes céréalières après pétrissage 88

Chapitre 3 Evolution des propriétés de la pâte au cours de la cuisson 102

Chapitre 4 Caractérisation des produits de cuisson : Instrumental / Sensoriel 113

Discussion générale 130

Conclusion & Perspectives 140

Références bibliographiques 145

Annexes 158

SOMMAIRE

Liste des abréviations 1

Introduction 4

Etude bibliographique 7

Chapitre 1 Composition des produits de panification 9

I. LA FARINE DE BLE 9
I.1. Les protéines 9
I.2. L'amidon 11
I.2.a. Molécules constitutives du grain d'amidon 11
I.2.b. Organisation du grain d'amidon 11
I.3. Les lipides 13
I.4. Les polysaccharides non amylacés 13
II. INGREDIENTS MINORITAIRES 14

Chapitre 2 Fabrication des produits de panification : processus et rhéologie 16

I. ELABORATION DE LA PATE PAR TRAITEMENT MECANIQUE 16
I.1. Structuration de la pâte par pétrissage 16
I.2. Rôle des ingrédients dans la structuration de la pâte 18
I.2.a. Rôle de l'eau 18
I.2.b. Rôle des protéines de la farine 18
I.2.c. Rôle de la matière grasse 19
II. LA FERMENTATION 20
II.1. Mécanismes de la fermentation 20
II.2. Phase gazeuse 20
II.3. Instabilités physiques 21
II.4. Stabilité de la phase gazeuse 22
II.4.a. Existence d'un film interfacial 22
II.4.b. Rôle des constituants de la pâte dans la stabilisation de la phase gazeuse 22
II.4.c. Rôle des propriétés rhéologiques dans la stabilisation de la phase gazeuse 24
III. LA CUISSON 25
III.1. L'expansion au four 25
III.1.a. Mécanismes d'expansion 25
III.1.b. Facteurs influençant l'expansion au four 26
III.2. La transition pâte/mie 28
III.2.a. Transformation hydrothermique de l'amidon: la gélatinisation 28
III.2.b. Transformation hydrothermique des protéines 31
III.3. Facteurs influençant la stabilité de la phase gazeuse au cours de la cuisson 33
IV. SYNTHESE 35

Chapitre 3 Caractérisation des produits de panification 36

I. RHEOLOGIE DES PATES CEREALIERES 36
I.1. Propriétés viscoélastiques..... 37
I.2. Propriétés rhéologiques en extension biaxiale : compression en conditions lubrifiées 40
II. METHODES D'ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE DE LA PATE..... 44
II.1. Microscopie électronique..... 44
II.2. Microscopie optique..... 45
II.2.a. Microscopie en lumière directe et microscopie en contraste de phase 45
II.2.b. Microscopie confocale à balayage laser..... 46
III. PROPRIETES MECANIQUES DES PRODUITS DE PANIFICATION..... 47
IV. CARACTERISATION DE LA STRUCTURE ALVEOLAIRE : 49
Analyse d'image..... 49
V. MESURES SENSORIELLES SUR LES PRODUITS DE PANIFICATION 51
V.1. Les tests de différence..... 51
V.2. Les mesures descriptives 52
V.2.a. Le profil classique (type QDA)..... 52
V.2.b. Les techniques de profil libre..... 53
VI. CORRELATIONS SENSORIEL - INSTRUMENTAL 54

Objectifs 56

Matériel et Méthodes 58

Chapitre 1 Matériel..... 59

I. MATIERE PREMIERE 59
II. FABRICATION DES ECHANTILLONS DE L'ETUDE 60
III. FABRICATION DES ECHANTILLONS POUR LA MICROSCOPIE CONFOCALE 61
IV. FABRICATION DES ECHANTILLONS POUR L'ETUDE SENSORIELLE 62

Chapitre 2 Caractérisation de la pâte en sortie pétrissage..... 63

I. LA MICROSCOPIE CONFOCALE A BALAYAGE LASER 63
I.1. Principe..... 63
I.2. Marquage des protéines du gluten..... 64
I.3. Marquage des lipides..... 64
I.4. Mode opératoire 65
II. COMPRESSION EN CONDITIONS LUBRIFIEES 65
II.1. Principe 65
II.2. La lubrification..... 65
II.3. Mode opératoire 66
II.4. Traitement des résultats 67

Chapitre 3 Evolution des propriétés physiques au cours du processus de fabrication 68

I. LA FERMENTATION : suivi au Rhéofermentomètre Chopin 68
I.1. Principe 68
I.2. Mode opératoire 68
I.3. Traitement des données 69
II. TRANSITIONS THERMIQUES 70
II.1. Analyse enthalpique différentielle 70
II.1.a. principe 70
II.1.b. Mode opératoire 71
II.1.c. Traitement des données 71
II.2. Analyse thermo-mécanique dynamique 72
II.2.a. principe 72
II.2.b. Mode opératoire 72
II.3. Thermo-microscopie 73
II.3.a. principe 73
II.3.b. Mode opératoire 73

Chapitre 4 Caractérisation des produits de cuisson 74

I. PROPRIETES MECANIQUES DE LA MIE 74
I.1. Compression / relaxation de la mie 74
I.1.a. principe 74
I.1.b. Mode opératoire 74
I.2. Caractérisation des propriétés mécaniques des parois 75
I.2.a. principe 75
I.2.b. Mode opératoire 75
II. ANALYSE DE TEXTURE 75
II.1. Principe 75
II.2. La morphologie mathématique 75
II.3. Mode opératoire 76
II.4. Traitement des images 76
II.5. Classification des courbes par Analyse en Composantes Principales 78
III. ANALYSE SENSORIELLE : Profil Flash 79
III.1. Principe 79
III.2. Mode opératoire 79
III.3. Traitement des résultats du Profil Flash : Analyse Procustéenne généralisée (APG) 80
III.4. Classification et groupement des descripteurs : Classification Ascendante Hiérarchique (CAH) 81
III.5. Etude des liens sensoriel/instrumental : Analyse Factorielle Multiple (AFM) 82

Résultats et Discussion 83

Chapitre 1 Définition du domaine de composition des produits de cuisson 84

I. EXPLORATION D'UN DOMAINE DE COMPOSITION ETENDU 84
II. DELIMITATION DU DOMAINE DE L'ETUDE 85
III. CHOIX DES FORMULES POUR L'ETUDE DE L'INFLUENCE DES INGREDIENTS 87

Chapitre 2 Propriétés des pâtes céréalières après pétrissage 88

I. MICROSTRUCTURE DE LA PATE 88
II. PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES PATES EN EXTENSION BIAXIALE 91
II.1. Préparation des échantillons 91
II.2. Suivi de la viscosité apparente 92
II.3. Suivi du caractère rhéodurcissant 94
II.4. Conclusion 96
III. SUIVI DE LA FERMENTATION 97
III.1. Suivi du dégagement gazeux 97
III.2. Evaluation de la déformation de la pâte 98
IV. DISCUSSION 99

Chapitre 3 Evolution des propriétés de la pâte au cours de la cuisson 102

I. SUIVI DES CARACTERISTIQUES MACROSCOPIQUES 102
II. TRANSITIONS THERMIQUES 104
II.1. Analyse enthalpique différentielle 104
II.2. Analyse thermo-mécanique dynamique 107
III. DISCUSSION 110

Chapitre 4 Caractérisation des produits de cuisson : Instrumental / Sensoriel 113

I. INTRODUCTION 113
II. CARACTERISATION DES PRODUITS DE CUISSON 113
II.1. Caractérisation des structures alvéolaires des mies : Analyse d'images 114
II.1.a. Etude préliminaire 114
II.1.b. Caractérisation de la structure alvéolaire 117
II.2. Caractérisation des propriétés mécaniques de la mie 118
II.3. Caractérisation des propriétés mécaniques des parois alvéolaires 119
II.4. Discussion 120
III. CORRELATIONS INSTRUMENTAL SENSORIEL 122
III.1. Espace produit 122
III.2. Caractérisation instrumentale 123
III.2.a. Propriétés mécaniques de la mie 123
III.2.b. Caractérisation de la structure alvéolaire 124
III.3. Caractérisation sensorielle : Profil Flash 125
III.3.a. Déroulement du test 125
III.3.b. Les descripteurs sensoriels 125
III.3.c. Analyse de la carte consensuelle 126
III.4. Les relations instrumental / sensoriel 128

Discussion générale 130

I. INTRODUCTION..... 130
II. CORRELATIONS ENTRE LES PARAMETRES DES DIFFERENTES ETAPES DU PROCEDE DE FABRICATION 132
II.1. Corrélations paramètres « pâte crue » - paramètres « cuisson »..... 132
II.2. Corrélations paramètres « pâte crue » - paramètres « produit fini »..... 133
II.3. Corrélations paramètres « cuisson » - paramètres « produit fini » 134
III. INFLUENCE DES TENEURS DES INGREDIENTS SUR LES PARAMETRES DE CARACTERISATION DU PRODUIT 136

Conclusion & Perspectives..... 140

Références bibliographiques 145

Annexes..... 158

Liste des abréviations

Partie 1 : Bibliographie

AGL : Acides gras libres
DAG : Diacylglycérol
DP : Degré de Polymérisation
FPM : Faible Poids Moléculaire
G : Pic de gélatinisation
GL : Glycolipides
HPM : Haut Poids Moléculaire
MAG : Monoacylglycérol
m_0 : Indice d'écoulement de la pâte
M1 : Pic de fusion des zones cristallines de l'amidon
M2 : Pic de fusion des complexes amylose-lipides
PL : Phospholipides
TAG : Triacylglycérol
T_{M1} : Température du pic de fusion
QDA : *Quantitative Descriptive Analysis*
UB : Unité Brabender
ν : Fraction volumique d'eau
δ : Déphasage de la contrainte par rapport à la déformation
ε ε^* ε_0 : Déformation, déformation complexe et amplitude maximum de la déformation uniaxiale
γ γ^* γ_0 : Déformation, déformation complexe et amplitude maximum de la déformation en cisaillement
σ σ^* σ_0 : Contrainte, contrainte complexe et contrainte maximum
G* E* : Module complexe
G' E' : Module conservatif
G'' E'' : Module dissipatif
ω : Pulsation
$\tan\delta$: Tangente de l'angle de perte
ε_b : Déformation biaxiale selon Hencky
$\acute{\varepsilon}_b$: Vitesse de déformation biaxiale
η_b : La viscosité apparente
n : Indice de comportement (selon la loi en puissance)
m m' : Indice de rhéodurcissement
E : Module d'Young apparent
Es : Module du matériau dense
ρ ρ_s : Masse volumique de la mie
ρ_s : Masse volumique du matériau dense
σ_c : Contrainte critique

Partie 2 : Matériel et Méthodes

ACP : Analyse en Composantes Principales
AED : Analyse Enthalpique Différentielle
AGP : Analyse Procustéenne Généralisée
AFM : Analyse factorielle multiple
CAH : Classification Ascendante Hiérarchique
CCL : Compression en Conditions Lubrifiées
DMTA: *Dynamic and Mechanical Thermal Analyzer*
MCBL : La Microscopie Confocale à Balayage Laser
RC : Rhéofermentomètre Chopin
h h_0 : Hauteur et hauteur initiale du cylindre de pâte en cours de fermentation
L L_0 : Hauteur et hauteur initiale de l'échantillon de pâte en cours de compression
T_e : La température de l'eau
T_f : La température de la farine
T_p : La température de la pièce de travail
T_1 T_2 : Températures caractéristiques de la gélatinisation de l'amidon (AED)
T_3 T_4 : Températures caractéristiques de la fusion des cristaux d'amidon (AED)
$t_{rupture}$: Temps de séparation des deux courbes de dégagement gazeux
R R_0 : Rayon et rayon initial de l'échantillon de pâte
V_{CO2} : Vitesse initiale de dégagement de CO_2
V_{90} : Volume de la pâte en fin de fermentation (90 min)
V V_0 : Volume et volume initial de la pâte en cours de fermentation
δ δ_0 : Epaisseur et épaisseur initiale de la couche de lubrifiant
$\eta\eta_L$: La viscosité apparente et la viscosité du lubrifiant
$\rho_{non\ aérée}$: Masse volumique de la pâte non aérée
ρ_i : Masse volumique de l'ingrédient i
ci : Fraction massique de l'ingrédient i

Partie 3 : Résultat et discussion

A : Amidon
ACP : Analyse en Composantes Principales
AED : Analyse Enthalpique Différentielle
AGP : Analyse Procustéenne Généralisée
AFM : Analyse factorielle multiple
BG : Bulles gazeuses
C : Consistance Brabender de la pâte
CAH : Classification Ascendante Hiérarchique
CCL : Compression en Conditions Lubrifiées
Cp1 : Coefficient sur l'axe principal 1 de l'ACP d'analyse dimage
Cp2 : Coefficient sur l'axe principal 2 de l'ACP d'analyse dimage
DMTA: *Dynamic and Mechanical Thermal Analyzer*
E (MF): Teneur en eau
Eau mie : Teneur en eau de la mie du produit fini
E_{app} : Module d'Young apparent de la mie
E' T_b : Module conservatif à la température du pic Tb (DMTA)
$\tan\delta$ T_b : Valeur de $\tan\delta$ à la température du pic Tb (DMTA)
E'_{parois} : Module élastique des parois alvéolaire densifiées à une fréquence de 2 Hz

H (MF): Teneur en huile de colza
MCBL : La Microscopie Confocale à Balayage Laser
MF : Matière farine humide
MH : Matière hydrophile totale
MS : Matière sèche totale
MT : Matière totale
RC : Rhéofermentomètre Chopin
S (MF): Teneur en saccharose
T_1 T_2 T_3 T_4 : Températures caractéristiques AED
T_a T_b T_c : Températures caractéristiques DMTA
UB : Unité Brabender
levée : hauteur maximale en cours de cuisson / hauteur initiale du produit
gain : hauteur finale en fin de cuisson / hauteur initiale du produit
n : Indice de comportement de la pâte issu de la loi en puissance
η_i : Viscosité de la pâte au début du test de compression
η_{90} : Viscosité de la pâte en fin de fermentation
m_i : Indice de rhéodurcissement au début du test de compression
m_{90} : Indice de rhéodurcissement en fin de fermentation
ε_b : Déformation biaxiale selon Hencky
$\acute{\varepsilon}_b$: Vitesse de déformation biaxiale
ε_{lim} : Déformation au dessous de laquelle $m > 2$
σ : La contrainte
ρ : Masse volumique du produit fini
pente m : Pente à l'origine de la courbe $m = f(\varepsilon_b)$
Vit CO_2 : Vitesse initiale de dégagement de CO_2
Vol $_{90}$: Volume de la pâte en fin de fermentation
V_{eau} : Volume d'eau utilisé par la fusion de 100 g d'amidon
V_{amidon} : Volume d'amidon dans la pâte
M_{amidon}: Masse de l'amidon dans 100 g de pâte
D_{amidon} : Densité de l'amidon (1,45)
P : Pourcentage d'eau utilisé par l'amidon par rapport à l'eau présente

INTRODUCTION

Introduction

La technologie céréalière a toujours occupé une place importante dans l'histoire de l'industrie alimentaire. Malgré la chute importante de la consommation des produits céréaliers de cuisson dans les pays développés, observée au XXème siècle, ils restent très largement consommés dans le monde entier. Toutefois, de l'aliment de première nécessité, les produits céréaliers ont évolué vers un statut d'aliment plaisir intégré aux repas (Roussel et Chiron, 2002). On observe ainsi une tendance à la diversification, avec comme objectif un maintien des parts de marché de ce secteur face à la concurrence des autres produits alimentaires. C'est grâce à des innovations bien orientées et maîtrisées que les producteurs cherchent à fabriquer des produits qui répondent à l'attente des consommateurs, c'est à dire des produits présentant un bon attrait gustatif et de texture, ainsi que de bonnes qualités nutritionnelle et d'usage (Nicolas, 1994). Dans cette quête de diversification, la propriété d'aération paraît très importante. Elle influence largement les propriétés sensorielles du produit fini et donc le choix du consommateur. Cet enjeu ne se réduit pas seulement à la quantité d'air contenue dans le produit. La distribution, l'uniformité et la taille des alvéoles de la mie y participent pour une grande partie. L'aspect visuel de la mie compterait pour 20% dans le jugement et le choix des consommateurs (Pyler, 1988).

Cette caractéristique d'aération permet de regrouper beaucoup de produits céréaliers aux textures très diverses sous la dénomination de mousses solides céréalières. En effet, les mousses se présentent sous la forme d'une dispersion de bulles de gaz dans une phase continue. Elles peuvent être déformables, comme c'est le cas pour la mie de pain, la génoise et bon nombre des produits de viennoiserie-pâtisserie, ou bien rigides et cassantes comme pour les biscuits et les extrudés. La taille et la distribution des bulles dans les mousses céréalières sont multifactoriels et varient beaucoup en fonction de nombreux paramètres liés à la formulation et au procédé de fabrication. La complexité des mécanismes mis en jeu lors de l'établissement de la structure alvéolaire en rend difficile la totale maîtrise. Cette difficulté se traduit, au niveau des industries de ce domaine par une demande d'outils d'aide à la décision. Ils serviraient d'abord à une meilleure compréhension du processus et ensuite à un support d'aide pour des innovations ciblées.

C'est en partie pour répondre à cette problématique que le projet CANAL (**C**onception **A**ssistée de **N**ouveaux **AL**iments) SALVE (**S**olides **ALVE**olaires) a été lancé. Ce projet regroupe plusieurs laboratoires de recherche publique (INRA Nantes et Bordeaux, CEMAGREF Rennes, INP Grenoble, ENSM Paris, ENSIA Massy) et un nombre important de partenaires industriels et a été coordonné par Guy Della Valle (INRA Nantes). La coopération de ces différents participants aux compétences variées et complémentaires a permis l'enrichissement de ce travail pluridisciplinaire grâce à des échanges actifs. Ce travail de thèse, dont le CTCPA (Centre Technique de Conservation des Produits Agricoles) est l'organisme support, (bourse CIFRE) a été effectué dans ce contexte, en temps partagé au Laboratoire de Biophysique des Matériaux Alimentaires (LBMA) de l'ENSIA de Massy (UMR SCALE) et à l'Unité Biopolymères, Interactions et Assemblages (BIA) de l'INRA de Nantes.

L'objectif du projet CANAL SALVE est de mettre au point un ensemble d'outils d'aide à la décision (méthodes, modèles, bases de connaissance) pour la conception et l'innovation de produits alimentaires à structure alvéolaire. L'exemple des produits céréaliers alvéolaires déformables et plus particulièrement le produit modèle « pain de mie enrichi » composé de farine, d'eau, de sel, de saccharose, d'huile de colza et de levure, a été adopté par les partenaires de ce projet. La complémentarité du projet d'ensemble a été assurée par la répartition du programme entre trois thèses et deux post-doctorants. Le présent travail avait pour objectif de participer à la définition de ces outils d'aide à la décision et à l'innovation par l'intégration des variables de procédé et de formulation dans les mécanismes d'établissement de la structure alvéolaire et à l'étude de leur impact sur les propriétés d'usage du produit, notamment les propriétés sensorielles. Le premier des deux autres travaux de thèse s'intéresse à la caractérisation quantitative de la structure alvéolaire de mousses alimentaires solides, d'une part, pour établir les relations entre la structure et les propriétés mécaniques et d'autre part pour comprendre l'établissement de la structure en fonction des variables qui gouvernent leur élaboration (Babin, 2005). Le second travail consiste en une étude de la cuisson d'un produit céréalier alvéolaire en cours de cuisson par un suivi local et dynamique par IRM, et l'élaboration d'un modèle de transfert de chaleur et de matière (Wagner, 2005). La modélisation numérique de l'expansion est assurée par le premier post-doctorant (Bikard *et al.*, 2003). Le second post-doctorant réalise actuellement la synthèse de ces différents apports par une démarche d'assemblage de connaissances (Raboutet *et al.*, 2005).

Le plan général de ce manuscrit se déroule en trois parties. La première d'entre elles concerne l'état de l'art dans le domaine des produits céréaliers de cuisson, et plus spécifiquement, les produits de panification. Après un aperçu des différentes compositions du domaine, le diagramme de fabrication avec les incidences physiques, thermiques et rhéologiques, lors des différentes étapes (pétrissage, fermentation, cuisson) sera détaillé. Un dernier chapitre permettra de faire le point sur les méthodes de caractérisation utilisées en littérature concernant ce type de produits lors des différentes étapes de sa fabrication. Ce dernier chapitre servira notamment aux choix des méthodes de caractérisation pertinentes utilisées dans cette étude et présentées en second partie de ce manuscrit. La dernière partie, s'articule autour de cinq chapitres. Le premier permet de définir le domaine de l'étude. Les trois chapitres qui suivent servent à déterminer les paramètres de caractérisation du produit aux différents stades de sa fabrication, respectivement, pâte, transition thermique et produit fini. Le dernier chapitre fait office d'une discussion générale sur la base des corrélations possibles entre l'ensemble des paramètres déterminés dans les trois chapitres précédents.

PARTIE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Composition des produits de panification P 9

Fabrication des produits de panification P16

Caractérisation des produits de panification P36

Etude bibliographique

Les produits céréaliers de cuisson à structure alvéolaire

Les produits céréaliers alvéolaires déformables regroupent les produits de boulangerie et de pâtisserie (Tableau 1) avec une formule de base comportant de la farine, de l'eau, du sel et un agent levant.

- La formule des produits de panification s'écarte peu de la formule de base avec l'emploi exclusif de levures biologiques. Elle comporte peu ou pas d'éléments gras et/ou sucrés et d'œufs. Cette famille de produits comporte plusieurs classes : pains et viennoiseries, biscottes, brioches, navettes… (Kiger et Kiger, 1968).
- Pour les produits de pâtisserie (génoise, madeleine…), certaines contraintes telles qu'une durée de conservation plus importante et une densité faible (< 0,2 g/cm^3) ont entraîné une diversification des formules avec l'ajout d'autres ingrédients, en particulier de la matière grasse et des agents émulsifiants. Par ailleurs, l'utilisation d'agents levants s'est avérée nécessaire dans le cas des formules à apport énergétique réduit comme celles comportant moins d'œufs (Davies, 1986).

Tableau 1 Ingrédients utilisés pour la fabrication des produits de pâtisserie et de boulangerie, teneurs exprimées / 100g de farine (D'après Kiger et Kiger, 1968)

Formule de base	Farine + eau + sel + agent levant	
Produits de panification	Formule de base	Farine (relativement riche en gluten) Levure (*Saccharomyces Cerevisiae*), ferments lactiques
	+	
	Selon le type de pain, les ingrédients rajoutés : matière grasse (0 à 6%), sucre de fine granulation (0 à 10%), émulsifiants (0,05 %)	
Produits de pâtisserie	Formule de base	Farine, généralement de blé tendre Poudre levante
	+	
	sucre en grande quantité (16 à 25%), matière grasse (10 à 18%), œufs (entiers ou jaunes et blancs d'œufs séparés), lait mais très rarement (2 à 5%), émulsifiants, additifs aromatiques	

Une autre différence très importante entre les produits de panification et les produits de pâtisserie réside dans le «travail» mécanique des pâtes, responsable de la phase d'incorporation d'air, qui se fait par pétrissage pour les produits panifiés et par battage pour les produits de pâtisserie. La différence entre les deux modes d'incorporation d'air résulte du caractère plus au moins liquide de la pâte. En effet, les pâtes destinées à la fabrication des produits de panification sont plus consistantes que celles destinées aux produits de pâtisserie. C'est la quantité de farine utilisée selon que le produit est de panification ou de pâtisserie qui est à l'origine de cette différence de comportement entre les pâtes. Pour les produits de pâtisserie, la farine constitue moins de 20% de la masse totale des ingrédients alors que pour les produits de panification, elle constitue plus de 40%, jouant ainsi un rôle primordial dans la structuration de la pâte.

Ce travail porte sur les produits de panification avec comme produit modèle le « pain de mie enrichi » (farine, eau, sel, saccharose, huile de colza, levure fraîche). Le premier point de la partie bibliographique concerne la composition des produits de panification. Le processus de fabrication est ensuite abordé d'un point de vue technologique et rhéologique. Enfin, un bilan des moyens mis en œuvre dans les travaux publiés pour caractériser les propriétés rhéologiques et la structure des pâtes ainsi que les propriétés mécaniques et la structure des produits finis, est établi.

Chapitre 1 Composition des produits de panification

Au cours du processus de fabrication des produits de panification, les différents constituants interagissent pour former une matrice continue contenant une dispersion de fines cellules gazeuses : la pâte. L'eau est essentielle à l'hydratation des différents constituants, notamment la farine, et à la formation de cette pâte. L'ensemble des ingrédients utilisés participe ensuite à l'établissement de cette organisation.

I. LA FARINE DE BLE

La farine de blé est l'ingrédient de base des produits de panification. Outre l'abondance de cette céréale, son utilisation très répandue est liée à la capacité de la pâte à retenir le gaz permettant, ainsi, son expansion lors de la cuisson (Gan *et al.,* 1995). La farine est un composé complexe (Tableau 2) comportant différents constituants (protéines, lipides, sucres…) qui jouent un rôle direct ou indirect dans la structuration et l'aération de la pâte.

Tableau 2 Composition de la farine de blé (D'après Atwell, 2001)

Constituants	% matière sèche de la farine
Eau	14
Protéines	7 - 15
Amidon	63 - 72
Polysaccharides non amylacés	4,5 - 5
Lipides	1 - 2

I.1. Les protéines

La teneur en protéines des farines de blé varie de 7 à 15% (% exprimés par rapport la matière sèche de la farine). Elle est fonction de la teneur en protéines des blés mis en mouture, de la répartition de celles-ci dans le grain et du taux d'extraction de la farine par rapport au grain (Grandvoinnet et Pratx, 1994). On distingue deux types de protéines : les protéines de structure (albumines et globulines) et les protéines de réserve (gliadines et gluténines réunies sous l'appellation prolamines). La classification d'Osborne (1907) a été adoptée pour différencier les protéines. Elle est basée sur leur solubilité relative (figure 1a) :

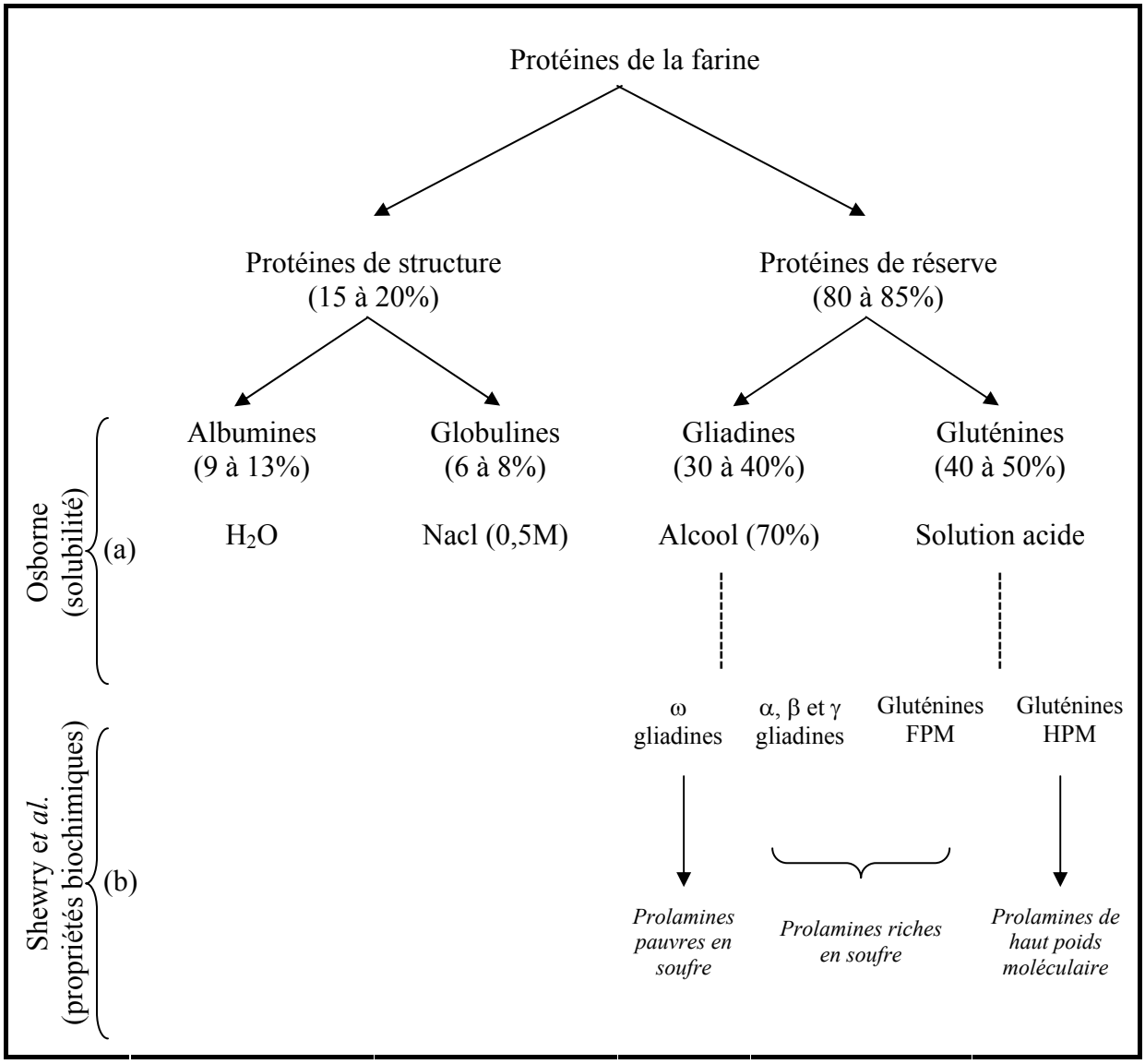


Figure 1 Classifications des protéines de la farine proposées par (a) Osborne (1907) et (b) Shewry *et al.* (1986) (Adapté d'Osborne, 1907 et Shewry *et al*., 1986).

Légende :

FPM : Faible Poids Moléculaire

HPM : Haut Poids Moléculaire

- **Les albumines** (9 à 13% des protéines) solubles dans les solutions salines et qui restent solubles en cas de dialyse contre de l'eau.
- **Les globulines** (6 à 8% des protéines) solubles dans les solutions salines qui précipitent en cas de dialyse contre de l'eau.
- **Les gliadines** (30 à 40% des protéines) solubles dans les solutions aqueuses à teneur élevée en éthanol (60 à 70%).
- **Les gluténines** (40 à 50% des protéines) solubles dans les solutions aqueuses d'acide acétique ou alcalines diluées.

Les gliadines et les gluténines forment le réseau de gluten dont le comportement affecte considérablement les propriétés rhéologiques des pâtes (cf. chapitre 2 § I.2.b) (Bloksma, 1990b). Outre les différences fonctionnelles notables entre les gliadines et les gluténines, des différences biochimiques ont permis à Shewry *et al.* (1986) d'affiner cette classification. En effet, dans la famille des prolamines, on distingue les prolamines riches en soufre, les prolamines pauvres en soufre et les prolamines de haut poids moléculaire (figure 1b).

- **Les gliadines** sont des protéines monomériques associées par des liaisons hydrogène et des interactions hydrophobes. Elles ont un poids moléculaire compris entre 30 et 80 kDa. Par électrophorèse, on différencie 4 types de gliadines qui se répartissent en 2 groupes :
  - Les gliadines ω (40 à 80 kDa) caractérisées par la présence d'une grande proportion de glutamine, de proline et des résidus de phénylalanine mais peu ou pas d'aminoacides soufrés : ce sont les prolamines pauvres en soufre.
  - Les gliadines α, β et γ (30 à 40 kDa), qui, au contraire, comportent beaucoup de composés soufrés : cystéine et méthionine (2 à 3 % mol). Elles appartiennent ainsi au groupe des prolamines riches en soufre.
- **Les gluténines** sont des agrégats de monomères de haut poids moléculaire, liés par des liaisons hydrogène, des interactions hydrophobes et des ponts disulfures intermoléculaires. La réduction de ces derniers libère deux types de monomères :
  - Les gluténines de faible poids moléculaire qui ont des compositions en aminoacides similaires au groupe des α, β et γ gliadines, ce qui justifie leur appartenance au groupe des prolamines riches en soufre, mais avec un poids moléculaire plus important (> 40 kDa).
  - Les gluténines de haut poids moléculaire qui se distinguent par une concentration importante en glycine et faible en proline. Elles atteignent des poids moléculaires supérieurs à 100 kDa et forment le groupe des prolamines de haut poids moléculaire.

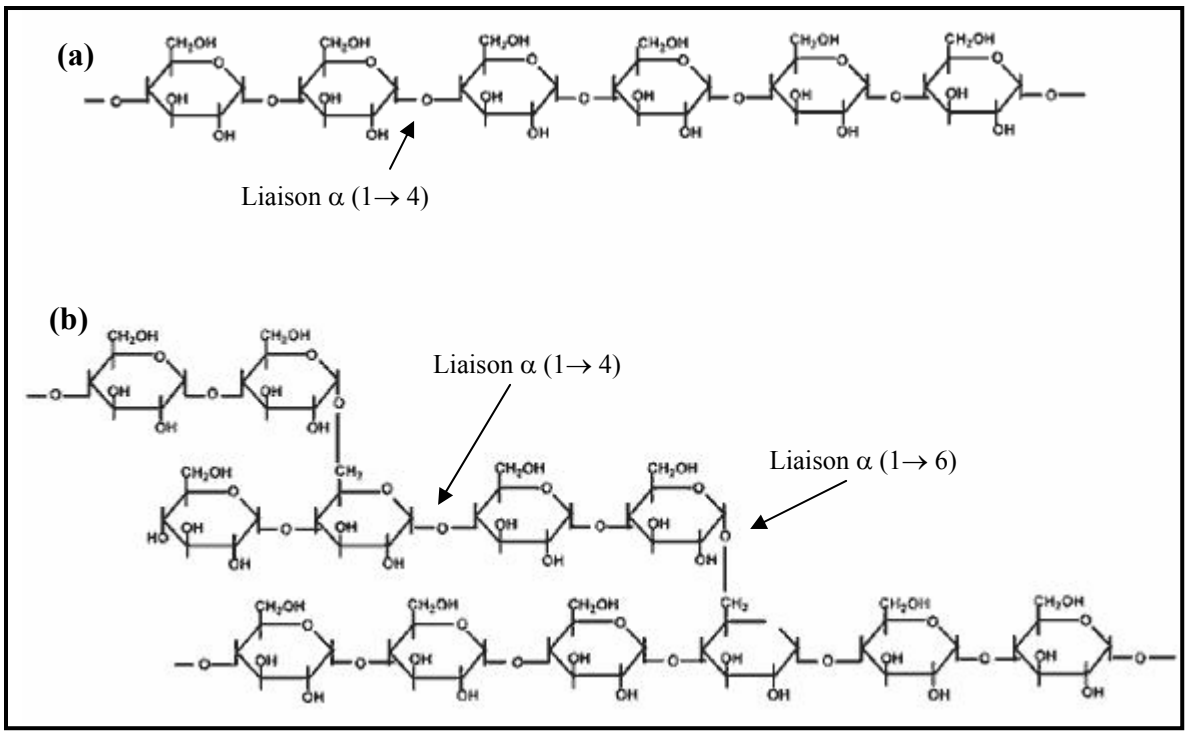


Figure 2 Structures chimiques de (a) l'amylose et (b) l'amylopectine.

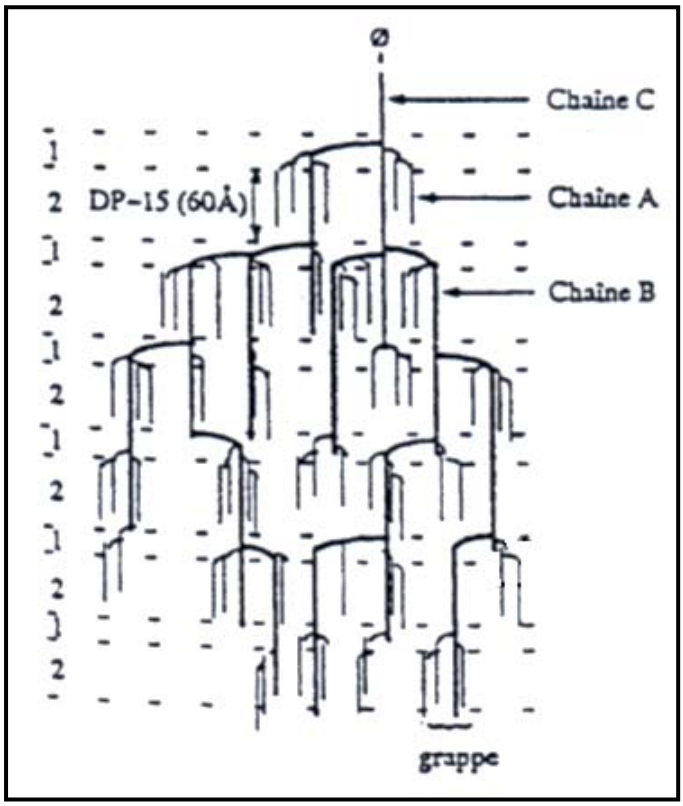


Figure 3 Représentation en grappe de la molécule d'amylopectine (Buléon *et al.*, 1990).

Légende :

DP : degré de polymérisation

I.2. L'amidon

L'amidon est le glucide de réserve majeur des plantes supérieures. Après extraction, il se présente sous la forme d'une poudre blanche insoluble dans l'eau à température ambiante.

I.2.a. Molécules constitutives du grain d'amidon

Les grains d'amidon de blé sont constitués à 98 % de la fraction glucidique (amidon), les 2% restants comportent un certain nombre de constituants mineurs (protéines, lipides, minéraux). La fraction glucidique est constituée de 2 types de chaînes polyosidiques formées d'unités α-D-glucose (Banks et Greenwood, 1975) :

- **l'amylose** (26 % de la fraction glucidique) est un polymère essentiellement linéaire pour lequel les unités D-glucose sont liées par des liaisons $\alpha(1\rightarrow 4)$ (figure 2a). Une faible quantité de liaisons de type $\alpha(1\rightarrow 6)$ est présente d'autant plus que la masse moléculaire est élevée. L'amylose natif contient en moyenne 500 à 6000 unités glucosyl, réparties en plusieurs chaînes (1 à 20) avec un degré de polymérisation (DP) moyen de 500. Le poids moléculaire est de l'ordre de 10^6.
- **l'amylopectine** est le principal constituant glucidique de l'amidon de blé normal avec une fraction de 74 %. Il s'agit d'une molécule ramifiée pour laquelle des liaisons $\alpha(1\rightarrow 4)$ relient les unités D-glucose formant la chaîne principale et des liaisons $\alpha(1\rightarrow 6)$ assurent les liaisons avec les ramifications (figure 2b). L'amylopectine est représentée par un ensemble de grappes de chaînes courtes de DP 15 à 20, reliées entre elles par des chaînes plus longues de DP entre 40 et 45 (figure 3). C'est un des polyosides les plus volumineux avec une masse moléculaire moyenne de 10^8 Da.

A noter : Au-delà de cette classification, il existe également un **matériel intermédiaire** dans l'amidon de blé, qui possède une structure intermédiaire entre celle de l'amylose et celle de l'amylopectine.

I.2.b. Organisation du grain d'amidon

- **Organisation granulaire** : à l'état natif, les molécules d'amylose et d'amylopectine sont disposées au niveau d'entités granulaires semi-cristallines. Il s'agit des grains d'amidon dont la taille (1-100µm), la morphologie (sphérique, lenticulaire, polyédrique…) et la position du hile sont sous contrôle génétique et en conséquence fonction de leur origine botanique. C'est donc un moyen simple d'identification de l'origine de l'amidon, qui

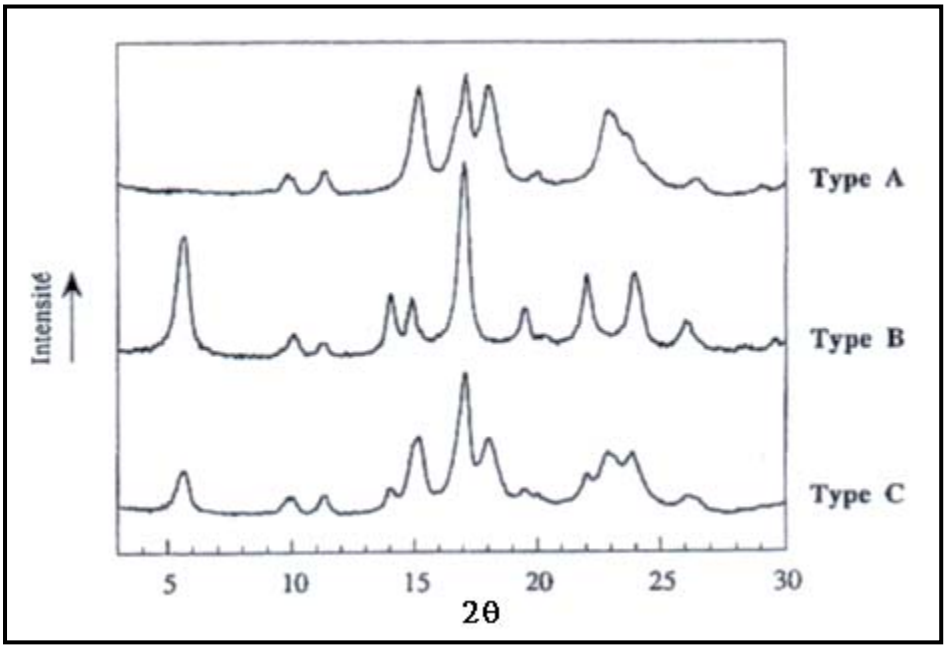


Figure 4 Diagramme de diffraction des rayons X pour des amidons de type cristallin A, B et C.

devient, néanmoins, inutilisable après transformation de ce composé (Buléon *et al.* 1990). En microscopie optique, l'amidon de blé présente deux populations de grains : des gros grains lenticulaires dont le diamètre varie entre 15 et 35µm et des grains polyédriques plus petits avec un diamètre moyen de 10 µm (Galliard et Bowler, 1987). En lumière polarisée, les grains d'amidon sont biréfringents et présentent une croix noire appelée « croix de Malte » dont les branches se rejoignent au niveau du hile. Cette croix est due à l'orientation radiale des chaînes de polymère à l'intérieur des grains. Au niveau macromoléculaire, les grains d'amidon présentent une cohésion radiale covalente correspondant à l'axe longitudinal des macromolécules d'amidon et une cohésion tangentielle établie par la présence locale de liaisons hydrogène intermoléculaires. Ces liaisons, s'exerçant sur des distances réduites (<10 nm), contribuent à la formation des zones cristallines du grain en conséquence de l'agrégation d'un grand nombre de chaînes. Ces zones sont séparées les unes des autres par des régions désordonnées, appelées zones amorphes (French, 1984).

- **Organisation semi-cristalline** :

  - La phase cristalline : les cristallites des grains d'amidon diffractent les rayons X en donnant trois diagrammes de diffractions différents de type A, B ou C (figure 4). L'obtention d'un type de diagramme est fonction de l'origine botanique de l'amidon et éventuellement des traitements technologiques subis. Les amidons de céréales peu riches en amylose (< 40%), comme c'est le cas de l'amidon de blé, sont caractérisés par un spectre de diffraction des rayons X de type A. Il présente des pics caractéristiques pour 2θ égal à 9,9 ; 11,2 ; 15 ; 17 ; 18,1 et 23,3° (Katz, 1930). L'eau joue un rôle essentiel dans l'expression de la cristallinité. L'allure des spectres de diffraction des rayons X est très sensible à la teneur en eau de l'échantillon au cours de la mesure : pour une teneur en eau inférieure à 20%, plus l'amidon est hydraté, plus les pics s'affinent (Buléon *et al.*, 1982).

  - La phase amorphe : la limite entre les deux zones n'est pas bien marquée dans le grain d'amidon et les molécules d'amylose et d'amylopectine traversent alternativement ces deux phases (French, 1984). Malgré, l'importance égale de la phase amorphe et de la phase cristalline dans l'organisation semi-cristalline, la phase amorphe a été beaucoup moins étudiée. La proportion du grain d'amidon, présente sous forme amorphe, reste encore mal définie et dépend elle aussi de l'activité de l'eau.

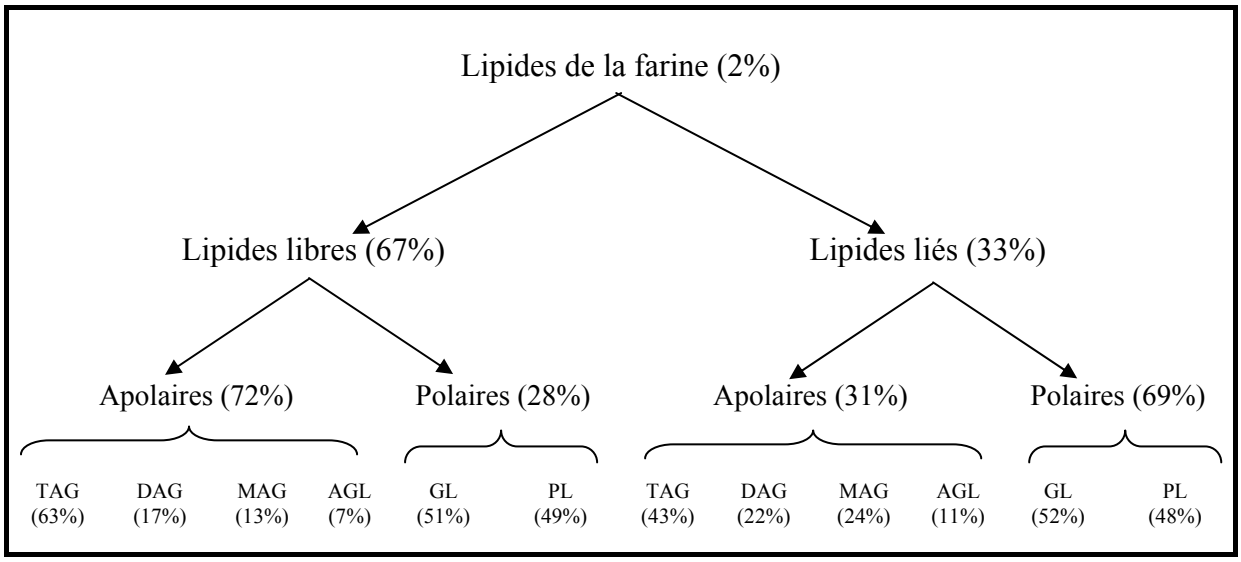


Figure 5 Composition moyenne en lipides d'une farine de blé de type 55 (D'après Berger, 1983).

Légende :

TAG : Triacylglycérol
DAG : Diacylglycérol
MAG : Monoacylglycérol
AGL : Acides gras libres
GL : Glycolipides
PL : Phospholipides

I.3. Les lipides

Les lipides représentent environ 2% de la matière sèche de la farine de blé. Conventionnellement, ils sont classés selon leur extractibilité dans différents solvants (figure 5). On distingue (Mac Ritchie et Gras, 1973 ; Chung *et al.*, 1978) :

- **Les lipides libres** (70%) : c'est la fraction lipidique qui peut être extraite directement par les solvants apolaires (éther de pétrole, hexane...). Elle correspond aux lipides n'ayant que des interactions de faible énergie avec les autres constituants de la farine : liaisons hydrogène et/ou ionique. Cette fraction est constituée majoritairement de lipides apolaires qui sont les lipides de réserve du grain de blé. Ils sont constitués de triacylglycérol, de faibles quantités de diacylglycérol et de monoacylglycérol et d'acides gras libres issus des réactions de biosynthèse des triacylglycérol ou des réactions de dégradation des lipases.
- **Les lipides liés** (30%) : nommés par opposition aux lipides libres et correspondant à la fraction non extractible par les solvants apolaires ou encore extractibles avec les solvants polaires tel que l'alcool. Cette fraction interagit avec les autres constituants de la farine par des liaisons hydrophobes. Cette fraction est constituée majoritairement de lipides polaires qui sont les lipides de structure du grain de blé. Ils comprennent essentiellement des glycolipides et des phospholipides.

I.4. Les polysaccharides non amylacés

Les pentosanes (ou hémicelluloses) représentent la majeure partie des polysaccharides non amylacés (67%). Les 33% restants sont constitués de β-glucanes. Selon leurs solubilités dans l'eau, les pentosanes sont partagés en deux catégories : les pentosanes solubles et les pentosanes insolubles. Ils sont constitués de polysaccharides non amylacés, formés d'unités d'anhydropentoses, dont 70% sont des arabinoxylanes (1/3 insolubles et 2/3 solubles) et les 30% restants par des arabinogalactanes (solubles). Une attention particulière est portée aux pentosanes en raison de la forte capacité d'absorption en eau des arabinoxylanes : 10 à 11 fois. Même si la capacité d'absorption d'eau des pentosanes est probablement diminuée dans le cas d'une pâte à pain, vue la compétition pour l'eau entre les arabinoxylanes et les autres constituants de la pâte (Rouau, 1993), leur présence influence fortement les caractéristiques rhéologiques des pâtes (Rouau *et al.*, 1994).

II. INGREDIENTS MINORITAIRES

- **La levure de boulangerie** (*Saccharomyces cerevisiae*) est un ingrédient naturel qui ne doit pas être confondu avec la poudre levante improprement appelée « levure chimique ». Elle est essentiellement utilisée en panification à une quantité de 1 à 2,5% du poids de la farine. Toutefois, pour les petits articles de fantaisie, cette dose peut croître jusqu'à 5% (pistolets et biscottes) et 10% (brioches, pain à la Grecque) (Kiger et Kiger, 1968).

- **Les matières sucrantes** sont peu ou pas utilisées en panification, contrairement à la pâtisserie où elles atteignent jusqu'à 20% du poids total. En panification, leur utilisation est limitée aux produits de viennoiserie et aux pains de mie. La plupart des matières sucrantes sont des substances hydrocarbonées à faible poids moléculaire, appartenant à la grande famille des sucres. Mais, c'est le saccharose qui est la matière première sucrante la plus utilisée, en raison de sa pureté et de son faible coût (Kiger et Kiger, 1968 ; Chaboissier, 1981). Il est recommandé d'utiliser des produits de fine granulation (diamètre de cristaux de l'ordre de 165µm), voire même du sucre glace notamment lors de processus de pétrissage courts (Kissell *et al.*, 1973). Les sucres participent à la saveur des produits finis et assurent en grande partie la coloration de la croûte lors de la cuisson grâce aux réactions de Maillard (Chaboissier, 1981).

- **Les matières grasses** sont utilisées en faible quantité en panification (moins de 5% du poids de la farine pour les biscottes). Sur le plan organoleptique, les corps gras confèrent au produit une saveur et un arôme particuliers. On distingue dans les produits utilisés les huiles qui sont liquides à la température ordinaire (huile de colza, tournesol…) et les graisses dont les points de fusion sont supérieurs à la température ordinaire (beurre, huile de palme…) (Kiger et Kiger, 1968).

- **Le sel alimentaire** (NaCl) est présent dans la plupart des produits de panification à raison de 2% du poids de la farine en moyenne. Il est commercialisé sous forme de petits cristaux (dimension moyenne ≤ 800 µm) d'un blanc pur, obtenus par recristallisation après évaporation sous vide à haute température. Cet ingrédient est un exhausteur de goût et, parallèlement, on considère qu'il diminue les arrières goûts (Roussel et Chiron, 2002).

- **Les produits d'addition** : il est possible d'utiliser dans la fabrication des produits de panification certains composés dits d'« addition ». Toutefois, leur utilisation est réglementée en terme de dose et d'étiquetage. Ils sont classés par rôle technologique,

organoleptique ou conservateur. Les produits d'addition les plus utilisés sont regroupés dans le tableau 3. Les produits de panification comportant de tels composés sont dits produits non traditionnels par opposition aux produits de panification de tradition (sans additifs) (Roussel et Chiron, 2002).

Tableau 3 Exemples de produits d'addition utilisés dans la fabrication des produits de panification (D'après Roussel et Chiron, 2002)

Catégorie	Exemples	Exemples d'action
Produits d'oxydation et de réduction	Acide ascorbique	↗ de l'élasticité et une ↘ de l'extensibilité de la pâte
	Glucose oxydase	↗ de la consistance de la pâte et ↘ du collant
	Levure désactivée (glutathion)	↗ du développement du gluten et l'extensibilité
	Farines de fève et de soja	Action sur les réactions de coloration croûte et mie
Emulsifiants	Lécithines E322	↘ de la porosité des pâtes
	Monoglycéride saturé E471	↗ de la régularité alvéolaire
	Esters diacétyl-tartriques de monoglycérides E 472 e	↗ du volume des pains
Produits enzymatiques d'hydrolyse	Farine de malt	↗ de l'activité fermentaire et des réactions de coloration
	Hémicellulases	↗ du volume des pains et coloration de la croûte
	Lipases	↗ du volume des pains et de la régularité alvéolaire
Conservateurs	Acide sorbique et sorbates	↗ de la durée de conservation
	Acide acétique et acétates	Effet antimicrobien et propriétés organoleptiques
Gluten vital de blé	↗ de la rétention gazeuse, ↗ de la fixation d'eau, ↘ du rassissement du pain	

Chapitre 2 Fabrication des produits de panification : processus et rhéologie

Le processus de fabrication des produits de panification comprend trois étapes essentielles : le pétrissage, la fermentation et la cuisson. La première étape assure l'hydratation des ingrédients, le développement de la structure de la pâte ainsi que l'introduction de la phase gazeuse. La fermentation permet l'augmentation de la fraction volumique gazeuse. Au cours de la cuisson, il y a passage de la pâte de l'état liquide à l'état solide caoutchoutique (Davies, 1986). A chaque étape de ce processus, l'évolution des propriétés rhéologiques du produit est la conséquence directe des changements de structure aux différentes échelles (moléculaire et microscopique) (Bloksma, 1990a). Cette évolution constitue le fil conducteur des données présentées dans ce chapitre.

I. ELABORATION DE LA PATE PAR TRAITEMENT MECANIQUE

I.1. Structuration de la pâte par pétrissage

L'étape de pétrissage assure trois fonctions concomitantes et intimement liées qui sont essentielles pour l'obtention d'une pâte bien aérée :

- **L'homogénéisation** : le pétrissage permet de répartir d'une manière homogène les constituants (les uns par rapport aux autres), favorisant ainsi leur contact - notamment celui de la farine - avec l'eau et donc leur hydratation. Le diagramme de pétrissage conventionnel en panification française avec une vitesse lente de 40 tr/min sur une durée de 12 à 15 min permet d'obtenir une masse macroscopiquement homogène à une échelle d'environ 1mm (Roussel et Chiron, 2002 ; Bloksma, 1990b).
- **L'aération de la pâte** : le mouvement des bras du pétrin entraîne, simultanément à l'homogénéisation, l'incorporation d'air dans la pâte sous forme de nucléi sphériques de petite taille (10 à 100µm) (Junge et Hoseney, 1981). Le pétrissage d'une pâte à pain sous vide (densité = 1,25) ou non (densité = 1,15) montre que la fraction gazeuse introduite occupe 8 % du volume total d'une pâte en fin de pétrissage à pression atmosphérique (Baker et Mize, 1941). **Le volume relatif**, **défini comme le rapport du volume de pâte total par le volume de pâte sans gaz**, est un indicateur du taux d'aération de la pâte. En fin de pétrissage, il serait de l'ordre de 1,1 (Bloksma, 1990b ; Van Vliet *et al.*, 1992).

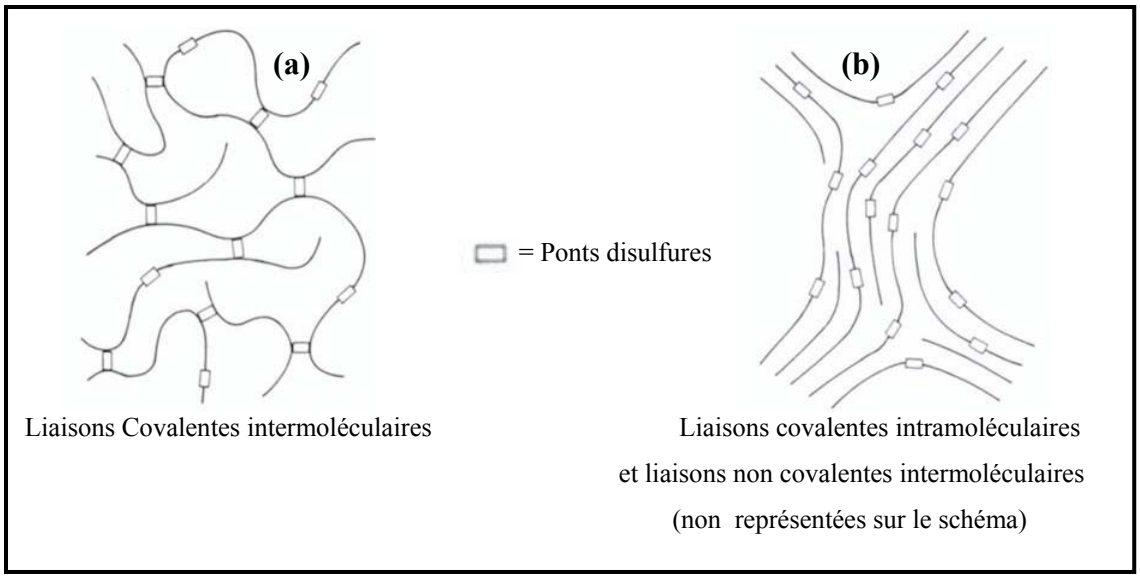


Figure 6 Représentation de 2 modèles de structure de la phase protéique d'une pâte : (a) les ponts disulfures (liaisons covalentes) sont intermoléculaires, (b) les ponts disulfures sont intramoléculaires et les chaînes de protéines gonflées et alignées sont reliées par des liaisons non covalentes (Adapté de Bloksma, 1990b).

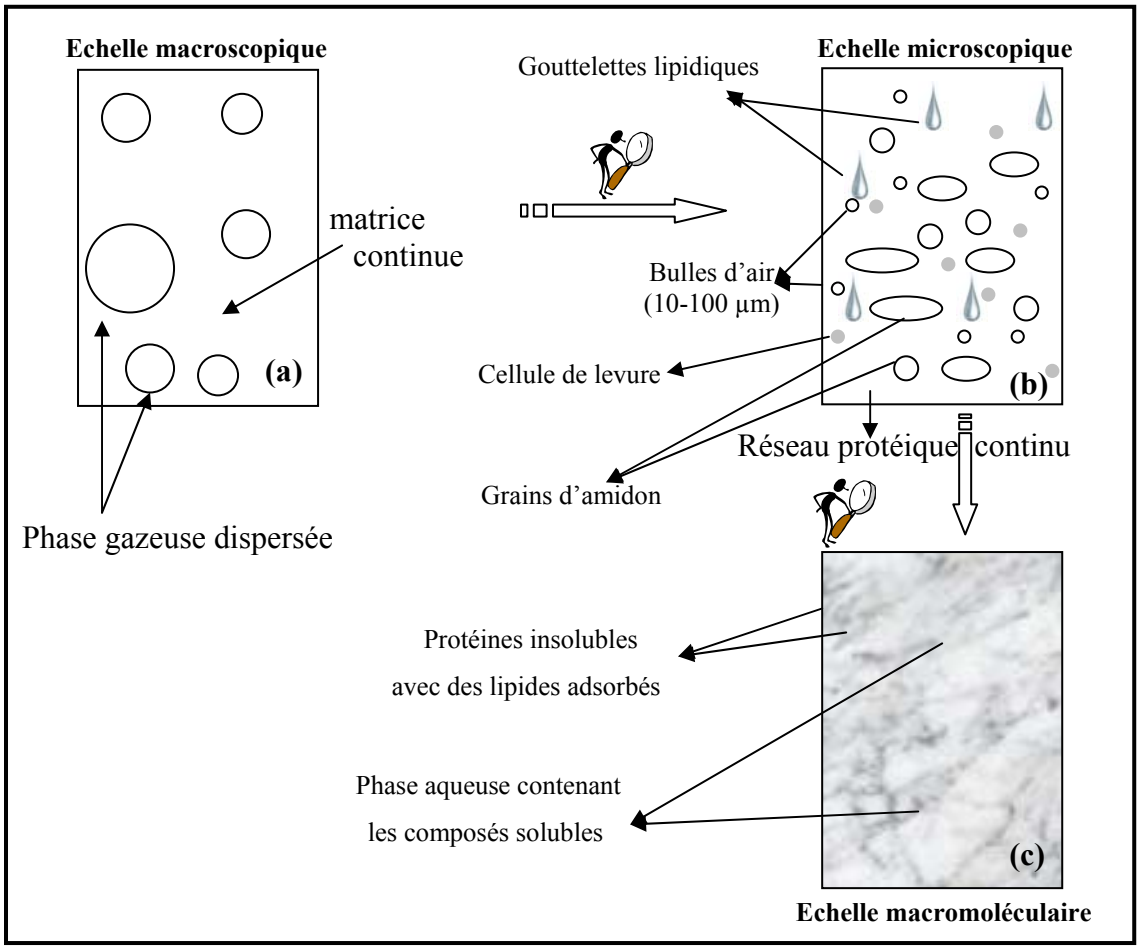


Figure 7 Représentations schématiques de l'observation d'une pâte à pain aux échelles (a) macroscopique, (b) microscopique et (c) macromoléculaire (Adapté de Bloksma, 1990b et de Eliasson et Larsson, 1993).

- **Structuration du réseau protéique** : au cours du pétrissage, l'oxydation des acides aminés soufrés des protéines entraîne la création des ponts disulfures (liaisons covalentes) intra et inter moléculaires. Pendant longtemps, le modèle d'organisation adopté considérait essentiellement des liaisons intermoléculaires qui entraînent la formation d'un réseau allant d'un bout à l'autre de la pâte (figure 6a), lui valant le nom de « molécule protéique géante » (Meredith, 1964). Un second modèle, plus vraisemblable, considère que les ponts disulfures sont intramoléculaires et les chaînes de protéines dépliées (gonflées par absorption d'eau) s'alignent plus ou moins pour former des faisceaux (figure 6b). La tenue du réseau serait donc due à des liaisons non covalentes telles que les liaisons hydrogènes, hydrophobes ainsi qu'à des enchevêtrements entres les chaînes (Ewart, 1977).

Ces trois actions simultanées aboutissent en fin de pétrissage à un **mélange cohésif** aux propriétés **viscoélastiques** c'est-à-dire possédant des propriétés visqueuses aux temps longs (écoulement) et élastiques aux temps courts (Bloksma, 1990a). Ce mélange macroscopiquement **homogène** à l'œil nu, apparaît à une plus faible résolution comme une **dispersion de bulles** gazeuses dans une **matrice continue** d'amidon et de protéines gonflées (figure 7) où chacun des constituants participe à la structuration de la pâte (Bloksma, 1990b). Le tableau 4 résume la constitution d'une pâte à pain à différentes échelles d'observation :

Tableau 4 Observation d'une pâte à pain à différents niveaux de résolution (adapté de Bloksma, 1990b)

Niveau de résolution	Observations
Macroscopique >1mm figure 7a	A l'échelle macroscopique, sont observées **une matrice continue** (liquide en référence à ses propriétés visqueuses domianntes aux temps longs) et une **phase gazeuses dispersée** (bulles d'air).
0.1µm (10^{-4} mm) <Microscopique<1mm figure 7b	La matrice macroscopiquement continue est hétérogène et est constituée d'un **réseau protéique continu** dans lequel sont enchâssés des grains d'amidon, des cellules de levure, des gouttelettes lipidiques, des débris d'albumen, des parois du grains et des bulles d'air dont la taille est inférieure à 1 mm
0.1nm (10^{-10} mm) <Macromoléculaire<0.1µm figure 7c	Le réseau protéique comporte deux parties : une **phase continue de protéines** insolubles avec des lipides adsorbés et **une phase d'eau** continue dans laquelle sont dissous des électrolytes, des sucres et les protéines solubles.

I.2. Rôle des ingrédients dans la structuration de la pâte

I.2.a. Rôle de l'eau

Une pâte panifiable contient typiquement 0,6 à 0,8 g d'eau (par g de farine sèche) dont approximativement la moitié est de l'eau « non congelable », utilisée par le réseau protéique (Ablett *et al.*, 1986). La présence d'eau « congelable », dite également « libre », est difficile à détecter. Elle ne peut être séparée par centrifugation poussée ($4*10^4$ tr/min pendant 20 min) que lorsque la quantité d'eau totale dépasse 0,3 g d'eau (par 100g de farine sèche) (Baker *et al.*, 1946 ; Mac Ritchie, 1976). La présence de l'eau est essentielle puisqu'elle intervient dans les trois niveaux d'action du pétrissage :

- **L'eau assure la dissolution des composés solubles** et est donc essentielle pour l'homogénéité et la cohésion de la pâte. Elle intervient dans la plupart des réactions physico-chimiques ayant lieu dans la pâte (Eliasson et Larsson, 1993). Le sel solubilisé dans l'eau crée, par exemple, des liaisons de type ionique avec les protéines de la farine essentielles pour le développement de la pâte (Roussel et Chiron, 2002). De plus, les liaisons hydrogènes mises en jeu lors de la formation du réseau de gluten semblent participer, pour beaucoup, au comportement rhéologique de la pâte. En effet, des essais de remplacement des molécules d'eau par de l'eau deutérée ont conduit à des pâtes de farine plus résistances au Farinograph Brabender (Tkachuk et Hlynka, 1968).
- **L'eau détermine en grande partie les propriétés rhéologiques de la pâte** (cohésion, consistance, viscoélasticité …) : l'énergie nécessaire à la déformation de la pâte diminue d'une manière exponentielle avec l'augmentation de l'eau ajoutée (Webb *et al.*, 1970). Elle joue le rôle de plastifiant : sa faible masse moléculaire favorise la mobilité des macromolécules (protéines…) par augmentation du volume libre et diminution de la viscosité (Levine et Slade, 1990b).
- **L'eau influence, enfin, indirectement la rétention gazeuse** : une pâte à 35% de teneur en eau totale n'est plus capable de retenir les bulles gazeuses introduites en cours de pétrissage (Mac Ritchie, 1976). Cette capacité de rétention gazeuse augmente ensuite linéairement avec la teneur en eau de la pâte jusqu'à 44%, teneur en eau classique d'une pâte à pain (Gan *et al.*, 1995).

I.2.b. Rôle des protéines de la farine

Le caractère viscoélastique de la pâte en sortie pétrissage est essentiellement déterminé par les protéines du réseau de gluten (cf. partie 1 ; chapitre 1 ; § I.1). L'extensibilité de la pâte est

attribuée aux gliadines et son élasticité aux gluténines (Eliasson et Larsson, 1993). Plusieurs auteurs considèrent que le rapport gliadines / gluténines est un indicateur prédictif du comportement rhéologique et de l'aptitude au développement de la pâte (Bloksma, 1990b). D'autres soulignent l'importance de la teneur en gluténines dans le développement du réseau de gluten (Mac Ritchie, 1989) et plus particulièrement les gluténines de haut poids moléculaire (Eliasson et Lundh, 1989). Gupta et ses collaborateurs (1992) estiment que la fraction de gluténines influence à hauteur de 68 à 80% les propriétés de la pâte. C'est l'hypothèse d'alignement des chaînes de gluténines, impliquant la formation d'un grand nombre de liaisons non covalentes intermoléculaires, qui expliquerait l'élasticité de la pâte (Ewart, 1977).

I.2.c. Rôle de la matière grasse

L'incorporation de la matière grasse entraîne la lubrification des constituants du milieu, notamment les molécules de protéines et les grains d'amidon, influençant ainsi largement la consistance et les propriétés rhéologiques de la pâte en sortie pétrissage. Les conséquences directes de cet affaiblissement de consistance sont la facilité de capture de l'air et une augmentation de son entraînement en cours de pétrissage (Menard *et al.*, 1992).

En conclusion, le pétrissage (intensité et durée) influence largement à la fois ***les propriétés de la phase dispersée gazeuse*** *(nombre et taille des bulles) et* ***les propriétés rhéologiques de la phase continue*** *(viscoélasticité, consistance, extensibilité ...) (Mac Ritchie, 1986). Ces propriétés doivent répondre à certaines « exigences » pour assurer une bonne performance de la pâte pour la suite du processus de fabrication :*

- *la pâte doit être suffisamment* ***aérée*** *car l'introduction d'un grand nombre de nucléi est primordiale pour la suite du processus. Il n'y a pas de création de nouvelles bulles gazeuses ni au cours de la fermentation ni au cours de la cuisson (Baker et Mize, 1941). Une pâte à pain est considérée bien aérée, si, immédiatement après le pétrissage, le nombre de bulles est compris entre* 10^{11} *et* $10^{13}/m^3$ *avec un diamètre compris entre 10 et 100* μm *(Bloksma, 1990a).*
- *la pâte doit être suffisamment* ***visqueuse*** *pour empêcher l'ascension des petites bulles à l'arrêt du pétrissage (****stabilité*** *de la pâte) et être extensible sur un large domaine de temps pour qu'il y ait déformation sans rupture (****extensibilité*** *de la pâte) (Bloksma, 1990a). Cette propriété d'extensibilité correspond à la capacité de la pâte, entourant les bulles gazeuses, à s'étirer sans rupture durant les étapes postérieures au pétrissage (fermentation et cuisson).*

II. LA FERMENTATION

II.1. Mécanismes de la fermentation

La fermentation, étape spécifique aux produits de panification, a pour rôle d'enrichir la pâte en dioxyde de carbone. Elle provoque une perte en matière totale (de l'ordre de 2 à 3%) par transformation des sucres en alcool et acide carbonique (Chargelegue *et al*., 1994):

- L'oxygène introduit au cours du pétrissage permet à la levure boulangère d'établir un métabolisme de type respiratoire :

  Glucose (180g) + oxygène → gaz carbonique + eau + énergie (688 kcal) (à 27°C)

  ↺

  $$C_6H_{12}O_6 + 6\ O_2 \rightarrow 6\ CO_2 + 6\ H_2O + \Delta E\ (27°C)$$

- Peu de temps après la fin du pétrissage, tout l'oxygène introduit est consommé par la levure dont le métabolisme s'oriente alors vers la fermentation alcoolique :

  Glucose (180g) → gaz carbonique + éthanol + énergie (56 kcal) (à 27°C)

  ↺

  $$C_6H_{12}O_6 \rightarrow 2\ C_2H_5OH + 2\ CO_2 + \Delta E\ (27°C)$$

L'action de la levure dépend largement des conditions environnantes (température, pH, teneur en eau…). Par exemple, dans une plage de température entre 20 et 40°C, une élévation de la température de la pâte de 1°C entraîne une augmentation de la vitesse de fermentation de 8 à 12% selon le type de levure. En panification française, une température de 22 à 24°C est maintenue pour la fabrication des baguettes contre des températures de 30 à 35°C pour la fabrication du pain de mie en moule. La pression osmotique, qui dépend essentiellement des concentrations en sucre et sel, a aussi une grande incidence sur la fermentation. Elle peut atteindre en panification 3,5 à 10 MPa, expliquant ainsi le ralentissement de l'activité de la levure dont le métabolisme ne peut alors s'effectuer normalement. Ce dysfonctionnement est dû à une différence de concentration entre le milieu intra et extra-cellulaire qui entraîne une diffusion de l'eau à l'extérieur de la cellule de levure et donc la limitation de l'entrée des sucres fermentescibles (Chargelegue *et al*., 1994).

II.2. Phase gazeuse

Le gaz carbonique produit se dissout d'abord dans la matrice continue de la pâte. Dès que celle-ci arrive à saturation, il s'accumule sous forme gazeuse dans les nucléi et exerce une pression interne sur le réseau du gluten non perméable aux gaz. Au début de cette phase d'accumulation, l'espace disponible pour la fraction gazeuse est suffisant pour le maintient de la forme sphérique de l'ensemble des bulles gazeuses. Au dessus d'un certain niveau

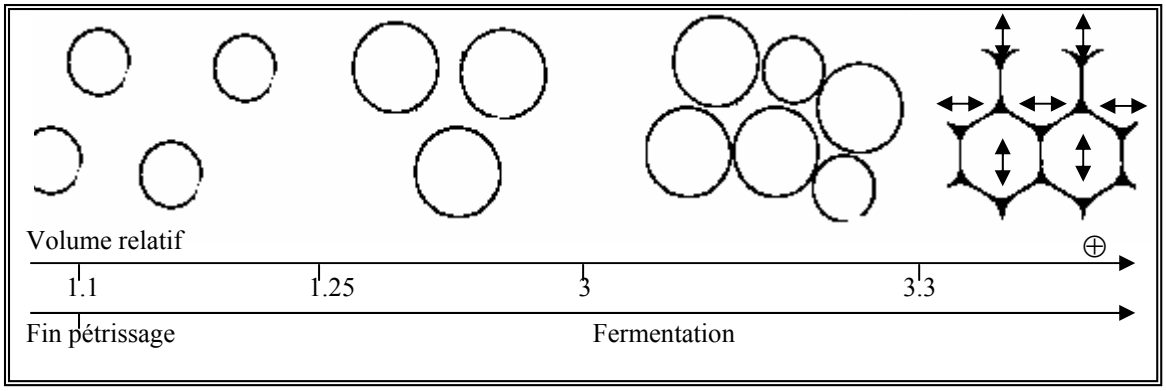


Figure 8 : Représentation schématique de l'évolution de la taille et de la forme (de sphérique à polyédrique) des cellules gazeuses dans une pâte en cours de fermentation (Adapté de Bloksma, 1990b et de Van Vliet *et al.*, 1992).

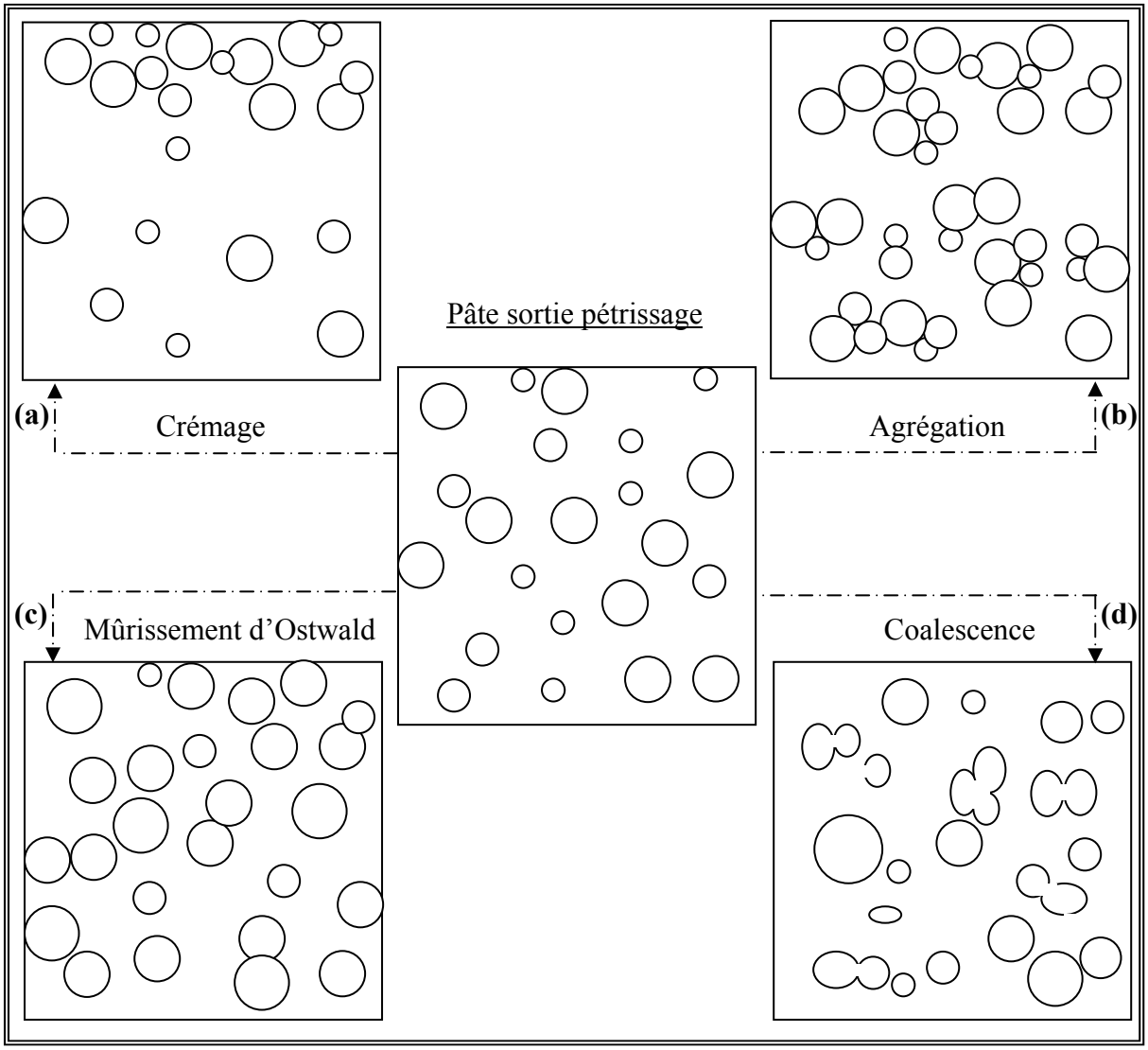


Figure 9 : Représentation schématique de la fraction gazeuse ayant subit différentes instabilités physiques (a) crémage, (b) agrégation, (c) mûrissement d'Ostwald et (d) coalescence, à partir d'une répartition aléatoire (pâte sortie pétrissage).

d'accumulation (volume relatif = 3,3), et sous l'effet de la force de compression induite par l'excès de pression à l'intérieur des cellules, la pâte entourant les cellules, qui grossissent, est étirée tangentiellement (parallèlement à la surface des cellules) dans deux directions et compressée radialement (perpendiculairement à la surface des cellules). Une telle déformation est dite «extension biaxiale». Les cellules gazeuses se déforment alors les unes les autres d'une manière prononcée et la pâte à cellules sphériques est transformée en une pâte à cellules plus ou moins polyédriques (figure 8) (Van Vliet *et al*., 1992).

II.3. Instabilités physiques

Dés l'étape de fermentation, la phase gazeuse dispersée dans les pâtes céréalières peut être sujette à différents types d'instabilités physiques (figure 9) (Van Vliet *et al*., 1992) :

- **Le crémage** ou migration des bulles vers la surface (figure 9a). La viscosité élevée de la pâte à pain en sortie pétrissage, estimée à $7*10^2$ Pa · s (viscosité apparente à une vitesse de cisaillement de 20 s^{-1}), est largement au dessus de la valeur de viscosité minimale requise pour empêcher l'ascension des bulles (100 Pa · s), ce phénomène est négligeable pour la suite du processus de fabrication (fermentation et cuisson) des produits de type pain (Bloksma, 1990a).
- **L'agrégation** des bulles les unes aux autres (figure 9b). Ce phénomène, limité au début par la viscosité élevée de la pâte, devient important quand la fraction gazeuse augmente (durée de fermentation importante) entraînant le grossissement des bulles gazeuses et l'augmentation de la pression des unes sur les autres (Van Vliet *et al.*, 1992).
- **Le mûrissement d'Ostwald** ou augmentation du volume des grandes cellules au dépend des petites (figure 9c). Ce phénomène est dû à la différence de pression entre les cellules gazeuses de différentes tailles. Malgré la prédominance de ce phénomène lors de la fermentation de la pâte à pain, il ne joue probablement pas un rôle essentiel dans la rétention gazeuse, puisqu'il influence essentiellement le nombre des bulles et non le volume total du gaz retenu (Van Vliet *et al*., 1992).
- **La coalescence** (figures 9d et 10b). Lors du passage des bulles gazeuses de la forme sphérique à la forme polyédrique, une insuffisance d'extensibilité de la phase continue provoquerait des ruptures précoces de leurs parois et la formation de très grandes bulles et de poches gazeuses. Le phénomène aboutit à une distribution en taille des bulles gazeuses très étendue et peut provoquer une perte de gaz importante par la création d'un réseau percolant entre des bulles ouvertes (Van Vliet *et al.*, 1992).

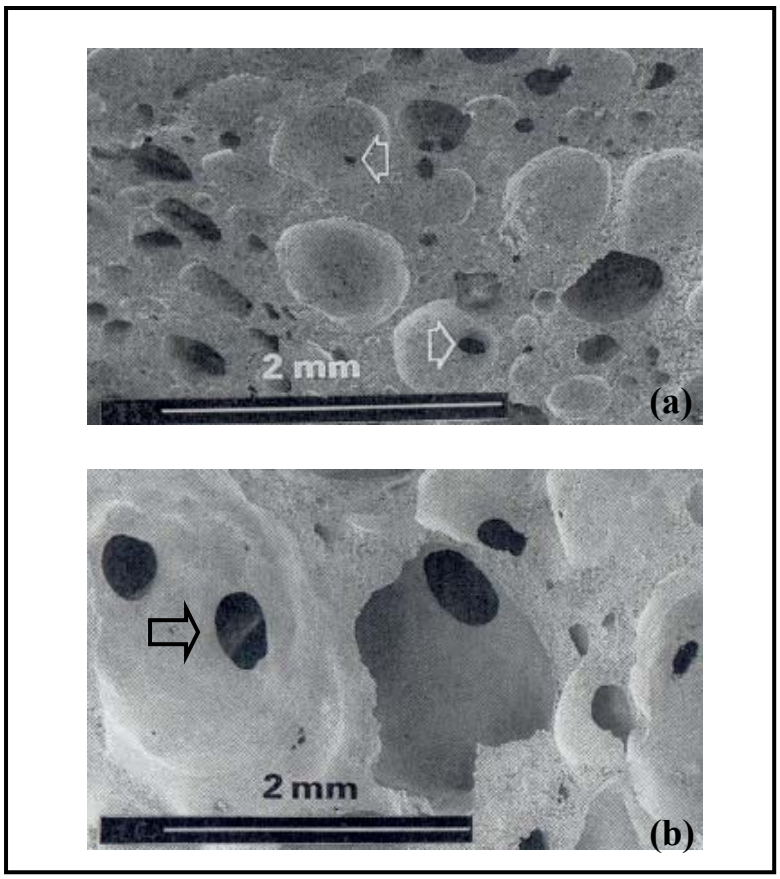


Figure 10 : Observation en microscopie électronique à balayage d'une pâte à pain à différents stades de fermentation (a) 15 min, (b) 40 min : les flèches montrent les trous dans les parois de la pâte (Gan *et al.*, 1990).

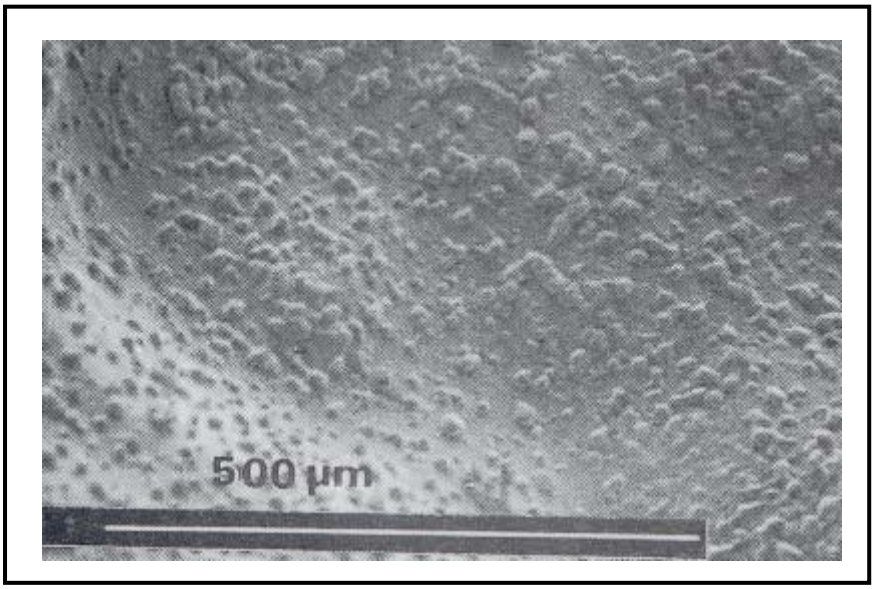


Figure 11 Mise en évidence de cristaux de glace à la surface des bulles gazeuses par microscopie électronique à balayage d'une pâte à pain précédée d'une cryo-étape (Gan *et al.*, 1990).

L'étendue de ces phénomènes durant la fermentation, et plus particulièrement le mûrissement d'Ostwald et la coalescence, modifient la distribution et le volume de la fraction gazeuse dans la pâte. Quand le premier phénomène prédomine, en fin de fermentation la majorité des cellules gazeuses seraient de taille grande et sensiblement égale, alors que lorsque la coalescence domine, la distribution de la taille des cellules gazeuses est large, avec une fraction gazeuse plus faible (Van Vliet *et al.*, 1992). C'est dans la limitation et le retardement de ces phénomènes d'instabilité physique qu'interviennent les propriétés rhéologiques de la pâte, à savoir viscosité et extensibilité.

II.4. Stabilité de la phase gazeuse

II.4.a. Existence d'un film interfacial

Des observations de pâtes panifiables à différents stades de fermentation par microscopie électronique à balayage (figure 10a) montrent l'apparition de trous dans la matrice continue amidon/protéines entourant les bulles gazeuses dès 15 min de fermentation. Ces trous augmentent au fur et à mesure de la production de CO_2 pour former des interconnecxions entre les bulles gazeuses qui occupent jusqu'à 80% du volume total en fin de fermentation. La taille de ces interconnecxions dans les parois des bulles gazeuses varie majoritairement dans une gamme comprise entre 50 et 500 µm mais peut atteindre jusqu'à 1mm (Gan *et al.*, 1990). Ces interconnexions n'existaient pas en tant que tels dans la pâte. Les auteurs avancent l'hypothèse, qu'en fin de pétrissage, un film liquide séparait partiellement les bulles gazeuses et qu'avec l'augmentation de pression due à la production de gaz en cours de fermentation, il laisserait la place à ces interconnecxions (figure 10b). Des observations en microscopie électronique à balayage précédées d'une cryo-étape, confirment cette hypothèse (figure 11), en mettant en évidence des cristaux de glace, formés lors de la congélation de la phase liquide et localisés à la surface des bulles gazeuses dans la pâte. La sublimation de cette surface montre des ruptures dans la matrice amidon/protéines (Gan *et al.*, 1990). Ce film interfacial gaz/matrice continue ne peut pas assurer à lui seul la stabilisation de la phase gazeuse lorsque la pression augmente avec la production de CO_2. La présence de surfactants augmente la tension de surface et stabiliserait ce film interfacial (Gan *et al.*, 1990).

II.4.b. Rôle des constituants de la pâte dans la stabilisation de la phase gazeuse

Divers constituants de la pâte issus de la farine (protéines, lipides) jouent un rôle primordial dans la stabilisation de la phase gazeuse à travers la stabilisation du film interfacial gaz/matrice continue :

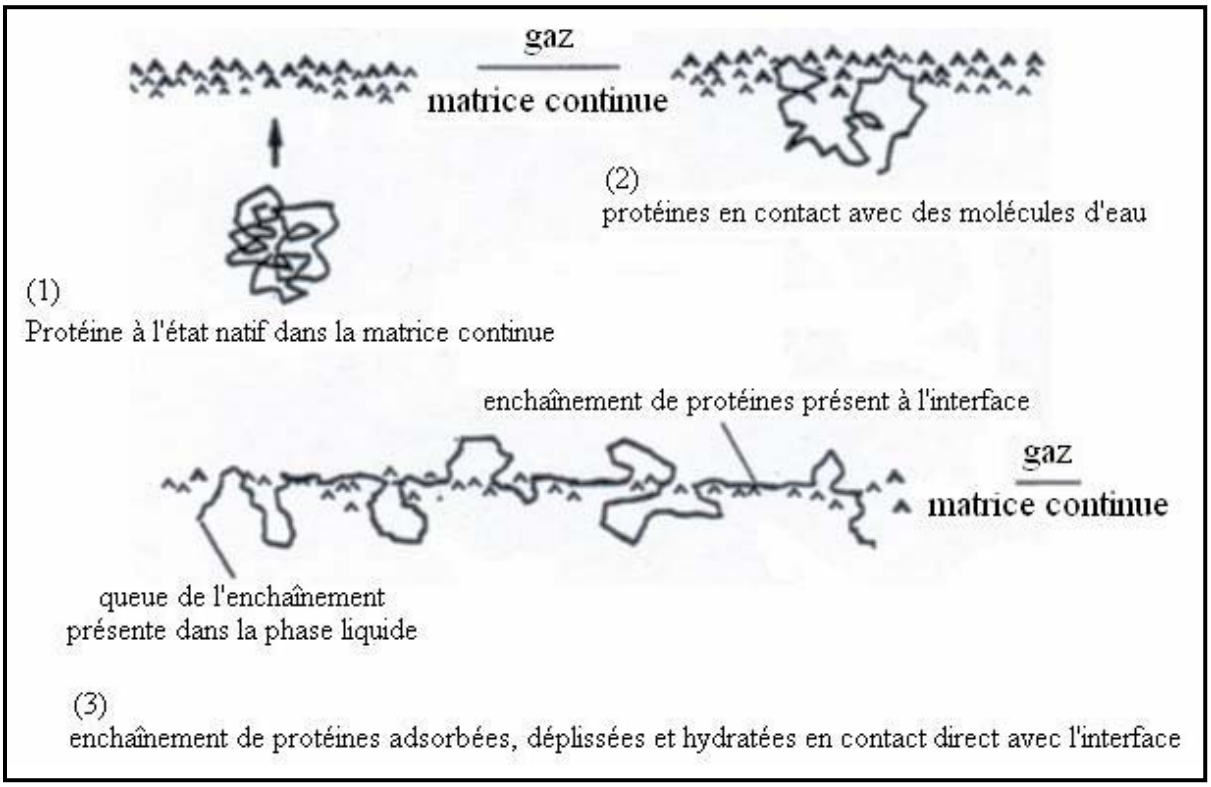


Figure 12 Représentation schématique du phénomène d'adsorption des protéines à l'interface air/matrice continue dans la pâte (D'après Gan *et al.*, 1995).

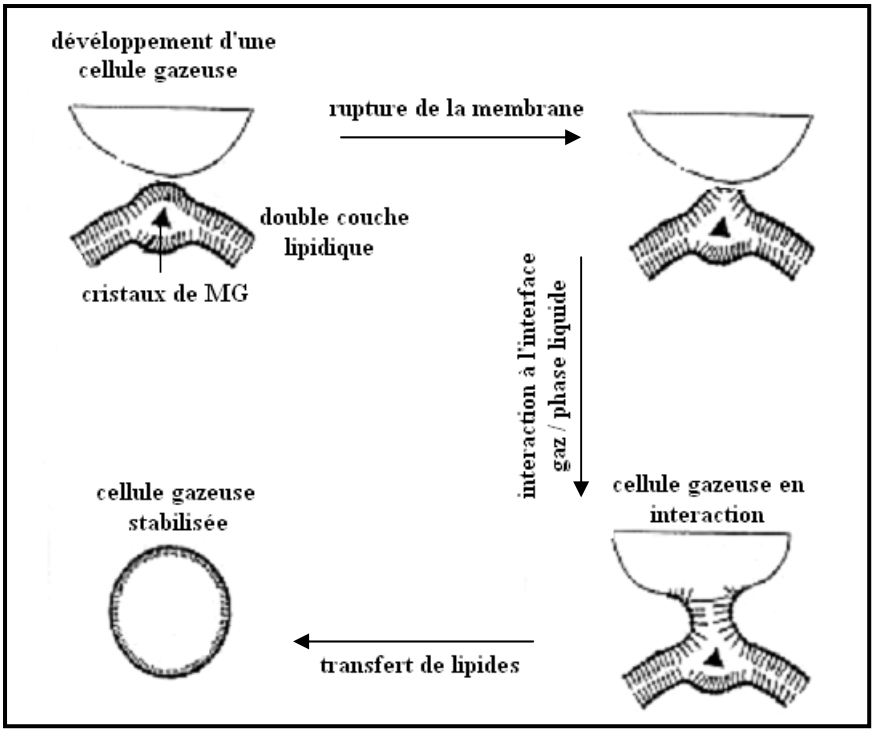


Figure 13 Mécanisme d'action de la matière grasse lors de la stabilisation de l'interface air/liquide (d'après Carr *et al.,* 1992).

- **Les protéines** jouent un rôle important en rétention gazeuse. Certains auteurs supposent que la fraction de gliadines jouerait le rôle de surfactant en diffusant plus rapidement jusqu'à l'interface air/matrice continue. Le film ainsi formé est plus résistant à la pression (Eliasson et Lundh, 1989). D'autres auteurs (Gan *et al.*, 1995) critiquent cette hypothèse du fait de l'insolubilité de ces protéines dans les solutions salines. Or, si la totalité du sel ajouté à la pâte est solubilisée dans la phase aqueuse, sa concentration serait de 0.5 M en sel. Ils proposent un autre mécanisme de diminution de la tension de surface par la formation d'un film via des complexes d'interaction intermoléculaire (figure 12) : le contact avec l'eau, au cours du pétrissage, entraîne l'hydratation et l'adsorption des protéines qui se déplient alors facilement à l'interface air/matrice continue. Cet état provoquerait la rigidification partielle de l'interface et sa stabilisation (Gan *et al.*, 1995).

- **Les lipides** endogènes de la farine ont un rôle mitigé dans la rétention gazeuse. En effet, les lipides apolaires, et plus précisément les acides gras libres, semblent diminuer les performances de rétention gazeuse d'une pâte (Mac Ritchie et Gras, 1973 ; De Stephanis et Ponte, 1976), alors qu'il a été démontré que les lipides polaires, au contraire, améliorent ces performances (Mac Ritchie et Gras, 1973). Les lipides polaires existent sous 2 formes en équilibre permanent : la forme stable en bicouches et la forme moins stable en mono-couches. Le mécanisme d'action de ces lipides dépend de leur forme la moins stable qui diffuse plus facilement à l'interface air/matrice continue, diminuant ainsi la tension de surface et permettant donc de stabiliser les bulles gazeuses (Marion et Clark, 1995).

- **La matière grasse ajoutée** : Un premier mécanisme impliquant la matière grasse solide, en interaction avec les doubles couches lipidiques, dans la stabilisation des bulles gazeuses a été proposé par Carr et ses collaborateurs (1992). Les cristaux de matière grasse interrompraient la structure en bi-couches des lipides polaires, permettant ainsi leur adsorption à l'interface gaz/matrice continue. La matière grasse serait alors en contact direct avec le gaz et formerait un film continu autour de la bulle permettant sa stabilisation vis-à-vis de la coalescence (figure 13). Un mécanisme similaire, dans lequel les cristaux de matière grasse constitueraient des surfactants additionnels, a été proposé ensuite par Brooker (1993 et 1996). Toutefois, l'auteur suppose qu'au moment du pétrissage et durant la fermentation, les cristaux ne feraient qu'envelopper les cellules gazeuses. Leur action de stabilisation des bulles gazeuses se situerait principalement pendant la cuisson (cf. partie 1 ; chapitre 2 ; § III.4).

- **Les grains d'amidon** peuvent aussi intervenir dans la diminution de la phase gazeuse via la déstabilisation du film de pâte soumis à une extension biaxiale précédant le phénomène de coalescence (Van Vliet *et al.*, 1992 ; Hayman *et al.*, 1998b). Sur la base d'un modèle mathématique, Van Vliet *et al.* (1992) avancent que la présence de grains d'amidon dont les dimensions sont plus importantes que l'épaisseur du film de pâte étiré peut provoquer sa fragilisation locale. Pour les films de pâte dont l'épaisseur est plus grande que le diamètre des grains d'amidon, la tension de surface permettrait leur stabilisation. Hayman et ses collaborateurs (1998b) ont confirmé qualitativement cette approche, compte tenu du nombre important d'hypothèses simplificatrices, par des essais de cuisson avec des distributions différentes de grains d'amidon.

II.4.c. Rôle des propriétés rhéologiques dans la stabilisation de la phase gazeuse

- **La viscosité** de la pâte élevée en sortie pétrissage, agit comme nous l'avons souligné précédemment (cf. partie 1 ; chapitre 2 ; § II.3) dans le retardement des phénomènes de crémage et d'agrégation des bulles gazeuses (Van Vliet *et al.*, 1992).
- **L'extensibilité** : Des ruptures précoces des membranes des cellules gazeuses, qui causent une diminution de la rétention gazeuse, peuvent être dues à une insuffisance d'extensibilité de la phase continue où elles baignent (Gan *et al.*, 1990). Cette propriété d'extensibilité est étroitement liée à l'étape de fermentation. Certains auteurs ont observé que la résistance à l'extension pour les pâtes fermentées augmente dans le temps au contraire des pâtes non fermentées (Halton, 1949 ; Bloksma, 1990a). D'autres auteurs soulignent le contraire (Hoseney *et al.*, 1979 ; Chargelegue *et al*., 1994).
- **Les propriétés rhéodurcissantes** sont définies comme une augmentation de la contrainte plus importante que la déformation subie par le film de pâte étiré lors du grossissement des cellules gazeuses. Elles permettraient l'accroissement de la stabilité de ce film au cours de l'extension biaxiale en évitant la rupture précoce des zones les plus minces et donc le phénomène de coalescence (Van Vliet *et al.*, 1992).

En conclusion, l'évolution des propriétés de la pâte (phase gazeuse et continue) au cours de l'étape de fermentation est largement dépendante des conditions opératoires : composition de la pâte, durée et température…Toutefois, en fin de fermentation, la pâte doit contenir un ***important volume gazeux*** *(volume relatif entre 4 et 5) et être encore capable de retenir ce gaz au cours des premières étapes de la cuisson grâce à ses* ***propriétés rhéologiques*** *(Bloksma, 1990a ; Van Vliet et al., 1992).*

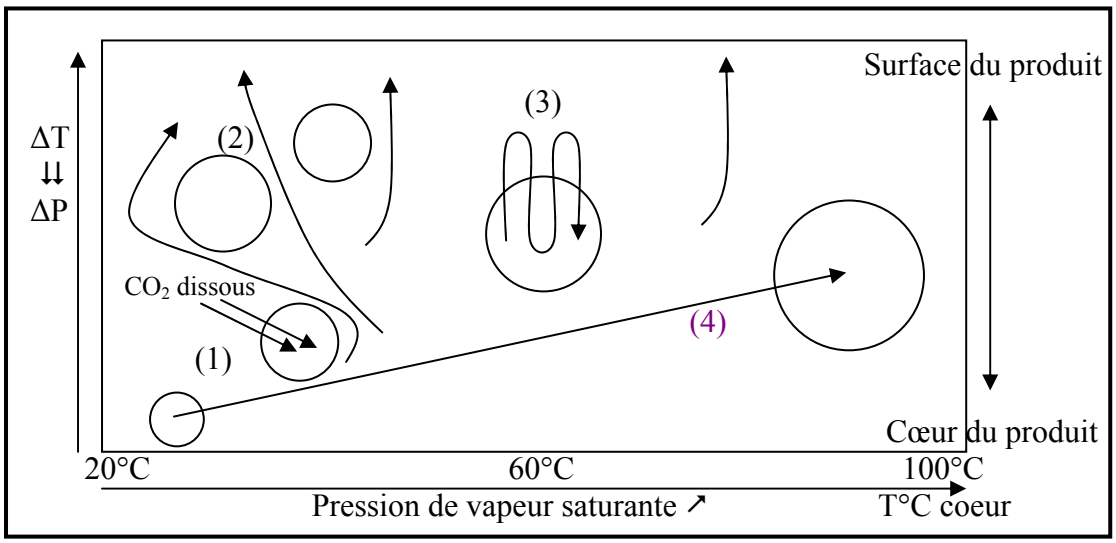


Figure 14 Représentation schématique des mécanismes de (1) diffusion du CO_2 ; (2) diffusion de l'eau liquide ; (3) évapo-condensation et (4) expansion des gaz.

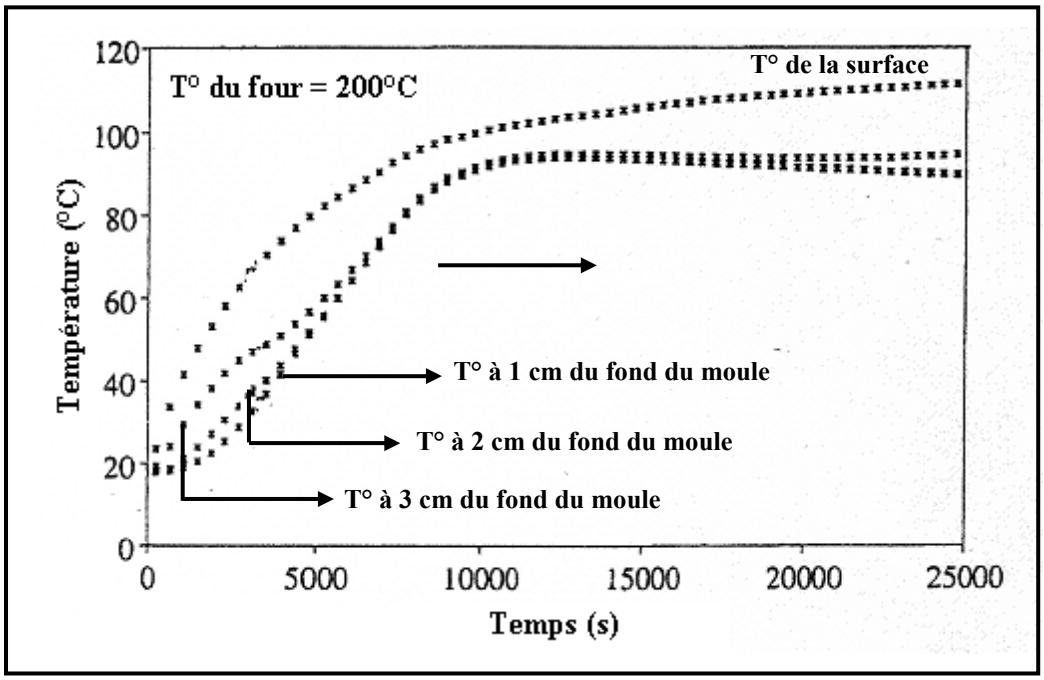


Figure 15 Evolution de la température au sein de la pâte, à différentes hauteurs, au cours de la cuisson d'un produit en moule dans un four à 200°C (Lostie *et al.*, 2002).

III. LA CUISSON

La cuisson est une étape complexe au cours de laquelle a lieu une série de transformations physiques, chimiques et biochimiques concomitantes telles que l'expansion du produit, la perte d'eau par évaporation, la formation d'une structure alvéolaire plus ou moins développée, la dénaturation des protéines, la gélatinisation de l'amidon, la formation d'une croûte et les réactions de coloration (Sablani et al, 1998).

III.1. L'expansion au four

III.1.a. Mécanismes d'expansion

- Au début de la cuisson, la levure continue à produire du CO_2 jusqu'à sa température de désactivation aux alentours de 50°C. Le CO_2 et l'éthanol produits et dissous dans la pâte s'évaporent et enrichissent la phase gazeuse (étape 1 de la figure 14).
- Les conditions hydriques du milieu environnant (air plus ou moins sec) peuvent impliquer un gradient de concentration en eau qui serait à l'origine de la diffusion d'eau dans la pâte sous forme liquide (étape 2 de la figure 14). Cette diffusion de l'eau se fait en contournant les bulles gazeuses.
- A partir de 60°C, l'eau diffuse vers les cellules gazeuses et s'évapore. Cette vapeur d'eau diffuse sous l'effet d'un gradient de pression partielle de vapeur d'eau. D'un côté, l'augmentation continue de la température de la pâte entraîne un accroissement de la pression de vapeur saturante dans la pâte même. De plus, la différence de température entre la surface et le cœur du produit (figure 15) est à l'origine d'une pression partielle de vapeur d'eau plus importante en surface. La vapeur d'eau diffuse alors au travers du CO_2 contenu dans la bulle, rencontre un film de pâte à une température plus faible, se condense et diffuse sous forme liquide au travers du même film. Ce film de pâte séparant deux bulles proches, l'eau peut s'évaporer à nouveau dans la bulle à plus faible température : C'est le phénomène d'évapo-condensation (étape 3 de la figure 14).
- Simultanément, sous l'effet de l'augmentation de la température et conformément à la loi de Gay-Lussac, les gaz inclus dans les cellules s'expansent (étape 4 de la figure 14). Comme le montre la figure 16, l'expansion thermique est le facteur qui participe le moins à cette expansion. Aux basses températures, c'est l'évaporation du dioxyde de carbone qui apporte la plus large contribution, et aux températures plus élevées (> 60°C), c'est plutôt l'évaporation de l'eau (Bloksma, 1986). L'arrêt de cette expansion se situerait vers 70°C (Bloksma, 1990a). Moore et Hoseney (1985) la situaient à une température plus élevée vers 80°C mais en négligeant la participation de la vapeur d'eau.

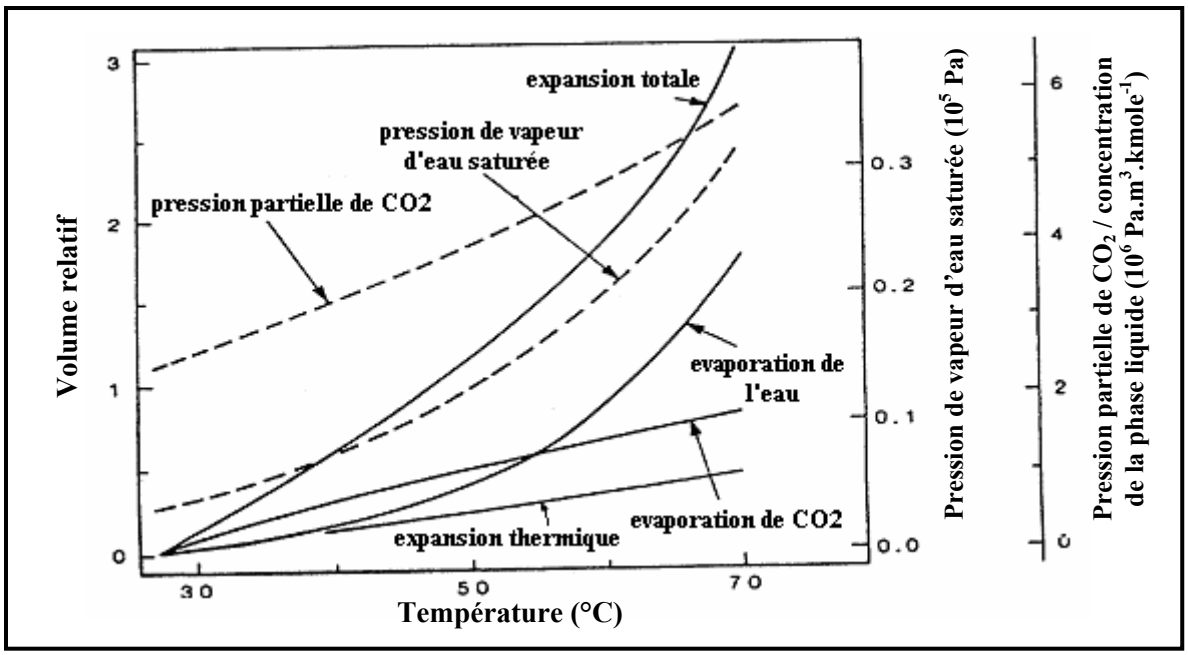


Figure 16 Participation de l'expansion thermique, de l'évaporation de l'eau et du CO_2 à l'expansion totale d'une pâte au four (d'après Bloksma, 1986).

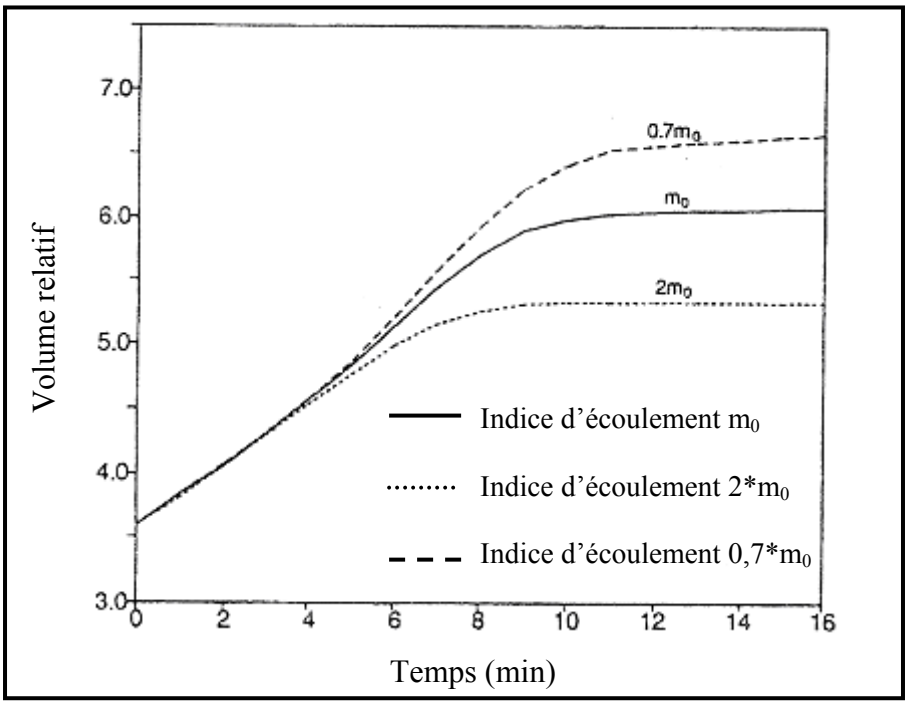


Figure 17 : Evolution du volume relatif de la pâte en fonction du temps de cuisson pour des pâtes de différents indices d'écoulement : (—) m_0, (…) $2*m_0$ et (---) $0.7*m_0$ (D'après Fan *et al.*, 1999).

Légende :

L'indice d'écoulement correspond à l'exposant de la loi en puissance.

L'expansion des gaz est à l'origine des déformations subies par la matrice continue et la structure finale de la mie en est une conséquence directe. Suite au grossissement des bulles gazeuses et à l'extension biaxiale induisant le passage des cellules de la forme sphérique à la forme polyédriques, deux cas se présentent (Hayman *et al.*, 1998a) :

- Lorsque les parois des cellules gazeuses ont des propriétés viscoélastiques qui leur permettent de résister à cette augmentation de pression, il n'y a pas de rupture. Les produits finis présentent des mies avec des alvéoles indépendantes, la structure alvéolaire est dite « fermée ».
- L'augmentation de pression crée une contrainte plus grande que celle à laquelle les parois des cellules peuvent résister. Il y a rupture des cellules et coalescence. Les produits finis présentent des mies avec des alvéoles connectées et des cheminées, ils sont dits à structure alvéolaire « ouverte ».

III.1.b. Facteurs influençant l'expansion au four

Plusieurs facteurs participent à la restriction de l'expansion de la pâte dans le four, voir son arrêt, tel que l'inactivation de la levure par la température ou l'atteinte d'un équilibre entre l'expansion thermique des gaz et l'évaporation de l'eau et du dioxyde de carbone. Un autre type de restriction serait dû à la résistance de la pâte même à l'extension. Celle-ci peut être due soit à la résistance visqueuse à la déformation de la matrice entourant les bulles, soit à la formation d'une croûte à la surface. Enfin, le taux fini d'évaporation de l'eau ou du CO_2 peut aussi restreindre l'expansion (Bloksma, 1986). L'effet de ces facteurs reste toutefois minoritaire face à d'autres paramètres notamment la viscosité ou la perméabilité de la pâte :

- **La viscosité de la pâte** : l'évolution de celle-ci durant la cuisson (cf. partie 1 chapitre 2 § III.2.) et son influence sur l'expansion thermique peut être divisée en 2 parties : une diminution continue jusqu'à une température interne d'environ 60°C suivie d'une phase d'augmentation rapide.
    - Les auteurs divergent sur l'interprétation des mécanismes de la première phase de cuisson. Certains indiquent que la diminution de la viscosité favoriserait l'expansion durant la cuisson tout en «fragilisant» la pâte qui peut perdre facilement du gaz dans le four, phénomène accentué par les vibrations et les chocs (Bloksma, 1980 ; Bloksma, 1986). D'autres, comme Fan *et al.* (1999), en observant la superposition des courbes d'évolution du volume relatif en fonction du temps pour des pâtes de différents indices d'écoulement, aux premiers stades de cuisson, (figure 17)

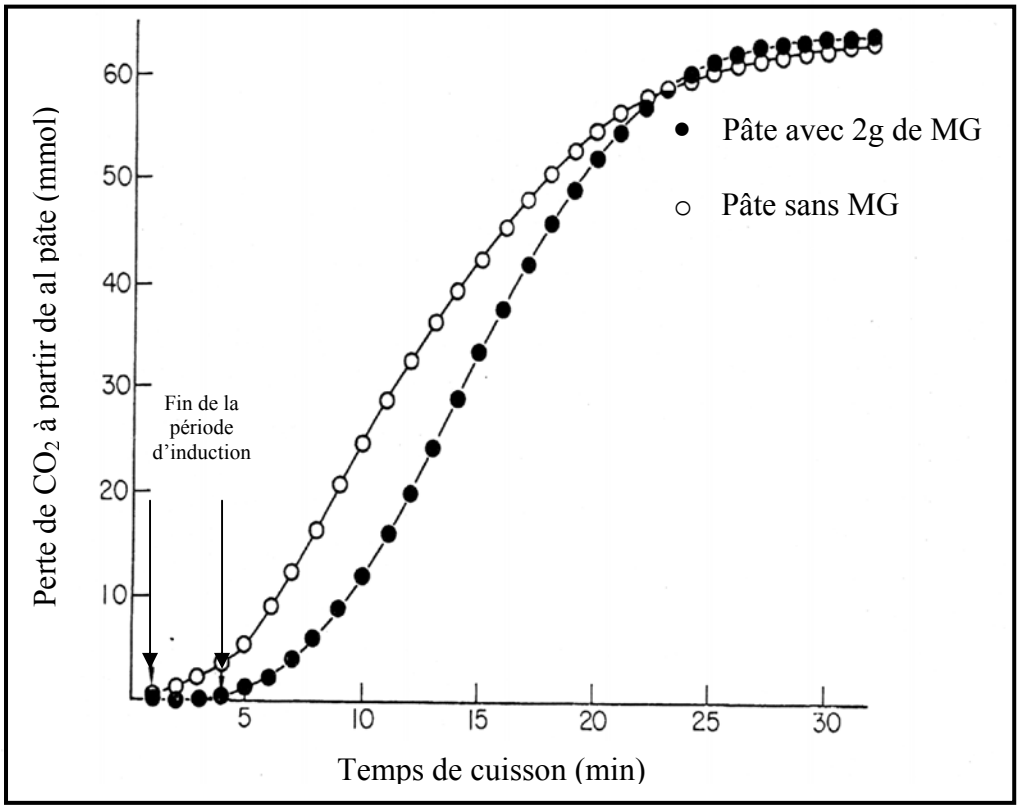


Figure 18 : Incidence de la matière grasse sur l'évolution de la perte de CO_2 en cours de cuisson d'une pâte dans une enceinte fermée (d'après Daniels et Fisher, 1976).

concluent que la diminution de viscosité n'influence pas la vitesse d'expansion. Au début de la cuisson, quand la viscosité apparente de la pâte est faible et que la pression à l'intérieur des bulles est proche de la pression atmosphérique, l'évolution du volume relatif ne dépend ni de la cinétique de chauffe ni de la viscosité de la pâte mais seulement de la température atteinte (Fan *et al.*, 1999).

- Quand à la seconde phase de cuisson, l'augmentation de la viscosité semble avoir un effet de retardement de la levée (Fan *et al.*, 1999) provoquant même l'arrêt de l'expansion puis le maintien de la structure après expansion en évitant l'affaissement du produit à la sortie du four (Bloksma, 1986).

- **La perméabilité de la pâte** : Au début de la cuisson et bien que la matrice continue entourant les cellules gazeuses soit saturée en dioxyde de carbone, une faible proportion de gaz diffuse hors des cellules gazeuses jusqu'à à la surface de la pâte et s'évapore dans l'atmosphère. Ceci induit une faible perte de gaz qui devient beaucoup plus importante vers la fin de la cuisson réduisant ainsi la participation des gaz dans la levée au four (Bloksma, 1986). Ce facteur limitant est fonction de la perméabilité des parois des cellules gazeuses : celle-ci augmente avec la température jusqu'à ce que le pourcentage de gaz perdu soit égal au pourcentage de gaz produit. Cependant, la perméabilité de la pâte au dioxyde de carbone vis à vis du volume final du produit ne paraît critique que durant la première phase de cuisson. L'addition de matière grasse semble jouer un rôle retardateur dans ce phénomène. Des essais de cuisson (figure 18) montrent que la perte de dioxyde de carbone commence dès le début de la cuisson pour des pâtes sans matière grasse. Alors qu'en présence de matière grasse ajoutée, on observe une période de latence qui semble nécessaire à une bonne levée. La matière grasse permet de retarder le début de perte de dioxyde de carbone pour qu'il y ait un commencement de rigidification de la matrice et de formation de la croûte et éviter ainsi un affaissement du produit en fin de cuisson (Daniels et Fisher, 1976).

L'expansion au four est un phénomène multifactoriel dans lequel interviennent non seulement les transferts thermiques et de matière (essentiellement de l'eau) mais aussi les propriétés rhéologiques de la pâte. Toutefois, les mécanismes d'expansion nécessitent un élément transporteur essentiel : les bulles gazeuses. Leur présence ainsi que leur stabilité joue d'ailleurs un rôle « caché » mais primordial dans l'expansion. Leur stabilité en cours de cuisson est conditionnée notamment par la stabilité du film interfacial (cf. partie 1 chapitre 2 § III.3).

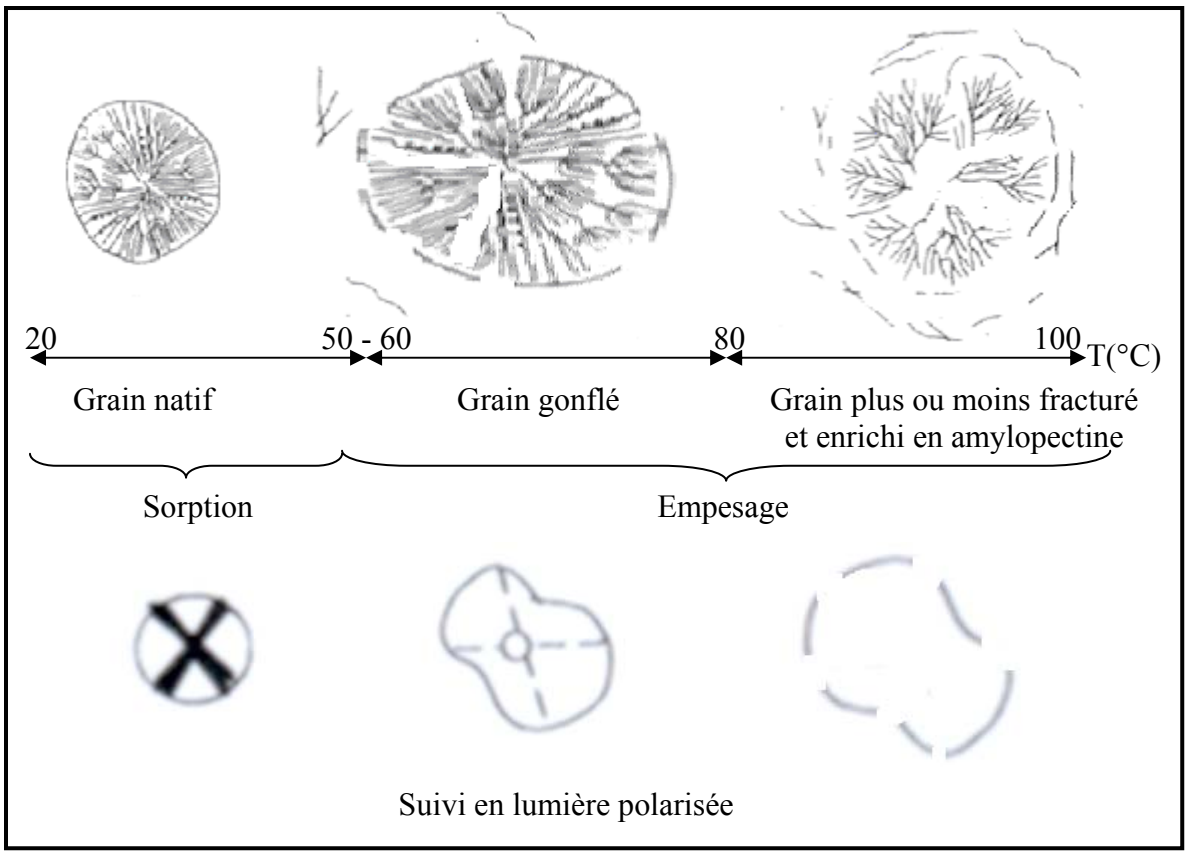


Figure 19 Influence d'un traitement hydrothermique en excès d'eau sur le grain d'amidon (adapté de Buléon *et al.*, 1990 et de Billiaderis, 1991).

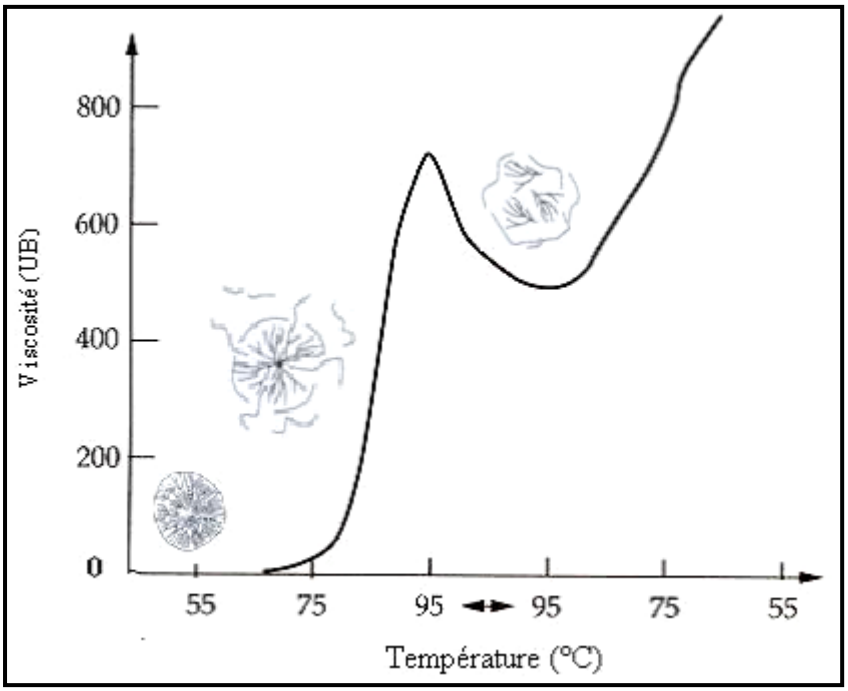


Figure 20 Viscogramme Brabender d'une suspension d'amidon de blé (8% amidon/eau) obtenu avec un Viscoamylographe Brabender. Chauffage jusqu'à 95°C à 1,5°C/min, phase stationnaire pendant 1h et ensuite refroidissement à 1,5°C/min (Adapté de Eliasson et Larsson, 1993).

III.2. La transition pâte/mie

Au cours de la cuisson, il y a transformation d'une pâte liquide en un produit solide. L'augmentation de la température du produit et la présence d'eau en quantité suffisante sont à l'origine des transformations hydro-thermiques subies par l'amidon et les protéines du réseau de gluten, transformations aboutissant à la formation d'un réseau continu présentant les propriétés d'un solide viscoélastique (Bloksma, 1986).

III.2.a. Transformation hydrothermique de l'amidon : la gélatinisation

A température ambiante, les grains d'amidon natifs sont insolubles dans l'eau (3<pH<10). En présence d'un excès d'eau (> 60 % masse totale) et à une température supérieure à 60°C, la structure physique de l'amidon est modifiée : c'est le processus de gélatinisation conduisant à la solubilisation partielle de l'amidon (figure 19). Ce processus comprend un gonflement irréversible suivi d'une perte de la structure granulaire. Cette perte est due (Buléon *et al.* 1990 ; Biliaderis, 1992):

- aux changements structuraux concernant d'abord les zones amorphes, car elles sont plus accessibles à l'eau, ensuite les zones cristallines (fusion). Ce décalage entre les deux phénomènes est d'autant plus grand que la teneur en eau est faible.
- à la solubilisation rapide de l'amylose qui diffuse hors du grain.

L'empois obtenu est formé de fantômes de grains et de macromolécules en solution et ses propriétés dépendent du degré de gélatinisation ainsi que du rapport amylose/amylopectine.

Ce phénomène de gélatinisation, correspondant à une disparition des zones ordonnées, implique la perte de la biréfringence des grains d'amidon (disparition de la « croix de Malte » observée en lumière polarisée). Le gonflement des grains suivi de la solubilisation de l'amylose modifient aussi la consistance du milieu provoquant une augmentation rapide de la viscosité de la phase continue pour atteindre un pic (Morris, 1990). L'évolution de la viscosité et la température du pic dépendent de l'espèce botanique et du type cristallin de l'amidon natif. Le Viscoamylographe Brabender, permet de suivre l'évolution de la viscosité (figure 20) de suspensions d'amidon diluées (1 à 10%) soumises à des traitements hydrothermiques (Zobel, 1984 ; Galliard et Bowler, 1987).

L'analyse enthalpique différentielle permet aussi le suivi de cette transformation, qui se traduit par un endotherme dont les caractéristiques (température de début et de fin de gélatinisation, enthalpie de gélatinisation) dépendent du rapport amidon/eau. En excès d'eau (> 60% masse totale), le phénomène de gélatinisation de l'amidon se traduit sur le

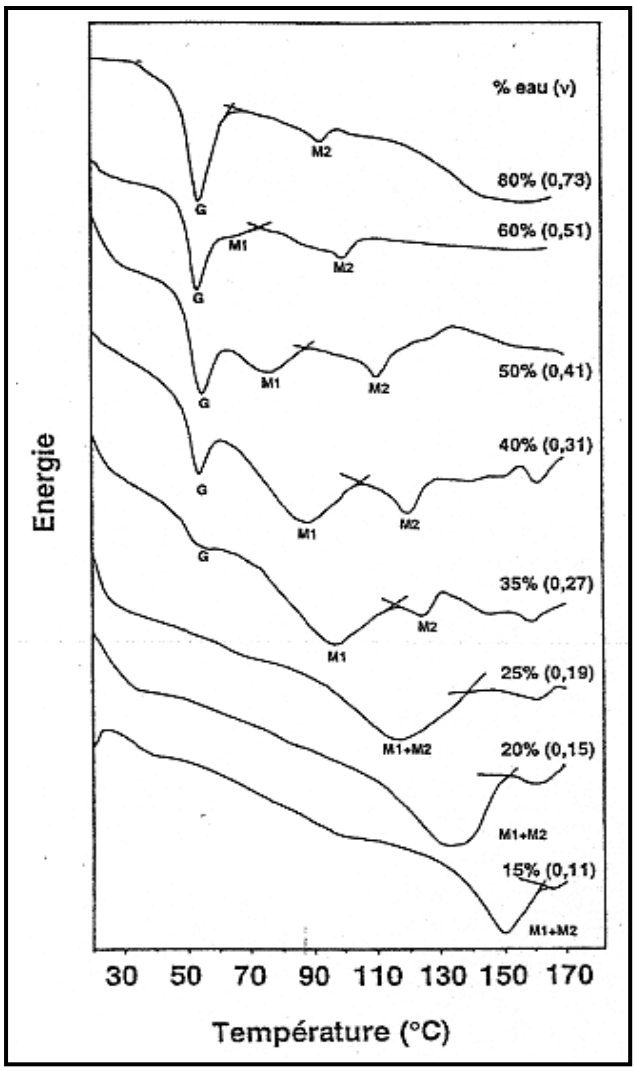


Figure 21 : Diagramme de fusion de l'amidon de blé, en fonction de la teneur en eau (la valeur correspondante de la fraction volumique d'eau est donnée entre parenthèses : G pic de gélatinisation, M1 pic de fusion et M2 fusion des complexes amylose-lipides (Champenois *et al.*, 1995).

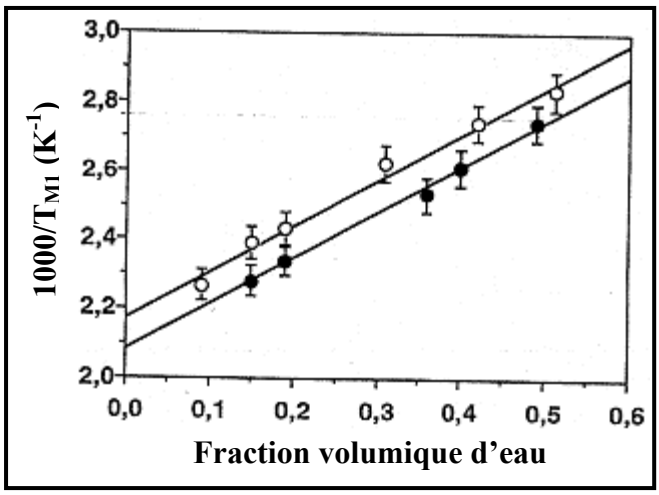


Figure 22 : Représentation selon Flory (1953) des droites de fusion de l'amidon de blé (○) et de la farine (●) en fonction de la fraction volumique d'eau (Champenois *et al.*, 1995).

thermogramme par un pic de gélatinisation G observé à 55°C (figure 21). Le second pic M2 à 95,3°C (80% de teneur en eau) est dû à la fusion des complexes amylose-lipides. En milieu faiblement hydraté (< 60% masse totale), il y a dédoublement du pic G observé sur le thermogramme en excès d'eau en un pic G et un pic M1. C'est vers une teneur en eau intermédiaire voisine de 60%, que le premier endotherme G présente un épaulement vers les hautes températures. Lorsque la teneur en eau diminue encore, l'endotherme M1 se déplace vers des températures plus élevées. Parallèlement, l'endotherme G décroît et disparaît en dessous d'une teneur en eau de 25%. Comme M1, l'endotherme de fusion des complexes amylose-lipides M2 se déplace aussi vers les hautes températures avec la diminution de la teneur en eau mais plus lentement. Les deux endothermes se superposent pour une teneur en eau de 25% (Champenois *et al.*, 1995). Ce comportement commun à tous les amidons a été observé pour l'amidon de blé (Champenois *et al.*, 1995) mais aussi pour des amidons d'autres céréales tels que la pomme de terre (Donovan, 1979), le riz (Biliaderis et al., 1986), le manioc (Garcia *et al.*, 1996). Les interprétations de ces endothermes sont controversées. Certains auteurs les interprètent comme deux transitions : la première correspondant à la gélatinisation en excès d'eau et la seconde à la fusion en milieu peu hydraté (Donovan, 1979). D'autres auteurs les décrivent comme une transition vitreuse superposée à un processus de fusion hors équilibre (Biliaderis *et al.*, 1986 ; Slade et Levine, 1988).

L'application de la loi de Flory (1953) à l'évolution de la température de l'endotherme M1 en fonction de la fraction volumique d'eau (ν) permet de déterminer l'équation d'évolution de la température de fusion (T_{M1}) des cristaux les plus parfaits de l'amidon, déterminée par la température de pic de l'endotherme M1 (exprimée en K), en fonction de ν (la fraction volumique d'eau) comprise entre 0 et 0,7 :

$$1000/T_{M1} = 1{,}33\ \nu + 2{,}17 \qquad \text{(eq 1)}$$

L'obtention du diagramme de fusion pour la farine de blé a permis à Champenois et ses collaborateurs (1995) de déterminer l'équation de la droite de fusion correspondante :

$$1000/T_{M1} = 1{,}32\ \nu + 2{,}08 \qquad \text{(eq 2)}$$

La différence notée entre les droites de fusion de l'amidon et de la farine (figure 22) est probablement due à la présence des composants de la farine, autres que l'amidon. Pour une fraction volumique en eau identique, la température de fusion est augmentée d'une valeur comprise entre 20°C (ν = 0) et 11°C (ν = 0,7). Le gluten, en particulier, fixe une partie de l'eau présente et diminuerait donc la quantité d'eau disponible pour l'amidon.

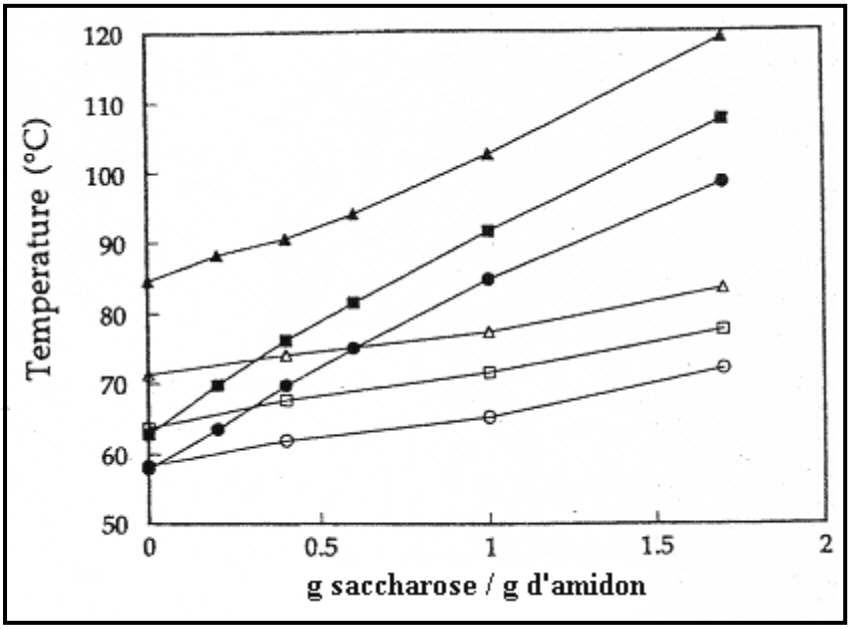


Figure 23 : Influence de la teneur en saccharose sur les températures caractéristiques du phénomène de gélatinisation de l'amidon de pomme de terre : (●,○) T_0 ; (■,□)T_G et (▲,△) T_{M1} ; symboles remplis rapport eau/amidon 1 :1 ; symboles vides rapport eau/amidon 3 :1 (Eliasson, 1992).

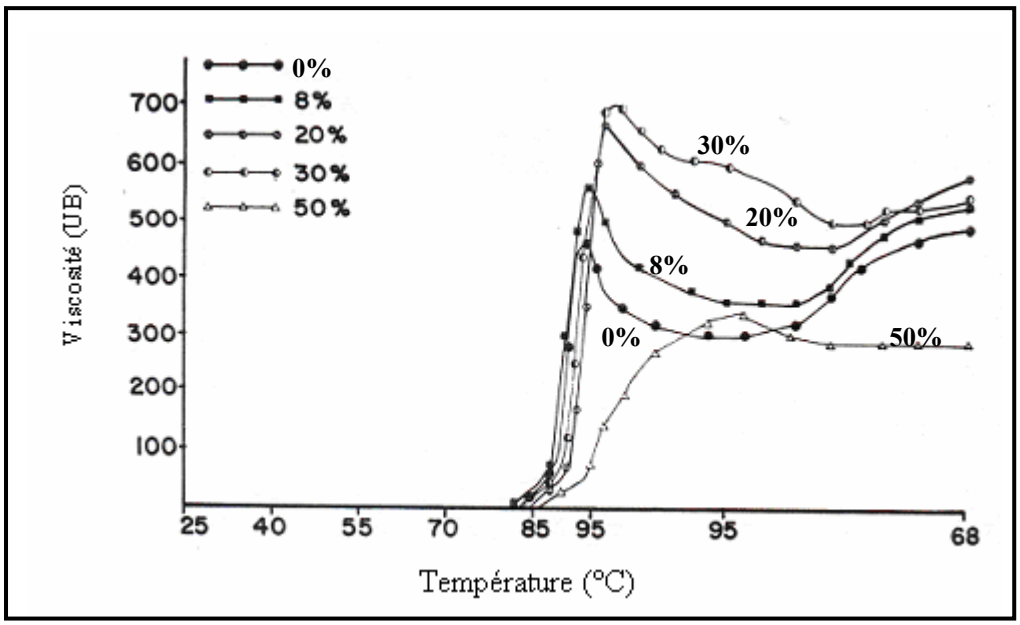


Figure 24 Effet du saccharose sur la gélatinisation de l'amidon : Viscogrammes de mélanges farine-sucre à différentes teneur en saccharose (D'après D'Appolonia, 1972).

La présence de gluten dans le milieu semble influencer la température de fusion de l'amidon. C'est aussi le cas de plusieurs autres composés utilisés dans la fabrication des produits de panification, notamment les sucres qui provoquent le retardement du phénomène de gélatinisation. Plusieurs études par calorimétrie rapportent une augmentation des températures du début (T_o) du phénomène de gélatinisation, du pic de gélatinisation (T_G) et du pic de fusion (T_{M1}) (figure 23) (Evans et Haisman, 1982 ; Ghiasi *et al.*, 1983 ; Buck et Walker, 1988, Eliasson, 1992) avec l'augmentation de la teneur en sucre. Wootton et Bamunuarachchi (1980) notent un effet de retard concernant la température du pic (T_G) seulement. L'influence de la teneur en saccharose sur le phénomène de gélatiniation peut être aussi suivie par des essais de mesures de viscosité Brabender (figure 24). Pour des suspensions d'amidon, à des concentrations inférieures à 16% (100 mL d'eau), le début d'augmentation de la viscosité est observée à la même température (83,5°C). Par contre, l'augmentation de la viscosité et la température du pic sont d'autant plus importantes que la teneur en saccharose est élevée. Au-delà d'une concentration de 16% (100 mL d'eau) en saccharose, on observe un décalage du début du phénomène vers les températures élevées. La température du pic survient aussi plus tard mais l'augmentation de viscosité diminue quand la teneur en saccharose augmente (D'appolonia, 1972).

Les explications des effets de retardement du phénomène de gélatinisation avec l'augmentation de la teneur en sucre diffèrent. Eliasson (1992) attribue cet effet de retard à la diminution de la disponibilité de l'eau dans le milieu avec l'augmentation de la teneur en sucre. Spies et Hoseney (1982) expliquent le phénomène par le fait que l'addition de sucre provoque une baisse de l'activité de l'eau affectant ainsi ses propriétés thermodynamiques : si la réactivité de l'eau est plus faible, les réactions impliquant l'eau vont être ralenties et nécessiter plus d'énergie. Cette augmentation de température s'accompagne d'un affinement de l'endotherme (figure 25) et non d'une scission du pic en deux comme c'est le cas avec la diminution de la teneur en eau (figure 21). D'autres auteurs supposent la formation de « ponts » par le saccharose qui aurait diffusé au sein de la phase amorphe du grain d'amidon induisant une stabilisation du système (Ghiasi *et al.*, 1983). L'agitation thermique des chaînes d'amidon au niveau des zones amorphes permettant de disloquer les cristaux, est retardée par ces ponts stabilisant l'ensemble de la structure (Kim et Walker, 1992). L'explication proposée par Levine et Slade (1990a) fait intervenir l'effet anti-plastifiant des sucres sur la gélatinisation de l'amidon, qui serait plus important que celui de l'eau pure. En effet, un traitement isothermique appliqué à de l'amidon dispersé dans une solution aqueuse

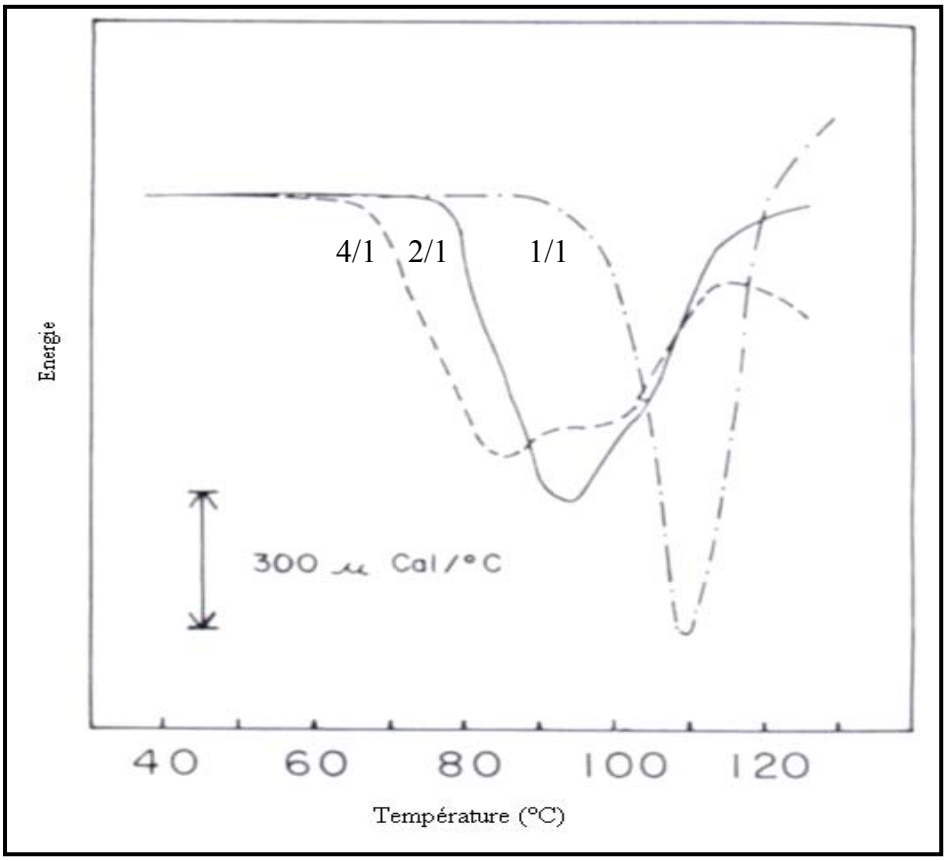


Figure 25 Effet du saccharose sur la gélatinisation de l'amidon : Thermogrammes de mélanges farine-saccharose à différentes proportions farine/sucre = 4/1 (----), 2/1 (—) et 1/1 (-.-.-.) (D'après Ghiasi et *al.*, 1983).

d'oligosaccharides, impliquant la fusion de l'amylopectine dans de l'eau seule, donne un effet antiplastifiant avec des phénomènes d'annealing et de renforcement des cristaux (Levine et Slade, 1990a). Cette hypothèse pourrait expliquer l'affinement de l'endotherme (figure 25) lorsque la teneur en saccharose augmente.

III.2.b. Transformation hydrothermique des protéines

Les deux familles de protéines (cf. partie 1 ; chapitre 1 ; § I.1), de structure (albumines et globulines) et de réserve (gluten), ne subissent pas les mêmes modifications lors des traitements thermiques :

- Les protéines de structure subissent deux modifications successives : une transconformation réversible des molécules puis une association irréversible de celles-ci par des interactions de type hydrophobe ou à travers l'oxydation de groupements thiol, c'est la thermocoagulation (Mulvihill and Donovan, 1987).

  La première étape de cette dénaturation fait évoluer la structure native des protéines vers un état désordonné généré par la rupture des liaisons de faible énergie (liaisons hydrogènes). Elle implique aussi une exposition différente des zones hydrophobes de la protéine dépliée et donc de nouvelles interactions, en particulier avec les molécules d'eau. Ce phénomène de transconformation intervient dans une gamme de température assez étroite (60 à 70°C) pour des teneurs en eau supérieures à 25% (masse totale). Pour des teneurs en eau plus faibles, plus on diminue l'eau, plus la température de dénaturation est élevée (Mitchell *et al.*, 1994).

  La seconde étape, du type agrégatif, est favorisée par l'augmentation de la mobilité moléculaire au cours de la transconformation. La mise en place de nouvelles liaisons conduit à la création d'agrégats, solubles au début seulement. L'agrégation induit d'importantes modifications des propriétés comportementales avec l'insolubilité des agrégats en particulier. Contrairement à la première étape (transconformation), phénomène endothermique rapide, l'agrégation est un processus cinétique exothermique : plus la vitesse de chauffage est lente, plus le processus d'agrégation est important (Myers, 1990).

- Les protéines du réseau de gluten réagissent différemment aux traitements thermiques puisqu'elles ne subissent pas la première étape de transconformation réversible : il y a polymérisation directe et irréversible (pontage disulfure). Le gluten peut être assimilé à une macromolécule amorphe caractérisée par une température de transition vitreuse qui

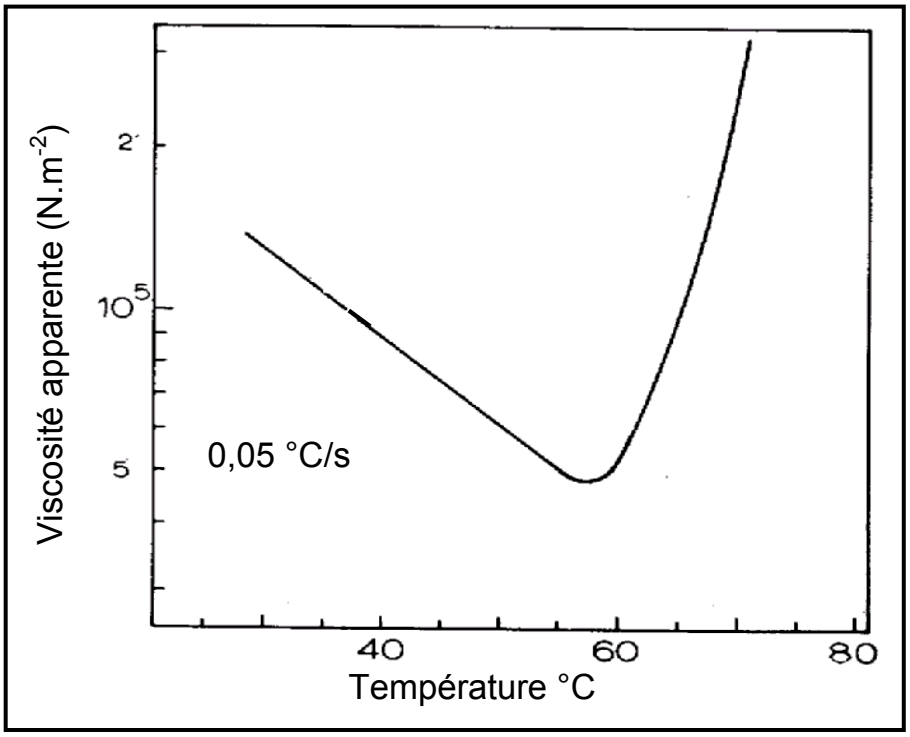


Figure 26 : Evolution de la viscosité apparente de la pâte en fonction de la température de cuisson (D'après Bloksma, 1980).

est fonction de la teneur en eau. Elle est de l'ordre de 110°C pour une teneur de 2% en eau (masse totale) et chute à 25°C pour une teneur de 15% (Toufeili *et al.*, 2002). Des températures de pâte supérieures à cette température de transition favorisent la réactivité chimique et donc la formation du réseau tridimensionnel du gluten. Cette formation induit le passage de la pâte d'un état liquide visqueux à un état solide élastique. On aboutit à un réseau de protéines thermoformées par création de liaisons (ponts) disulfure : il s'agit de la réticulation des protéines ou encore agrégation. Ces changements structuraux induisent des modifications mécaniques et rhéologiques des constituants du gluten. Tandis que les films de gliadines présentent une baisse d'extensibilité et un accroissement de la rigidité (Schofield *et al.*, 1984), les gluténines de HPM forment un réseau plus élastique et plus rigide (Shewry *et al.*, 1986). Le résultat global de ces changements est une baisse de l'extensibilité et un gain en fermeté et en élasticité du réseau de gluten.

Pour des teneurs en eau comprises entre 40 et 45% (base sèche), comme c'est le cas de la pâte à pain, ces changements débutent vers 74°C (Hoseney, 1986). Pour des teneurs en eau supérieures à 65% (base sèche), la coagulation des gluténines a lieu dans une plage de température comprise ente 55 et 75°C, alors que pour les α, β et γ gliadines, elle se produit à une température supérieure à 75°C et à des températures supérieures à 100°C pour les ω gliadines. A l'inverse, pour des teneurs en eau plus faibles de l'ordre de 25%, l'agrégation des gluténines de HPM commence dès 80°C, les gluténines de FPM sont peu affectées et les gliadines restent inchangées (Ablett *et al.*, 1988). En dessous d'une teneur en eau de 21%, même les gluténines de HPM seraient peu affectées (Weegels *et al.*, 1994).

Les transformations hydrothermiques subies par l'amidon et le gluten sont à l'origine de l'évolution des propriétés rhéologiques de la pâte en cours de cuisson. Leurs actions se situent dans la même plage de température rendant la séparation de leurs effets difficile. L'exemple de l'évolution de la viscosité de la pâte à pain en cours de cuisson le confirme (figure 26). Dés le début de la cuisson et jusqu'à une température d'environ 60°C, la viscosité diminue pour atteindre un minimum ($\eta_{60°C} \sim 1/5\ \eta_{26°C}$). L'agitation thermique en est responsable pour une majeure partie. Dans cette zone de température, le gonflement progressif des grains d'amidon et le début de coagulation du réseau de gluten tridimensionnel sont probablement à l'origine de l'augmentation rapide de la valeur de la viscosité apparente.

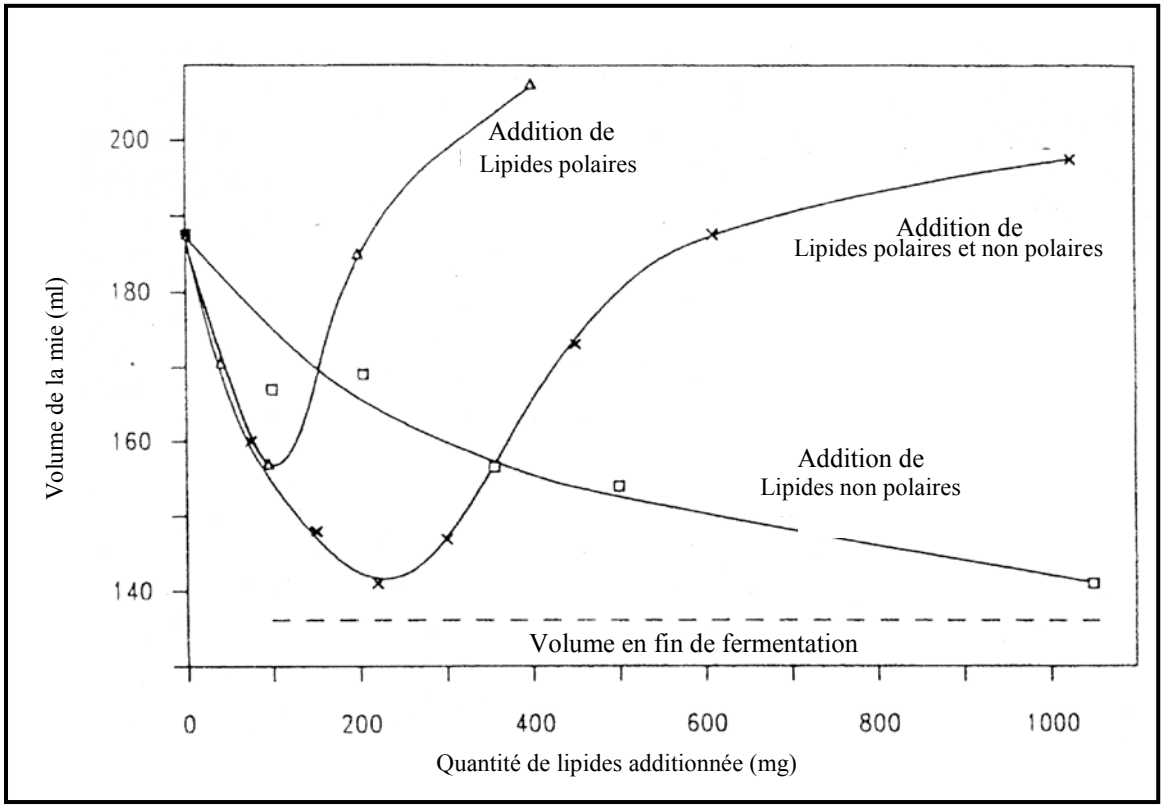


Figure 27 : Volume en fin de cuisson d'un pain fabriqué avec une farine délipidée additionnée de différents types et quantités de lipides (D'après Mac Ritchie et Gras, 1973).

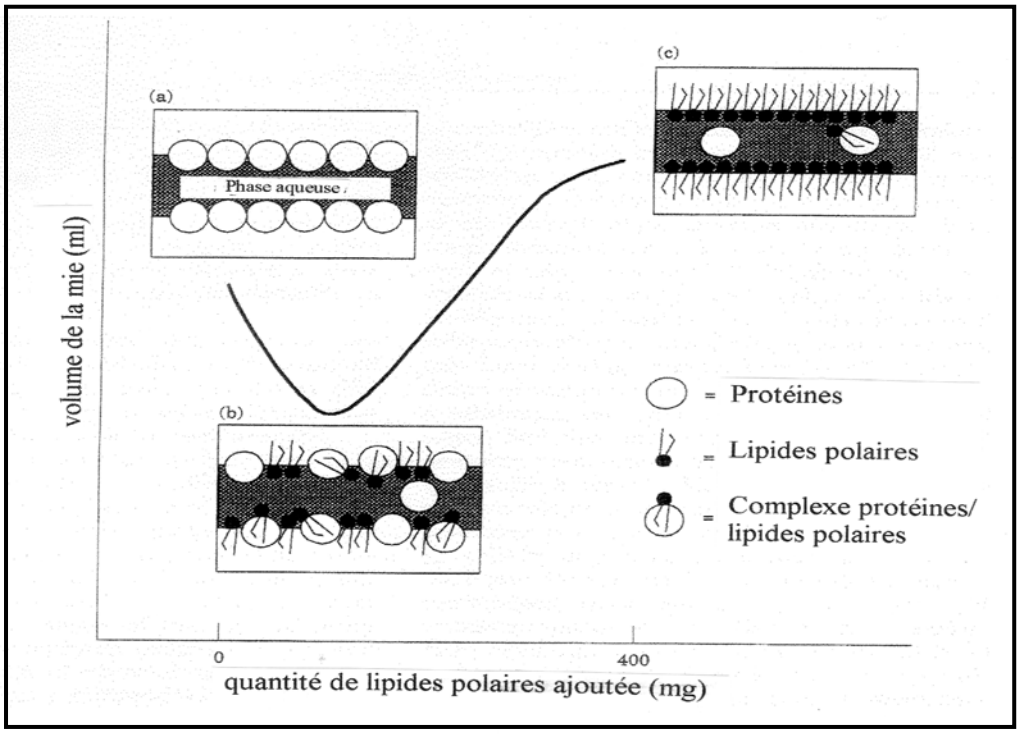


Figure 28 Représentation hypothétique de la compétition lipides/protéines à l'interface air/phase gazeuse d'une pâte (D'après Gan et *al.*, 1995).

III.3. Facteurs influençant la stabilité de la phase gazeuse au cours de la cuisson

La stabilité du film interfacial gaz/matrice continue au cours de la cuisson est essentielle pour « la survie » des bulles gazeuses et la continuité des mécanismes d'expansion (transferts thermiques et de matière). Tout comme pour l'étape de fermentation, plusieurs facteurs peuvent jouer sur cette stabilité. L'action des lipides et des protéines de la farine ainsi que de la matière grasse ajoutée a été confirmée a cet effet :

- **Les constituants de la farine**
  - Les lipides, suivant leur polarité, agissent différemment sur le volume final des produits cuits (figure 27). L'addition exclusive de lipides non polaires à une farine délipidée provoque une baisse du volume final quasi-proportionnelle à la quantité introduite. En revanche, l'addition de lipides polaires provoque au début une diminution considérable du volume final pour une quantité ajoutée inférieure à 100 mg, suivie d'une augmentation importante pour des quantités ajoutées plus importantes. Ainsi pour une même quantité ajoutée (400 mg) de lipides polaires ou non polaires on atteint respectivement un volume final de 207 et 155 mL. L'allure de la courbe d'évolution du volume du pain lors de l'ajout des deux types de lipides simultanément et à quantités égales est la même que celle obtenue lors de l'ajout des lipides polaires seuls. Mais, le minimum intervient pour une quantité plus importante (210 mg) et le volume final atteint est plus faible pour la même quantité ajoutée (165 mL pour 400 mg) (Mac Ritchie et Gras, 1973). En conclusion, les lipides polaires influencent largement le degré d'expansion du produit dans le four (MacRitchie et Gras, 1973).

  - Cependant, la présence des lipides polaires n'est pas indispensable à la levée au four puisque des produits préparés en absence de lipides polaires s'expansent (MacRitchie et Gras, 1973 ; Gan *et al.*, 1995). Les protéines sont capables de stabiliser à elles seules la phase gazeuse. Une compétition lipides-protéines engendrée par l'addition des lipides polaires pourrait expliquer la baisse de volume final de la mie observée sur la figure 28 pour de faibles quantités de lipides ajoutées. Au début, en absence de lipides polaires, les cellules gazeuses seraient stabilisées par les protéines (figure 28a). L'addition d'une petite quantité de lipides polaires déstabiliserait l'équilibre du système (chute initiale du volume final). Lorsque la concentration en lipides polaires augmente, la compétition à l'interface entre protéines et lipides

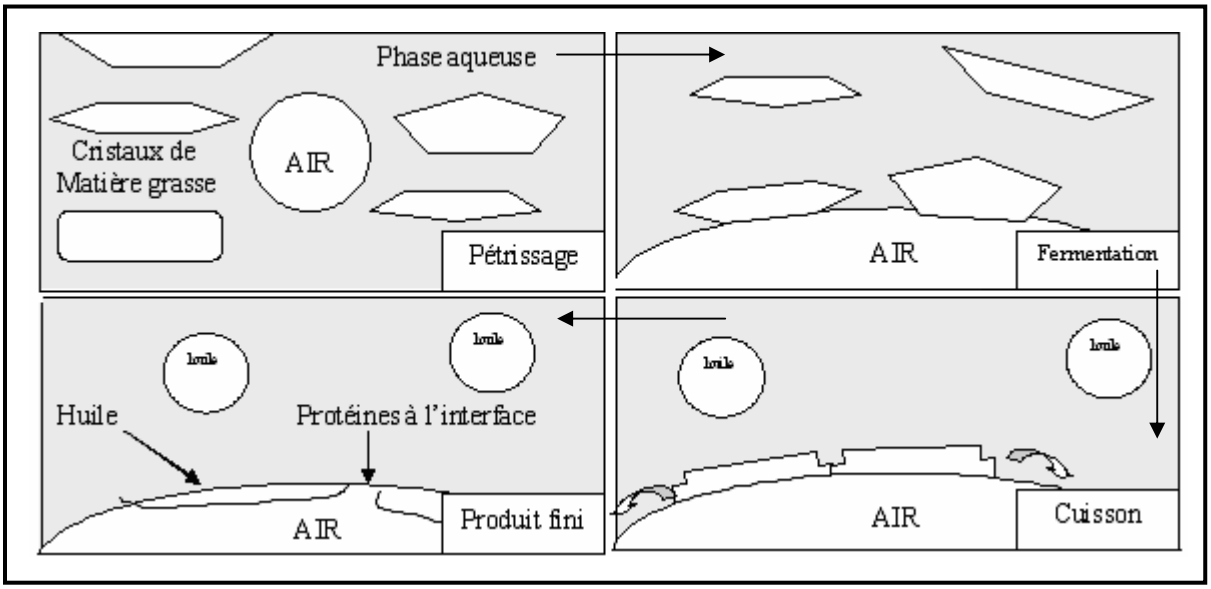


Figure 29 : Mécanisme d'action de la matière grasse, aux différents étapes du procédé de fabrication d'un produit céréalier de cuisson, pour la stabilisation de l'interface air/phase continue (Adapté de Brooker, 1996).

polaires conduirait à la formation d'un film mixte (figure 28b) et à la formation graduelle d'un film polaire par le déplacement des protéines de l'interface (figure 28c) (ré-augmentation progressive du volume final). Les lipides et les protéines de la farine coexistent probablement à l'interface air/liquide et agissent de manière compétitive dans la stabilisation de la phase gazeuse et l'obtention d'une structure alvéolaire à cellules séparées (Gan *et al.*, 1995).

- **La matière grasse ajoutée** : longtemps, on a supposé que les cristaux de matière grasse fondaient lors de la cuisson en scellant les interconnections crées dans la phase continue lors de l'expansion de la pâte. Ce mécanisme permettrait de retarder le phénomène de perte de CO_2 durant la cuisson et donc d'obtenir un produit fini avec un plus grand volume (Baker et Mize, 1941). Cette hypothèse a été contestée par Junge et Hoseney (1981) qui ont montré que la perte de CO_2 en cours de cuisson a lieu en même temps et est du même ordre de grandeur pour les pâtes contenant ou non de la matière grasse. Toutefois, ces mêmes auteurs ont montré, sans trouver de mécanisme explicatif satisfaisant, que les pâtes contenant de la matière grasse continuent à s'expanser aux températures élevées alors que ce n'est pas le cas des pâtes n'en contenant pas (Junge et Hoseney, 1981). Brooker (1996) explique cette action par la fusion des cristaux de matière grasse, qui ont enveloppé les cellules gazeuses au cours du pétrissage et de la fermentation, facilitant ainsi leur adsorption et leur étalement à l'interface et augmentant l'action des protéines et des lipides présents dans le milieu (figure 29). Ce mécanisme permettrait « la survie » d'un important nombre de cellules gazeuses de petite taille expliquant l'augmentation du volume final du produit fini et l'obtention d'une structure alvéolaire à cellules fermées observée lors de l'addition de la matière grasse (Brooker, 1996).

La cuisson, dernière étape du processus de fabrication des produits céréaliers de cuisson agit simultanément sur la phase gazeuse, par son enrichissement, l'augmentation de la taille et le changement de la forme des cellules gazeuses, et sur la phase continue par transformation d'une pâte aux propriétés de type liquide en un produit à comportement prédominant de solide élastique. Cette double action se traduit par l'obtention d'une structure alvéolaire fonction des propriétés des deux phases mises en jeu : les cellules gazeuses et la matrice continue. Leurs propriétés en début de cuisson et leur évolution au cours de celle-ci sont à l'origine de la structure alvéolaire finale du produit.

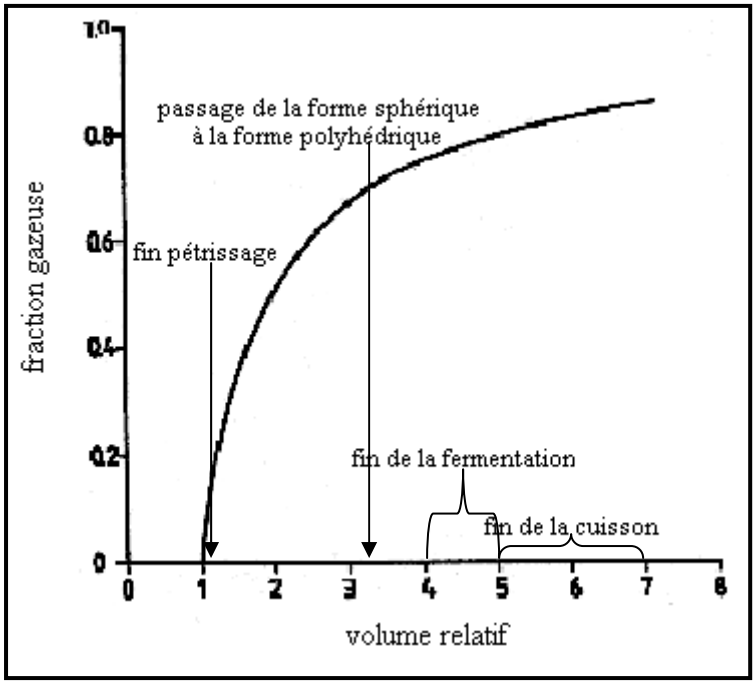


Figure 30 : Evolution de la fraction gazeuse en fonction du volume relatif au cours du processus de fabrication des produits de panification type pain de mie (Adapté de Van Vliet *et al.*, 1992).

IV. SYNTHESE

Le suivi de l'évolution de la phase gazeuse en fonction du volume relatif (figure 30) permet de résumer les phénomènes s'opérant au cours du processus de fabrication des produits céréaliers de cuisson. Le pétrissage assure l'introduction de nucléi de forme sphérique dans une matrice viscoélastique constituée de grains d'amidon enchâssés dans un réseau de gluten. A la fin de cette étape, la pâte doit être extensible pour permettre le grossissement des cellules au cours de la fermentation et suffisamment visqueuse pour éviter leur ascension. L'existence d'un film à l'interface air/phase continue où se placent les protéines, les doubles couches lipidiques et les cristaux de matière grasse joue un rôle important dans la stabilisation de ces cellules. Le CO_2 dégagé par la levure en cours de fermentation diffuse dans la matrice continue jusqu'à saturation. Le gaz migre alors dans les cellules gazeuses qui grossissent et, au dessus d'un certain seuil d'accumulation, les cellules se déforment pour devenir dans certains cas de forme polyédrique. La cuisson entraîne l'évaporation du CO_2 et de l'eau qui participent conjointement à l'expansion des cellules gazeuses. La résistance à la rupture des parois des cellules gazeuses conditionne le caractère fermé ou ouvert de la structure alvéolaire.

Chapitre 3 Caractérisation des produits de panification

Depuis les années 30, la caractérisation des pâtes de farine de blé et des produits céréaliers alvéolaires n'a cessé de susciter l'intérêt de nombreux auteurs (Par exemple : Bailey, 1930 ; Platt et Powers, 1940). Plusieurs méthodes de caractérisation des produits crus (pâtes) ou cuits ont été utilisées, notamment la rhéologie et la microscopie. Jusqu'à il y a une dizaine d'années, les propriétés des produits finis étaient caractérisés à l'échelle macroscopique intégrant parois et alvéoles. Or, l'influence de la structure alvéolaire sur les propriétés mécaniques des produits cuits, étroitement liées aux perceptions sensorielles du consommateur, est évidente. Avec le développement des outils informatiques et des techniques optiques, plusieurs études par analyse d'image ont permis d'avancer sur la caractérisation de la structure alvéolaire. Enfin, comme tout produit alimentaire, l'objectif étant de plaire aux consommateurs, plusieurs études ont porté sur l'aspect sensoriel (goût, texture…)

I. RHEOLOGIE DES PATES CEREALIERES

La caractérisation des propriétés rhéologiques des pâtes céréalières a été longtemps approchée selon une démarche empirique : elle consistait souvent à reproduire à l'échelle du laboratoire une étape liée à la transformation de la pâte et à en tirer des paramètres discriminants et prédictifs des propriétés étudiées. Les appareils les plus utilisés sont les pétrins enregistreurs (exemple : le Mixograph et le Farinograph Brabender) et ceux mettant en jeu un étirement qui se rapprocherait des phénomènes intervenant lors de la mise en forme et de la levée de la pâte. (exemple : l'Extensograph Brabender et l'Alvéographe Chopin) (Launay et Bartolucci, 1997).

Tableau 5 Estimation des déformations et des vitesses d'extension biaxiale au sein de la pâte au cours du processus de fabrication et pour certains appareils (D'après Muller *et al.*, 1961 ; Bloksma, 1988 ; Dobraszczyk et Roberts, 1994).

		Vitesse de déformation	Déformation
Etape du processus	Fermentation	10^{-4} à 10^{-3} s^{-1}	~ 5
	Levée au four	~ 2.10^{-3} s^{-1}	~ 4
Approche empirique	Extensograph Brabender	10^{-1} à 1 s^{-1}	~ 2,3
	Alvéographe Chopin (au pôle)		0,5 à 2,2

Malgré le développement spécifique de ces appareils pour la caractérisation des pâtes céréalières, ils présentent plusieurs inconvénients majeurs. Leurs résultats apportent globalement peu d'informations (Launay et Bartolucci, 1997). En effet, les résultats obtenus ne peuvent pas être traduits en données physiques connues, ce qui rend leur interprétation et la comparaison avec des données issues d'autres tests très difficile (Janssen *et al.*, 1996). Les déformations et vitesses de déformations appliquées sont largement supérieures à celles ayant lieu réellement au cours du processus de fabrication (Tableau 5). Par exemple, les appareils utilisés pour la caractérisation de la pâte dans des conditions d'extension appliquent des vitesses 100 fois supérieures à la réalité technologique. Il est donc difficile de tirer des conclusions de ces mesures effectuées dans des conditions très différentes de celles du processus de fabrication (Bloksma, 1988).

Les méthodes « fondamentales » assurent une approche mieux définie du comportement des pâtes céréalières. Les essais aux petites déformations en régime dynamique (conditions non destructives) permettent de mettre en évidence le caractère viscoélastique des pâtes céréalières. Les propriétés rhéologiques de la pâte en extension biaxiale aux grandes déformations dans des conditions où leurs propriétés ne sont pas modifiées par la mesure elle-même, sont également intéressantes à étudier (Berland et Launay, 1995): elles correspondent au type de déformation qui prédomine lors des étapes de fermentation et de cuisson. Dans cette partie, seuls ces deux types de méthodes seront présentés.

I.1. Propriétés viscoélastiques

Le comportement viscoélastique des pâtes céréalières est en général non linéaire c'est-à-dire que les déformations ou les vitesses de déformations mesurées ne sont pas proportionnelles aux contraintes imposées (ou inversement) (Bloksma, 1990a). Pour les essais en régime dynamique aux trés faibles déformations, on considère que les tests sont effectués dans le domaine de pseudo-linéarité, c'est-à-dire que les paramètres viscoélastiques y sont quasi-indépendants de l'amplitude de la contrainte ou de la déformation imposée. La détermination du domaine de linéarité est donc le préambule indispensable à toute mesure en régime dynamique. Il est classiquement défini comme le domaine où les valeurs des paramètres mesurés sont indépendantes de l'amplitude de la déformation. Les essais en régime dynamique présentent l'avantage d'être, dans les conditions de linéarité, non destructifs, permettant ainsi d'étudier les modifications de structure du matériau, induites par exemple par un changement de température, sans modifier ses propriétés par la mesure elle-même. Au

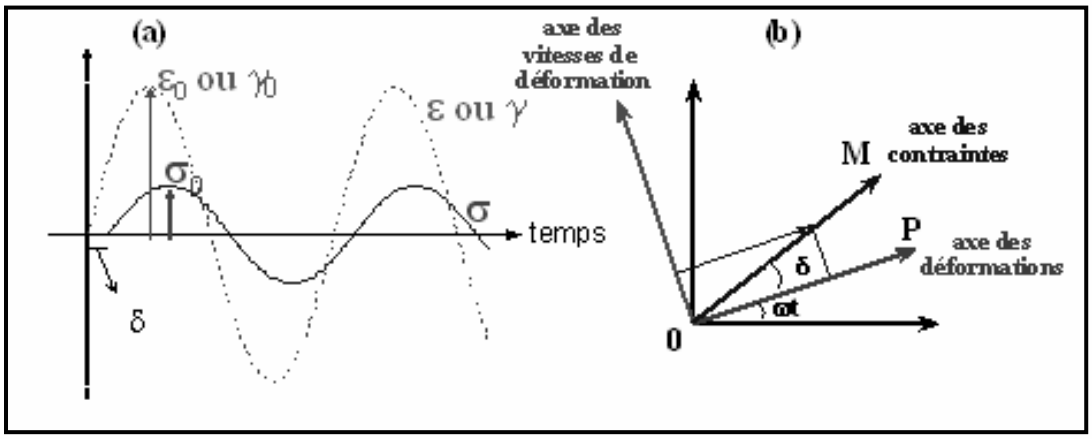


Figure 31 : Mesures en régime harmonique : (a) déphasage entre déformation et contrainte, (b) principe des vecteurs tournants.

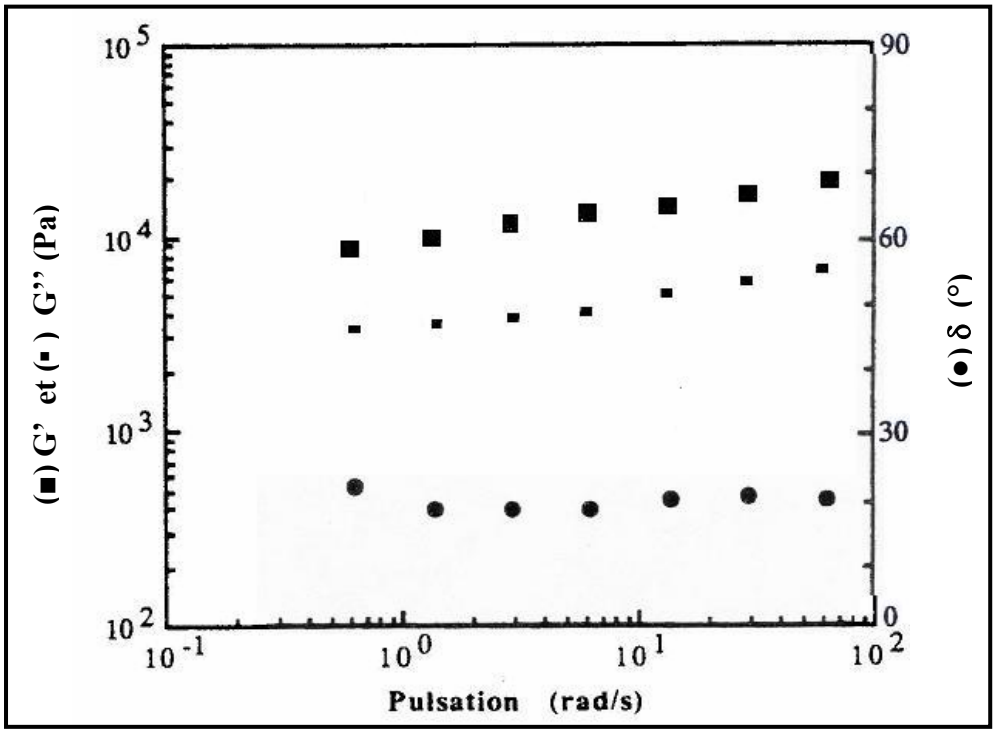


Figure 32 : spectre mécanique (amplitude de déformation = 0.2%) pour une pâte à pain à 46% de teneur en eau et sans levure : évolution des modules (■) G', (▪) G'' et l'angle (●) δ (Adapté de Berland, 1993).

cours de ces mesures, la déformation de cisaillement imposée (notée γ) ou la déformation uniaxiale notée ε varient respectivement en fonction du temps (figure 31a) selon l'expression suivante :

$$\gamma (t) = \gamma_0 \cos (\omega t) \ / \ \varepsilon (t) = \varepsilon_0 \cos (\omega t) \qquad \text{(eq 3)}$$

où γ_0 ou ε_0 est l'amplitude maximum de la déformation (adimensionnelle)
ω est la pulsation (rad/s)

La contrainte mesurée est donnée par l'expression suivante :

$$\sigma (t) = \sigma_0 \cos (\omega t + \delta) \qquad \text{(eq 4)}$$

où δ est le déphasage de la contrainte par rapport à la déformation
σ_0 est l'amplitude maximum de contrainte (Pa)

Le déphasage δ (ou angle de perte – figure 31a) caractérise l'état d'organisation du milieu :

- $\delta = 0$, la contrainte est en phase avec la déformation, indépendamment de la fréquence de sollicitation : le comportement est élastique linéaire.
- $\delta = \pi/2$, la contrainte est en phase avec la vitesse de déformation : le comportement est visqueux newtonien.
- $0 < \delta < \pi/2$, une partie de l'énergie fournie lors de la déformation est emmagasinée par le système et une autre dissipée : c'est le cas d'un comportement viscoélastique.

La représentation de la contrainte et de la déformation (de cisaillement ou uniaxiale) par des vecteurs tournants permet l'utilisation des variables complexes (figure 31b) :

$$\gamma^*(t) = \gamma_0 (\cos (\omega t) + i \sin (\omega t)) \text{ ou } \varepsilon^* (t) = \varepsilon_0 (\cos (\omega t) + i \sin (\omega t) \qquad \text{(eq 5)}$$

$$\sigma^* (t) = \sigma_0 (\cos (\omega t + \delta) + i \sin (\omega t + \delta)) \qquad \text{(eq 6)}$$

Le comportement viscoélastique peut donc être décrit par un module complexe, noté G* et E* respectivement pour une déformation de cisaillement et une déformation uniaxiale :

$$G^* = \frac{\sigma^*}{\gamma^*} = G' + iG'' \text{ ou } E^* = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*} = E' + i\,E'' \qquad \text{(eq 7)}$$

Où G' ou E', la partie réelle représente le module conservatif
G'' ou E'', la partie imaginaire représente le module dissipatif

Ces deux composantes du module dynamique sont définies par les expressions suivantes :

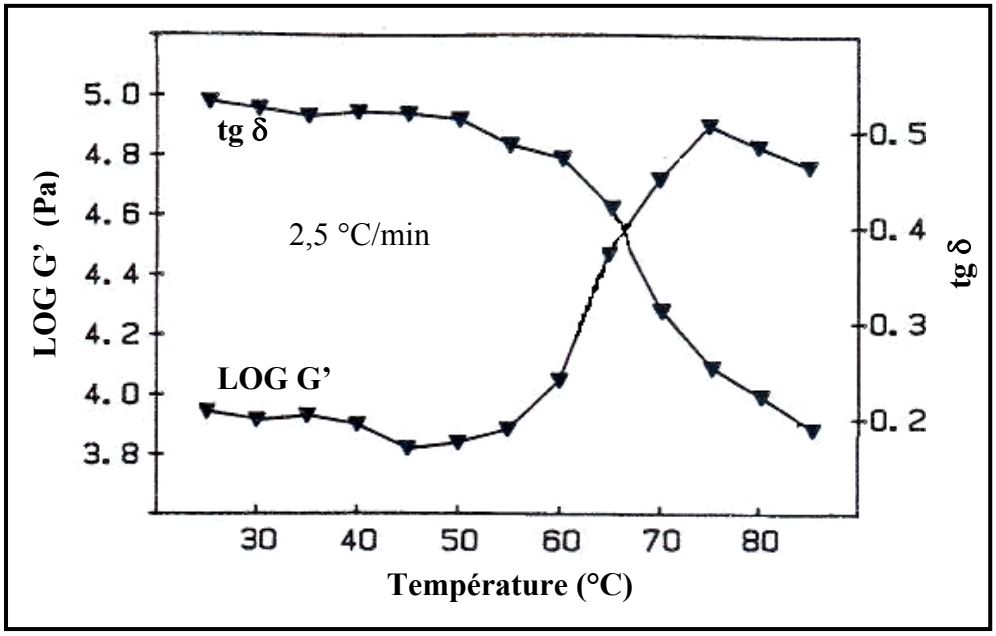


Figure 33 : Balayage en température (2,5°C/min, fréquence 5Hz) pour une pâte de farine à 44,9% de teneur en eau (Adapté de Dreese *et al.*, 1988).

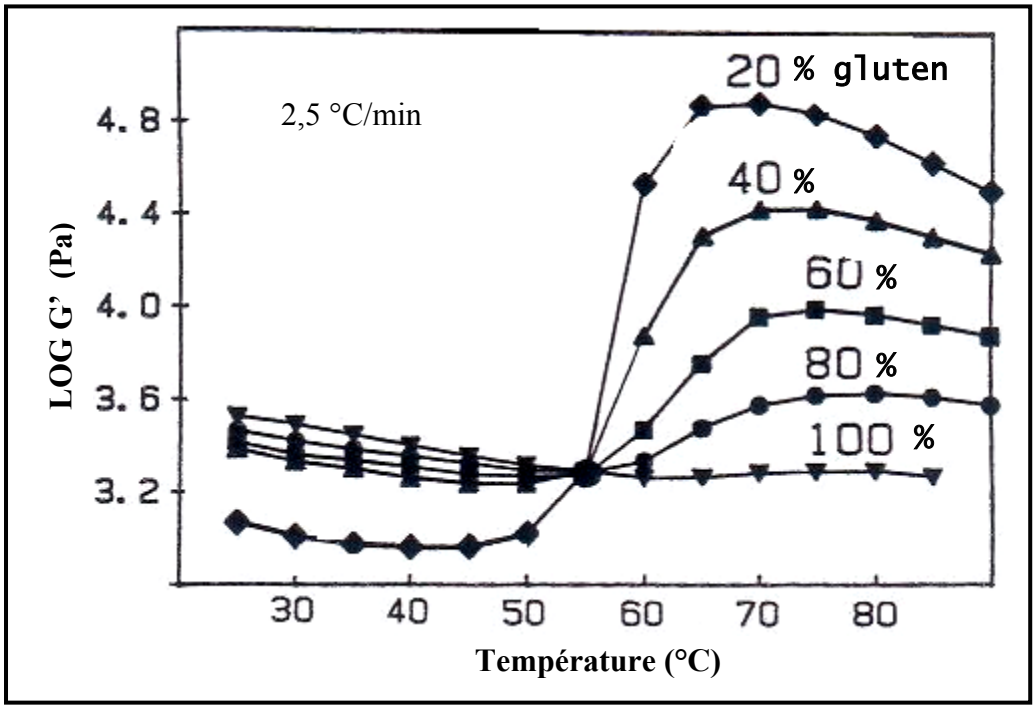


Figure 34 : Evolution du module G' en fonction de la température (2,5 °C/min, fréquence 2Hz) pour des mélanges gluten / amidon à 40 % de teneur en eau : (♦) 20%, (▲) 40%, (■) 60%, (●) 80% et (▼) 100% de gluten (D'après Dreese *et al.*, 1988).

$$G' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0}\cos\delta \text{ ou } E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\cos\delta \qquad \text{(eq 8)}$$

$$G'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0}\sin\delta \text{ ou } E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\sin\delta \qquad \text{(eq 9)}$$

Le module G' ou E' représente la composante « élastique » du système, elle correspond à la partie d'énergie conservée par le système après déformation. Le module G'' ou E'' représente la composante « visqueuse » et correspond à l'énergie dissipée.

L'angle de perte est donc le rapport du module de perte sur le module conservatif :

$$\tan\delta = \frac{G''}{G'} \text{ ou } \frac{E''}{E'} \qquad \text{(eq 10)}$$

Remarque : Les mêmes expressions sont obtenues lorsque la contrainte est imposée et donc la déformation mesurée.

- Déformation en cisaillement : une fois le domaine de linéarité déterminé, généralement défini pour les pâtes de farine dans le domaine des déformations < 0,2% (Dus et Kokini, 1990), il est intéressant d'étudier les spectres mécaniques : ils correspondent à l'évolution des modules G' et G'' en fonction de la fréquence de l'oscillation. La figure 32 montre l'exemple d'un balayage en fréquence entre 10^{-1} et 10^{2} rad/s. Sur cette gamme, les propriétés élastiques dominent les propriétés visqueuses puisque le module G' est très nettement supérieur au module G''. Ceci est une conséquence directe de la structuration du réseau de gluten dans la pâte au cours du pétrissage. L'angle de perte varie peu sur le domaine de fréquence balayé. Sa valeur faible (de l'ordre de $\pi/10$) signifie que le réseau est très structuré (Berland, 1993).

  Un balayage de température entre 25 et 90°C (figure 33) montre une légère diminution du module G' lorsque la température augmente jusqu'à 55°C. Au-delà de cette valeur, G' augmente fortement jusqu'à atteindre un pic vers 75°C, puis diminue légèrement entre 75 et 85°C (Dreese *et al.*, 1988). Des essais complémentaires de cette même équipe sur des pâtes contenant des proportions diverses d'amidon et de gluten (figure 34) montrent que l'augmentation du module G' vers 55°C est d'autant moins marquée que la teneur en amidon est faible jusqu'à disparaître complètement pour une pâte à 100% de gluten. Les auteurs concluent que l'évolution de G' observée entre 55 et 75°C est directement liée à la gélatinisation de l'amidon (Dreese *et al.*, 1988).

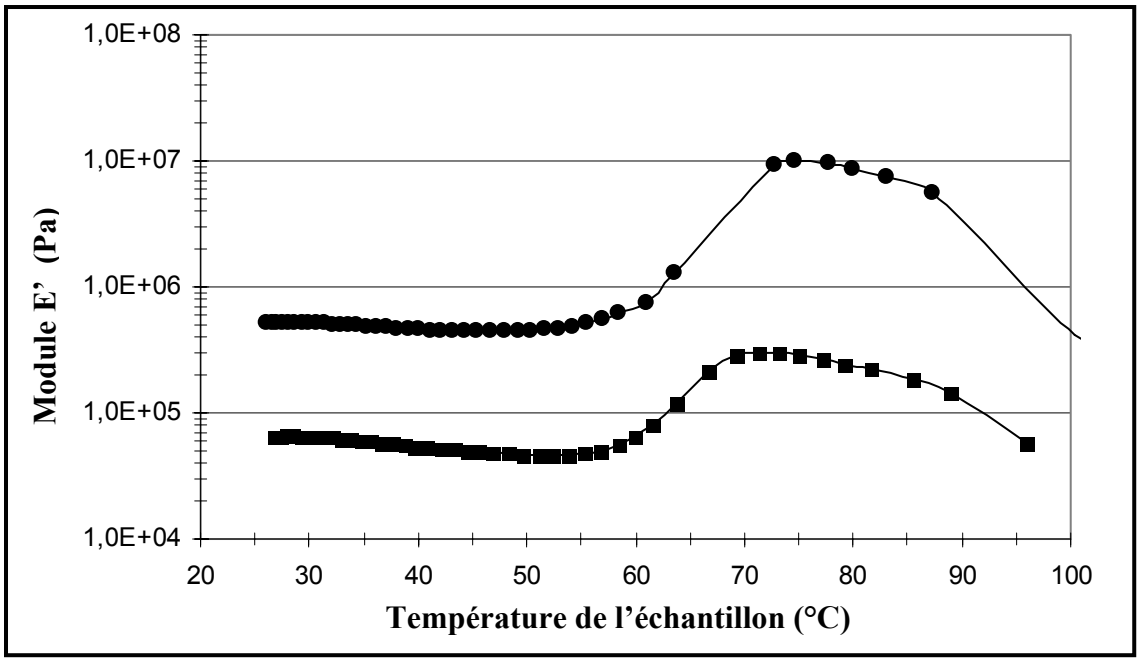


Figure 35 : Evolution du module E' en fonction de la température de l'échantillon (●) pâte de farine à 63% de teneur en eau (Matière sèche de la farine), (■) gluten hydraté (1/1) (fréquence 1Hz, amplitude de déformation 0,1%, vitesse de chauffe 10°C/min) (Adapté de Rouillé, 2003).

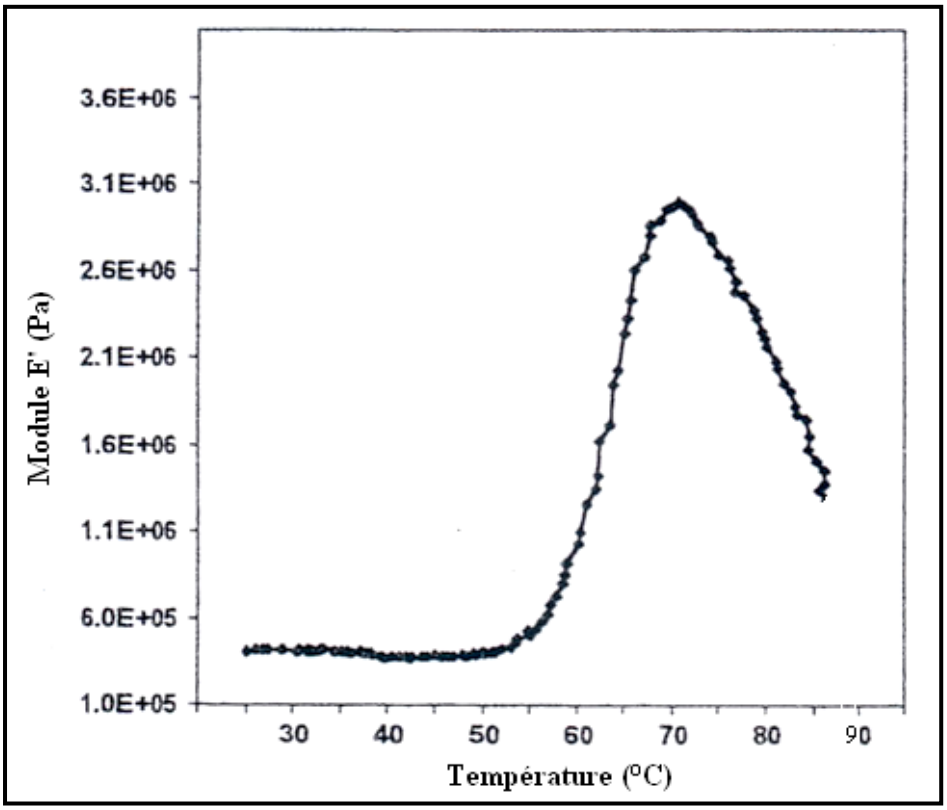


Figure 36 : Evolution du module E' d'une suspension d'amidon à 42% de teneur en eau en fonction de la température du corps de mesure (fréquence 5Hz, amplitude de déformation 0,05%, vitesse de chauffe 1°C/min) (Adapté de Rolée et Le Meste, 1997).

- Déformation uniaxiale : ces essais ont servi aussi à l'étude de la participation des transformations hydrothermiques de l'amidon et du gluten dans l'évolution des propriétés rhéologiques de la pâte en cours de chauffage. La figure 35 montre l'évolution du module élastique E' d'une pâte de farine à 63% de teneur en eau (base matière sèche de la farine) et du gluten hydraté à 50%, soumis simultanément à une déformation uniaxiale compressionnelle, fonction sinusoïdale du temps, et à une cinétique de chauffe (10°C/min). Pour les deux échantillons, le module E' diminue faiblement entre 25°C et 50°C, sous l'effet de l'influence de la température sur la mobilité du réseau de gluten (agitation thermique). A partir de 55°C, E' augmente fortement pour atteindre un pic vers 70°C. L'observation d'un pic dans la même zone de température pour les deux échantillons conduit les auteurs à avancer que la réticulation du gluten induisant la rigidification de la pâte en est probablement la cause. Il est fort probable que la réticulation du gluten participe à l'évolution des propriétés viscoélastiques de la pâte au cours du chauffage, mais son action n'est pas unique. En effet, la comparaison des deux courbes de la figure 35 montre que le module de la pâte de farine est supérieur de plus d'une décade à celui du gluten. Cette différence peut être attribuée à la présence des grains d'amidon dans la pâte de farine (Rouillé, 2003). D'ailleurs, la même allure de courbe a été obtenue par Rolée et Le Meste (1997) pour des suspensions d'amidon à 42% de teneur en eau (figure 36) avec une augmentation du module E' entre 55°C et 70°C. La granulométrie laser menée sur les mêmes échantillons à l'état natif et chauffés au préalable à 70°C (température du pic), montrent que la taille des grains d'amidon augmente avec l'augmentation de la température. La rigidification observée (augmentation du module E') pourrait donc aussi être due au gonflement des grains d'amidon qui occupent plus de volume et sont donc d'avantage en contact entre eux et avec le réseau de gluten. La chute du module au-delà de 70°C pourrait être due à l'augmentation de la déformabilité de la phase dispersée amidon à la suite de la fusion des zones cristallines de l'amylopectine (Rolee et Le Meste, 1997). En conclusion, l'amidon et le gluten participeraient conjointement au changement des propriétés viscoélastiques observé au cours du chauffage (Rolée et Le Meste, 1997 ; Rouillé, 2003).

I.2. Propriétés rhéologiques en extension biaxiale : compression en conditions lubrifiées

Les déformations réelles subies par les pâtes céréalières au cours du processus de fabrication dépassent largement l'ordre de grandeur des tests précédents (≤ 0,2%), allant parfois jusqu'à la déstructuration du matériau (avec notamment la rupture des parois) (Bloksma, 1988).

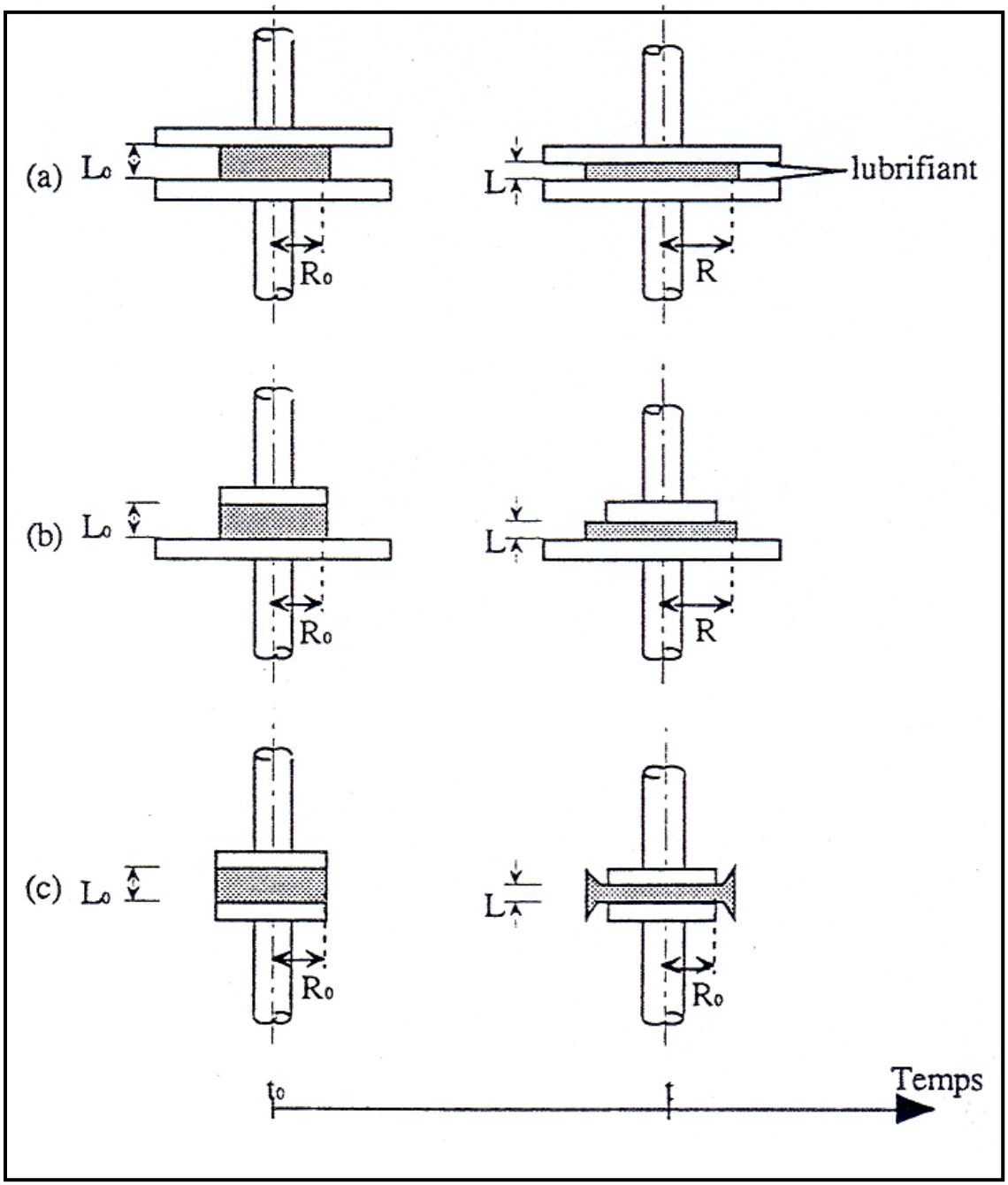


Figure 37 : Extension biaxiale par compression en conditions lubrifiées : compression à volume constant : (a) diamètres de la base et du corps de mesure supérieurs à celui de l'échantillon, compression à surface constante : (b) diamètres du corps de mesure et de l'échantillon identiques, diamètre de la base supérieur et (c) diamètres des plateaux et de l'échantillon identiques.

Légende :

L_0 est la hauteur initiale du disque de pâte

L est la hauteur du disque de pâte à l'instant t

R_0 est le rayon initial du disque de pâte

R est le rayon du disque de pâte à l'instant t

Le type de déformation qui prédomine lors du grossissement des bulles au cours de la fermentation et de la cuisson est l'extension biaxiale (Van Vliet *et al.*, 1992). Parmi les méthodes empiriques imitatives figure le gonflement d'une bulle de pâte avec l'Alvéographe Chopin, mais les vitesses de déformations sont très supérieures à celles impliquées lors de la fermentation et de la cuisson de la pâte à pain (Tableau 5). La technique de compression en conditions lubrifiées lui est souvent préférée car elle permet de mieux approcher les conditions réelles. Elle présente aussi l'avantage de permettre un calcul de la déformation et de la contrainte pendant toute la durée de l'essai. Sous certaines conditions, notamment lorsqu'il y a glissement parfait à la surface des plateaux, la compression uniaxiale correspond à un écoulement équibiaxial (Macosko, 1994).

Le principe consiste à réaliser une compression sous l'action soit d'une force constante, soit, plus couramment, d'une vitesse de déplacement du plateau supérieur constante (Chatrei *et al.,* 1981). Selon les diamètres relatifs des plateaux et de l'échantillon, deux géométries de dispositifs sont possibles : compression à volume constant (figure 37a) ou à surface constante (figures 37b et c). Pour l'ensemble de ces dispositifs, la déformation est équibiaxiale et considérée comme uniforme dans l'ensemble de l'échantillon. **La déformation biaxiale** est définie selon Hencky par :

$$\varepsilon_b = -\frac{1}{2} * \ln \frac{L}{L_0} \qquad \text{(eq 11)}$$

où L_0 est la hauteur initiale du disque de pâte (m)

L est la hauteur du disque de pâte à l'instant t (m)

Par dérivée, on obtient **la vitesse de déformation** :

$$\dot{\varepsilon}_b = -\frac{1}{2L} * \frac{dL}{dt} \quad (s^{-1}) \qquad \text{(eq 12)}$$

où $-\frac{dL}{dt}$ est la vitesse du plateau supérieur ($m.s^{-1}$)

La viscosité, à une déformation biaxiale donnée, est calculée selon la relation suivante :

$$\eta_b = \frac{\sigma}{\dot{\varepsilon}_b} \quad (Pa \cdot s) \qquad \text{(eq 13)}$$

L'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse de déformation biaxiale peut être, en général, approchée par une loi en puissance pour chaque déformation ε_b :

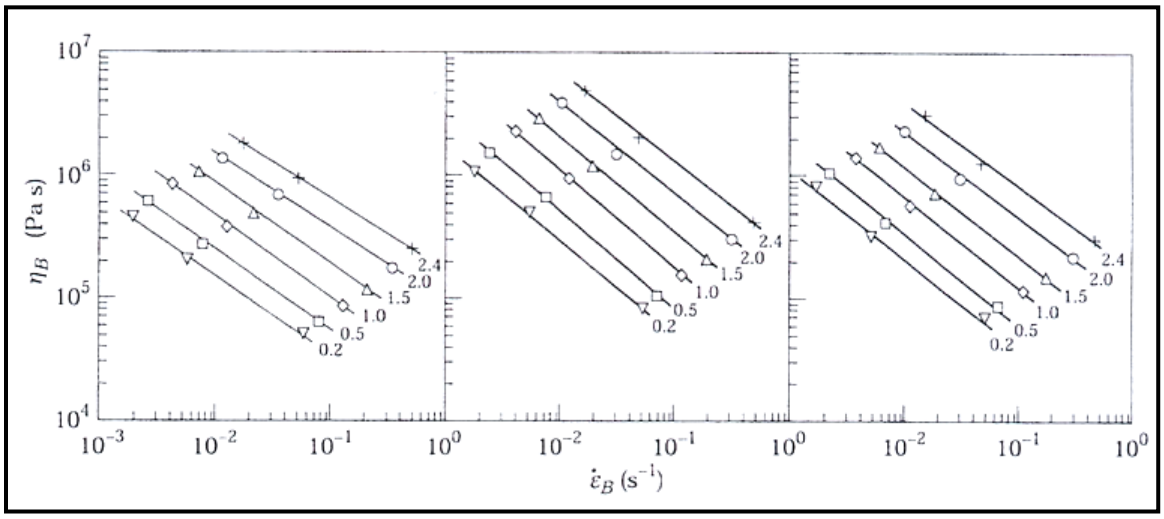


Figure 38 : Extension biaxiale par compression en conditions lubrifiées : relation en puissance entre viscosité et vitesse de déformation pour 3 farines à différentes déformations (▽0.2 ; □ 0.5 ; ◇ 1 ; △1.5 ; ○ 2 et + 2.4) (Janssen, 1996).

$$\eta_b = k * \dot{\varepsilon}_b^{\,n-1} \qquad (\varepsilon_b = c^{ste}) \qquad \text{(eq 14)}$$

où n est l'indice de comportement en écoulement

k est un indice de « consistance » (Pa s^n)

n est inférieur à 1 pour un produit rhéofluidiant, supérieur à 1 pour un produit rhéoépaississant et égal à 1 pour un produit newtonien :

$$n = \frac{d \ln \eta_b}{d \ln \dot{\varepsilon}_b} + 1 \qquad \text{(eq 15)}$$

Les courbes d'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse de déformation, représentées en échelle log-log, confirment d'une part, le bon accord avec la loi en puissance et d'autre part le caractère rhéofluidiant de la pâte quelle que soit la déformation (figure 38) : la viscosité diminue lorsque la vitesse de déformation augmente avec une pente inférieure à 1.

La contrainte est donnée par : $\sigma = \frac{F}{S}$ (Pa) (eq 16)

où F est la force mesurée (N)

S est la surface comprimée du disque (m²)

Selon le dispositif utilisé, la surface effective sera constante ou non :

- Dans le cas de l'entrefer partiellement rempli (figure 37a), la surface comprimée augmente au cours de l'essai à volume du pâton constant, puisqu'on considère la pâte comme un matériau incompressible (coefficient de Poisson ≈ 0,45 – Charalambides *et al.*, 2002). D'où la relation :

$$V = \pi R_0^2 L_0 = \pi R^2 L \qquad (m^3) \qquad \text{(eq 17)}$$

où R_0 est le rayon initial du disque de pâte (m)

R est le rayon du disque de pâte à l'instant t (m)

A partir des équations (16) et (17), la contrainte peut s'écrire sous la forme :

$$\sigma_a = \frac{1}{\Pi R_0^2} * \frac{L}{L_0} * F \qquad \text{(Pa)} \qquad \text{(eq 18)}$$

- Dans le cas où le plateau supérieur et l'échantillon sont de même diamètre (figures 37b et c) la surface de compression est constante tout au long du test. La contrainte est donnée :

$$\sigma_{b \text{ ou } c} = \frac{1}{\Pi R_0^2} * F \qquad \text{(Pa)} \qquad \text{(eq 19)}$$

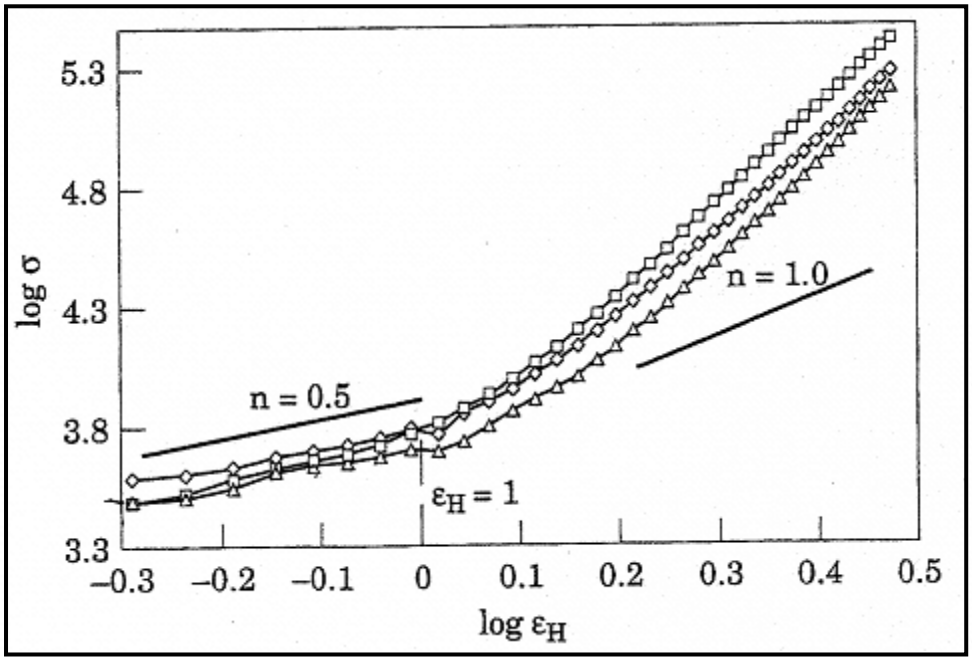


Figure 39 : Extension biaxiale par compression en conditions lubrifiées (dispositif de la figure 37c) : relation en puissance entre la contrainte et la déformation à une vitesse de déformation de 0.1 s^{-1} (Wikström and Bohlin, 1999).

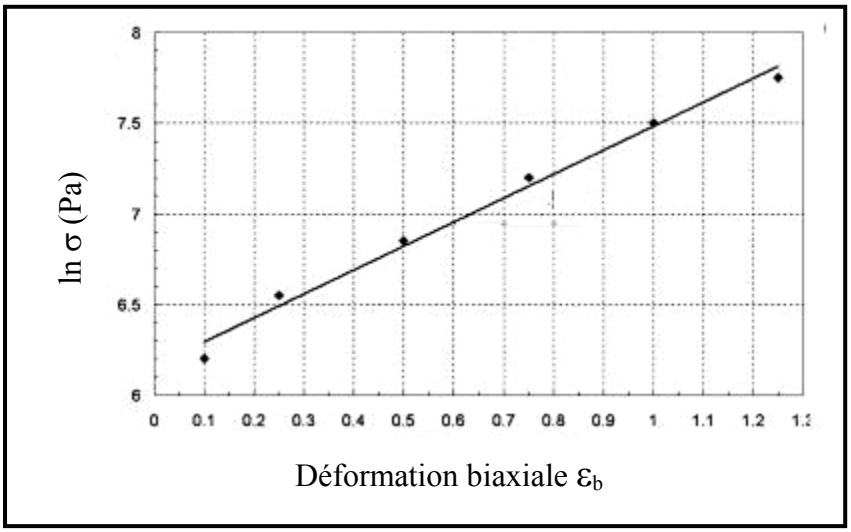


Figure 40 : Extension biaxiale par compression en conditions lubrifiées (dispositif de la figure 37c) : relation exponentielle entre contrainte et déformation à une vitesse de déformation de 0.01 s^{-1} (Rouille *et al.*, 2005).

La relation entre la contrainte et la déformation biaxiale associées à une valeur de vitesse de déformation donnée peut être aussi modélisée, selon les cas, par deux modèles, où la définition de l'indice de rhéodurcissement est aussi différente :

- Une loi en puissance (figure 39 - Wikström et Bohlin, 1999) :

$$\sigma_b = h * \varepsilon_b^{m'} \qquad \text{(eq 20)}$$

où m' est un exposant adimensionnel

h est une constante (Pa)

m' qui dépend de la déformation (ε_b), est un indicateur du caractère rhéodurcissant. Il est donné par :

$$m' = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \varepsilon_b} \qquad \text{(eq 21)}$$

- Une loi exponentielle (figure 40 - Van Vliet *et al.*, 1992 ; Rouillé *et al.*, 2005b)

$$\sigma_b = k \exp (m\varepsilon_b) \qquad \text{(eq 22)}$$

où m est un exposant adimensionnel

k est une constante (Pa)

m qui dépend de la déformation (ε_b), défini l'indice de rhéodurcissement selon la relation :

$$m = \frac{d \ln \sigma}{d \varepsilon_b} \qquad \text{(eq 23)}$$

D'après Lenk (1978), le point de début de rupture précoce dans un échantillon soumis à un étirement uniaxial associé à l'existence d'une instabilité due à l'apparition d'une zone amincie dont la résistance à l'extension ne serait pas supérieure à celles des zones environnantes, correspond à la condition limite :

$$\frac{d \ln \sigma}{d \varepsilon_b} = 2 \quad \text{équivalente à} \quad \frac{d \ln \sigma}{d \ln \varepsilon_b} = 2\varepsilon_b \qquad \text{(eq 24)}$$

Une zone amincie serait donc stabilisée selon la définition considérée du caractère de rhéodurcissement par :

$$m' = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \varepsilon_b} > 2\varepsilon_b \qquad \text{(eq 25)}$$

ou $$m = \frac{d \ln \sigma}{d \varepsilon_b} > 2 \qquad \text{(eq 26)}$$

Figure 41 : Image d'une pâte fermentée obtenue par microscopie électronique à transmission, les flèches montrent les cellules gazeuses et la lettre C correspond aux cristaux de matière grasse qui se placent autour des bulles gazeuses et les stabilisent (Brooker, 1996).

II. METHODES D'ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE DE LA PATE

Deux techniques sont classiquement employées pour l'étude des pâtes en sortie pétrissage : la microscopie électronique et la microscopie optique. Les principales caractéristiques de ces deux méthodes sont répertoriées dans le Tableau 6 (Aguilera et Stanley, 1999).

Tableau 6 : comparaison des microscopes (Aguilera et Stanley, 1999)

Caractéristiques	**Microscope optique**	**Microscope électronique à transmission (MET)**	**Microscope électronique à balayage (MEB)**
Utilisation générale	Structure de la surface et des sections	Sections fines	Structure de la surface
Résolution (nm)	200 - 500	0,2 - 1	3 - 6
Grossissement (×)	10 - 1500	200 - 500 000	20 - 100 000
Profondeur du champ à 500× (µm)	2	800	1000
Illumination	Lumière visible	Électrons à haute vitesse	Electrons à haute vitesse
Lentilles	Verre ou quartz	Electromagnétique	Electromagnétique
Préparation de l'échantillon	Facile	Difficile	Facile
Épaisseur de l'échantillon	Épaisse	Très fine	Reflection

II.1. Microscopie électronique

La microscopie électronique permet d'identifier les conséquences, dans l'échantillon étudié, de la variation d'un facteur mais pas les mécanismes ayant entraîné les modifications de sa microstructure. Elle ne permet pas, par exemple, de localiser un composé d'intérêt (matière grasse, protéines) dans le produit au cours de différentes étapes d'un processus de fabrication. Brooker (1996), dans son étude de l'effet de l'état de la matière grasse (solide ou liquide) sur les propriétés de la pâte par microscopie électronique à transmission, a pu mettre en évidence la mise en place, au cours du pétrissage, des cristaux de matière grasse autour des bulles gazeuses (figure 41). Par contre, n'ayant pu mettre en évidence l'empreinte de l'huile dans la pâte et plus particulièrement sur les parois des bulles gazeuses, il a exclu toute action potentielle de celle-ci sur les propriétés de la pâte. De même, Ribotta et ses collaborateurs (2004) étudiant l'effet de l'émulsifiant DATEM sur la microstructure de la pâte ont montré par microscopie électronique à balayage que l'ajout d'émulsifiant dans les pâtes entraînait une augmentation de la fraction du vide entre les grains d'amidon et le réseau de gluten. Ils ont suggéré un effet du DATEM sur la quantité d'air incorporé au cours du pétrissage, mais n'avaient pas d'informations quant au mécanisme d'action de l'émulsifiant et sa localisation.

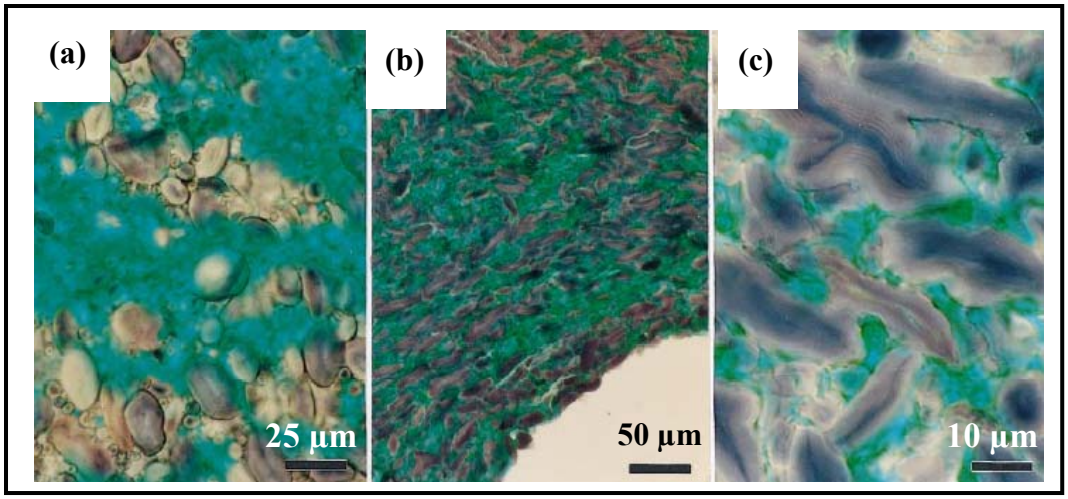


Figure 42 : Observations par microscopie en lumière directe de la microstructure d'une cryo-section (a) d'une pâte fermentée et d'un échantillon de mie à (b et c) deux grossissements (Hug-Iten *et al.*, 1999).

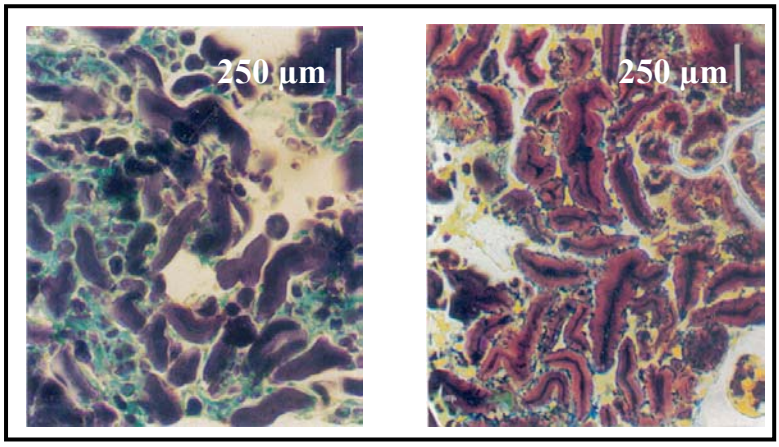


Figure 43 : Observations par microscopie en lumière directe de mies de pain fabriqués avec de la farine (a) de blé et (b) de seigle (Autio *et al.*,1997).

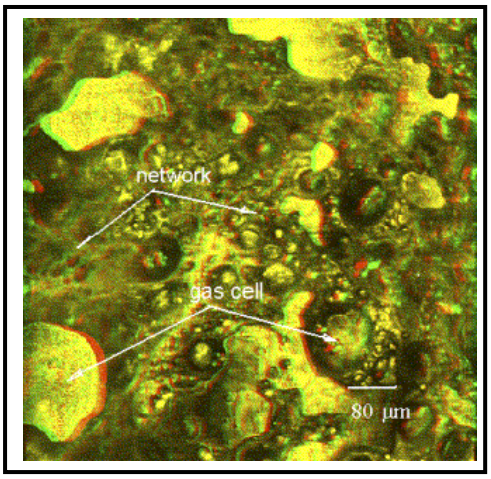


Figure 44 : Image en 3D obtenue par microscopie confocale à balayage laser du réseau protéique entourant les bulles gazeuses dans une pâte (Li *et al.*,2004).

II.2. Microscopie optique

En microscopie optique, il est commun d'utiliser des colorants qui se fixent préférentiellement sur certains composés de l'échantillon ce qui permet une investigation d'une grande variété de produits complexes malgré la faible résolution de cette technique par rapport à la microscopie électronique (Autio et Salmenkallio-Martitila, 2001).

II.2.a. Microscopie en lumière directe et microscopie en contraste de phase

Ces techniques ont été largement employées pour la localisation de l'amidon et des protéines dans la pâte. Hug-Iten et ses collaborateurs (1999) ont ainsi caractérisé les changements s'opérant sur ces constituants en cours de cuisson par l'observation d'échantillons de pâte avant et après cuisson (figure 42). Les grains d'amidon apparaissent en violet par l'ajout d'iode dans la pâte alors que les protéines apparaissent en vert avec le « light green ». En fin de fermentation (figure 42a), la forme des grains d'amidon et leur distribution en taille bimodale est la même qu'à l'état natif. La distribution des protéines et des grains d'amidon n'est pas homogène dans la pâte avec une accumulation de plusieurs grains d'amidon dans certains endroits. Cette observation dépend toutefois du pétrissage, de la fermentation, du façonnage de la pâte et de sa teneur en protéines. Après cuisson (figure 42b), les grains apparaissent gonflés et de forme ovale. Ils s'alignent parallèlement à la surface des alvéoles. La forme ovale et l'orientation des grains d'amidon résultent probablement de l'étirement de la pâte lors du grossissement des cellules gazeuses dans la première phase de cuisson (Hug-Iten *et al.*, 1999). Un grossissement de l'image du produit cuit (figure 42c) permet de confirmer l'orientation de ces grains et de mettre en évidence la fusion partielle de certains d'entre eux. La répartition de l'amylose et l'amylopectine, respectivement colorées en bleu et violet foncé par l'iode, apparaît non homogène dans la pâte. Les auteurs avancent que c'est l'accumulation de l'amylopectine qui est à l'origine des zones ovales en violet foncé observées à l'intérieur des grains d'amidon de grande taille. Alors que la zone qui les entoure colorée en bleu serait riche en amylose. Cette séparation de phase, expliquée par l'incompatibilité thermodynamique de l'amylose et de l'amylopectine (Kalichevsky et Ring, 1987) n'est pas observée dans le cas des grains d'amidon de petite taille. A cette échelle microscopique, les parois des alvéoles de la mie peuvent être décrites comme une structure bi-continue composée respectivement d'amidon et de protéines (Hug-Iten *et al.*, 1999).

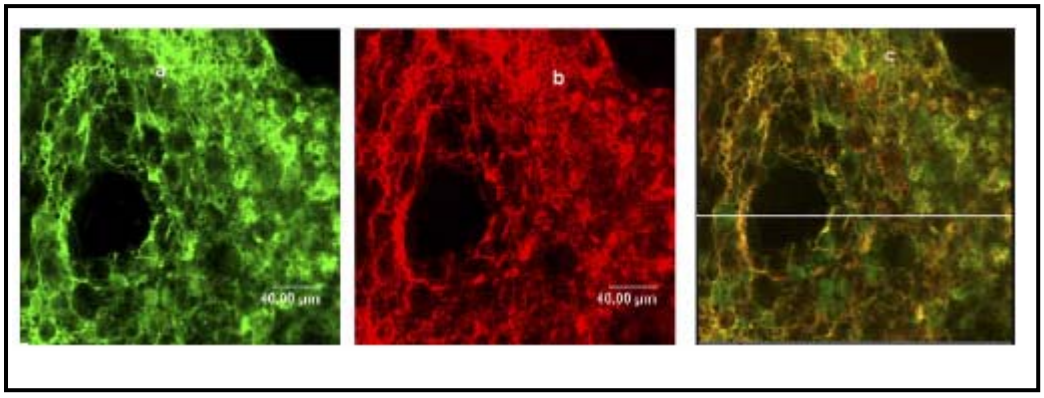


Figure 45 : Microscopie confocale à balayage laser : (a) marquage des lipides polaires, (b) marquage des gliadines et (c) superposition des deux images (Li *et al.*,2004).

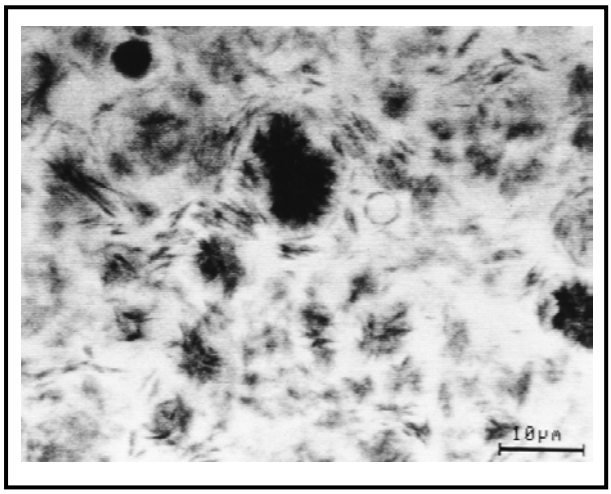


Figure 46 : Observation par microscopie confocale à balayage laser d'une pâte fabriquée avec un émulsifiant commercial (dispersion de cristaux) (Brooker, 1996).

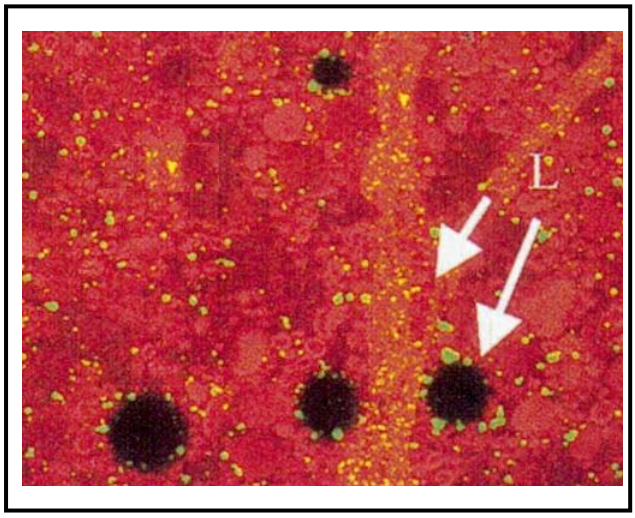


Figure 47 : Localisation des lipides polaires dans la matrice protéique et plus particulièrement aux alentours des bulles gazeuses (Dubreil *et al.*, 2002).

L'observation du phénomène de sortie des chaînes d'amylose des grains d'amidon en fin de cuisson des produits de panification, avec ce type de microcopie reste toutefois sujette à confirmation. Autio et ses collaborateurs (1997) pointent des différences importantes quand à l'étendue de ce phénomène lors de l'observation en microscopie des mies de produits fabriqués avec de la farine de blé ou de seigle (figure 43). La forte teneur en eau et la présence des α-amylases expliquent en partie le gonflement important des grains d'amidon observé pour les pains à base de farine de seigle (figure 43b). On note aussi pour ce type de pain la sortie des chaînes d'amylose des grains d'amidon et la séparation des chaînes d'amylose et d'amylopectine qui sont colorées respectivement en bleu et en marron. Par opposition, l'amylose reste localisée au sein des grains d'amidon qui sont peu gonflés pour les pains fabriqués avec de la farine de blé (figure 43a).

II.2.b. Microscopie confocale à balayage laser

La microscopie confocale à balayage laser (MCBL) associe la microscopie par fluorescence, basée sur le marquage de composés spécifiques de l'échantillon étudié par des fluorophores, et un balayage par un faisceau laser de l'échantillon selon plusieurs plans, permettant ainsi l'obtention d'images en 3D. Dans le cas des pâtes céréalières, des images ont pu être obtenues jusqu'à une profondeur de 2,1mm (Li *et al*., 2004). La structure en 3D d'une pâte à pain (figure 44) met en évidence le réseau de gluten séparant et entourant les bulles gazeuses.

Le marquage peut se faire selon deux modes :

- le marquage covalent : le composé d'intérêt est lié par des liaisons covalentes avec le marqueur avant la fabrication du produit à observer. Li *et al*. (2004) ont employé ce mode de marquage pour connaître la répartition respective des gliadines, des gluténines, des lipides polaires et apolaires dans la pâte. Les gliadines et gluténines ont été marquées séparément avec la rhodamine B, alors que les lipides ont été achetés à l'état marqué. Les gliadines, observées avec les gluténines sur l'ensemble de la matrice séparant les bulles gazeuses, semblent s'associer aux lipides polaires pour se placer à la surface des bulles gazeuses (figure 45). Ces observations confirment que les gluténines influenceraient plus l'élasticité du réseau alors que les gliadines interviendraient autant que les lipides polaires dans la stabilisation de la phase gazeuse. Les mêmes auteurs montrent que les lipides apolaires sont principalement à la surface des grains d'amidon, ou forment de petites gouttelettes dans la pâte, ce qui suggère qu'ils interviennent probablement dans les interactions amidon/matrice protéique/lipides et donc affectent les propriétés rhéologiques de la pâte (Li *et al*., 2004).

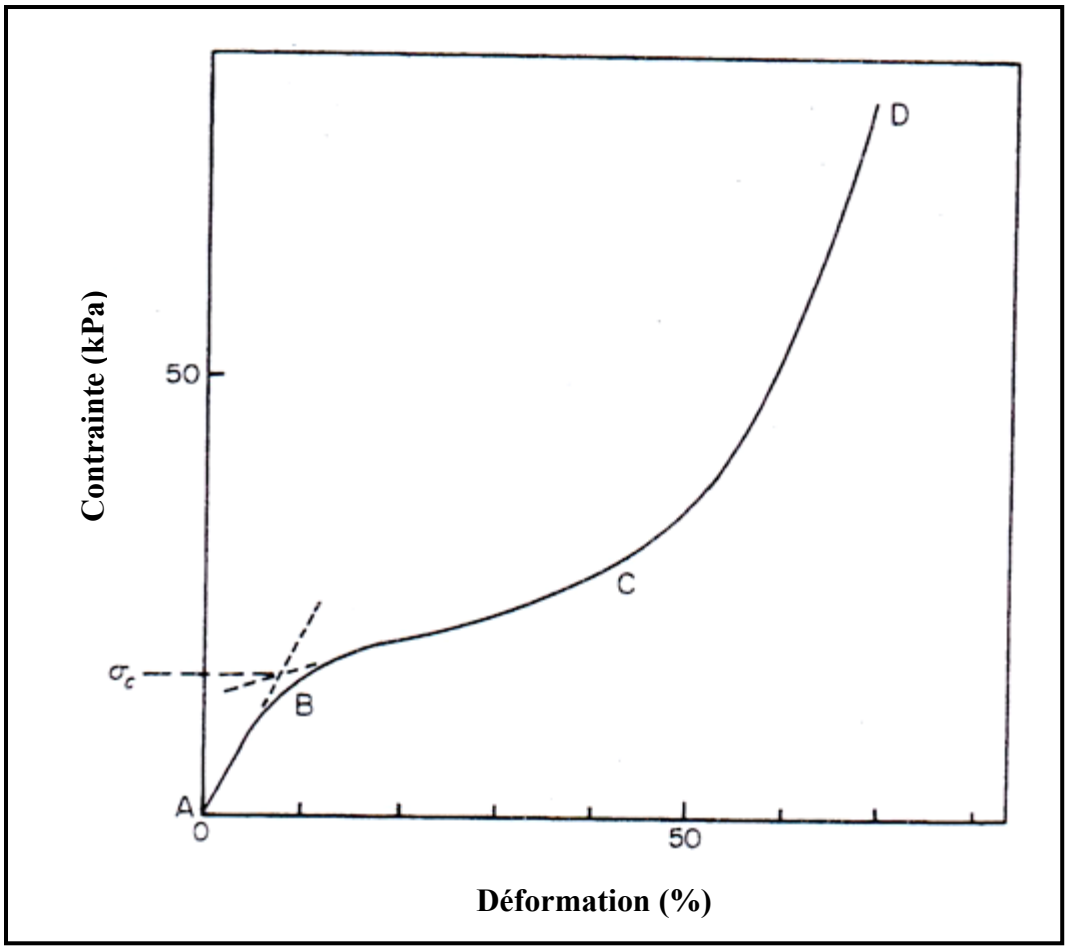


Figure 48 : Courbe typique d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour une compression de mie de cake (Attenburrow *et al.*, 1989).

- le marquage non covalent consiste à ajouter le marqueur à l'état dissous dans le produit. Le Nile red connu pour marquer la phase liquide (seulement) de la matière grasse et non les cristaux a été utilisé par Brooker (1996). Il a pu observer, par inversion de contraste, la répartition des cristaux de matière grasse dans la pâte lors de l'ajout de différents émulsifiants. Pour un émulsifiant commercial contenant 6 à 7% de matière grasse solide, on observe des cristaux de 8µm de longueur et 1µm de largeur, regroupés par nombre de 10 à 20 et non uniformément dispersés dans la phase huileuse de la pâte (figure 46). Dubreil et ses collaborateurs (2002), par marquage des lipides de la farine par du Bodipy confirment leur dispersion dans la pâte sous des formes circulaires correspondant à la localisation des bulles gazeuses de 20µm de diamètre en moyenne (figure 47).

III. PROPRIETES MECANIQUES DES PRODUITS DE PANIFICATION

Les produits de panification sont des mousses solides. Les fractions volumiques des deux phases les constituant (parois– alvéoles) et la nature de leurs interconnections (continues ou non) en déterminent la structure ainsi que les propriétés mécaniques (Scanlon & Zghal, 2001). L'essai de compression constitue le test le plus répandu de la caractérisation des propriétés mécaniques de la mie. A titre d'exemple, ce test peut être utilisé pour évaluer l'effet des matières premières sur l'élasticité des produits finis ou pour suivre le rassissement d'un produit au cours du temps de stockage (Keetels *et al.*, 1996).

Une courbe typique issue d'un test de compression d'un échantillon de mie d'un produit de cuisson entre deux plans parallèles, (contrainte = f (déformation)) est représentée sur la figure 48. Elle comporte trois domaines (Attenburrow *et al.*, 1989) :

- Entre A et B : phase de déformation élastique : la contrainte augmente rapidement et à peu près linéairement avec la déformation. Le module d'Young apparent, indicateur essentiel de l'élasticité du produit, est déterminé à partir de cette première partie de la courbe (pente à l'origine), où la déformation est essentiellement réversible.
- Entre B et C : phase de compression non réversible au cours de laquelle les parois sont fléchies à partir d'une contrainte seuil (σ_c).
- Entre C et D : phase de densification : il n'y a quasiment plus d'air dans les alvéoles écrasées et les parois sont compactées. La contrainte augmente beaucoup plus rapidement et linéairement avec la déformation.

Les caractéristiques déterminées à partir des courbes de compression dépendent étroitement du sens de compression par rapport à l'axe d'expansion du produit dans le four (Tableau 7) (Hibberd et Parker, 1985).

Tableau 7 : Influence de l'orientation de l'expansion sur les propriétés mécaniques du pain de mie frais (maximum un jour de rassissement) (Hibberd et Parker, 1985).

Module d'Young E (kN/m²)		Contrainte critique σ_c (N/m²)	
Compression parallèle à l'axe d'expansion	Compression perpendiculaire à l'axe d'expansion	Compression parallèle à l'axe d'expansion	Compression perpendiculaire à l'axe d'expansion
3 - 6,5	8 - 18	690 - 900	760 - 1350

Le comportement mécanique des produits de panification en particulier, et des produits cellulaires en général, a fait l'objet de plusieurs approches de modélisation. Les travaux de Gibson et Ashby (1988) ont été établis pour des matériaux cellulaires très variés mais non alimentaires (polymères, métaux…). Les auteurs présentent la densité relative, définie par le rapport de la densité du matériau cellulaire sur la densité du matériau dense, comme la caractéristique structurale essentielle, affectant les propriétés élastiques et mécaniques des produits cellulaires. Cette approche aboutit à des lois d'échelle du type :

$$\frac{E}{E_s} \alpha \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right) \text{ n} \qquad \text{(eq 27)}$$

Où E est le module d'Young apparent du matériau

E_s est le module du matériau dense (parois)

ρ est la masse volumique du matériau

ρ_s est la masse volumique du matériau dense (parois)

n exposant dont la valeur théorique dépend de la structure qu'elle soit à cellules ouvertes ou fermées.

Cette approche, qui ne tient pas compte de la géométrie des cellules, mais seulement de la densité relative du produit, a été appliquée avec succès à plusieurs matériaux céréaliers alvéolaires tels que les cakes (Attenburrow *et al.*, 1989) ou les produits céréaliers à base d'amidon (Keetels *et al.*, 1996). Cependant, pour les produits céréaliers à structure alvéolaire ouverte (cellules interconnectées), comme le pain, la densité relative n'est pas le seul paramètre influençant les propriétés mécaniques. Les mécanismes d'établissement de la structure alvéolaire y sont assez aléatoires et aboutissent souvent à un produit hétérogène : non périodicité des alvéoles, variation dans les propriétés de leurs parois et parfois même absence de parois de séparation entre deux cellules adjacentes. Les lois d'échelle apparaissent

alors parfois insuffisantes pour la prédiction du comportement mécanique de ce type de matériaux cellulaires. Il serait nécessaire de tenir compte du rôle de ces hétérogénéités (structure alvéolaire et propriétés des parois) dans les caractéristiques mécaniques des produits céréaliers alvéolaires (Zghal *et al.*, 2002). Un des moyens de quantification des hétérogénéités de la structure alvéolaire est la technique d'analyse d'image.

IV. CARACTERISATION DE LA STRUCTURE ALVEOLAIRE :

Analyse d'image

Selon Kamman (1970), l'évaluation de la structure alvéolaire des produits de panification se base sur plusieurs critères tels que la taille et la forme des alvéoles ainsi que l'épaisseur de leurs parois. Les méthodes classiques de notation par des experts permettent des classements qualitatifs et subjectifs de la texture (Scanlon & Zghal, 2001). L'analyse de texture, permet de quantifier cette structure alvéolaire à travers la distribution spatiale. Récemment, de nombreuses études ont adapté l'analyse d'image digitale pour des évaluations quantitatives de la structure alvéolaire des produits céréaliers (Bertrand *et al.*, 1992 ; Zayas, 1993 ; Sapirstein *et al.*, 1994 ; Zghal *et al.*, 1999 ; Rouillé *et al.*, 2005b). Les moyens d'acquisition d'images en 2D : appareils photos, scanners et caméras, permettent d'obtenir des images contrastées mais rarement exemptes des perturbations dues aux bruits du fond (Sapirstein *et al.*, 1994). L'imagerie par résonance magnétique a aussi servi pour l'acquisition d'images. Elle présente l'avantage de récupérer des sections 2D à partir des images 3D exemptes de perturbations de fond et avec une très haute résolution (100 µm) (Naito *et al.*, 2003). Même si la plupart de ces techniques d'acquisition permettent l'obtention d'images en couleur, les mesures en analyse d'image, citées dans la littérature, ont été réalisées sur des images binaires ou des images en niveaux de gris. La binarisation oppose les alvéoles (noires) aux parois (blanches), alors qu'une image en niveaux de gris est une distribution spatiale dans laquelle chaque pixel est associé à l'intensité de son niveau de gris.

- La première étude d'analyse de texture sur du pain a été effectuée par Bertrand et ses collaborateurs (1992). Elle a porté sur la différenciation de la structure alvéolaire de pains formulés avec 7 types de surfactants. Une méthode mathématique basée sur la transformation de Haar à deux dimensions a été utilisée. L'acquisition de 20 tranches de mie (5 cm * 5 cm) pour chaque formulation a été effectuée avec une caméra CCD. Les images ont été classées sur une carte sur laquelle le facteur 1 est corrélé à l'épaisseur des parois entre les alvéoles et le second à la taille des alvéoles (Bertrand *et al.*, 1992).

- L'équipe de Sapirstein (1994) a développé un logiciel d'analyse d'images (langage C) pour différencier des mies de pains fabriquées avec différentes teneurs en oxydants (bromate de potassium et acide ascorbique). Une étape de segmentation par seuillage a été intégrée au début du traitement d'image : les informations issues de l'image brute, réparties sur une échelle de niveaux de gris allant de 0 (noir) à 255 (blanc), sont condensées par le choix d'un seuil permettant de réduire les niveaux de gris considérés. L'image obtenue est plus facilement exploitable (Sapirstein *et al.*, 1994). Cette valeur seuil peut être choisie arbitrairement (subjectivement) en la variant jusqu'à ce que l'image ne conserve que les informations essentielles (Baardseth, 2000), ou par calcul mathématique. Sapirstein et ses collaborateurs (1994) ont choisi un algorithme (k-moyens) permettant de déterminer un seuil optimum pour chaque image, fonction de la luminosité globale de la mie et de la distribution des niveaux gris. Plusieurs paramètres ont été mesurés à partir des images seuillées : le nombre d'alvéoles, leur densité, l'aire moyenne qu'elles occupent ainsi que l'épaisseur de leur parois. Des mesures de densité complémentaires ont montré, néanmoins, que cette méthode des k-moyens sous-estimait la fraction volumique des alvéoles et donc surestimait l'épaisseur des parois (Zghal *et al.*, 1999), d'où l'importance du niveau de seuillage sur les paramètres de texture mesurés. L'interconnexion des alvéoles et la complexité de la structure de la mie sont probablement à l'origine des surestimations de certains paramètres de texture. La segmentation ne semble donc pas une étape satisfaisante dans le cas des produits céréaliers alvéolaires.

- Une autre approche se basant sur la morphologie mathématique a été utilisée pour la caractérisation de la structure alvéolaire des biscuits extrudés (Smolarz *et al.*, 1989) et du pain Français (Rouillé *et al.*, 2005a). Cette approche a été appliquée avec succès pour la différenciation de mies de pains fabriqués avec des farines reconstituées à différentes teneurs en fraction soluble. Les auteurs ont montré que plus la fraction soluble ajoutée est importante, moins le nombre de petites cellules est important avec des parois entre les bulles très épaisses (> 1,24 mm). Le classement des structures alvéolaires par une analyse en composantes principales permet d'expliquer plus de 80% des différences observées selon l'axe principal 1, qui est directement relié à la taille des bulles gazeuses (Rouillé *et al.*, 2005a).

Interprétations	excès				insuffisance			principe de calcul				
observations et notes	1	4	7	10	7	4	1	des notes				
Lissage								x 0,5	/ 5			
Collant de la pâte								x 0,5	/ 5			
Consistance												
Extensibilité								x 0,5	/ 5			
Elasticité								x 0,5	/ 5			
Relâchement								x 0,5	/ 5			
PETRISSAGE								total =	/ 25	x coef (*)	=	/ 25
Pousse en cuve												
Détente : relâchement								x 1				
POINTAGE								total =	/ 10			/ 10
Extensibilité:allongement								x 0,5				
Extensibilité : déchirement								x 0,5				
Elasticité								x 0,5				
Collant de la pâte								x 1				
FACONNAGE								total =	/ 25	x coef (*)	=	/ 25
Développement								x 0,5				
Déchirement								x 0,5				
APPRET								total =	/ 10			/ 10
Collant de la pâte								x 1				
Tenue								x 2				
MISE AU FOUR								total =	/ 30	x coef (*)	=	/ 30
principes des mesures § 3.1.2.										total pâte		/ 100
Volume des pains								total =	/ 30			/ 30
Section								x 1				
Couleur								x 2				
Epaisseur								x 0,5				
Croustillant								x 0,5				
Coup : ***Développement***								x 1				
de : Régularité								x 1				
lame : Déchirement								x 1				
ASPECT DU PAIN								total =		x coef (*)	=	/ 70
Principe des mesures § 2.5.										total pain		/ 100
Couleur								x 1				
Texture : Souplesse								x 1				
Elasticité								x 1				
Collant								x 1				
Alvéolage : Régularité								x 1				
Epaisseur								x 1				
Odeur : Flaveur								x 4				
ASPECT MIE								total =		total mie		/ 100
Principe des mesures § 2.5.								valeur boulangère				/ 300

Figure 49 : Grille de présentation des résultats de l'essai de panification (Roussel et Chiron, 2002).

V. MESURES SENSORIELLES SUR LES PRODUITS DE PANIFICATION

L'aspect sensoriel (odeur, texture…) a un fort impact sur le jugement du consommateur et notamment pour les produits de cuisson. Les applications de l'analyse sensorielle dans ce domaine restent toutefois rares et très récentes. Longtemps, les grilles de notation, initialement établies pour l'évaluation de la qualité et de la valeur boulangère (aptitude à la fabrication du pain) des farines de blé, ont servi de moyens pour l'appréciation globale des produits finis. L'exemple le plus utilisé est celui de la grille de notation de la méthode BIPEA normalisée en 2002 (AFNOR V03-716) (figure 49). La notation par croix dans la grille permet de déterminer un profil qualité, correspondant à la dispersion des croix par rapport à la note 10 (caractère normal ou satisfaisant selon la propriété notée). Ce système de notation des observations proposé par Roussel (1989) est calqué sur les intensités de défaut souvent employées en boulangerie pour l'appréciation qualitative des pâtes et des pains: 10 (bon), 7 (assez bon), 4 (médiocre) et 1 (mauvais) qui permet le classement des produits. D'ailleurs, ce système de notation (sur une échelle) se rapproche fortement de celui utilisé en évaluation sensorielle. L'objectif est la détermination des propriétés sensorielles ou organoleptiques (cas des aliments) perçues par un groupe de juges ou « panel ». Elle se base sur plusieurs types de tests permettant de déterminer les différences ou similarités entre les produits testés d'un point de vue quantitatif et/ou qualitatif. Elle a été récemment appliquée aux produits céréaliers, notamment les tests de différence et les mesures descriptives.

V.1. Les tests de différence

Ce sont des tests discriminants qui visent à détecter la présence ou l'absence de différences sensorielles entre deux produits. La majorité de ces tests se base sur le même principe : les sujets doivent comparer plusieurs échantillons et reconnaître ceux qui sont identiques entre eux (provenant d'un même produit) ou différents (provenant de produits différents). Le test triangulaire est l'épreuve la plus utilisée, mais pas la plus efficace. Elle consiste à présenter aux sujets les deux produits à comparer, l'un étant doublé et l'autre pas. La tâche pour les sujets consiste à déterminer quel est l'échantillon non répété. Ce test a été utilisé, par exemple, pour l'évaluation du rassissement des produits céréaliers et la détermination de la période de stockage critique d'un produit à partir de laquelle le consommateur le différencie d'un produit frais et ce par la comparaison de produits ayant différentes dates de fabrication (Setser, 1996). Toutefois, ce type de test ne permet pas d'identifier ni de fournir des informations sur les différences de caractéristiques sensorielles observées. Pour répondre à ces questions, on utilise les mesures descriptives.

V.2. Les mesures descriptives

Les premières méthodes de description sensorielle datent des années 50 comme le « *flavor profile* » (Cairncross et Sjöström, 1950) et le « *texture profile* » (Civille et Szczesniak, 1973). Elles sont plus rarement utilisées aujourd'hui au profit de méthodes plus récentes comme l'Analyse Descriptive Quantitative (« *Quantitative Descriptive Analysis* » QDA) (Stone *et al.*, 1974) ou les techniques de profil libre.

V.2.a. Le profil classique (type QDA)

Le profil classique ou conventionnel est la mesure descriptive la plus utilisée. Traditionnellement, les sujets du panel disposant de différents échantillons (espace produit) suivent une procédure en trois étapes :

- **Une étape de génération** de termes et de constitution par consensus d'un vocabulaire commun à l'ensemble des sujets du panel : liste de descripteurs. C'est une étape assez longue nécessitant au moins 4 à 6 réunions de 1 à 3 heures chacune. Cette phase comprend la construction, pour chacun des descripteurs, d'une définition, d'un mode opératoire d'évaluation et le choix de références caractéristiques de la sensation décrite, le plus souvent bornant les extrémités de l'échelle d'évaluation. Il est important de noter que la définition associée à un descripteur est spécifique à l'espace produit et propre à chaque panel. D'ailleurs, un même descripteur peut avoir des définitions complètement différentes selon l'étude sensorielle au cours de laquelle il a été généré. Par exemple, pour un espace produit « pain blanc », le terme « élasticité » appartenait à la liste des descripteurs retenus. Il a été défini comme la vitesse de relaxation de la mie enfoncée au centre avec l'annulaire (Gambaro *et al.*, 2002). Le même descripteur a été généré et défini lors d'une étude sur un espace produit « baguettes françaises », par la capacité d'un disque de mie soumis à un cisaillement à retrouver sa forme originale (Baardseth *et al.*, 2000).
- **Une étape d'entraînement** à l'évaluation des descripteurs retenus. C'est une étape plus ou moins longue selon le degré d'expérience souhaité. Elle comprend un certain nombre de séances collectives, réunissant l'ensemble des juges et vise à compenser ainsi les niveaux d'expériences et à améliorer la répétabilité des sujets. L'entraînement ainsi que les références permettent à chacun des sujets du panel de comprendre les descripteurs et d'apprendre à les quantifier et les évaluer. La dernière phase de l'entraînement est de comprendre l'utilisation des échelles pour y reporter le classement des produits perçu selon chacun des descripteurs.

- **L'étape d'évaluation** proprement dite est réalisée individuellement. Les produits sont présentés de façon monadique séquentielle (l'un après l'autre). Chacun des produits est évalué selon chaque descripteur à l'aide d'une échelle.

L'analyse et l'interprétation des résultats du profil classique nécessitent des traitements statistiques multidimensionnels tel que l'Analyse en Composantes Principales (ACP). Celle-ci permet de visualiser les positions relatives des produits sur une carte sensorielle et de les interpréter grâce aux cercles de corrélations (Setser, 1996 ; Strigler *et al.*, 1998). La méthode QDA présente l'avantage de fournir une description consensuelle précise et détaillée, mais la mise en place en est par contre longue et coûteuse (Sieffermann, 2000).

V.2.b. Les techniques de profil libre

Les méthodes de profil libre proposent une stratégie d'évaluation plus rapide et moins coûteuse à mettre en œuvre que le profil classique. L'originalité de ces techniques repose sur la diminution du temps d'évaluation par l'élimination de l'étape de consensus sur le vocabulaire utilisé : chaque sujet définit les termes qui lui semblent les plus appropriés pour décrire les différences entre les produits. Ces méthodes permettent ainsi de préserver les différentes sensibilités individuelles (Quarmby et Ratkowsky, 1988), mais au détriment de la compréhension sémantique. L'interprétation statistique se fait par Analyse Procustéenne Généralisée (APG) (Gower, 1975) qui permet de rechercher l'existence d'un consensus entre les différentes configurations individuelles (cartes représentatives des résultats de chacun des panélistes) de l'espace produit. L'APG consiste en une série de transformations géométriques simples (translations, rotations et homothéties) des cartes individuelles mais qui ne modifient pas la position relative des produits.

- **Le Free Choice Profiling** est la première technique de profil libre qui a été mise au point (Williams et Langron, 1984). Chaque sujet définit ses propres termes pour décrire l'espace produit. La phase d'entraînement, caractéristique du profil classique, est conservée mais devient personnalisée. La notation des produits se fait au cours d'une présentation monadique séquentielle.
- **Le profil Flash** découle directement du Free Choice Profiling (Dairou et Sieffermann, 2002 ; Delarue et Sieffermann, 2004) avec deux particularités : un mode de présentation simultané de l'ensemble des produits à caractériser et comparer et l'élimination de la phase d'entraînement individuelle. Cependant, pour compenser ce dernier point, les sujets recrutés doivent être expérimentés en analyse sensorielle c'est-à-dire être capables de

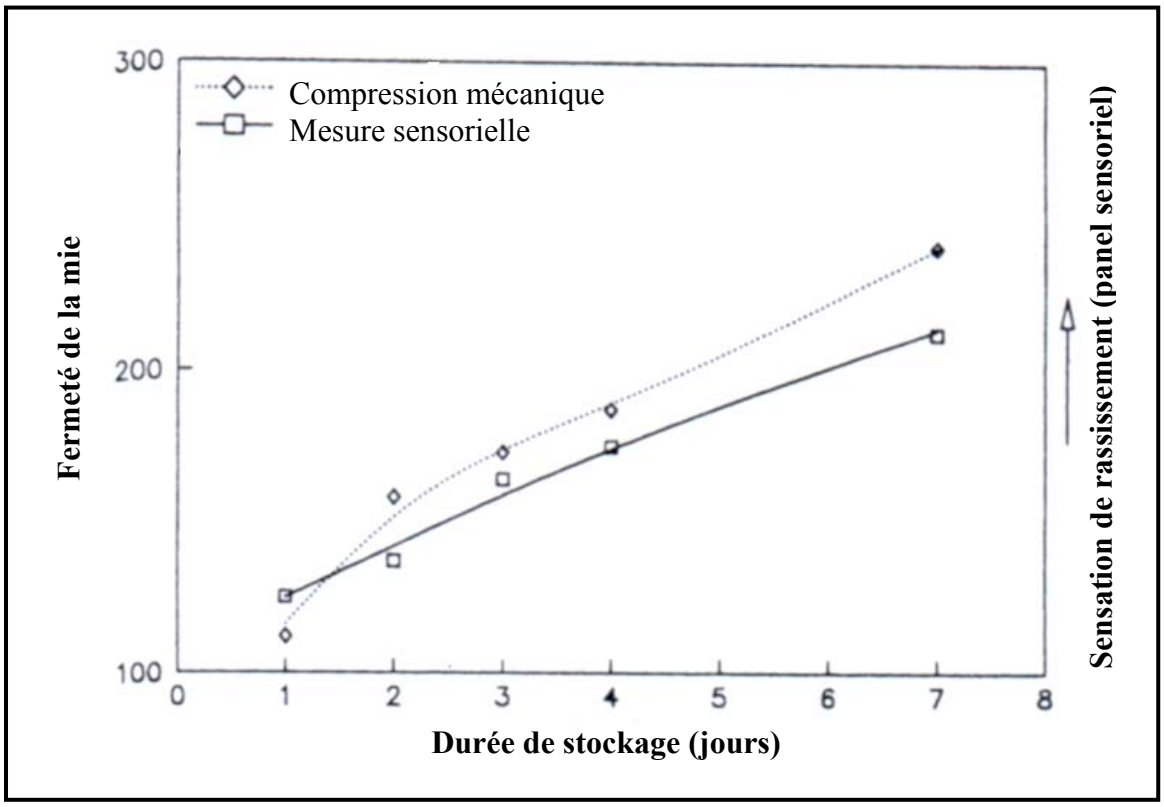


Figure 50 : Corrélations entre mesures de fermeté de la mie par des essais mécaniques (---) et appréciation du rassissement de la mie par un panel sensoriel (—) (Spies, 1989).

verbaliser et de quantifier leurs sensations. Ils doivent évaluer les produits selon les termes descriptifs qui leur semblent les plus pertinents pour décrire les principales différences sensorielles perçues de l'espace produit. La génération de termes est accompagnée immédiatement de l'évaluation des produits qui se fait de façon comparative. Cette méthode vise à obtenir une carte sensorielle, c'est-à-dire un positionnement relatif des produits les uns par rapport aux autres. Elle peut être critiquable au niveau de la difficulté d'interprétation sémantique des différences observées sur l'espace produit en raison de la grande diversité des termes obtenus. Par ailleurs, les termes descriptifs recueillis ne sont pas accompagnés, en général, de définitions précises, de modes opératoires ou de références, ce qui rend difficile la réalisation d'un glossaire. En revanche, c'est une méthode extrêmement rapide à mettre en œuvre (Sieffermann, 2000).

VI. CORRELATIONS SENSORIEL - INSTRUMENTAL

La mise en place de tests sensoriels reste une procédure assez longue et coûteuse, ce qui encourage fortement les études de corrélations instrumental – sensoriel. Elles permettraient de fournir des mesures instrumentales simples pour la prédiction des descripteurs sensoriels. Avec un objectif similaire, il a été souvent rapporté que le rassissement du produit, fortement lié à l'acceptabilité du produit par les consommateurs, pouvait être prédit par la fermeté de la mie (figure 50), mesurée par des essais de compression (Spies, 1989). Une étude plus complète, sur un espace produits « pain blanc », montre une corrélation étroite entre différents descripteurs sensoriels relatifs à la texture visuelle, tactile et en bouche (Tableau 8), issus d'un profil classique et les paramètres mesurés par un test de compression mécanique basé sur une Analyse de Profil de Texture, où le produit est soumis à deux compressions successives (APT - AACC Méthode 74-09) (Gambaro *et al.*, 2002).

Les essais ont été effectués sur six produits à deux temps de stockage notés respectivement de m1 à m6 pour ceux à 4 jours de stockage et de m11 à m66 pour ceux à 12 jours de stockage.

Les essais mécaniques ont été effectués par une double compression de deux tranches de mie superposées, aboutissant à deux courbes de compression. La fermeté (FE) est définie comme la force du pic de la courbe relative à la première compression, le moelleux (MO) par le rapport des longueurs respectives des deux courbes de compression, la cohésion (CO) par le rapport des aires respectives des deux courbes de compression et la machâbilité (Ma) par le produit de la fermeté, du moelleux et de la cohésion (Gambaro *et al.*, 2002).

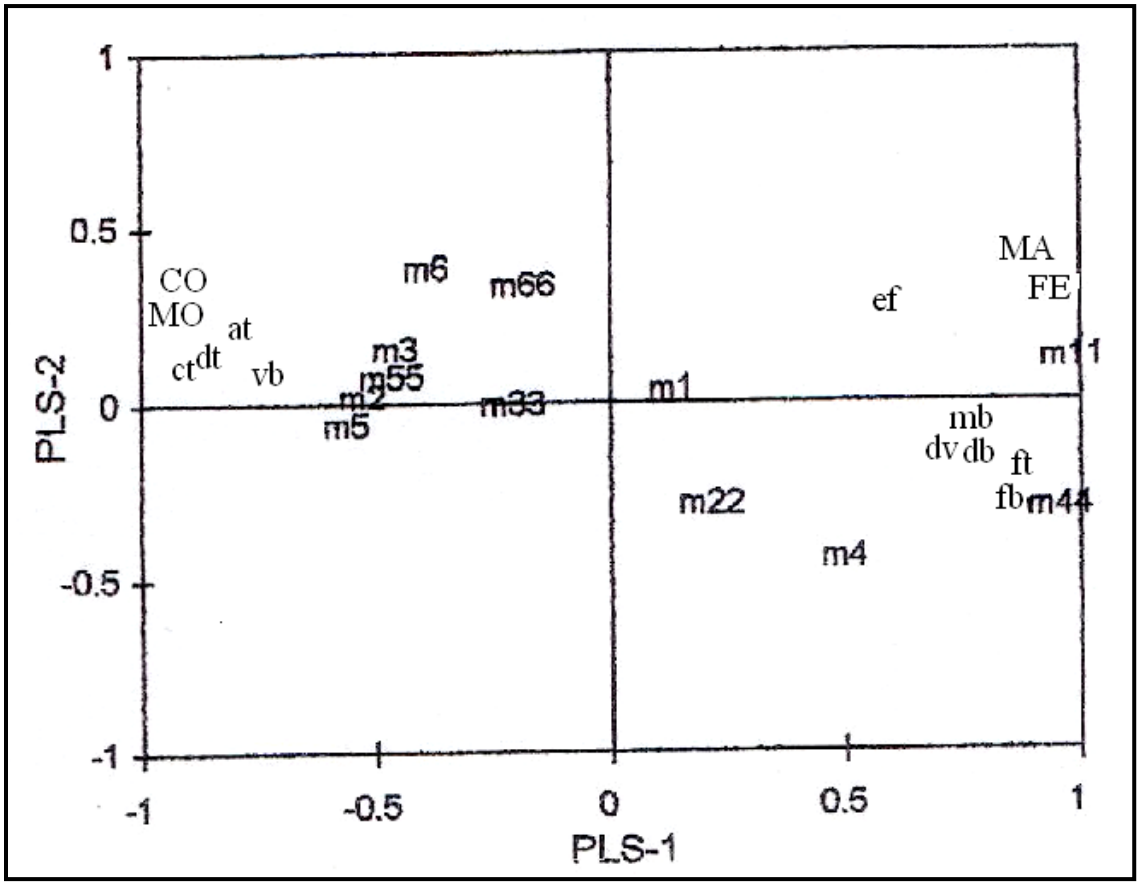


Figure 51 : Coefficients de corrélations obtenus par régression PLS entre des mesures instrumentales et des descripteurs de texture sur un espace produit de pain blanc (Gambaro *et al.*, 2002).

Légende :

Descripteurs sensoriels :

Texture	Descripteurs	abréviations
Visuelle	Sècheresse visuelle	dv
Tactile	Douceur	dt
	Aire du centre doux de la mie	at
	Fermeté	ft
	Effritement	ef
	Cohésion	ct
En bouche	Fermeté	fb
	Sècheresse	db
	Viscosité	vb
	Machâbilité	mb

Mesures instrumentales :

Mesures	abréviations
La fermeté	FE
Le moelleux	MO
La cohésion	CO
La machâbilité	MA

Tableau 8 Descripteurs sensoriels du profil de texture de pains blancs et leurs abréviations (D'après Gambaro *et al.*, 2002)

Texture	Descripteurs et abréviations	Définition
Visuelle	Sècheresse visuelle (dv)	Aspect de la surface du pain
Tactile	Douceur (dt)	Sensation perçue au toucher de la mie. Le contraire de la rugosité
	Aire du centre doux de la mie (at)	Détermination de l'aire de la surface centrale (élimination de la partie feutrée)
	Fermeté (ft)	La force nécessaire à la réduction de la mie, par compression avec un seul doigt, à une surface plate
	Effritement (ef)	Evaluation de la quantité de miettes obtenues après frottement d'une moitié de tranche de mie 3 fois de haut en bas avec son index
	Cohésion (ct)	Facilité de former une boule de mie en 5s avec un morceau du centre de la mie
En bouche	Fermeté (fb)	Force nécessaire pour mordre un morceau du centre de la mie avec ses dents de devant
	Sècheresse (db)	La sècheresse perçue quand on mâche un morceau du centre de la mie
	Viscosité (vb)	Force nécessaire pour enlever le matériau des dents avec la langue
	Machâbilité (mb)	Le nombre de mâches nécessaires pour avaler ¼ de tranche de mie sans croûte

L'analyse des résultats a été effectuée par une régression PLS (« Partiel Least Squares ») (figure 51). Elle montre que :

- les descripteurs « effritement » et « viscosité en bouche » ne sont pas corrélés avec des paramètres instrumentaux.
- un premier groupe de descripteurs relatifs à la « douceur », l'« aire du centre doux de la mie » et la « cohésion » est positivement corrélé avec la cohésion et le moelleux déterminés par les essais mécaniques.
- un second groupe composé des descripteurs « fermeté » et « sècheresse » déterminés en bouche ou pas et la « machabilité » est positivement corrélé avec les deux autres paramètres déterminés lors des essais mécaniques (fermeté et machabilité).

Ces corrélations montrent qu'il est possible, au moins en partie, de prédire par des essais mécaniques les variations de texture ressenties sensoriellement.

OBJECTIFS

Objectifs

Il ressort clairement de cette étude bibliographique que la technologie de panification est très complexe. De nombreux phénomènes (création et croissance des bulles, transition thermique…) contribuent à la qualité du produit fini, notamment sa texture (structure alvéolaire, moelleux…). En effet, la structure alvéolaire est le résultat d'un ensemble de mécanismes mis en jeu tout au long du procédé de fabrication et de leurs interactions. L'étude de ces mécanismes, pris individuellement pour chacune des étapes de l'élaboration des produits, comme c'est le cas de la plupart des travaux de recherche cités, ne suffit pas à comprendre la mise en place d'une telle structure. D'où l'idée d'une étude globale qui vise à étudier l'évolution aux échelles microscopique et macroscopique de la structure et des propriétés thermiques et rhéologiques du produit de panification tout au long de sa fabrication. L'objectif est d'identifier les paramètres (par exemple, viscosité de la pâte, température de transition thermique, masse volumique du produit fini…) qui interviennent au fil des étapes dans l'établissement de la structure finale des produits alvéolaires et les liens possibles entre eux. Pour cela, il est nécessaire de disposer de produits de cuisson à différentes structures alvéolaires. La variation de la composition constitue un des moyens efficaces pour obtenir de tels produits.

A partir d'une formule de base type pain composée de farine, d'eau, de sel et de levure, différentes proportions d'ingrédients susceptibles d'entrer dans la composition des produits céréaliers de cuisson et d'influencer leur structure ont été ajoutées : du saccharose et de l'huile de colza. La variation de la teneur en eau a également, été un moyen de modification de la structure alvéolaire. Les formules ainsi obtenues, appelées « pain de mie enrichi », n'existent pas nécessairement au plan des applications industrielles. Elles permettent, en revanche, d'obtenir :

- Des produits dont les masses volumiques varient sur une large gamme, complètement cohérente avec celles des produits du commerce.
- Des structures alvéolaires variées correspondants à des mies fines ou grossières, avec des distributions de taille d'alvéoles homogènes ou hétérogènes.
- Des produits avec des propriétés mécaniques différenciés par leurs niveaux de fermeté et d'élasticité.

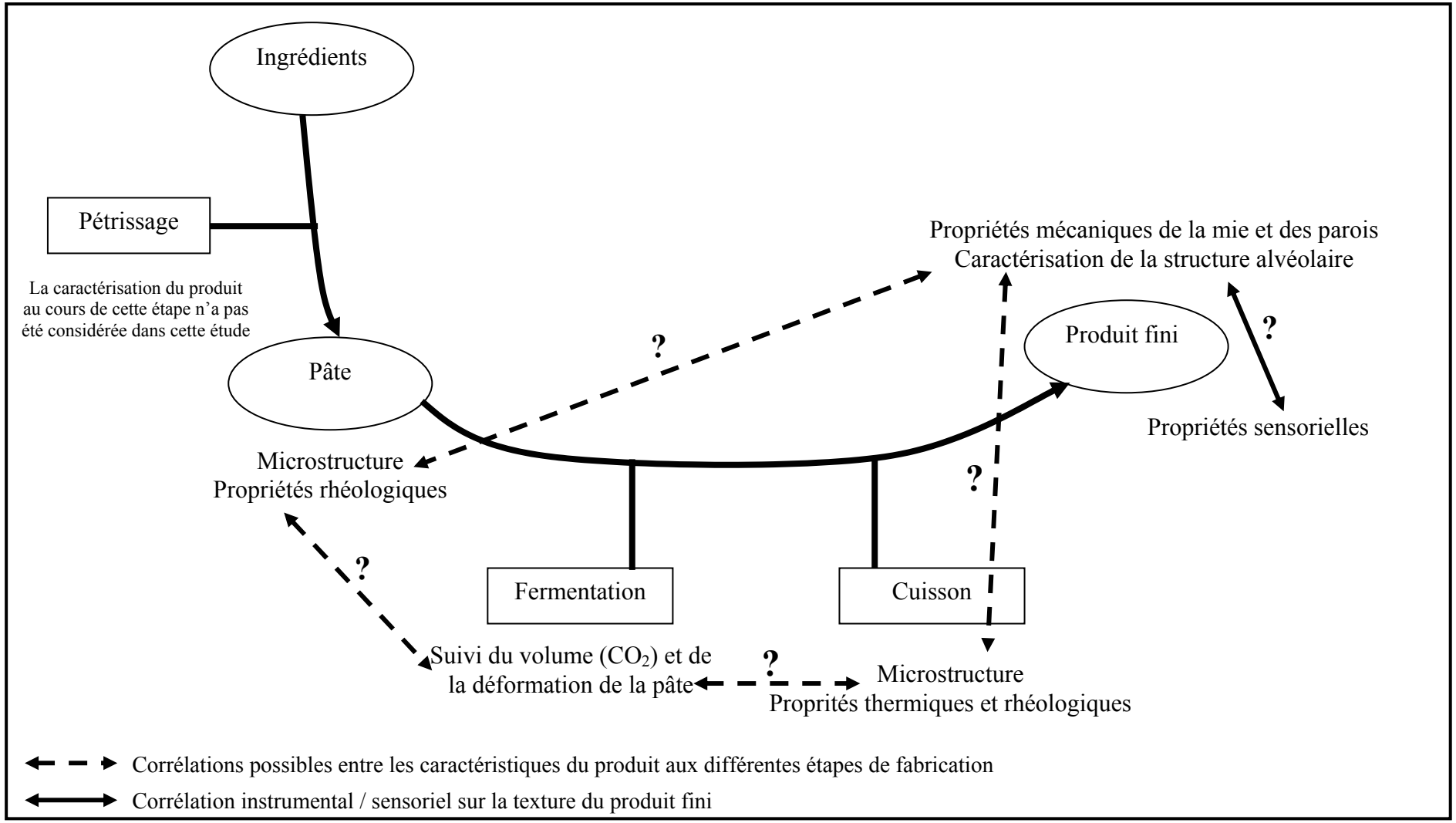


Figure 52 : Démarche du travail expérimental : (1) caractérisation du produit et identification des paramètres qui interviennent au fil de l'établissement de la structure alvéolaire, (2) recherche des corrélations entre différentes paramètres et (3) recherche de corrélations entre paramètres instrumentaux et paramètres sensoriels.

Le procédé de fabrication, proche de celui utilisé en panification, a été fixé au début du travail. Afin de gérer l'aération du produit, l'utilisation des levures de boulangerie a été préférée au procédé de battage : l'incorporation d'air aurait trop dépendu de la viscosité de la pâte. Les étapes du processus de fabrication sont le pétrissage pour la création de la pâte et l'incorporation des nucléis, la fermentation pour assurer une production de CO_2 et l'augmentation de la phase gazeuse et la cuisson pour le figeage de la structure alvéolaire. Les techniques de caractérisation ont été choisies parmi celles à notre disposition comme étant les plus pertinentes pour caractériser la microstructure et les propriétés rhéologiques ainsi que leur évolution du stade de la pâte à celui de la mie. Chaque technique a été mise en œuvre dans des conditions se rapprochant de celles subies par la pâte au cours du procédé. La démarche suivie est représentée par la figure 52 selon les étapes suivantes, qui seront le fil conducteur de ce travail :

- Etude de la pâte en sortie pétrissage : caractérisation de la microstructure par microscopie confocale et étude des propriétés rhéologiques en extension biaxiale.

- Etude de la pâte au cours de la fermentation : suivi de l'évolution du volume et de la déformation de la pâte avec le Rhéofermentomètre Chopin.

- Etude de la pâte pendant la cuisson : suivi des transitions thermiques par Analyse Enthalpique Différentielle et Analyse Thermo-mécanique Dynamique.

- Etude du produit fini : caractérisation de la structure alvéolaire par analyse d'images, des propriétés mécaniques de la mie et des propriétés viscoélastiques des parois alvéolaires. Une approche sensorielle de la texture du produit fini, réalisée en parallèle d'une caractérisation instrumentale, avait pour objectif d'identifier les caractéristiques de texture de la mie importantes pour le consommateur et de tenter de les relier aux résultats de la caractérisation instrumentale.

- L'étude des corrélations entre les grandeurs obtenues à l'aide des différentes techniques citées ci-dessus a permis de sélectionner les paramètres pertinents par rapport à l'étude et d'identifier les facteurs clefs de la construction de la structure alvéolaire.

PARTIE 2

MATERIEL & METHODES

Matériel P59

Caractérisation de la pâte en sortie pétrissage P63

Caractérisation des propriétés physiques au cours du processus de fabrication P68

Caractérisation des produits de cuisson P74

Matériel et Méthodes

La seconde partie de ce mémoire « Matériel et Méthodes" s'articule autour de quatre chapitres.

- Le premier chapitre fait état de la matière première utilisée au cours de ce travail ainsi que des protocoles de fabrication des échantillons de pâtes céréalières et des produits de cuisson.

Les trois autres chapitres s'intéressent aux méthodes de caractérisation mises en œuvre pour la caractérisation du produit aux différentes étapes du processus de fabrication. Nous avons choisi de les répertorier de la manière suivante :

- Le chapitre 2 décrit les méthodes utilisées pour la caractérisation de la pâte après le pétrissage. La structure de la pâte a fait l'objet d'observations par Microscopie Confocale à Balayage Laser (MCBL). Les propriétés rhéologiques ont été mesurées par la méthode de compression en conditions lubrifiées.

- Le chapitre 3 concerne des méthodes de caractérisation en mode dynamique permettant la modélisation de certaines étapes du procédé de fabrication. Pour l'étape de fermentation, des essais de suivi du taux de dégagement de CO_2 dans la pâte ont été effectués avec le Rhéofermentomètre Chopin. L'analyse enthalpique différentielle et l'analyse thermo-mécanique dynamique ont permis de suivre respectivement les transitions thermiques et les propriétés rhéologiques de la pâte soumise à une cinétique de chauffe proche de celle de la cuisson. L'évolution de la structure alvéolaire de la pâte en cours de cuisson a été approchée par des essais de thermo-microscopie.

- Le chapitre 4 porte sur les méthodes utilisées pour la caractérisation des produits de cuisson. Les propriétés mécaniques de la mie ont fait l'objet de tests de compression / relaxation. Le broyage et la densification de la mie ont permis d'étudier les propriétés mécaniques des parois alvéolaires. La structure alvéolaire des produits de cuisson a été étudiée par analyse d'images. Le dernier point de ce chapitre concerne la caractérisation sensorielle des produits de cuisson qui a été menée sur une quinzaine d'échantillons de produits issus de cette étude.

Chapitre 1 Matériel

I. MATIERE PREMIERE

- **La farine de blé** a été fournie par les Grands Moulins de Paris (GMP). Elle est stockée dans des sacs étanches d'une contenance de 25 kg dans une chambre froide à - 20°C, afin de permettre la meilleure stabilité possible durant les 3 ans de l'étude. Des quantités journalières sont décongelées la veille des expérimentations et placées dans un réfrigérateur à 4°C. Les principales caractéristiques de composition de la farine ainsi que certaines de ses propriétés rhéologiques sont résumées dans le tableau 9.

Tableau 9 Composition et principales caractéristiques rhéologiques de la farine de l'étude (Laboratoire de contrôle qualité des GMP, 2003)

Composition		**Farinograph**		**Alvéographe**	
Eau (% P/P)	15,04	Hydratation (% P/P)	51,40	P	73
Cendres (% P/P)	0,58	Stabilité (min)	2,30	G	20.2
Protéines (% P/P)	10,21	Affaiblissement (UB)	75	W	197
Hagberg (s)	332	*		P/L	0,89

- **La levure fraîche** fournie par DSM Bakery-Ingredients (La Parisienne) conditionnée en blocs de 500 g est l'agent levant utilisé. La durée d'utilisation maximum d'un paquet après son ouverture est de 4 jours.
- **L'huile de colza** achetée dans le commerce, conditionnée dans des bouteilles en plastique de 1 litre est la matière grasse utilisée au cours de cette étude. Pour éviter le rancissement de l'huile après l'ouverture d'une bouteille, la durée d'utilisation a été limitée à une semaine après son ouverture.
- **Le saccharose et le sel** ont été achetés dans le commerce avec respectivement 30 et 4 kg d'un même lot de production, afin d'éviter la variabilité au cours des 3 ans de thèse.
- **L'eau** est de l'eau de ville dont nous fixons la température selon les conditions environnantes.

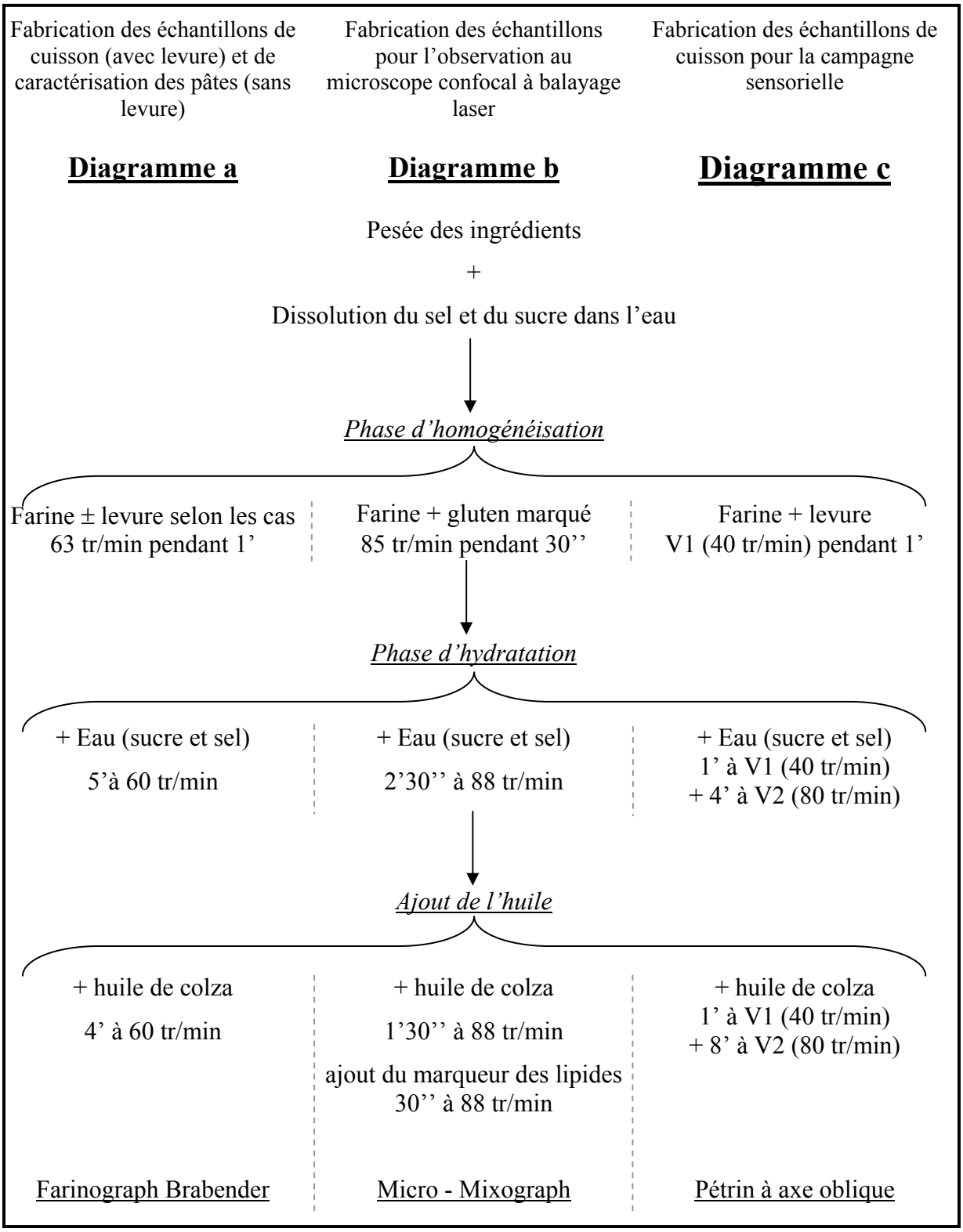


Figure 53 : Diagrammes de fabrication des échantillons de l'étude : (a) fabrication des échantillons de cuisson (avec levure) et de caractérisation des pâtes (sans levure), (b) fabrication des échantillons pour l'observation au microscope confocal à balayage laser et (c) fabrication des échantillons de cuisson pour la campagne sensorielle.

II. FABRICATION DES ECHANTILLONS DE L'ETUDE

- **Pesée des ingrédients** : la pesée du sel, sucre et huile ne nécessite pas de précautions particulières puisqu'ils sont stockés à 25°C. En revanche, pour la garantie d'une température de pâte en sortie pétrissage inférieure à 25°C, il est essentiel d'utiliser une eau vérifiant la règle empirique suivante, utilisée en production boulangère :

  $$T_p + T_f + T_e = 50°C \qquad \text{(eq 28)}$$

  Où T_p est la température de la pièce de travail (°C)
  T_f est la température de la farine (°C)
  T_e est la température de l'eau (°C)

- **Pétrissage** : notre choix s'est porté sur le Farinograph Brabender (Brabender – USA). Il s'agit d'un pétrin de laboratoire, qui permet de mesurer la consistance des pâtes au cours du pétrissage assuré par deux fraseurs sigmoïdes tournant en sens inverse à des vitesses dans un rapport de 1,5. Le couple opposé par la pâte sur le fraseur lent (fréquence de rotation fixée à 60 min^{-1}) est mesuré par un système dynamométrique et donné selon une unité de consistance exprimée en Unités Brabender (1 UB = 1 $g \cdot m$). Les deux cuves de 50 et 300 g ont été employées respectivement pour la préparation des échantillons de caractérisation des propriétés de la pâte et ceux destinés à la cuisson, selon le diagramme de la figure 53a.

- **Mise en moule** : en sortie pétrissage, 250 g de pâte sontt prélevés, façonnés en boule à la main et déposés dans un moule en pyrex de forme cylindrique pour des raisons de symétrie (diamètre 140 mm et hauteur 70 mm). Le fond du moule est tapissé de papier sulfurisé et les bords sont graissés avec une fine couche d'huile pour la récupération de la totalité du produit cuit en fin de cuisson.

- **Fermentation** : les moules avec couvercle sont placés dans une étuve de fermentation régulée à 27°C pendant 90 min. Un mesureur de pousse assure le contrôle du niveau de fermentation. Il s'agit d'une cuve cylindrique en verre, graduée de 1 à 7 (figure 54), dans laquelle un pâton boulé de 25 g est placé. Ce dernier est aplati dans le fond du mesureur et un disque est déposé dessus afin de maintenir la surface de la pâte bien horizontale durant sa levée. Le disque coulissant au fur et à mesure de la fermentation joue le rôle d'indicateur du niveau de levée de la pâte.

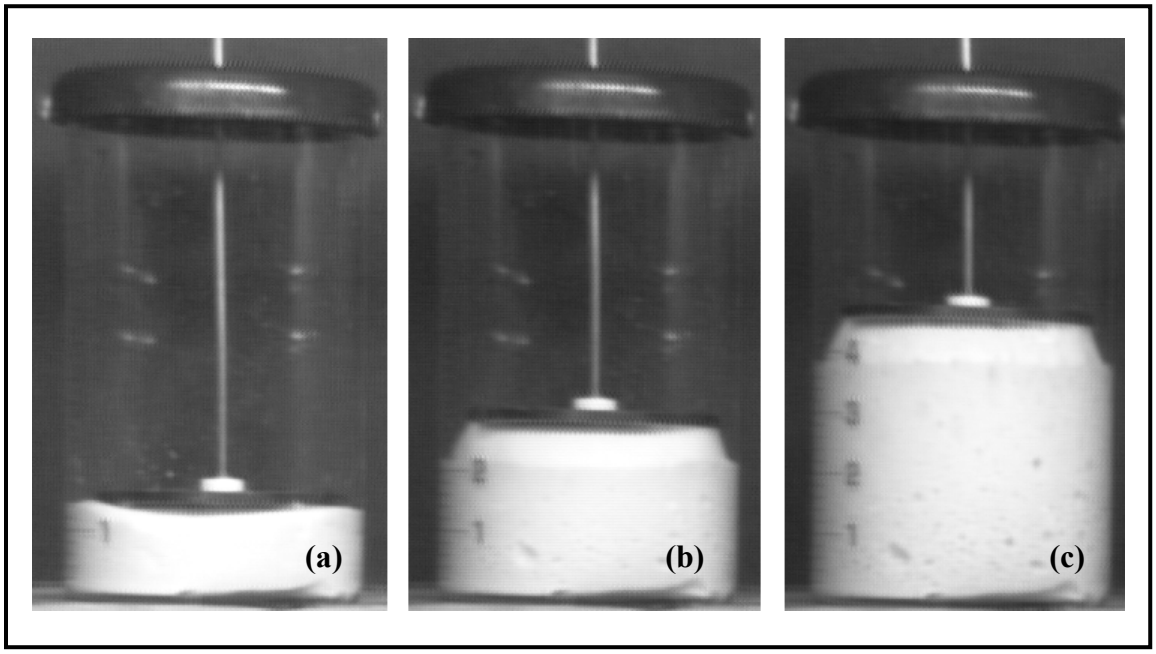


Figure 54 : Illustration de l'utilisation du mesureur de pousse pour le suivi du niveau de fermentation d'une pâte à pain : (a) 0 min, (b) 60 min et (c) 120 min.

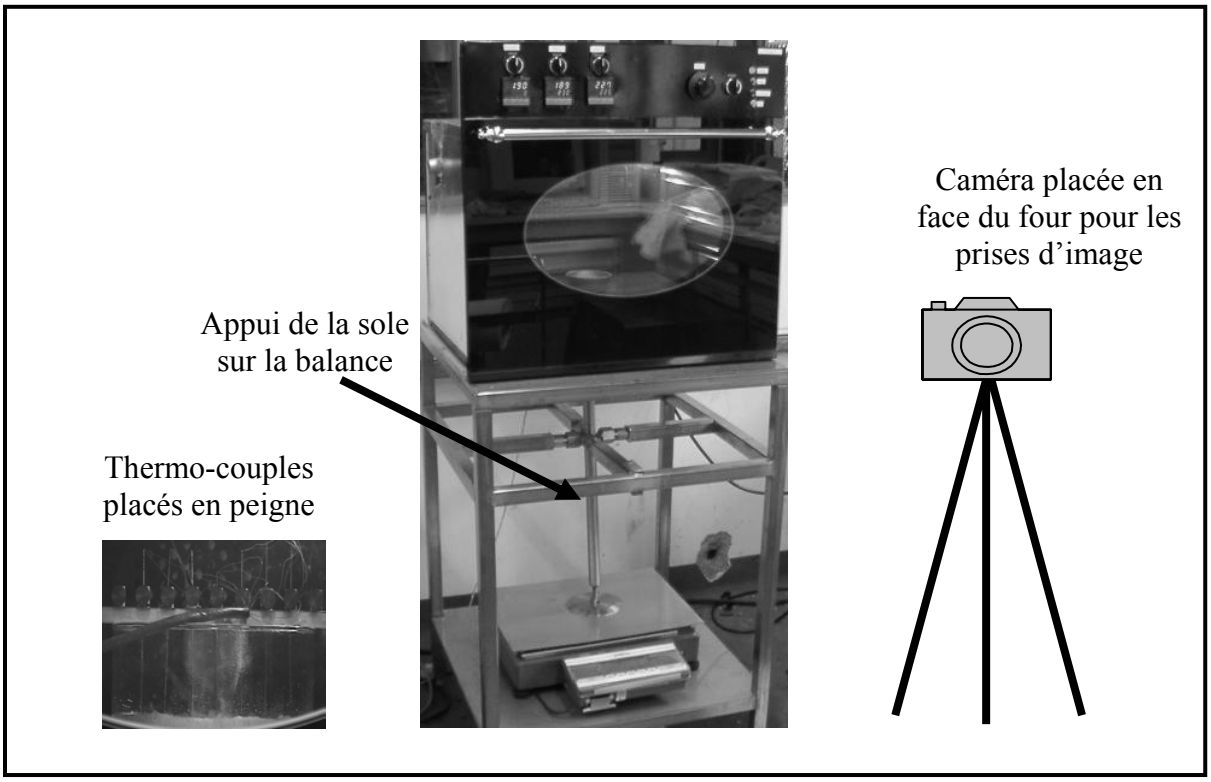


Figure 55 : Four instrumenté utilisé pour la cuisson des pâtons dans les moules en verre.

- **Cuisson** : un four domestique instrumenté (figure 55) a été utilisé pour les essais de cuisson (60 min à 180°C). Trois groupes de résistances situés respectivement au fond, au niveau de la partie supérieure et inférieure du four permettent le chauffage d'une manière homogène de la chambre de cuisson (45*38*34 cm). Trois régulateurs PID (*Proportional Integral Derivator*) ont été utilisés pour le contrôle des températures par la commande de chacun des groupes de résistance. La température de consigne est régulée à l'aide d'un logiciel de supervision spécialement crée sous LabVIEW. Un système de mesure de la masse en cours de cuisson permet de suivre la cinétique d'évaporation de l'eau du produit : la sole ; repose par l'intermédiaire d'un support vertical, sur une balance (Mettler - France) d'une portée maximale de 12 kg avec une précision de 0,1 g. Les expériences de suivi de l'évolution de la température au sein du produit en moule et à différentes hauteurs du fond du moule montrent que peu de différences existent (figure 15 ; Lostie *et al.*, 2002). Le choix s'est porté alors sur l'utilisation d'un thermocouple placé à 2 cm du fond du moule pour enregistrer la température au sein de la pâte au cours de la cuisson. Le même logiciel de régulation de température, assure également l'acquisition de la masse du produit en continu et le suivi de la variation des températures mesurées par les thermocouples. Une caméra mono CDD (Sony - Japon), placée en face du four et reliée à une carte d'acquisition vidéo, photographie le produit à des intervalles de temps réguliers et permet le suivi de la levée en cours de cuisson (Sommier *et al.*, 2005).

- **Refroidissement** : en fin de cuisson, les produits démoulés reposent pendant 2 heures dans une pièce régulée en température à 25°C. Ils sont, ensuite, placés dans des sacs en plastique étanches pour reposer 24 h afin de s'équilibrer. L'ensemble des caractérisations des produits cuits est effectué le lendemain.

III. FABRICATION DES ECHANTILLONS POUR LA MICROSCOPIE CONFOCALE

Compte tenu du coût des marqueurs, seuls quelques grammes de pâte ont été fabriqués à chaque essai à l'aide d'un Micro-Mixograph (USA) muni d'une cuve de 10 g comportant 3 chevilles. Le couvercle de la cuve comporte 4 chevilles tournantes qui viennent se placer alternativement entre celles de la cuve. Les différences avec le protocole original consistent principalement dans l'ajout du gluten marqué lors de la première phase d'homogénéisation et de la solution de marquage des lipides, 30 s avant la fin du pétrissage (figure 53b).

Remarques :

- Etant donné la faible quantité de pâte pétrie et la vitesse de rotation du Mixograph (85 tr/min), le temps de chaque phase de pétrissage du protocole original a été divisé par 2 pour ce diagramme de fabrication. Cette opération permet d'obtenir des pâtes avec des niveaux de G' (module conservatif) similaires à ceux obtenus avec le protocole original (Zouari, 2005).
- L'utilisation d'outils de protection (gants, masque et lunettes) lors de la manipulation des marqueurs est obligatoire.

IV. FABRICATION DES ECHANTILLONS POUR L'ETUDE SENSORIELLE

La fabrication des échantillons en nombre suffisant pour la campagne sensorielle a été effectuée au laboratoire de Recherche et Développement du site de Gennevilliers des Grands Moulins de Paris avec l'aide de H. Chiron (BIA - INRA Nantes) et P. Babin (GPM2 – Grenoble). Le protocole suivant a été utilisé :

- Le pétrissage (figure 53c) a été assuré par un pétrin à axe oblique d'une capacité de 90 litres (5 kg de farine) et tournant à deux vitesses (V1 = 40 tr/min et V2 = 80 tr/min).
- Les moules utilisés étaient des moules en tôle spéciale bleuie, de forme parallélépipédique (90 mm de largeur, 230 mm de longueur et 90 mm de profondeur). La masse de pâte enfournée dans chaque moule ouvert a été fixée à 550 g.
- Le four de cuisson utilisé était un four à soles fixes (4 étages) nous permettant d'enfourner simultanément 5 moules par formulation, à 200°C pendant 45 min.

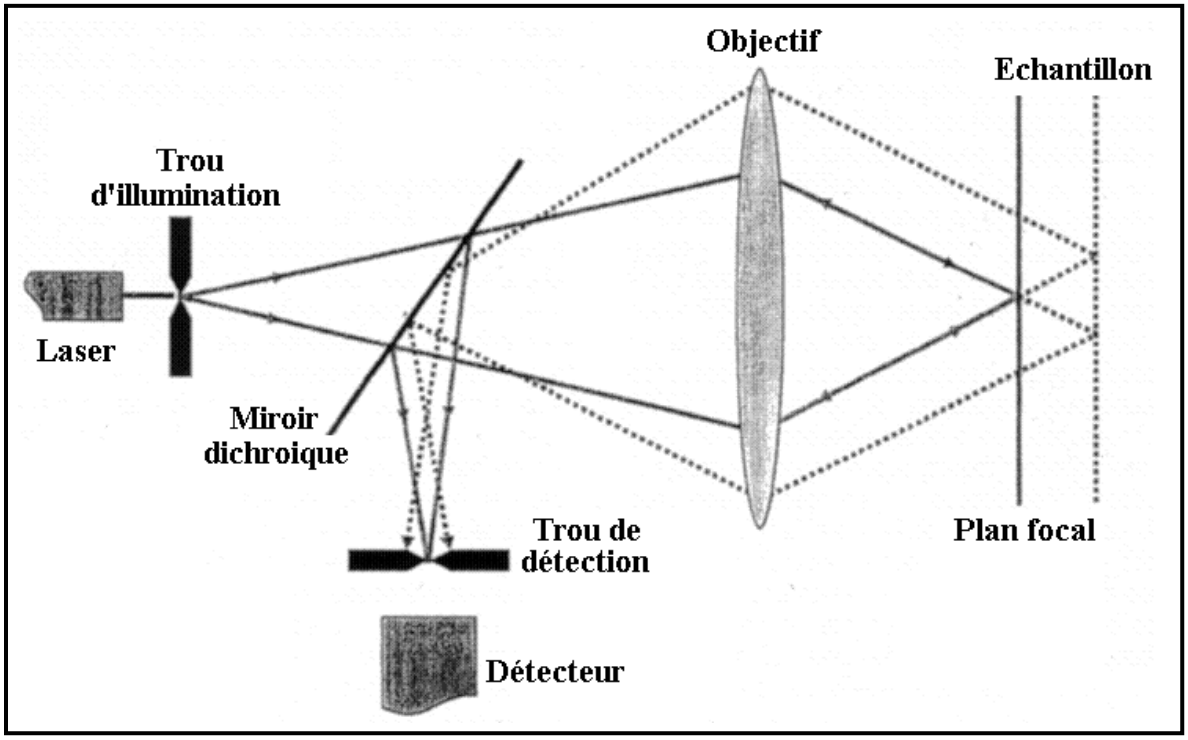


Figure 56 : Schéma de principe de la microscopie confocale à balayage laser.

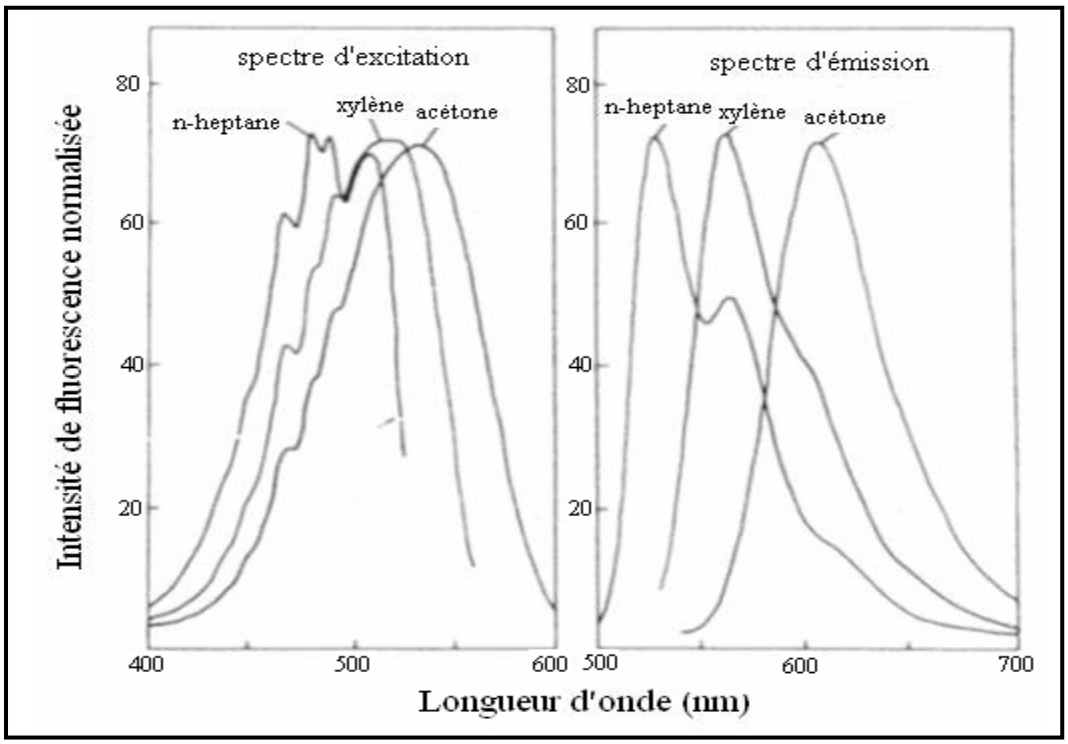


Figure 57 : Spectres d'excitation et d'émission du rouge de nile en solution dans différents solvants (n-Heptane, Xylène et Acétone) (Greenspan *et al.*, 1985).

Chapitre 2 Caractérisation de la pâte en sortie pétrissage

I. LA MICROSCOPIE CONFOCALE A BALAYAGE LASER

I.1. Principe

La microscopie confocale à balayage laser (MCBL) permet de pratiquer des coupes optiques virtuelles dans l'objet observé et de n'enregistrer que l'image de fluorescence émise dans le plan correspondant. Une représentation 3D du spécimen peut être obtenue par construction d'une pile de coupes sériées 2D, se référant à des sections optiques dans des plans confocaux. Le rayon laser excitateur pénètre dans l'échantillon préalablement marqué par des fluorochromes choisis en fonction de leurs affinités pour des molécules particulières de l'objet observé. Lors de l'impact optique, il y a émission de rayons lumineux provenant de différents plans de la préparation. Grâce à un diaphragme variable, il est possible de sélectionner les rayons émis par un seul plan de préparation et d'éliminer le signal provenant d'autres plans. Les rayons réfléchis sont filtrés en fonction de leurs longueurs d'onde puis détectés par des photomultiplicateurs. Le signal reçu est, enfin, converti en signal numérique, contribuant à la création d'une image (figure 56). Chaque fluorochrome se caractérise par un spectre d'excitation et un spectre d'émission qui représentent, respectivement, l'évolution de l'intensité de la fluorescence en fonction des longueurs d'onde d'excitation et d'émission. A titre d'exemple, la figure 57 représente les spectres d'excitation et d'émission du rouge de nile utilisé, dans différents solvants, pour le marquage des lipides de la farine. Ces spectres se caractérisent par leurs longueurs d'onde d'excitation et d'émission maximales. La distribution spectrale de l'intensité d'excitation ou d'émission autour de ces longueurs d'onde maximales constitue la bande spectrale. Certains marqueurs possèdent plusieurs bandes spectrales. En fluorescence, l'excitation est assurée sur une petite largeur de bande (inférieure à 20 nm). Ce n'est pas le cas de la largeur de la bande de détection que l'on peut faire varier selon la sensibilité et la résolution souhaitée : pour un maximum de sensibilité, tout le spectre sera considéré alors que pour un maximum de résolution, une petite largeur de bande sera sélectionnée.

Remarque :

La microscopie confocale à balayage laser offre deux avantages : la possibilité de visualisations dynamiques par le suivi de la fluorescence au cours du temps et la co-localisation par marquage multiple. Il est cependant nécessaire, dans ce dernier cas, de vérifier que les spectres d'émission de fluorescence des différents marqueurs n'interfèrent pas en entraînant des artéfacts.

I.2. Marquage des protéines du gluten

Le protocole de marquage des protéines de gluten a été effectué en suivant la méthode proposée par Li et ses collaborateurs (2004). La première étape consiste à obtenir du gluten par lixiviation d'une pâte de farine à 46% de teneur en eau (masse totale). Le gluten obtenu est, ensuite, lyophilisé et marqué par la rhodamine B. 100 mg de protéines nécessitent 50 mL de solution de rhodamine B à une concentration de 0,01% (P/V). Le mélange est placé au repos, dans un endroit sombre pendant 6 h et soumis à une faible agitation périodique. Une dialyse des protéines marquées contre de l'eau déionisée à 4°C durant 48 h est ensuite pratiquée afin d'éliminer le marqueur non fixé de façon covalente. Le produit de dialyse est lyophilisé de nouveau avant d'être conservé dans un endroit sombre. Il est incorporé au moment du pétrissage de la pâte à raison de 25 mg de gluten marqué pour 10 g de farine.

I.3. Marquage des lipides

Les lipides ont été marqués par du Bodipy 665/676 dissous dans une solution de DMSO selon un protocole inspiré du travail de Dubreil et ses collaborateurs (2002). Le Bodipy 665/676 est connu pour son affinité pour les lipides. Le volume de DMSO contenant le marqueur, à rajouter aux différentes pâtes à marquer, doit rester constant et le plus faible possible (325 µl). De plus, la même proportion de Bodipy par rapport à la matière grasse ($112 \cdot 10^{-9}$ moles de Bodipy 665/676 pour marquer $2 \cdot 10^{-2}$ g de lipides) doit être utilisée. Les échantillons comportant différentes teneurs en farine (lipides endogènes) et en huile de colza (lipides exogènes), la concentration en Bodipy 665/676 a été ajustée pour chaque pâte de manière à répondre à ces conditions. A titre d'exemple, pour le pétrissage d'une pâte à une teneur en huile de 20% (par rapport à la farine) avec une masse de 10 g de farine, il faut 325 µL d'une solution à 3,6 10^{-2} mol/L de Bodipy.

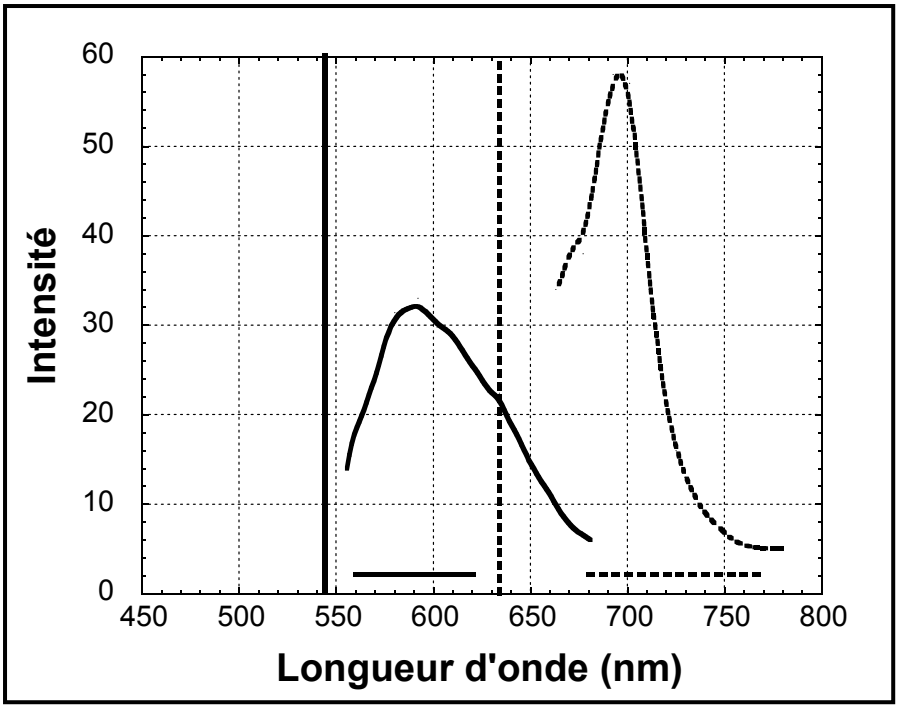


Figure 58 : Représentation des lasers d'excitation (traits verticaux) de la Rhodamine B (543 nm) et du Bodipy (633 nm), et de leurs spectres d'émission représentés respectivement par — et ---. Non interférence des bandes récupérées par les photomultiplicateurs (traits horizontaux).

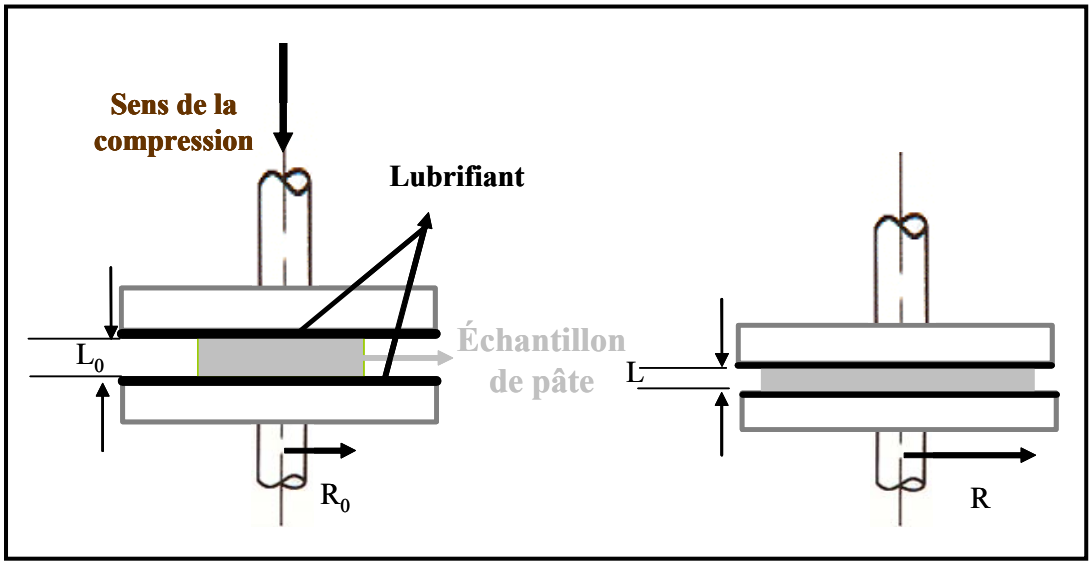


Figure 59 : Schéma de principe de la méthode de compression en conditions lubrifiées à volume constant.

I.4. Mode opératoire

En fin de pétrissage au Mixograph, un petit échantillon de pâte est découpé à l'aide de ciseaux et déposé sur une lame. L'échantillon est délicatement étalé avec une spatule, de manière à ne lui faire subir que le minimum de déformation (limitation de l'orientation du réseau de gluten). Des observations avec différents agrandissements (x10 (air) et x40 (huile)) à 20°C ont été effectuées au microscope (SP2 AOBS – LEICA - Allemagne). La rhodamine B et le Bodipy ont été excités respectivement à 543 et 633 nm. Le premier marqueur commence à émettre vers 560 nm avec un maximum d'émission entre 575 et 600 nm, alors que le Bodipy ne commence que vers 665 nm avec un maximum d'émission situé entre 680 et 710 nm. Le réglage des photomultiplicateurs est réalisé de manière à éviter l'interférence des lumières émises par les deux marqueurs mais aussi, l'interférence des lasers d'excitation dans les gammes de récupération de la lumière émise (figure 58). Cette procédure rend possible la co-localisation des lipides et des protéines.

II. COMPRESSION EN CONDITIONS LUBRIFIEES

II.1. Principe

Le principe de la compression en conditions lubrifiées (CCL) est de comprimer des échantillons avec une machine de traction/compression. Pour générer un écoulement équibiaxial, les conditions opératoires suivantes doivent être remplies (figure 59) :

- L'échantillon doit être sous la forme d'un cylindre de longueur L et de diamètre R et il est nécessaire, afin de générer une déformation de cisaillement dominante et une déformation uniaxiale négligeable, de choisir L petit par rapport à R.
- La lubrification des surfaces de l'échantillon avec une huile de faible viscosité afin d'éviter tout frottement et permettre un glissement parfait à la surface des plateaux.

II.2. La lubrification

Pour garantir une extension biaxiale durant l'essai de compression, le lubrifiant est choisi de manière à satisfaire le critère de Secor (cité par Macosko, 1994) défini par le système :

$$\begin{cases} 2\delta/L < (\eta_L \cdot R^2) / (\eta \cdot \delta^2) & (29) \\ (\eta_L \cdot R^2) / (\eta \cdot \delta^2) < 20 & (30) \end{cases}$$

où δ est l'épaisseur de la couche de lubrifiant (m)

η et η_L sont les viscosités respectives du matériau testé et du lubrifiant (Pa · s)

R et L sont respectivement le rayon et la hauteur de l'échantillon de pâte (m)

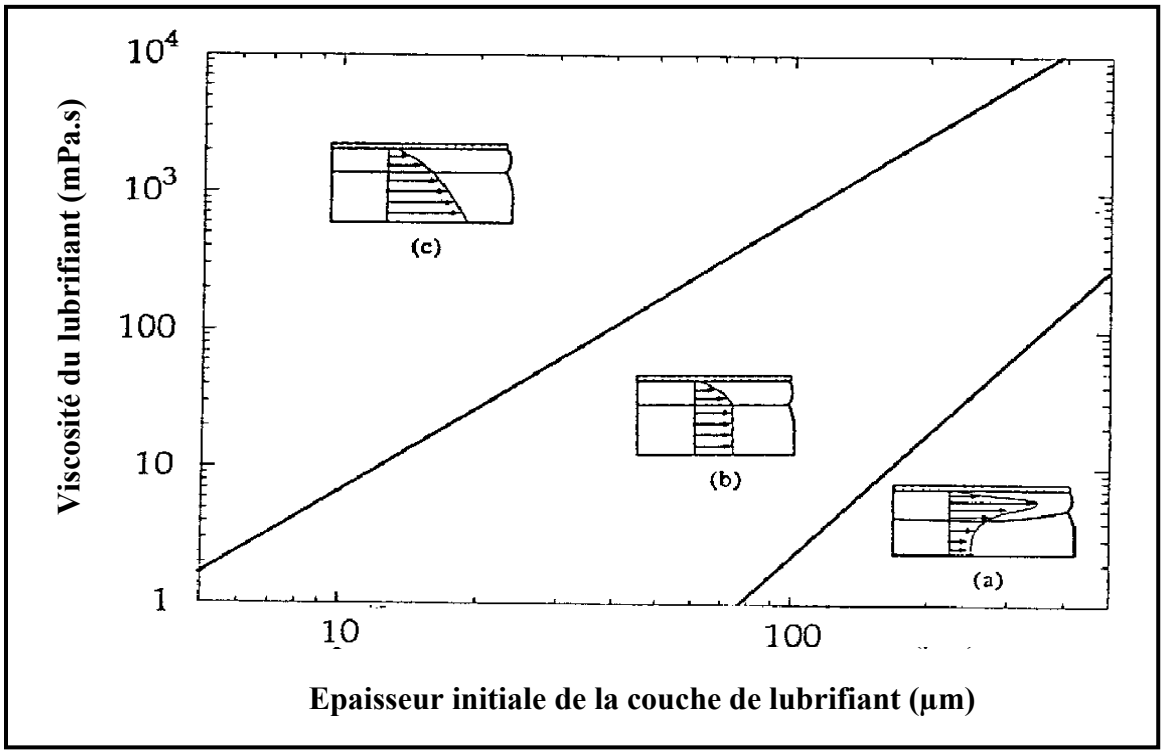


Figure 60 : Influence de la lubrification sur la qualité de l'extension biaxiale : (a) le début de l'extension agit surtout sur la couche de lubrifiant, (b) extension biaxiale correcte jusqu'à 95% de taux de compression et (c) insuffisance de lubrifiant à partir d'une certaine déformation (Bartolucci, 1997).

Légende :

Les valeurs ont été adaptées de l'étude de Chatrei *et al*., (1994) effectuée sur du polydiméthylsiloxane (PDMS), échantillon ayant une viscosité de $2{,}7.10^4$ Pa.s avec une géométrie initiale (R_0 = 28,6 mm et L_0 = 30 mm).

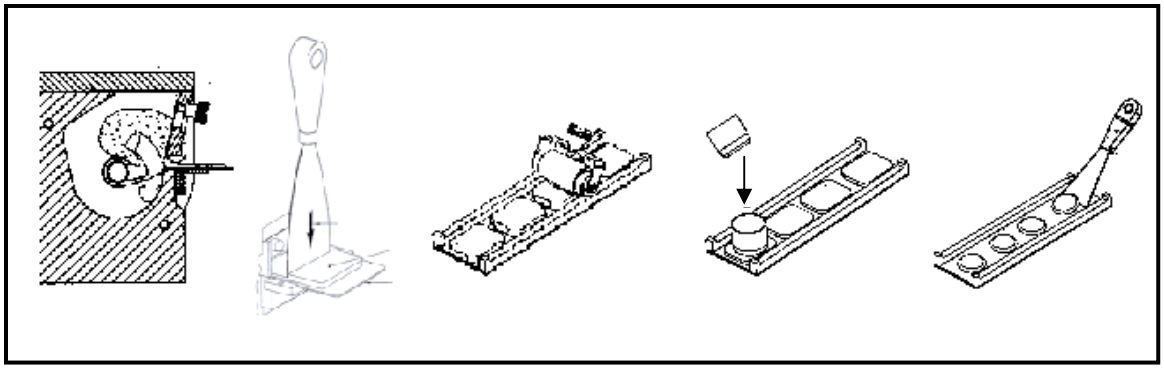


Figure 61 : Préparation des éprouvettes de pâte pour les essais de compression en conditions lubrifiées.

Dans le cas où le critère de Secor n'est pas satisfait, la déformation équibiaxiale n'est pas assurée (régions a et c de la figure 60). Si le rapport est trop faible (eq 30 - région c de la figure 60), le lubrifiant est rapidement expulsé et l'échantillon adhère au plateau. S'il est trop élevé (eq 29 - région a de la figure 60), la couche de lubrifiant est insuffisante pour assurer un glissement parfait de l'échantillon à la surface des plateaux et on provoque un cisaillement très important dans l'échantillon au contact du plateau. La région b de la figure 60, correspond aux conditions correctes pour un écoulement équibiaxial. La détermination de ces conditions se fait par la combinaison du critère de Secor et de l'équation de diminution de l'épaisseur de la couche de lubrifiant au cours de la compression. Pour les liquides newtoniens, cette diminution est donnée par :

$$\frac{\delta}{\delta_0} = \sqrt{\frac{L}{L_0}} \tag{31}$$

où δ_0 est l'épaisseur initiale de la couche de lubrifiant (m)

L_0 est la hauteur initiale de l'échantillon (m)

Dans le cadre de cette étude, les viscosités des pâtes (selon les formulations) étaient comprises entre 10 et 80 10^3 Pa · s à 25°C. Le choix de l'huile de vaseline comme lubrifiant (150 Pa · s à 25°C) avec une épaisseur de couche de 10^{-3} m permet de satisfaire le critère de Secor.

II.3. Mode opératoire

La fabrication des échantillons pour les essais de compression en conditions lubrifiées est effectuée en deux temps. La première étape correspond à la préparation de la pâte non levurée comme décrit dans le protocole de la figure 53a. La seconde étape correspond à la mise en forme des échantillons pour les essais de compression (figure 61). La pâte récupérée de la cuve du Farinograph Brabender est placée immédiatement dans le pétrin de l'Alvéographe Chopin (Tripette et Renaud Chopin – France) où elle est pétrie pendant dix secondes à 60 tr/min. Le passage en mode extraction permet d'obtenir une bande de pâte qui est ensuite laminée (6 aller/retour à même vitesse) et à partir de laquelle sont préparées cinq éprouvettes de 46 mm de diamètre et de 7 mm de hauteur (Norme ISO 5530 - 4). Ces disques reposent, enfin, pendant 20 minutes à 25°C dans la chambre de repos de l'Alvéographe Chopin.

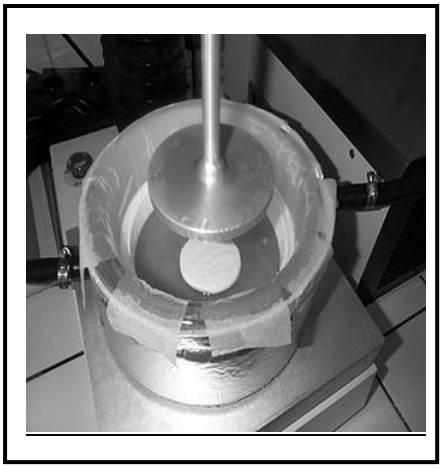


Figure 62 : Système de saturation en eau pour les essais de compression en conditions lubrifiées (gouttière remplie d'eau et bandelettes de papier humide).

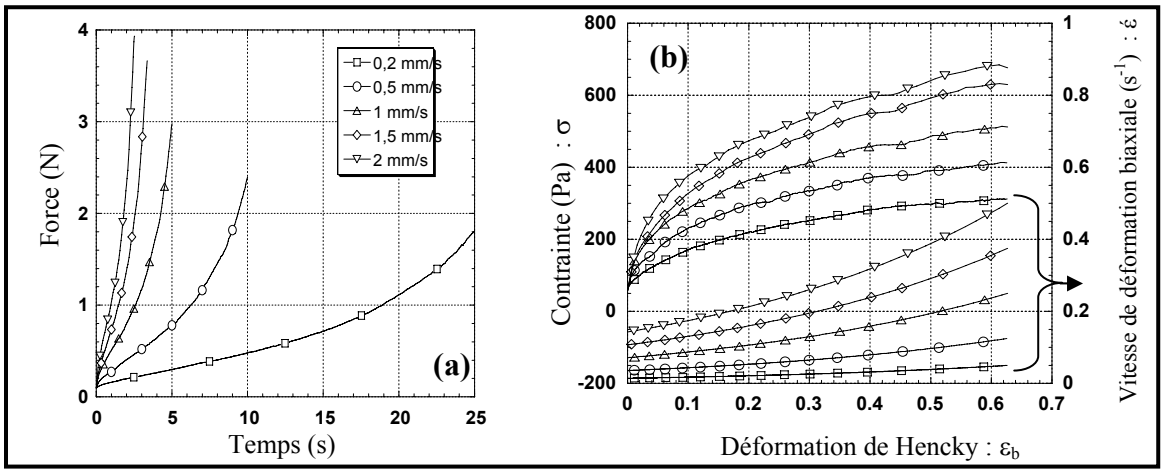


Figure 63 : Données brutes et transformées du test de compression lubrifiée en évolution : (a) évolution de la force de résistance de la pâte en fonction du temps (b) évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation en fonction de la déformation biaxiale. Exemple d'illustration : pâte témoin testée à différentes vitesses de traverse (□) 0,2 mm/s ; (○) 0,5 mm/s ; (△) 1 mm/s ; (◇) 1,5 mm/s et (▽) 2 mm/s.

Les échantillons sont ensuite placés successivement dans un cristallisoir à double enveloppe en verre à circulation d'eau régulée par un bain-marie à 25°C et entouré d'un isolant. Une gouttière circulaire et des bandelettes de papier humides, placées tout autour du périmètre, permettent de saturer le milieu en eau et d'éviter ainsi la déshydratation des pâtons (figure 62). Les surfaces du fond de la double enveloppe, de la sonde et de l'échantillon sont enduites d'huile de vaseline (épaisseur 10^{-3} m). Un appareil de traction/compression (TA.XT2i – Stable Micro Systems – Royaume-Uni) permet de piloter la sonde pour être en contact avec la pâte de manière à ce que la force de contact ne dépasse pas 0,1 N. Le système est maintenu au repos pendant 5 minutes pour la relaxation du pâton. Durant l'essai de compression en conditions lubrifiées, la traverse descend à une vitesse donnée. Plusieurs essais sont réalisés à différentes vitesses de traverse (0,2 ; 0,5 ; 1 ; 1,5 et 2 mm/s) sur une distance de 5 mm (taux de compression fixé à 70%).

Remarque :

Dans ce travail, les essais de compression en conditions lubrifiées ont été menés à volume constant (dispositif expérimental de la figure 37a) alors que ceux rapportés dans la littérature ont été menés à surface constante (dispositif expérimental de la figure 37c). Estellé (2004) critique le premier dispositif en évoquant les erreurs de centrage lors de la mise en place des échantillons qui peuvent induire un manque de reproductibilité des mesures. L'erreur, calculée dans le cadre de ce travail suite à 4 répétitions est inférieure à 2% ce qui permet d'être confiant quant à la capacité de placer l'échantillon de façon bien centrée.

II.4. Traitement des résultats

La figure 63a montre la courbe d'évolution de la force mesurée au cours des essais de compression en conditions lubrifiées à des vitesses de traverse constantes et différentes. La déformation, dans ce type de test, est engendrée par le déplacement linéaire de la traverse. Or, la pâte est un matériau viscoélastique non linéaire c'est-à-dire que ses propriétés en écoulement dépendent de la déformation et de la vitesse de déformation. Il est donc nécessaire de découpler leurs effets lors du traitement des résultats. A partir des données brutes et des équations 11 ; 12 ; 15 et 17 (cf. partie 1 ; chapitre 3 ; § I.2), il est possible de suivre l'évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation en fonction de la déformation biaxiale à différentes vitesses de traverse (figure 63b). La projection verticale sur la figure 63b à différentes déformations biaxiale choisies (0,05 ; 0,1 ; 0,15 ; 0,2 ; 0,25 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 et 0,6), permet la détermination de la contrainte et de la vitesse de déformation biaxiale correspondantes.

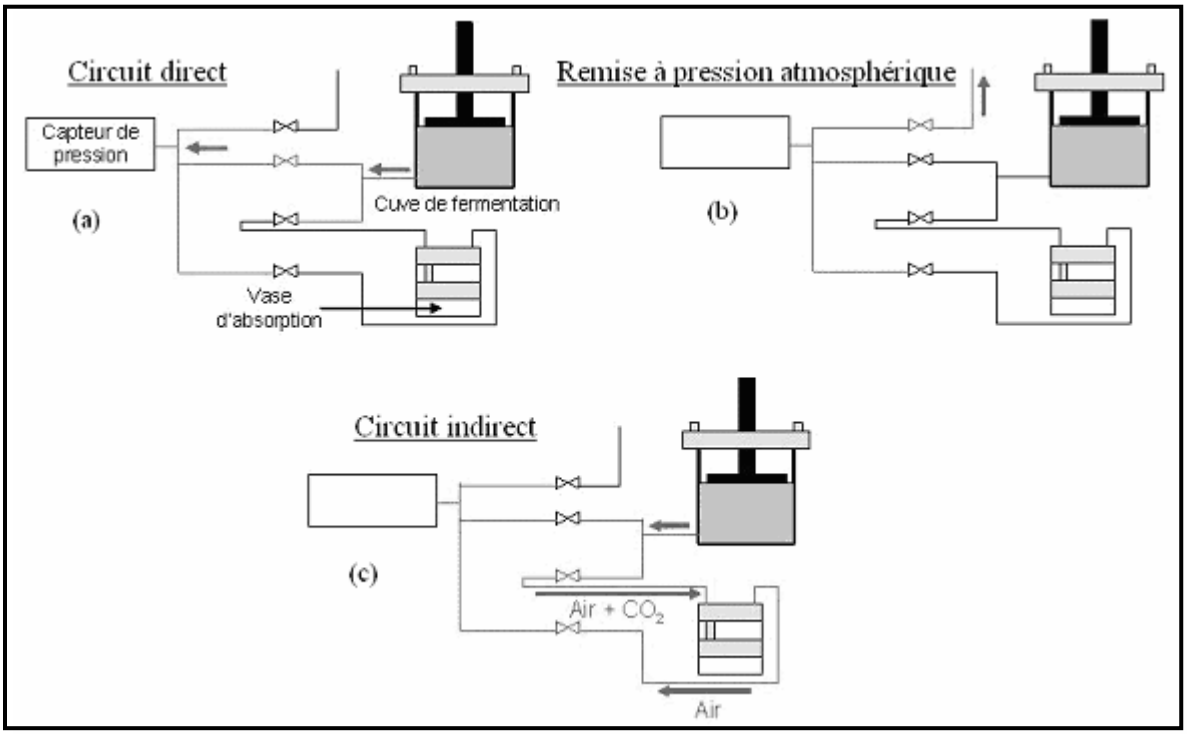


Figure 64 : Principe de mesure du dégagement de CO_2 total et retenu dans la pâte par le Rhéofermentomètre Chopin : (a) circuit direct de mesure du CO_2 total, (b) remise à la pression atmosphérique du capteur de pression et (c) circuit indirect de mesure du CO_2 retenu dans la pâte.

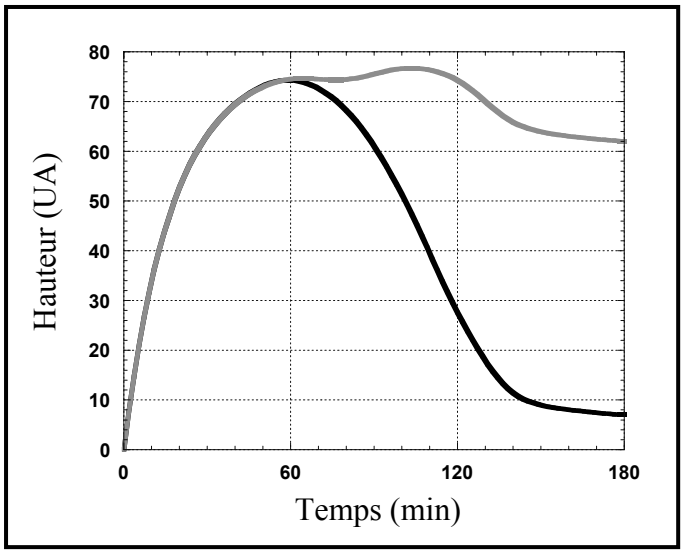


Figure 65 : Courbe de dégagement gazeux obtenu avec le Rhéofermentomètre Chopin : courbe grise relative au CO_2 total, courbe noire relative au CO_2 retenu dans la pâte ; le point de séparation correspond au moment où la pâte devient poreuse.

Chapitre 3 Evolution des propriétés physiques au cours du processus de fabrication

I. LA FERMENTATION : suivi au Rhéofermentomètre Chopin

I.1. Principe

Il s'agit de suivre le dégagement gazeux d'une pâte placée dans une cuve thermostatée à une température fixée afin de reproduire la phase de fermentation. Le Rhéofermentomètre Chopin (RC) (Tripette et Renaud Chopin – France) permet cette simulation. L'échantillon à tester est placé dans une cuve étanche à température réglable jusqu'à 50°C. Il est comprimé sous un disque de masse ajustable. Un capteur de pression associé à un vase d'absorption permet la mesure du volume total de CO_2 dégagé et du volume de CO_2 retenu par la pâte cours du temps de fermentation (figure 64) :

- Dans un premier temps, la pâte se développe dans la cuve étanche reliée au capteur de pression par l'intermédiaire d'un système d'électrovannes. Le gaz va alors directement de la cuve au capteur de pression. Il s'agit du circuit direct qui permet de mesurer le dégagement gazeux total.
- Après chaque mesure, le capteur de pression est remis à pression atmosphérique et le gaz est guidé de la cuve au capteur de pression en passant à travers un produit absorbant spécifiquement le gaz carbonique issu de la pâte. C'est le circuit indirect. La différence entre les deux mesures représente le gaz carbonique qui s'est échappé de la pâte et qui a été piégé dans le vase d'absorption.

I.2. Mode opératoire

315 g de pâte (avec levure) préparés selon le protocole de la figure 53a, sont placés dans la cuve du Rhéofermentomètre qui est réglé au préalable à 27°C (température de fermentation fixée lors de nos essais de cuisson). Un disque de 2 kg (poids classiquement utilisé pour cette technique) est posé sur la pâte. La durée de fermentation est fixée à 2 h mais l'exploitation des résultats s'arrête à 1h30 (temps de fermentation fixé lors de nos essais de cuisson). Le système de mesure du dégagement gazeux (capteur de pression et vase d'absorption) est relié à une table traçante qui enregistre deux courbes, la première relative au développement de la pâte et la seconde au dégagement gazeux. Le suivi du dégagement de CO_2 dans la pâte au cours de la fermentation étant notre objectif, seule la seconde courbe (figure 65) a été exploitée pour cette étude.

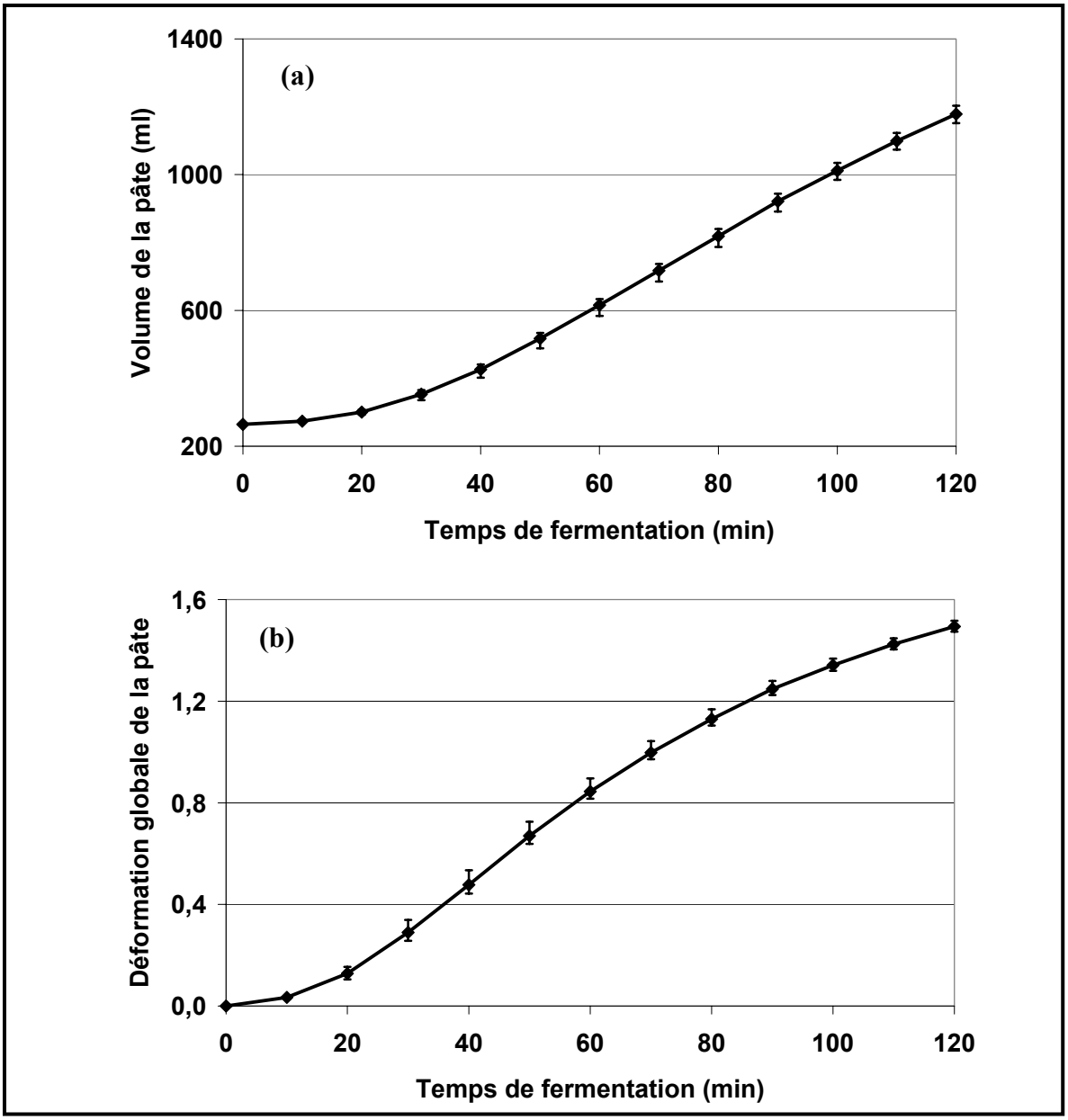


Figure 66 : Courbes types d'évolution (a) du volume de la pâte et (b) de la déformation induite en cours de fermentation après traitement des données du Rhéofermentomètre Chopin.

Légende :

Les écarts types sont calculés sur 5 essais.

I.3. Traitement des données

Au début de l'essai, les deux courbes de dégagement gazeux se superposent. En effet, tant que la pâte ne perd pas de gaz carbonique, les pressions directe et indirecte détectées sont équivalentes. Au bout d'un temps donné (variable selon la composition), la pâte commence à perdre une partie du gaz carbonique produit. La circuit direct enregistre invariablement le dégagement gazeux total (courbe grise de la figure 65) et la différence entre cette mesure et celle du circuit indirect permet de calculer le gaz perdu et donc de déterminer la quantité de gaz retenue dans la pâte (courbe noire de la figure 65). Plusieurs informations peuvent être issues directement de la courbe brute :

- Le temps à partir duquel la pâte devient poreuse correspond au moment de séparation des deux courbes de dégagement gazeux : $t_{rupture}$ (min).
- La vitesse moyenne de dégagement gazeux est calculée par le rapport de la mesure de la hauteur de la courbe à 40 min divisée par ce temps : V_{CO2} (UA).
- Le volume de CO_2 retenu dans la pâte correspond respectivement à l'intégrale de la surface de la courbe de rétention : V_{90} (mL).

A partir de la courbe de rétention (hauteur relative en fonction du temps), nous obtenons la courbe d'évolution du volume de CO_2 dégagé et retenu dans la pâte. Connaissant le volume initial de la pâte en début de fermentation, on peut tracer l'évolution du volume de la pâte en cours de fermentation (figure 66a).

En supposant que la déformation au cours de la fermentation est uniaxiale (levée de la pâte avec une surface parfaitement horizontale), elle est donnée par :

$$\varepsilon = - \ln \frac{h_0}{h} \qquad \text{(eq 32)}$$

où h_0 est la hauteur initiale du cylindre de pâte (m)

h est la hauteur du cylindre de pâte à l'instant t (m)

La pâte étant sous la forme d'un cylindre, le rapport des hauteurs à deux instants est égal au rapport des volumes aux mêmes instants. La déformation est donnée alors par :

$$\varepsilon = - \ln \frac{V_0}{V} \qquad \text{(eq 33)}$$

où V_0 est le volume initial du cylindre de pâte (mL) (cf. calcul ci-dessous)

V est le volume du cylindre de pâte à l'instant t (mL)

On obtient l'évolution de la déformation de la pâte en cours de fermentation (figure 66b).

Calcul du volume initial :

Le volume initial (V_i) occupé par les 315 g de pâte introduits initialement dans le Rhéofermentomètre Chopin est déterminé à partir de la masse volumique (ρ) de la pâte correspondante. Il est possible d'évaluer indirectement la masse volumique de la pâte non aérée à partir des masses volumiques de chacun des ingrédients, et en respectant leurs coefficients massiques selon la relation :

$$\rho_{\text{non aérée}} = \frac{1}{\sum_i \frac{ci}{\rho i}} \qquad \text{(eq 34)}$$

où c_i est la fraction massique de chaque ingrédient

ρ_i est la masse volumique de chaque ingrédient (g/cm^3)

En considérant que la fraction gazeuse dans une pâte en fin de pétrissage est égale à 8% du volume total (Baker et Mize, 1941), la masse volumique ainsi que le volume occupé par les 315 g de pâte introduits au Rhéofermentomètre Chopin sont calculés.

II. TRANSITIONS THERMIQUES

II.1. Analyse enthalpique différentielle

II.1.a. principe

L'analyse enthalpique différentielle (AED) permet de détecter les variations énergétiques liées aux transitions de phase et aux changements d'états, dans un échantillon soumis à un gradient de température. Ces transformations peuvent correspondre à une transformation physique (fusion, transition cristalline…) ou chimique de la matière, au cours de laquelle une certaine quantité d'énergie est soit absorbée (phénomène endothermique), soit dégagée (phénomène exothermique) par la matière. La méthode dite différentielle, consiste à mettre en place, dans le fluxmètre d'un bloc calorimétrique régulé en température, deux cellules contenant respectivement l'échantillon à étudier et une référence. Cette dernière est choisie pour ne subir aucune transition thermique dans la gamme de température considérée. La vitesse de chauffe (ou de refroidissement) dT/dt appliquée conduit à une variation linéaire de la température avec le temps. Le fluxmètre constitué d'un ensemble de thermocouples montés

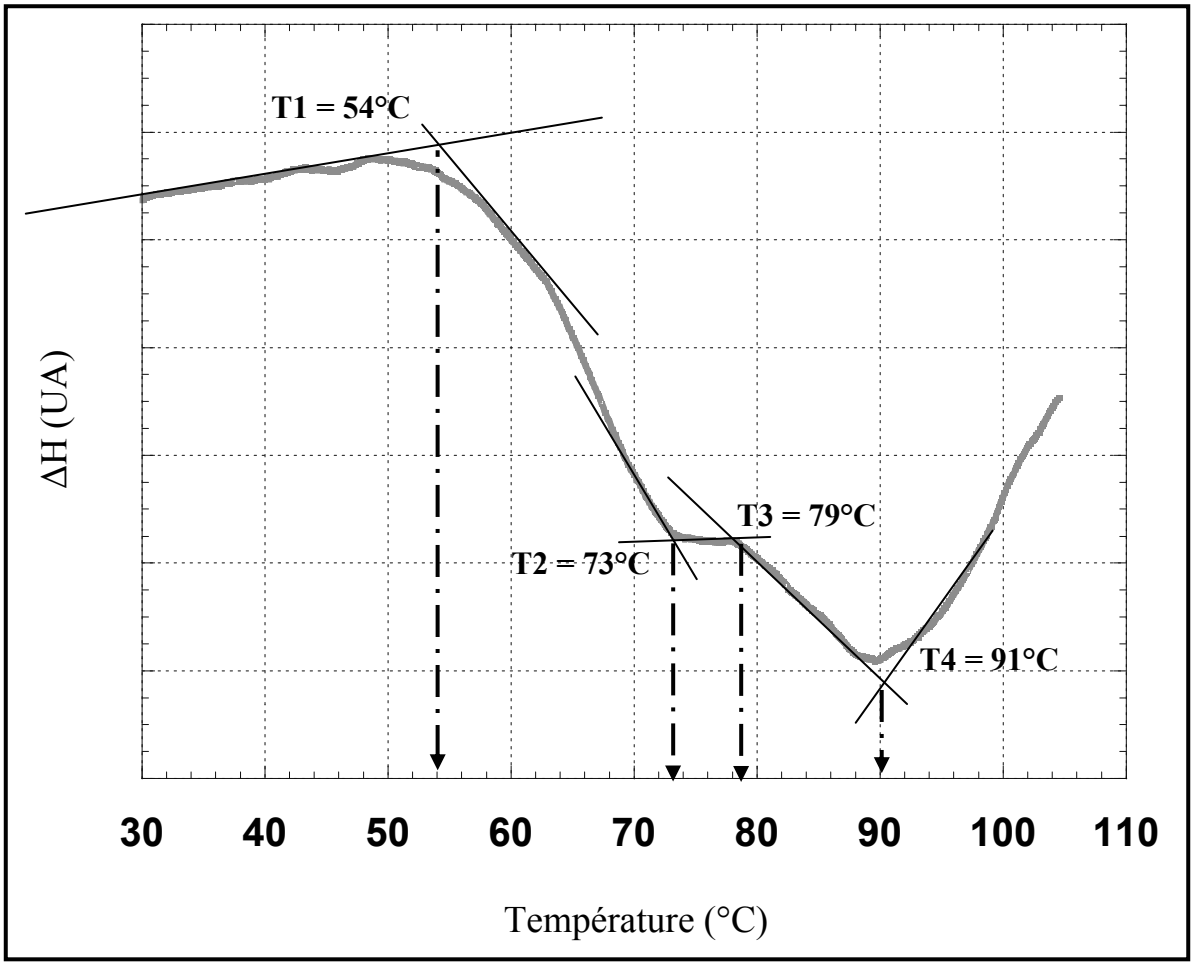


Figure 67 : Détermination des températures caractéristiques d'un thermogramme type obtenu pour une pâte céréalière (teneur en eau totale 40,7%) ; cinétique de chauffe de 20 à 120°C à 4°C/min (entre 20 et 45°C, ligne de base non redressée).

en série, permet de détecter toute différence de flux thermique échangé entre les cellules et le bloc calorimétrique. Si, au cours de cette rampe de température, un phénomène endothermique ou exothermique se produit au sein de l'échantillon, l'échange thermique se traduit par l'apparition d'un pic sur le thermogramme dont la surface est proportionnelle à la variation d'enthalpie (ΔH) survenue au cours de la réaction. La température de transition Tp est la température au sommet du pic.

II.1.b. Mode opératoire

La préparation des pâtes non levurées est effectuée selon le protocole de la figure 53a. Les capsules sont préparées 10 min après la fin du pétrissage avec une masse d'échantillon de 100 mg ± 2 mg. L'appareil utilisé est un SETARAM DSC 121 (Caluire, France). L'étalonnage de l'appareil est réalisé par rapport à la température de fusion de l'indium. La capsule référence contient 100 mg d'eau. Une cinétique de chauffe de 20 à 180°C à 4°C/min est appliquée. Cette cinétique a été choisie pour se rapprocher de la cinétique de chauffage de la pâte dans le four (cf. partie3 ; chapitre 3 ; § I).

II.1.c. Traitement des données

La figure 67 représente un thermogramme type obtenu pour une pâte à 40,7% d'eau, 5,7% d'huile et 1,2% de saccharose (masse totale). Le phénomène majeur semble être la gélatinisation de l'amidon qui peut être caractérisé par quatre températures notées respectivement T_1, T_2, T_3 et T_4 : le début du phénomène à 54°C, le premier épaulement observé à 73°C, le début du second phénomène observé à 79°C et le deuxième pic situé à 91°C. Ces température sont du même ordre que les données de la littérature concernant la fusion de l'amidon de blé pour lequel le premier pic G est observé à 55°C et la fin du phénomène à 88°C pour des teneurs en eau similaires, comprises entre 25 et 80% (figure 21, Champenois *et al.*, 1995).

La température du pic de fusion permet de déterminer à partir de l'équation de Flory (eq 1) la fraction volumique en eau (ν) utilisée lors de cette transition thermique.

II.2. Analyse thermo-mécanique dynamique

II.2.a. principe

L'analyse thermo-mécanique dynamique est une technique de suivi des propriétés viscoélastiques d'un échantillon soumis simultanément à une déformation de forme sinusoïdale et à un balayage de température, en mode tension, compression ou flexion. L'appareil utilisé est le DMTA (*Dynamic and Mechanical Thermal Analyzer* ; MK IIIe – TA Instruments – Etats Unis). La régulation de température est assurée par un four couplé à un circuit de refroidissement alimenté en azote liquide et la gamme de température accessible est de -150°C à 300°C. Du fait du domaine d'application original de ce type d'appareil (caractérisation des polymères), la gamme de mesures des propriétés viscoélastiques d'un échantillon de pâte céréalière se trouve, en début de chauffe, dans la limite inférieure de sensibilité de l'appareil en terme de force imposée.

II.2.b. Mode opératoire

En fin de pétrissage de la pâte non levurée selon le protocole de la figure 53a, un échantillon de 2 g ± 0,2 g est prélevé, boulé pour relaxer pendant 10 min. Afin de limiter sa déshydratation au cours du chauffage, il est couvert d'une graisse teflonnée résistante à des températures élevées (300°C). La formation de la croûte est ainsi limitée au cours du chauffage. L'échantillon est placé entre les deux plateaux (∅ = 17 mm) et le suivi des propriétés viscoélastiques est effectué en mode compression à une fréquence de 1Hz et une amplitude de déformation de 0,02%. Des balayages en déformation, réalisés au préalable, ont montré qu'une déformation de 0,02%, qui correspond à un déplacement de traverse maximal de 1,5 µm, permet de se placer dans le domaine de pseudo-linéarité.

Pour cet appareil de mesure, la régulation en température est assurée à l'aide d'un four à résistances électriques qui environne l'échantillon et le système de mesure. Un gradient de température peut exister entre la température du four et celle de l'échantillon. La cinétique de chauffe appliquée (6,5°C/min de 25°C à 120°C et un plateau de 30 min à 120°C) permet de simuler l'augmentation de température de la pâte en cours de cuisson (4°C/min) (cf. partie 3 ; chapitre 3 ; §I). Cette cinétique a été choisie suite à une série de mesures préliminaires au cours de laquelle différentes vitesses de chauffe ont été testées successivement en plaçant un thermocouple (filament de 2 mm de diamètre) au sein de la pâte pour suivre l'évolution de sa température réelle au cours du chauffage.

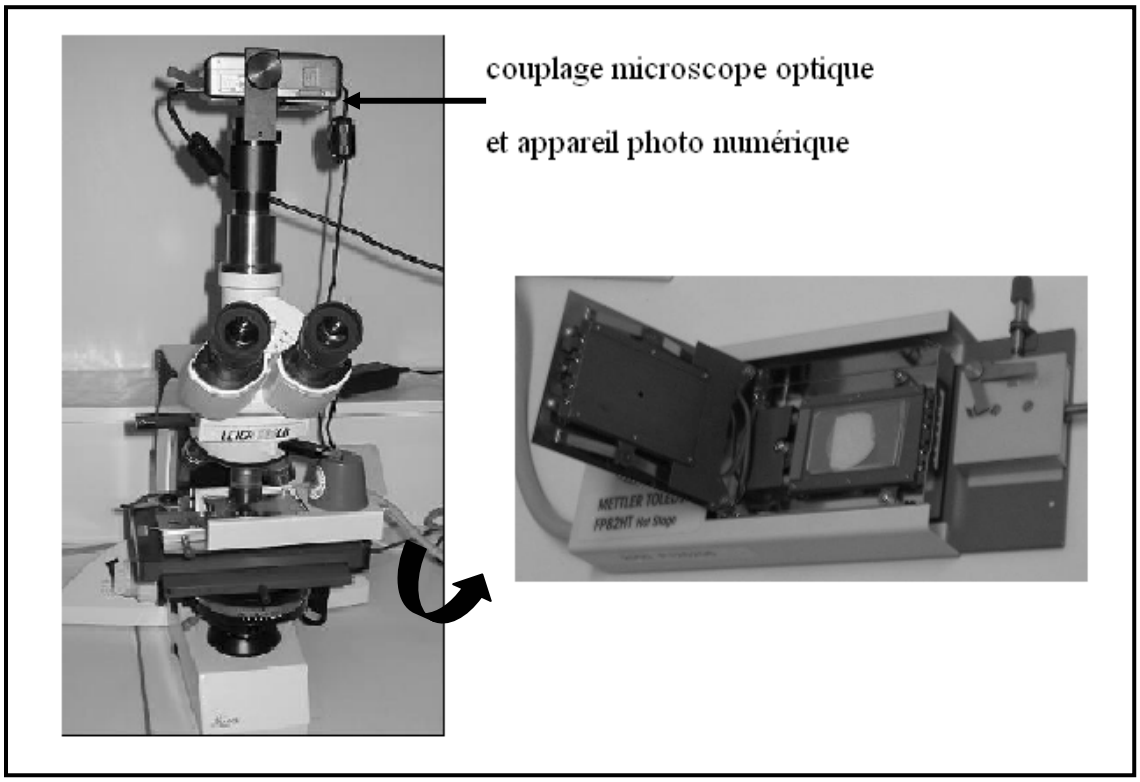


Figure 68 : Montage de l'expérience de thermomicroscopie : couplage d'un appareil photo numérique au microscope optique et utilisation d'une plaque chauffante.

II.3. Thermo-microscopie

II.3.a. principe

Le principe est celui de la microscopie optique classique : un faisceau de lumière blanche traverse l'épaisseur de l'échantillon placé entre lame et lamelle, la différence d'absorption de la lumière par les différents composés forme l'image. Sur le plateau du microscope (DMLB – LEICA - Allemagne) est placée une plaque chauffante (FP82HT – Mettler Toledo – Etats Unis), pilotée informatiquement et recouvrant lame et lamelle permettant d'appliquer une cinétique de chauffe. Le couplage d'un appareil photo numérique (PowerShot S40 – CANON – Etats Unis) au microscope permet des prises de vue de la pâte au cours de son évolution (figure 68). Des séquences sont reconstituées à partir de ces images.

II.3.b. Mode opératoire

Suite au pétrissage, la pâte est laissée au repos pendant 5 min au réfrigérateur à 4°C afin d'empêcher le début d'une éventuelle fermentation même s'il s'agit de pâtes non levurées. Ensuite, un échantillon (≈ 100 mg) est prélevé et placé entre deux lames sur une épaisseur de 0,164 mm. L'observation se fait à l'objectif x20 du microscope en utilisant toujours le même zoom de l'appareil photo. La résolution des images est alors de 2,15 pixels/µm. Un temps d'équilibrage en température d'une minute précède la cinétique de chauffe de 4°C/min entre 25°C et 101°C. Malgré la faible épaisseur de l'échantillon, une différence de température (< 2°C) subsiste entre la plaque chauffante et la pâte. Elle a été mesurée lors d'expériences préliminaires en plaçant un thermo-couple filaire (1mm) au sein de la pâte. Cette correction est prise en compte lors des traitements de résultats. Les prises d'images sont réalisées chaque 30 s. Une analyse des clichés obtenus permet de détecter les changements de structure ayant lieu dans la pâte au cours de son chauffage.

Chapitre 4 Caractérisation des produits de cuisson

I. PROPRIETES MECANIQUES DE LA MIE

I.1. Compression / relaxation de la mie

I.1.a. principe

Le test consiste à comprimer un échantillon de forme géométrique connue (cube, cylindre…) en le soumettant à une déformation à vitesse constante et à mesurer la force de résistance. Le suivi de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation donne des informations quantitatives sur les propriétés mécaniques.

I.1.b. Mode opératoire

Le protocole mis en œuvre pour la compression de la mie est légèrement différent selon que les produits de cuisson correspondaient à la campagne sensorielle ou non :

- Caractérisation des produits de cuisson n'appartenant pas à la campagne sensorielle :

  Après 2 h de ressuage des produits cuits dans une pièce thermostatée à 25°C et 24 h de repos sous emballage étanche, 2 cylindres de mie de 50 mm de diamètre et 30 mm d'épaisseur sont prélevés avec un emporte pièce. Ils sont prélevés à partir de 3 cm du bord du produit dans le sens de la levée au four. Ils sont comprimés avec une machine de traction/compression (TA.XT2i – Stable Micro Systems -GB) à une vitesse de 20 mm/min jusqu'à une déformation de 66 %.

- Caractérisation des produits de cuisson de la campagne sensorielle :

  24 h après la fin de la cuisson, 4 cylindres de mie de 46 mm de diamètre et 11 mm d'épaisseur sont prélevés avec un emporte pièce dans le sens perpendiculaire à la levée au four. La même machine de traction/compression est utilisée pour une compression jusqu'à la limite de l'appareil (250 N).

Les échantillons sont tous placés dans un bocal fermé pour limiter leur déshydratation, lors de la compression des autres échantillons. Les essais sont menés à température ambiante.

I.2. Caractérisation des propriétés mécaniques des parois

I.2.a. principe

Afin d'accéder aux propriétés du matériau dense et avec l'approximation qu'elles correspondent à celles des parois alvéolaires, un broyage et une densification de la mie à pression élevée ont été mis en oeuvre. Le suivi des propriétés viscoélastiques est assuré par le viscoélasticimètre DMTA (MK IIIe – TA Instruments – Etats Unis) en mode tension.

I.2.b. Mode opératoire

Après 24 h de repos des produits de cuisson, 40 g de mie sont broyés avec un hachoir de cuisine pendant 2 min à vitesse maximale. 10 g de mie broyée sont placés dans un moule (80 mm de longueur et 24 mm de largeur) et soumis à une pression de 6 bars pendant 3 min appliquée avec une presse pilote (Ponsart, 2002). Deux éprouvettes de 5 mm d'épaisseur sont obtenues dans lesquelles sont découpés les échantillons de 24 mm de longueur et 10 mm de largeur. La déshydratation des échantillons pendant les étapes de broyage puis densification a été contrôlée. Il n'y a pas de différence significative entre les teneurs en eau avant et après ces deux étapes. Afin de limiter la déshydratation au cours des mesures, ils sont recouverts de graisse siliconnée. Les balayages en déformation à 25°C, ont montré qu'une déformation de $9 \cdot 10^{-3}$ % permet de se placer dans le domaine de linéarité de l'ensemble des échantillons testés, pour effectuer les balayages en fréquence (entre 0,01 et 20 Hz) à la même température.

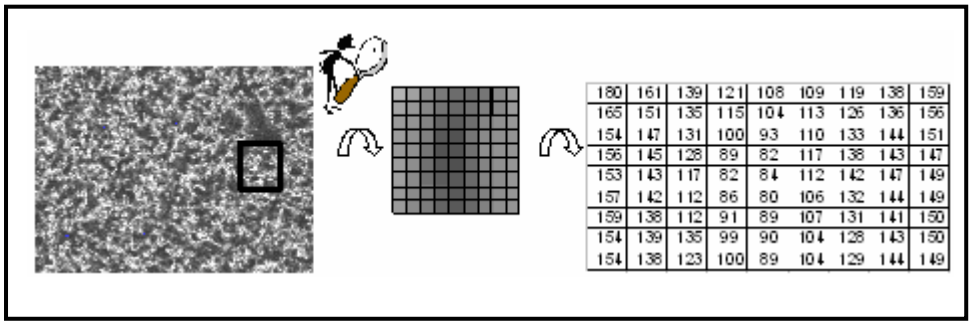
II. ANALYSE DE TEXTURE

II.1. Principe

Lors de l'observation d'une image, l'œil nous renvoie une distribution spatiale de variations de teintes. Dans ce cas, on peut qualifier la texture par divers termes (fine, grossière, lisse, granuleuse, homogène, irrégulière…) sans toutefois pouvoir quantifier cette variation. L'analyse de texture a justement pour objectif la quantification de la distribution spatiale. Dans cette étude, la méthode employée pour extraire les données de texture est la morphologie mathématique.

II.2. La morphologie mathématique

La morphologie mathématique se définit comme un ensemble de procédures de transformations non linéaires des images, par la translation d'un masque appelé élément



160	161	139	121	108	109	119	138	159
165	151	135	115	104	113	126	136	156
154	147	131	100	93	110	133	144	151
156	145	128	89	82	117	138	143	147
153	143	117	82	84	112	142	147	149
157	142	112	86	80	106	132	144	149
159	138	112	91	89	107	131	141	150
154	139	135	99	90	104	128	143	150
154	138	123	100	89	104	129	144	149

Figure 69 : Principe de codage des intensités des niveaux de gris d'une image monochrome sous la forme d'un tableau à chiffre.

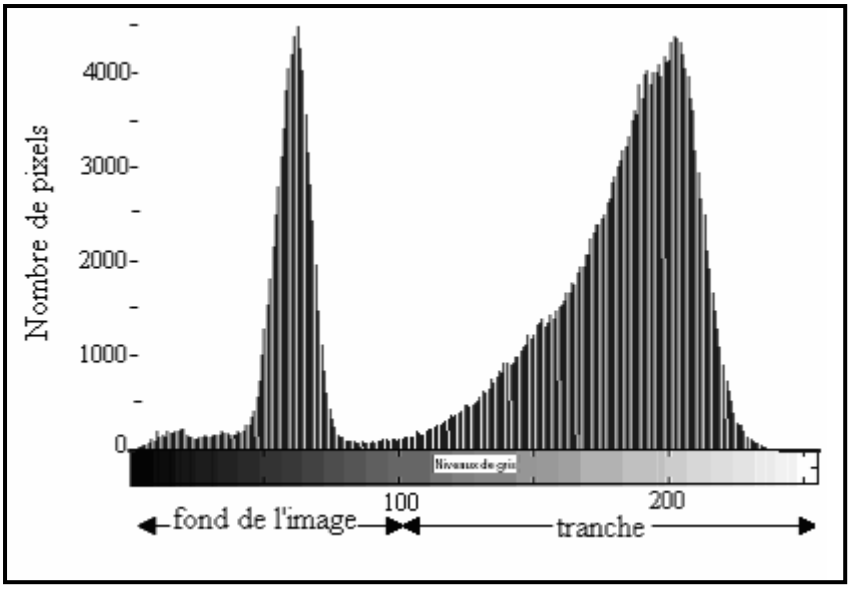


Figure 70 : Histogramme en niveau de gris d'une tranche de pain scannée après conversion de l'image couleur en niveaux de gris.

structurant (taille et forme définies) sur l'ensemble d'une image. Par convention, un élément structurant carré de (2n+1) pixels de côté est dit de taille n. Le pixel central de ce masque est appelé pixel de référence et sa valeur est modifiée lors des translations, en fonction de la valeur de ses voisins dans l'élément structurant. Parmi les opérations de base, on cite l'érosion et la dilatation. L'érosion fait correspondre au pixel central la valeur minimum des niveaux de gris de ses voisins dans l'élément structurant. La dilatation est l'opération duale, c'est à dire qu'elle fait correspondre au pixel central la valeur maximum des niveaux de gris de ses voisins dans l'élément structurant (Coster et Chermant, 1989 ; Soille, 2003).

II.3. Mode opératoire

Après 24 h de ressuage des produits de cuisson, plusieurs tranches de mie sont découpées. Les échantillons d'épaisseurs équivalentes (~ 1mm) sont prélevés au centre du produit. La prise d'image se fait avec un scanner à plat recouvert d'une boite noire pour éviter l'influence de la lumière environnante et obtenir un bon contraste entre le fond noir et les tranches claires. Pour minimiser les variations lors de la prise d'image, le positionnement des tranches de mie sur la face du scanner se fait toujours au centre. Les images sont scannées avec une résolution de 150 et 600 dpi respectivement pour les campagnes de cuisson de l'étude préliminaire et de la suite de l'étude. Ils sont enregistrés en format TIFF non compressé.

II.4. Traitement des images

Les images numériques scannées sont pixélisée c'est-à-dire que ce sont des assemblages réguliers de petits éléments, généralement de forme carrée, appelés pixels. Chacun des pixels, possède sa propre teinte qui est codée informatiquement. Dans le cas des images monochromes, cette teinte correspond au niveau de gris. Il existe 256 niveaux de gris allant de 0 (noir) à 255 (blanc). Sachant que l'œil nu est capable de différencier 16 niveaux de gris seulement. Toute image monochrome peut alors être codée sous la forme d'un tableau de chiffres correspondant aux niveaux de gris des pixels qui la constituent (figure 69).

L'acquisition des images dans le cadre de cette étude a été toujours faite en couleurs. Une conversion en niveaux de gris est ensuite réalisée. Un exemple de distribution des niveaux de gris d'une image est donné sur la figure 70. Cet histogramme de niveaux de gris présente deux pics, le premier correspond aux pixels sombres du fond de l'image alors que le second correspond aux pixels de l'échantillon (tranche de mie). La superposition des histogrammes des niveaux de gris de l'ensemble des images d'une même campagne de cuisson permet de vérifier que les images ont bien été prises dans les mêmes conditions.

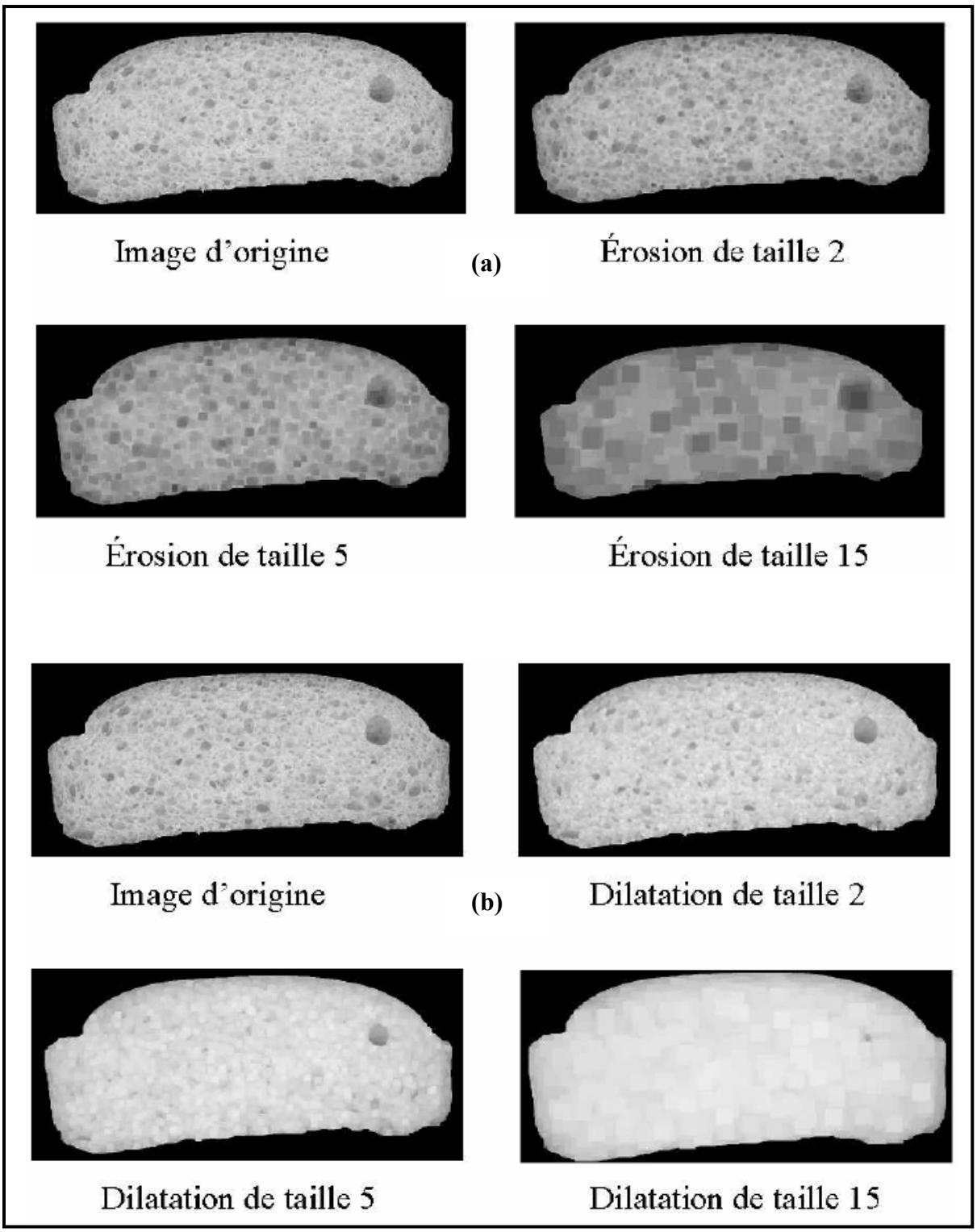


Figure 71 : Exemple d'application d'étapes successives (a) d'érosion et (b) de dilatation de taille 2, 5 et 15 sur la région d'intérêt.

La première étape du traitement consiste à identifier la région d'intérêt dans l'image scannée, à savoir la mie sans la croûte et sans le fond de l'image :

- Le fond de l'image est éliminé par seuillage. Le fond de l'image étant nettement plus sombre que le reste de l'image, un seuil unique est déterminé à partir de la superposition des histogrammes des niveaux de gris pour l'ensemble des images d'une campagne de cuisson.

- L'élimination de la croûte permet d'obtenir la région d'intérêt qui servira à l'analyse de texture. Une image binaire avec un seul objet de la même forme que la tranche à analyser, est d'abord créée. L'érosion de cet objet permet de définir le masque de la région d'intérêt correspondant à la tranche sans la croûte.

Une fois la région d'intérêt délimitée, n étapes d'érosions lui sont appliquées. Les étapes d'érosion (figure 71a) diminuent le niveau de gris total de l'image en modifiant les parois des alvéoles. De même n étapes de dilatations sont appliquées à la région d'intérêt délimitée. Ces opérations (figure 71b) augmentent le niveau de gris total de l'image en modifiant les alvéoles de la mie. Le nombre d'étapes n, choisi en fonction de la résolution de l'image et de son contenu (sa texture), correspond au nombre d'érosions ou de dilatations nécessaire pour l'obtention du maximum d'informations (c'est-à-dire disparition complète de la texture ou « d'objets » dans l'image).

Il est possible de déduire des informations quantitatives sur la texture des images de mies (de type granulométrique) à partir de l'évolution de la somme des niveaux de gris à chaque étape d'érosion et de dilatation. La somme des niveaux de gris à chaque $i^{ème}$ étape de transformation correspond au volume de l'image V_i. Ce volume est fonction de la présence d'objets sombres (alvéoles) et clairs (parois) de l'image. L'évolution de V_i (figure 72) est fonction du nombre d'objets, de leurs dimensions et aussi de leur niveau de gris. C'est donc simultanément une caractéristique des distributions de taille et des niveaux de gris des objets d'une image. Toutefois, elle ne permet pas d'obtenir des informations directes sur le nombre d'objets car il n'y a pas de proportionnalité entre la variation des niveaux de gris d'une étape à une autre et le nombre d'objets concernés. En effet, ces derniers n'ont pas tous le même niveau de gris.

La comparaison des courbes de texture de l'ensemble des images de mies scannées nécessite une étape de normalisation. Chacune des courbes dépend de la taille de la région d'intérêt considérée ainsi que de la somme des niveaux de gris initiale correspondante. La normalisation de chacune des deux parties de la courbe associées respectivement aux n étapes d'érosion et aux n étapes de dilatation est effectuée selon la formule :

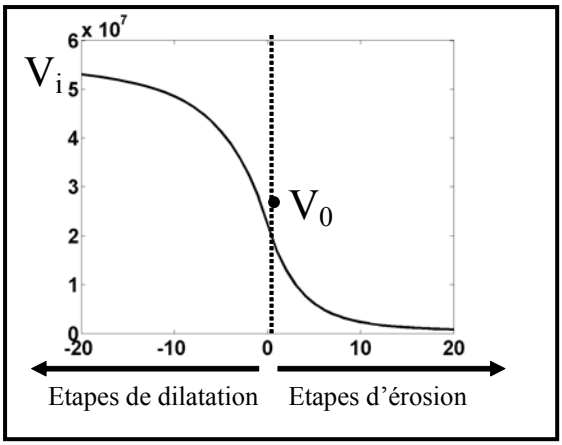


Figure 72 : Courbe de décroissance de la somme des niveaux de gris selon les étapes de dilatations et d'érosions.

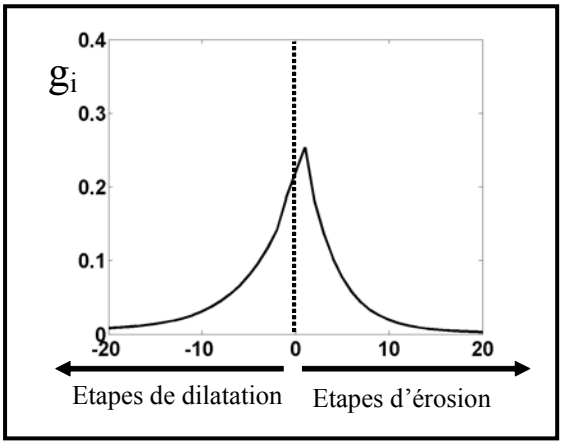


Figure 73 : courbe de texture granulométrique en niveaux de gris.

$$g_i = \frac{V_i - V_f}{V_0 - V_f} * 100 \qquad \text{(eq 35)}$$

Où V_0 est la volume (somme des niveaux de gris) de l'image initiale

V_f est le volume de l'image à la $n^{ème}$ étape d'érosion ou de dilatation

V_i est le volume de l'image à la $i^{ème}$ étape d'érosion ou de dilatation

g_i est le volume normé de l'image à la $i^{ème}$ étape d'érosion ou de dilatation

La courbe de texture granulométrique normalisée (évolution de g_i en fonction des n étapes d'érosion et de dilatation) exprime en pourcentage relatif les variations d'intensité observées entre l'image initiale et la $n^{ème}$ étape de transformation (figure 73). La partie gauche de cette courbe correspond à l'analyse des alvéoles et la partie de droite à celle de la mie.

II.5. Classification des courbes par Analyse en Composantes Principales

La classification des courbes de texture granulométrique en niveau de gris est réalisée par une technique d'analyse multidimensionnelle : l'Analyse en Composantes Principales (ACP). Cette méthode permet de décrire l'information contenue dans un tableau de données en tenant compte des corrélations existant entre-elles. Le tableau T de p individus (p courbes correspondant aux p images de la campagne de cuisson) et n variables (n étapes de transformations) est initialement centré par la soustraction de l'individu moyen (courbe moyenne) à tous les autres individus.

Les données du tableau T sont résumées par un nombre de variables synthétiques non corrélées appelées Composantes Principales. Ces composantes correspondent à des combinaisons linéaires des variables d'origine :

$$c_{ij} = \sum_{k=1}^{p} x_{ik} u_{kj} \qquad \text{(eq 36)}$$

où x_{ik} est la valeur de la $k^{ième}$ variable observée pour l'individu i

u_{kj} est la valeur du poids de la variable k dans la composante principale j

c_{ij} est la valeur de la composante principale j pour le $i^{ème}$ individu

Les composantes principales sont classées par ordre décroissant du pourcentage de variance initiale qu'elles expliquent. Ce pourcentage s'interprète comme la quantité d'information apportée par la composante principale. Des cartes de ressemblance des courbes sont tracées à partir des valeurs des composantes principales prises deux à deux. Sur ces cartes, deux

Figure 74 : Présentation des échantillons dans des barquettes en aluminium codées en lettres de A à O (15 échantillons).

Figure 75 : Vue d'ensemble des cabines standardisées d'analyse sensorielle du Laboratoire de Perception sensorielle et de sensométrie (LaPSS) de l'ENSIA – Massy.

courbes qui se ressemblent sont proches. Les vecteurs des poids $u_{.j}$ utilisés pour calculer la $j^{ème}$ composante principale sont les vecteurs propres de la matrice de variance-covariance du tableau T. Dans le cas où les individus sont des courbes, les vecteurs propres peuvent être tracés en fonction des variables d'origine. Leur allure correspond à une courbe typique et permet de révéler les parties des courbes pour lesquelles des variations sont observées. Les vecteurs propres permettent d'interpréter les composantes principales en fonction des variations observées pour l'ensemble des courbes.

Le traitement des images (érosions – dilatations) a été développé sous APHELION et le calcul mathématique (histogrammes en niveaux de gris, courbes granulométriques) sous MATLAB. L'analyse en composantes principales et le tracé des cartes de ressemblance ont été développés sous MATLAB.

III. ANALYSE SENSORIELLE : Profil Flash

III.1. Principe

Le profil flash associe une méthodologie de type « profil libre » à une évaluation comparative simultanée de l'espace produit. L'idée est de confronter le sujet à la totalité de l'espace produit et de lui demander de se concentrer sur une évaluation comparative des produits basée sur les principales différences sensorielles effectivement perçues.

III.2. Mode opératoire

- **La préparation des échantillons** : 15 produits de cuisson correspondant à 15 formulations différentes (cf. partie 3 ; chapitre 4 § III.1) ont été fabriqués selon le protocole de la figure 53c au laboratoire de Recherche et Développement des Grands Moulins de Paris (Gennevilliers). Ils ont été emballés 2 h après la fin de la cuisson dans des sacs hermétiques et découpés 24 h après à l'aide d'une trancheuse à pain (ENSMIC – Paris). 20 à 21 tranches de mie de 11 mm d'épaisseur sont obtenues par produit et pour éliminer un effet « croûte », les trois tranches extrêmes de chaque côté sont éliminées.

  Des échantillons cylindriques sont prélevés à partir des tranches de mie (sens perpendiculaire à la levée) avec un emporte pièce de 50 mm de diamètre. Ils sont stockés dans une boite hermétique pour limiter leur déshydratation et présentés, rapidement, au panel sensoriel dans des barquettes en aluminium codées en lettres de A à O (figure 74). Les sujets n'étaient pas limités en quantité de produit et pouvaient en redemander autant qu'ils le jugeaient nécessaire.

Evaluation visuelle et tactile de mies de produits céréaliers

Nom :

Prénom :

Fonction :

Organisme

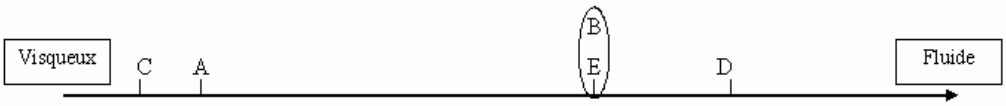
Heure de début du test :

Heure de fin du test :

Objet :

Voici 15 échantillons que vous devez classer (avec possibilité d'ex aequo) selon les termes sensoriels qui vous semblent pertinents en indiquant les bornes de l'échelle utilisée. Veuillez spécifier, si possible, la définition ou la méthodologie employée (cf. exemple ci-dessous : terme viscosité généré dans le cas d'analyse d'un espace produit composé de soupes)

Notion descriptive sensorielle : viscosité



Méthodologie employée : touiller le produit 3 fois

Figure 76 : Feuille d'information distribuée au début du test sensoriel.

Feuille N° :

Notion descriptive sensorielle :

Définition ou Méthodologie employée :

ⓘ **Vérifiez bien à chaque fois que tous les produits sont indiqués sur l'échelle choisie (15 échantillons) en entourant bien les ex aequo**

Figure 77 : Feuille d'évaluation à remplir par les sujets du panel pour chacun des descripteurs générés.

- **Les sujets du panel** : un panel de 19 sujets a été recruté au sein des équipes des différents partenaires du projet CANAL Salve (INRA - Nantes ; GPM2 – Grenoble ; GMP – Gennevilliers ; Soufflet – Corbeil ; INRA – Bordeaux ; ENSMIC ; ENSIA – Massy) pour leur expérience en analyse sensorielle et/ou dans le domaine de la panification comme le montre le tableau 10.

Tableau 10 Composition du panel (Nombre des sujets et spécialité) recruté pour la campagne sensorielle

Spécialité	Analyse sensorielle	Panification	Recherche et développement
Nombre de sujets	5	8	6

- **La procédure** : une seule séance d'évaluation individuelle a été organisée dans les cabines standardisées d'analyse sensorielle du Laboratoire de Perception Sensorielle et de Sensométrie (LaPSS) de L'ENSIA – Massy (figure 75).

  Dans un premier temps, une feuille d'informations à remplir (Nom, spécialité, heure du début du test) est distribuée à chacun des sujets du panel (figure 76). L'animateur s'appuie sur un exemple d'évaluation sur les soupes (donné sur la même feuille) pour expliquer la démarche à suivre. Les sujets ont eu pour consigne de se limiter à l'évaluation visuelle et tactile des produits. Ils avaient à leur disposition des serviettes et de l'eau pour se rincer les mains entre deux produits, s'ils le jugeait nécessaire. Aucune limite de temps n'était imposée aux sujets et il leur était possible de faire autant de pauses qu'ils le désiraient. Chaque sujet devait établir sa propre liste de termes et classer les produits selon chacun d'eux. Les produits ex-æquo étaient autorisés. Pour chaque descripteur généré, ils disposaient d'une feuille d'évaluation (figure 77) comportant une échelle et une case pour définir le descripteur même ou la méthodologie employée pour le mesurer.

III.3. Traitement des résultats du Profil Flash : Analyse Procustéenne généralisée (APG)

Pour chaque descripteur généré, un classement en rang des produits avec les cas ex-æquo est effectué de la gauche vers la droite de l'échelle (figure 78). Les différents classements de tous les descripteurs générés par un même panéliste sont rapportés dans un tableau à m lignes x n colonnes (figure 79). m étant le nombre de produits de l'espace produit (15) et n le nombre de descripteurs générés. Il y a autant de tableaux, avec le même nombre de lignes, que de panélistes. Le nombre de colonnes n diffère d'un juge à un autre.

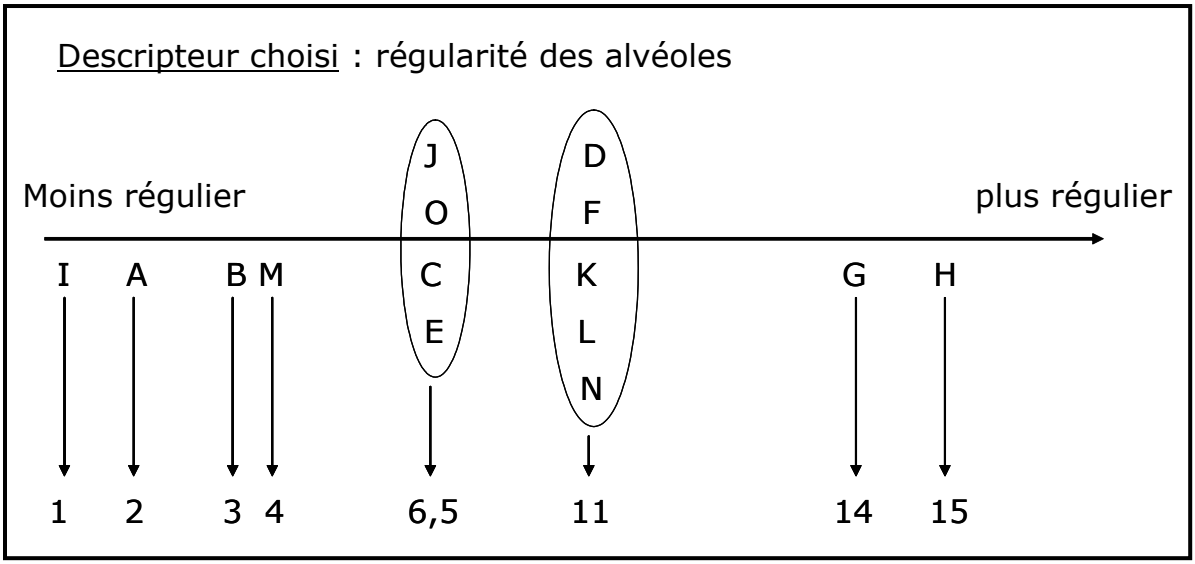


Figure 78 : Exemple d'attribution de rangs pour les produits classés selon un descripteur donné (régularité des alvéoles).

n (nombre de colonnes) = 5 (nombre de descripteurs générés)

m (nombre de lignes) = 15 (nombre de produits à classer)

juge N°10	taille alvéol	homogeneité mie	couleur	fermeté	gras
A	15	2,5	14,5	9	1,5
B	14	2,5	10,5	8	3,5
C	2	7,5	4	6,5	11
D	6	7,5	4	11	6,5
E	13	11	14,5	2	13
F	5	14,5	4	11	14
G	12	9	10,5	4,5	3,5
H	4	14,5	4	13,5	6,5
I	8,5	5	10,5	1	15
J	7	11	4	6,5	11
K	8,5	13	10,5	15	11
L	2	11	4	11	6,5
M	11	2,5	10,5	3	6,5
N	10	6	10,5	4,5	9
O	2	2,5	4	13,5	1,5

Figure 79 : Tableau de données issu des classements des 15 produits selon 5 descripteurs.

L'Analyse Procustéenne généralisée (APG) (Gower, 1975) permet de rendre compte des ressemblances pouvant exister entre un ensemble de tableaux de données bidimensionnels du type individus x variables (ex : produits x descripteurs). Le nombre d'individus (produits) doit être identique pour tous les tableaux, mais le nombre de variables (descripteurs) peut différer. C'est donc une méthode de choix pour étudier les données du profil libre. Le principe de l'APG se base sur la tentative de faire correspondre le mieux possible des configurations individuelles, qui peuvent être comme dans le cas des tableaux produits x descripteurs issus de l'évaluation d'un même espace produit par différents panélistes. Cette correspondance est possible par la réalisation de plusieurs transformations successives comme la translation, la rotation et l'homothétie. Mathématiquement, faire correspondre ces jeux de données revient à minimiser d'une configuration à une autre, les distances entre les mêmes objets. Ces transformations sont en revanche appliquées sans que les distances entre les objets d'un même jeu de données individuelles ne soient modifiées. L'algorithme de Gower (1975) applique ces transformations de manière itérative jusqu'à obtenir la solution optimale puis calcule une configuration moyenne, le consensus, sur lequel est effectuée une ACP.

III.4. Classification et groupement des descripteurs : Classification Ascendante Hiérarchique (CAH)

La Classification Ascendante Hiérarchique (CAH) est une analyse typologique, qui consiste à calculer les distances entre des individus et les regrouper en un nombre restreint de classes homogènes (Danzart, 1998). Cette technique est employée lorsque l'on cherche à constituer des groupes. L'objectif est de constituer ces groupes de telle manière qu'ils soient les plus différents possibles (variance inter-classe maximale par exemple) et dont les individus soient les plus proches possibles à l'intérieur d'un même groupe (variance intra-classe minimale par exemple). Les couples d'individus les plus proches sont agrégés sur les bases d'un calcul de distances euclidiennes, puis progressivement les autres individus ou groupes d'individus, jusqu'à ce que la totalité des individus ne forme plus qu'un seul groupe. Les distances entre les individus sont ensuite représentées sur un arbre, le dendrogramme, dont la distance des traits (ou dissimilarité) représente les distances entre les individus ou les groupes d'individus. La Classification Ascendante Hiérarchique peut être alors utilisée pour visualiser la proximité des descripteurs générés par les sujets et pouvoir en former des groupes.

III.5. Etude des liens sensoriel/instrumental : Analyse Factorielle Multiple (AFM)

L'analyse Factorielle Multiple (AFM) permet d'analyser conjointement plusieurs groupes de variables concernant un même ensemble d'individus (Escofier and Pagès, 1988). Elle peut alors être utilisée pour analyser simultanèment les données du profil Flash de chacun des juges et les données instrumentales si elles concernent le même espace produit. L'AFM est une analyse factorielle globale où les groupes sont pondérés de façon à en équilibrer l'influence. La première étape d'une AFM consiste à réaliser des ACP par groupe de variables. Chaque variable est ensuite pondérée par l'inverse de la première valeur propre issue de chaque analyse factorielle. Le poids des variables d'un même groupe étant identique, la structure interne de chaque groupe n'est pas par conséquent modifiée. En revanche, le biais dû à un nombre plus grand de variables ou à des variances plus importantes dans un groupe est écarté. Le principe de l'AFM repose ensuite sur une ACP du tableau des variables pondérées, qui permet de fournir une représentation graphique des individus et des variables.

PARTIE 3

RESULTATS & DISCUSSION

Définition du domaine de composition P84

Propriétés des pâtes après pétrissage P88

Evolution des propriétés de la pâte au cours
De la cuisson P103

Caractérisation des produits de cuisson :
Instrumental / Sensoriel P114

Résultats et Discussion

La partie « résultats et discussion » de ce manuscrit s'articule autour de cinq chapitres :

- Le premier chapitre définit les domaines de composition des produits étudiés : il débute par l'exploration d'un domaine étendu de composition et conclut sur le choix des formules pour la suite de l'étude.

Les trois chapitres qui suivent s'intéressent à l'étude des propriétés rhéologiques respectivement de la pâte, du produit en cours de transition thermique et du produit fini. A la fin de chacun de ces chapitres, une synthèse des paramètres de caractérisation de l'état du produit sera effectuée avec la mise en évidence des corrélations possibles entre ces paramètres et la composition des produits.

- Le deuxième chapitre aborde les propriétés des pâtes céréalières après le pétrissage. Il s'agira de mettre en évidence l'influence des ingrédients sur la microstructure des pâtes (par microscopie confocale), leurs propriétés rhéologiques en extension biaxiale (viscosité, rhéodurcissement) ainsi que leur comportement en cours de fermentation.
- Le troisième chapitre s'intéresse en premier au suivi des caractéristiques macroscopiques en cours de cuisson des formules testées. L'étude des transitions thermiques par analyse enthalpique différentielle et analyse thermo-mécanique dynamique fait l'objet du second point de ce chapitre.
- Le quatrième chapitre aborde la caractérisation des produits de cuisson issus des différentes formules choisies pour cette étude. Outre la classification des structures alvéolaires par analyse d'images, les propriétés mécaniques respectives de la mie et des parois alvéolaires seront caractérisées. Par la suite une mise en évidence des corrélations entre ces mesures instrumentales et des mesures sensorielles sera présentée.
- Une synthèse des différentes corrélations entre les paramètres de caractérisation du produit aux différentes étapes du processus de fabrication, déterminés dans les 3 chapitres précédents, fait office du dernier chapitre de cette partie.

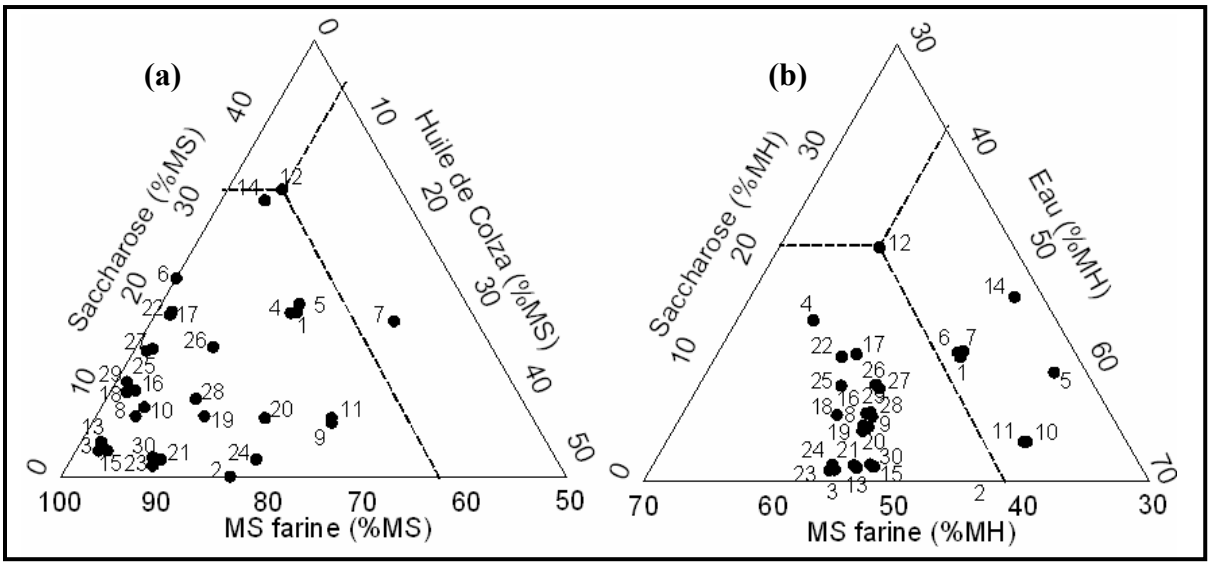


Figure 80 : Représentation en diagrammes ternaires complémentaires des compositions des pâtes : (a) teneurs en saccharose, huile de colza et matière sèche de la farine calculées par rapport à la matière sèche totale (MS) ; (b) teneurs en saccharose, eau et matière sèche de la farine calculées par rapport à la matière hydrophile totale (MH). Les numéros reviennent aux formulations du tableau de l'annexe 1.

Chapitre 1 Définition du domaine de composition des produits de cuisson

I. EXPLORATION D'UN DOMAINE DE COMPOSITION ETENDU

Comme évoqué dans l'introduction de ce manuscrit, le terme de produits céréaliers alvéolaires déformables regroupe un nombre important de produits de panification et de pâtisserie. Le choix du produit modèle a porté sur une formule de « pain de mie enrichi » (eau + farine + saccharose + huile de colza + levure), composition intermédiaire entre les produits de panification relativement « pauvres » (farine + eau + sel + levure) et les produits de pâtisserie contenant des œufs, dont l'élaboration est plus difficile à maîtriser. Dans une première approche, un domaine de composition assez large cohérent par rapport aux produits céréaliers de cuisson est balayé. Divers formules standards (baguette, pain de mie, petit beurre…) sont incluses dans ce domaine. Les teneurs des ingrédients du domaine peuvent être exprimées par rapport :

- A la masse totale (MT) : l'eau varie de 30 à 60 %, l'huile de colza de 0 à 15 %, le saccharose de 0 à 20 % et la farine de 35 à 60 %.
- A la masse de la farine humide (MF) : l'eau varie de 50 à 140 %, l'huile de colza de 0 à 35 % et le saccharose de 0 à 45 % (cf. annexe 1).

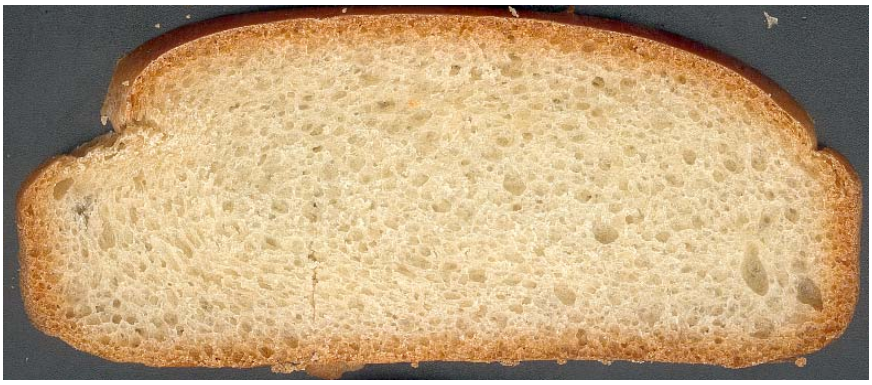
En technologie de panification, il est plus usuel d'exprimer les teneurs des ingrédients par rapport à la masse de la farine. Nous avons donc retenu cette convention pour l'ensemble de l'étude. Les teneurs en levure et en sel sont respectivement égales à 3 et 2 % (MF).

Les différentes formules sont représentées sur les diagrammes ternaires complémentaires de la figure 80. Dans le premier ternaire, chacun des points correspondant à une formule est positionné par rapport à sa teneur en saccharose, en huile de colza et en matière sèche de la farine, calculées par rapport à la matière sèche totale (MS) de la pâte. Le second diagramme ternaire donne les teneurs en saccharose, en eau et en matière sèche de la farine exprimées par rapport à la matière hydrophile totale (MH) (matière totale sans l'huile ajoutée) de la pâte. Les points placés sur les ternaires correspondent aux 30 formules testées et fabriquées jusqu'au stade final (produit de cuisson). La lecture des proportions se fait par projection des points sur les côtés des ternaires parallèlement aux côtés suivants dans le cas d'une rotation dans le sens des aiguilles d'une montre.

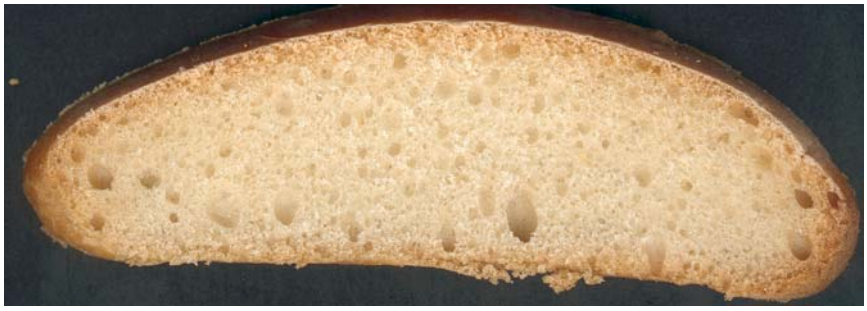
Pâte A : 62% eau ; 7,7% saccharose et 4,8% huile de colza (MF)

Pâte B : 120% eau ; 7,2% saccharose et 4,8% huile de colza (MF)

Figure 81 : Effet de l'augmentation de la teneur en eau sur la structure alvéolaire des produits de cuisson (images scannées à une résolution 150 dpi).



Pâte C : 60,5% eau ; 2% saccharose et 2% huile de colza (MF)



Pâte D : 60,5% eau ; 20% saccharose et 2% huile de colza (MF)

Figure 82 : Effet de l'augmentation de la teneur en saccharose sur la structure alvéolaire des produits de cuisson (images scannées à une résolution 150dpi).

Par exemple les coordonnées de la formule 12 :

- Sur le premier ternaire (MS) : 32,27 % pour le saccharose, 3,76% pour l'huile de colza et 63,97% pour la matière sèche de la farine.
- Sur le second ternaire (MH) : 21,05 % pour le saccharose, 37,21% pour l'eau et 41,73% pour la matière sèche de la farine.

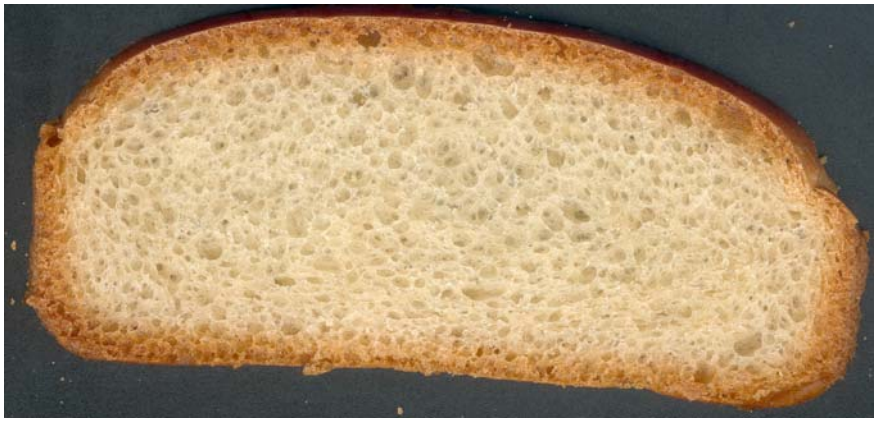
Ces coordonnées sur les diagrammes ternaires complémentaires permettent de retrouver pour chacune des formulations les teneurs en ingrédients exprimées par rapport à la masse de la farine (MF) ou la matière totale (MT).

II. DELIMITATION DU DOMAINE DE L'ETUDE

Les pâtes, relatives aux 30 formules du domaine, montrent des différences de comportement dés l'étape de pétrissage où elles atteignent des consistances variant dans la gamme comprise entre 100 et 300 UB. Le suivi du comportement des pâtes tout au long du processus de fabrication permet de délimiter le domaine de concentration en eau, saccharose et huile de colza pour l'obtention de produits de cuisson à structure alvéolaire. Les critères de délimitation concernent les propriétés visuelles de la pâte (aspect, homogénéité…), le volume des produits cuits et l'aspect des mies.

- **Teneur en eau** : pour les formules à teneur en eau élevées (>70% (MF)), le protocole de fabrication (figure 53a) ne permet pas d'obtenir des pâtes homogènes avec un aspect lisse. A la fin du pétrissage, les pâtes présentent des grumeaux plus au moins importants en taille et en nombre. En conséquence directe de cette hétérogénéité (due à un excès d'hydratation) l'augmentation du volume de la pâte au cours de la fermentation est très faible. En fin de cuisson, les produits présentent une mie gélatineuse dans laquelle la présence de grumeaux peut être décelée. Dans certains cas, le produit présente un gradient d'eau dans la partie inférieure. La figure 81 montre deux produits, à mêmes teneurs en saccharose et en huile de colza mais à des teneurs en eau différentes. Lorsque la teneur en eau augmente de 62 à 120% (MF), le produit ne s'expanse quasiment plus et ne cuit plus (évaporation d'une quantité d'eau insuffisante).
- **Teneur en saccharose** : les pâtes relatives aux formules à forte teneur en saccharose (>15% (MF)) sont collantes en sortie pétrissage. L'augmentation du volume au cours de la fermentation est d'autant plus faible que la teneur en saccharose est importante. L'augmentation de la pression osmotique provoquée par l'ajout de saccharose, est

Pâte E : 65% eau ; 10% saccharose et 2% huile de colza (MF)



Pâte F : 65% eau ; 10% saccharose et 10% huile de colza (MF)

Figure 83 : Effet de l'augmentation de la teneur en huile de colza sur la structure alvéolaire des produits de cuisson (images scannées à une résolution 150dpi).

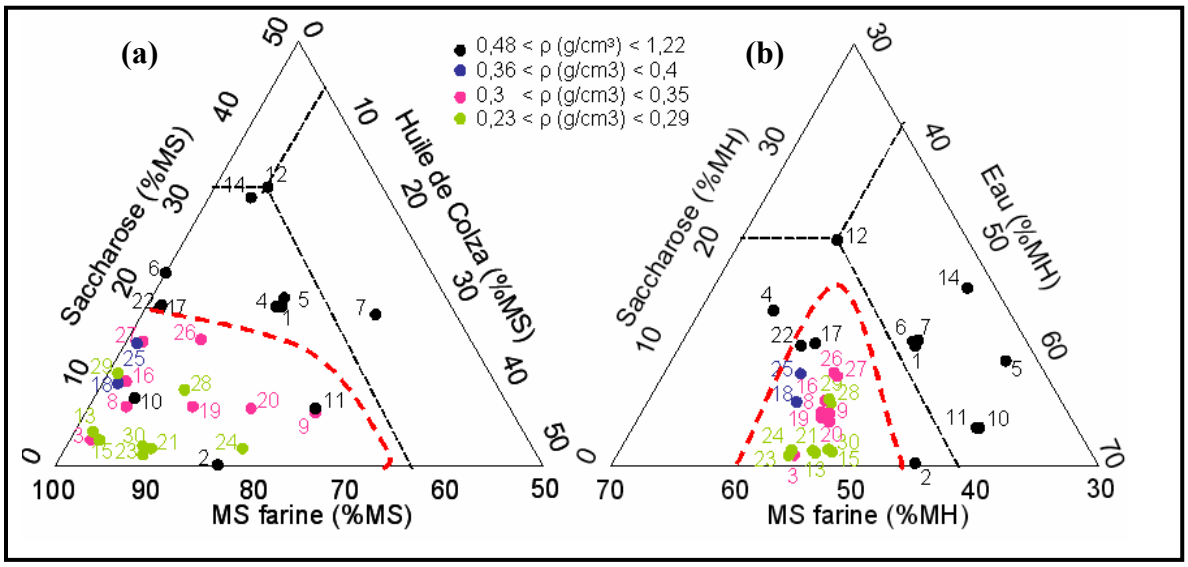


Figure 84 : Représentation des familles des produits finis classées selon la masse volumique: (•) 0,23 ≤ ρ (g/cm^3) < 0,3 ; (•) 0,3 ≤ ρ (g/cm^3) < 0,35 ; (•) 0,36 ≤ ρ (g/cm^3) <0,4 ; (•) 0,48 ≤ ρ (g/cm^3) <1,22. Le trait discontinu en rouge délimite le domaine de concentration de l'étude.

probablement à l'origine d'une baisse de performance de la levure boulangère et donc d'un dégagement gazeux moins important. Cet effet se répercute aussi sur la structure alvéolaire du produit fini qui présente globalement des alvéoles très fines (phénomène de grossissement des bulles atténué). La figure 82 montre deux produits, à mêmes teneurs en eau et en huile de colza mais à des teneurs en saccharose différentes. Le produit à 20% (MF) de saccharose est plus dense avec une levée au four moins importante que celle enregistrée pour le produit à 2% (MF) de saccharose. L'augmentation de la teneur en saccharose induit aussi une formation de croûte assez rapidement et plus importante empêchant le produit de s'expanser d'avantage conduisant à un produit plus dense.

- **Teneur en huile de colza** : L'addition de l'huile de colza implique une baisse immédiate de la consistance de la pâte allant jusqu'à 150 UB pour 20% (MF). La consistance de la pâte ré-augmente au cours du pétrissage mais n'atteint pas sa valeur sans ajout d'huile. Cet ingrédient joue le rôle de lubrifiant au cours du pétrissage. Au-delà d'une teneur de 35% (MF), la quantité d'huile incorporée au mélange n'est pas complètement absorbée par la pâte et deux phases sont clairement observées. En revanche, l'augmentation de la teneur en matière grasse entre 2 et 10% (MF) ne semble pas avoir de répercussion particulière sur la structure alvéolaire du produit fini (figure 83).

Dans cette gamme de composition, les masses volumiques des produits cuits (avec ou sans structure alvéolaire) varient entre 0,23 et 1,2 g/cm^3. Selon cette valeur, les produits peuvent être classés en 4 familles répertoriées par différentes couleurs sur les ternaires de la figure 84. Le tableau 11 résume la correspondance des formules et les 4 familles de masse volumique :

Tableau 11 : Classement des formules en 4 familles de masse volumique

N° de famille	Limites masse volumique	Formules correspondantes
1	$0,23 \leq \rho$ (g/cm^3) $< 0,29$	13, 15, 21, 23, 24, 28, 29, 30
2	$0,3 \leq \rho$ (g/cm^3) $< 0,35$	3, 8, 9, 16, 19, 20, 26, 27
3	$0,36 \leq \rho$ (g/cm^3) $< 0,4$	18, 25
4	$0,48 \leq \rho$ (g/cm^3) $< 1,22$	1, 2, 4, 5, 6, 7, 10, 11, 12, 14, 17, 22

Les produits finis présentant une structure alvéolaire appartiennent aux trois premières familles de masse volumique (< 0,4 g/cm^3). Les produits de la famille 4, ayant une masse volumique plus élevée (> 0,48 g/cm^3) correspondent aux produits dont au moins l'une des teneurs en eau, en saccharose ou en huile de colza est élevée. Ils n'exhibent pas de structure alvéolaire et/ou possèdent une mie gélatineuse.

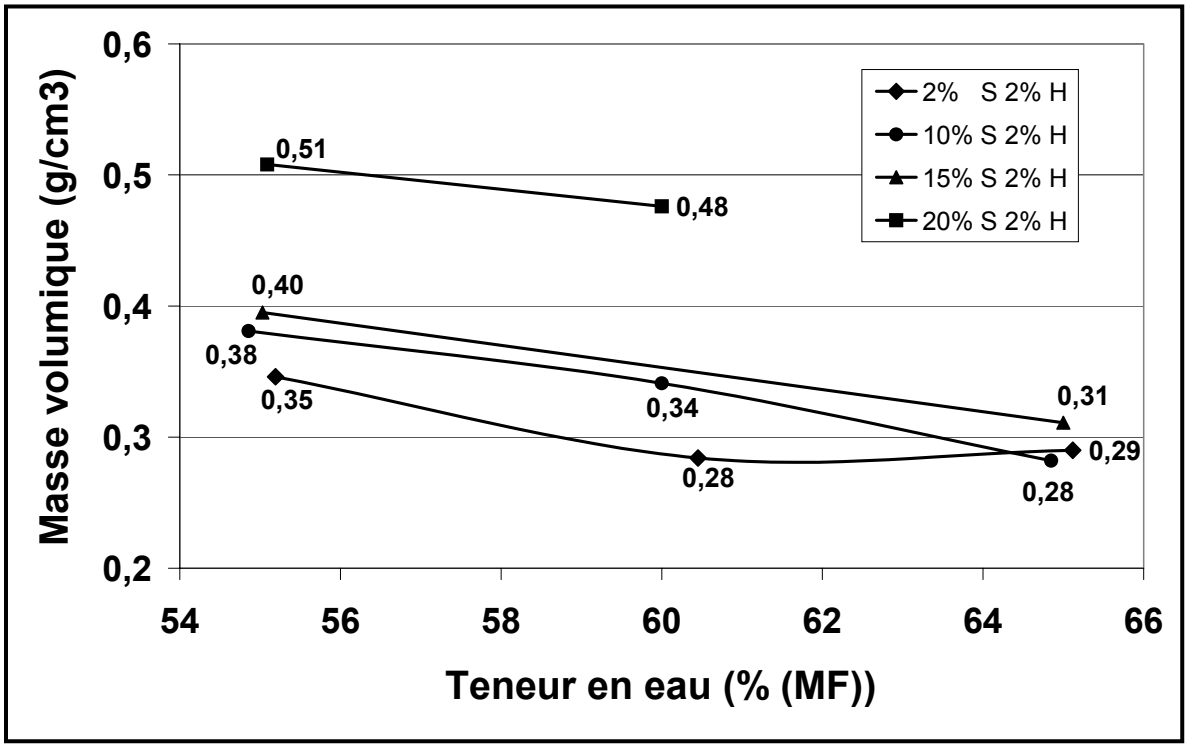


Figure 85 : Evolution de la masse volumique des produits finis en fonction de la teneur en eau de formules à même teneur en huile de colza (2%) et à différentes teneurs en saccharose: (♦) 2% (MF), (●) 10% (MF), (▲) 15% (MF) et (■) 20% (MF).

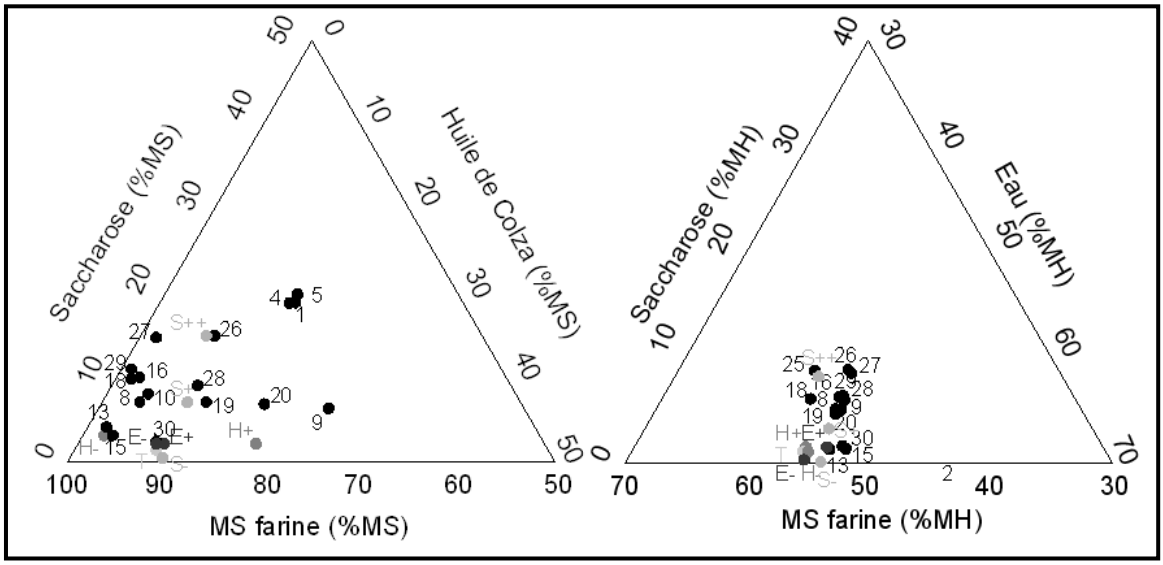


Figure 86 : Représentation sur les ternaires des formules choisies

A partir de l'ensemble de ces observations, le domaine de variations des concentrations en ingrédients est réduit entre 50 - 70% (MF) pour l'eau, 0 - 15% (MF) pour le saccharose et 0 - 30% (MF) pour l'huile de colza (zone délimitée en trait discontinu rouge sur la figure 84).

III. CHOIX DES FORMULES POUR L'ETUDE DE L'INFLUENCE DES INGREDIENTS

L'objectif de ce travail est de comprendre les mécanismes mis en œuvre lors de l'établissement de la structure alvéolaire via l'étude des propriétés rhéologiques et thermiques de la pâte tout au long du processus de fabrication. Cette étude exploratoire montre déjà l'impact de la composition sur les caractéristiques du produit fini (structure alvéolaire et masse volumique). La figure 85 montre que pour un ensemble de pâtes à même teneur en huile de colza (2% MF) et pour une teneur en eau constante, l'augmentation de la teneur en saccharose induit une augmentation de la masse volumique du produit fini. Le maintien des teneurs en saccharose et en huile de colza constants avec l'augmentation de la teneur en eau induit au contraire, une diminution de la masse volumique du produit fini. La dissociation de l'influence de chacun des ingrédients (saccharose, eau, huile de colza) à partir des premiers essais de cuisson est difficile puisque leurs teneurs évoluent simultanément.

La possibilité de faire varier les teneurs des ingrédients séparément a été un des critères de choix des échantillons pour la suite de l'étude. La formule témoin choisie appartient au domaine de composition délimité et aboutit à un produit fini d'une masse volumique de 0,27 g/cm^3 (représentée par le point 23 sur les ternaires de la figure 84). A partir de la formule témoin, nous avons fait varier indépendamment les teneurs en saccharose, huile de colza et eau (Tableau 12) à l'intérieur du domaine de concentrations choisi (figure 86).

Tableau 12 : Choix des échantillons de l'étude (pourcentages exprimés en base MF)

Appellation	Formule	Vignette	% MF					
			farine	eau	saccharose	huile	levure	sel
Produit A	Témoin	T	100	54,9	2,0	9,7	3	2
Produit B	Eau -	E-	100	50,0	2,0	10,0	3	2
Produit C	Eau +	E+	100	59,9	2,0	10,2	3	2
Produit D	Saccharose +	S+	100	55,3	7,1	10,0	3	2
Produit E	Saccharose ++	S++	100	55,2	14,7	9,8	3	2
Produit F	Huile -	H-	100	55,2	2,0	2,0	3	2
Produit G	Huile +	H+	100	54,5	2,0	19,4	3	2
Produit H	Saccharose -	S-	100	54,9	0,0	9,7	3	2

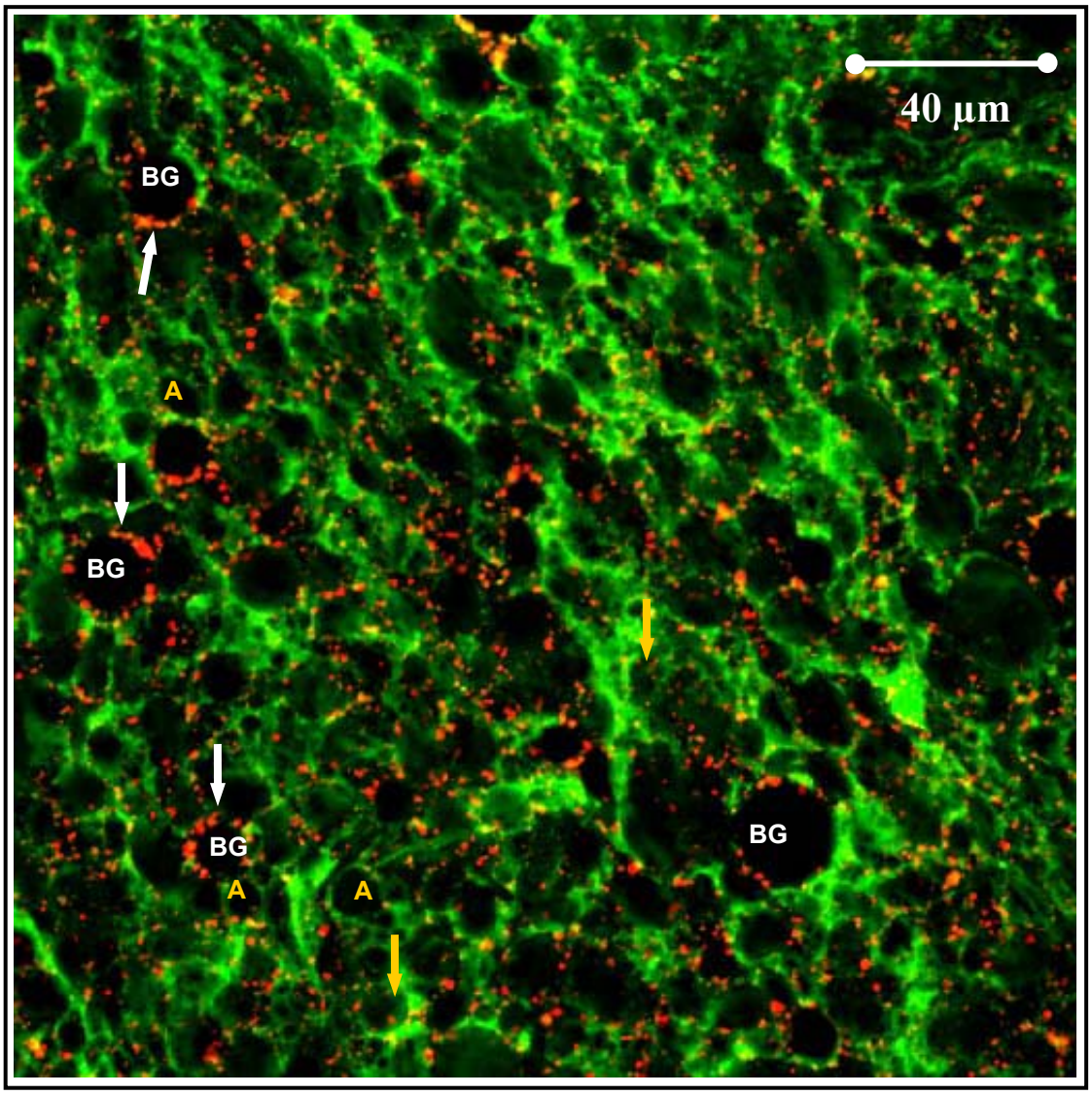


Figure 87 Observations en microscopie confocale (x40) d'une pâte à 2% de saccharose, 10% d'huile de colza et 55% d'eau (teneurs exprimées en MF). A : amidon et BG : bulles de gaz.

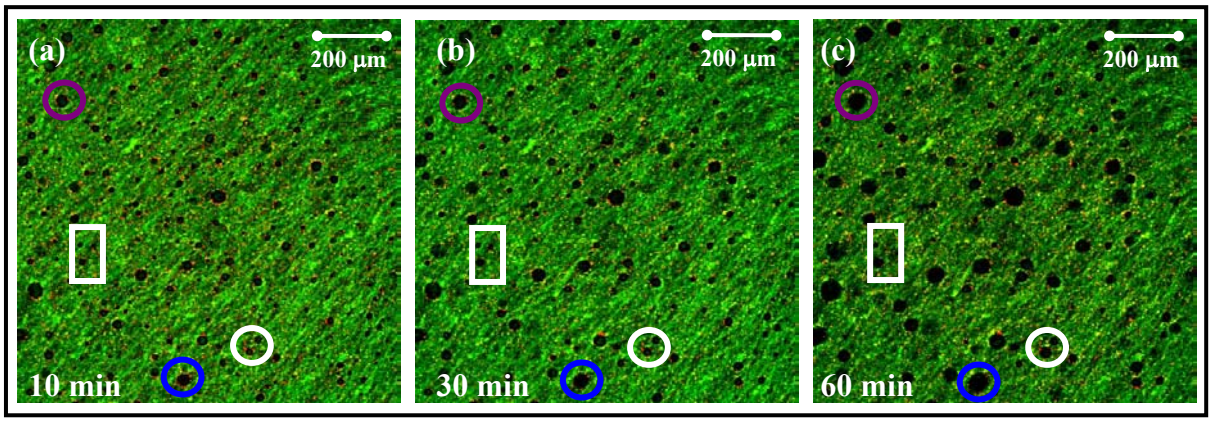


Figure 88 Observations en microscopie confocale (x10) d'une pâte à 2% de saccharose, 10% d'huile de colza et 55% d'eau (MF) à différents temps de fermentation : (a) 10min ; (b) 30min et (c) 60 min. Formes circulaires : bulles de gaz et forme rectangulaire : grains d'amidon

Chapitre 2 Propriétés des pâtes céréalières après pétrissage

I. MICROSTRUCTURE DE LA PATE

Pour les images de visualisation de la microstructure de la pâte par microscopie confocale, la matière grasse ajoutée et les lipides de la farine marqués à l'aide du Bodipy apparaissent sous forme de gouttelettes de couleur rouge choisie par convention. Leur taille varie selon les échantillons. L'organisation du réseau de gluten marqué de façon covalente avec la Rhodamine B et représenté, par convention, en vert, varie, également, d'un échantillon à un autre. Un exemple d'image de co-localisation obtenue à l'aide de l'objectif x40 et par superposition des images respectives du réseau protéique et de la répartition lipidique est donné dans la figure 87. L'**huile** est, globalement, répartie dans l'ensemble de la pâte sous forme de **gouttelettes** de diamètre inférieur à 2 µm. Certaines gouttelettes sont disposées en couronne autour de cercles noirs. Le **gluten** est structuré en un **réseau continu** constitué d'agrégats de protéines sous forme de fibres, dans lesquelles viennent s'enchâsser des formes noires plus ou moins sphériques et de tailles comprises entre 5 et 30 µm. Ces formes peuvent correspondre aux grains d'amidons non marqués ou aux bulles gazeuses introduites dans la pâte lors du pétrissage. Il est difficile de distinguer les **grains d'amidon** (marque « A » figure 87) des **bulles de gaz** (marque « BG » figure 87). Trois critères permettent, néanmoins, de faire la différence :

- Seules les bulles de gaz sont entourées d'une couronne de gouttelettes lipidiques (rouge). Lors d'un suivi de la fermentation (figure 88), on constate que seules les tâches noires entourées d'une couronne de gouttelettes grossissent (exemples entourés par des formes circulaires figure 88). Les tâches noires non entourées de gouttelettes ne grossissent pas (exemple entouré par une forme rectangulaire figure 88).
- Les grains d'amidons ont une forme moins circulaire que les bulles de gaz (flèches jaunes et marques « A »Figure 87).
- Les grains d'amidon peuvent être recouverts d'un voile vert diffus correspondant à leur recouvrement par le réseau de gluten en couche mince (flèche jaune figure 87).

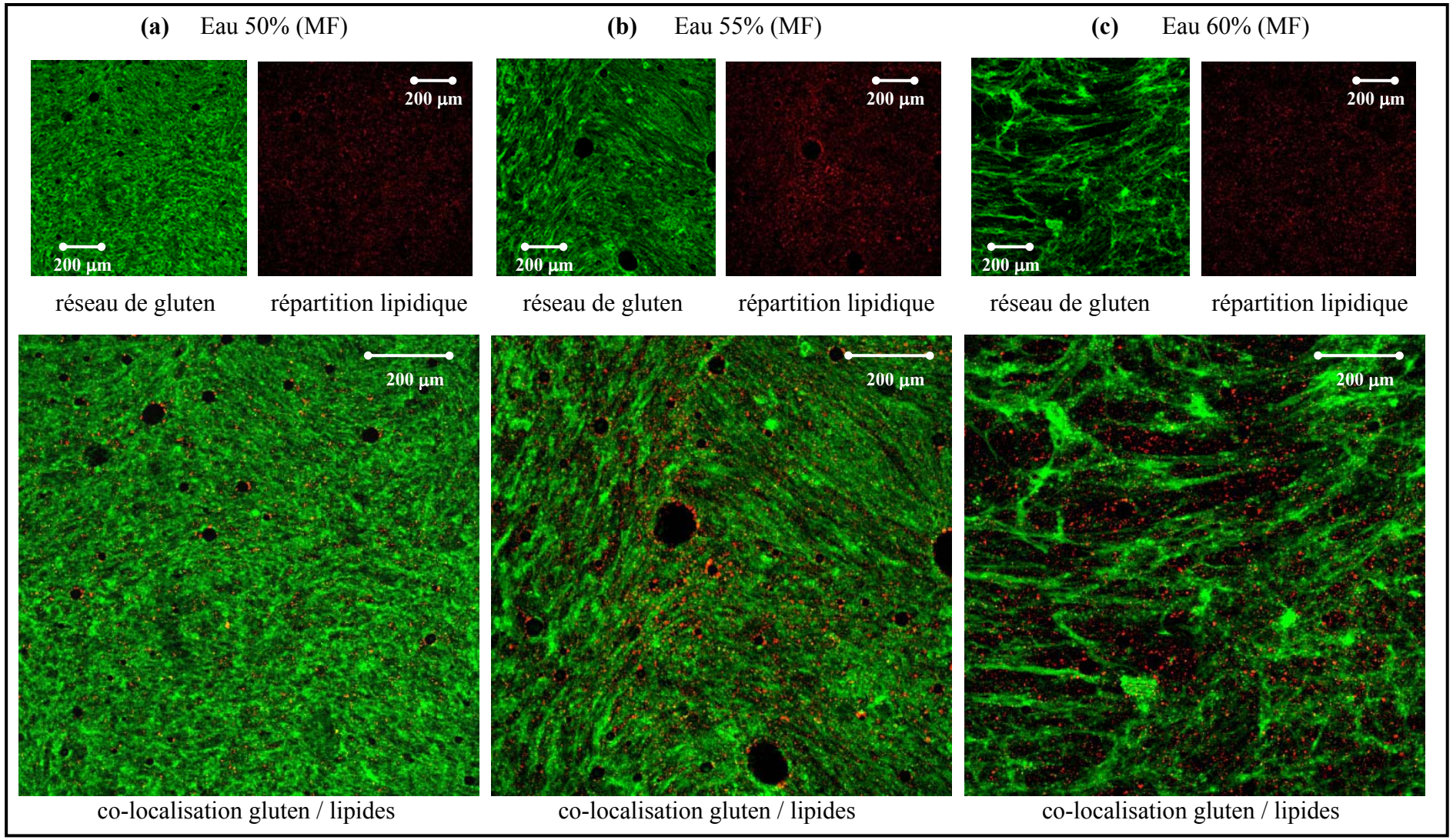


Figure 89 Observations en microscopie confocale (x10) de pâtes à même teneur en saccharose (2% (MF)) et en huile de colza (10% (MF)) et à différentes teneurs en eau : (a) 50%, (b) 55% et (c) 60% (MF).

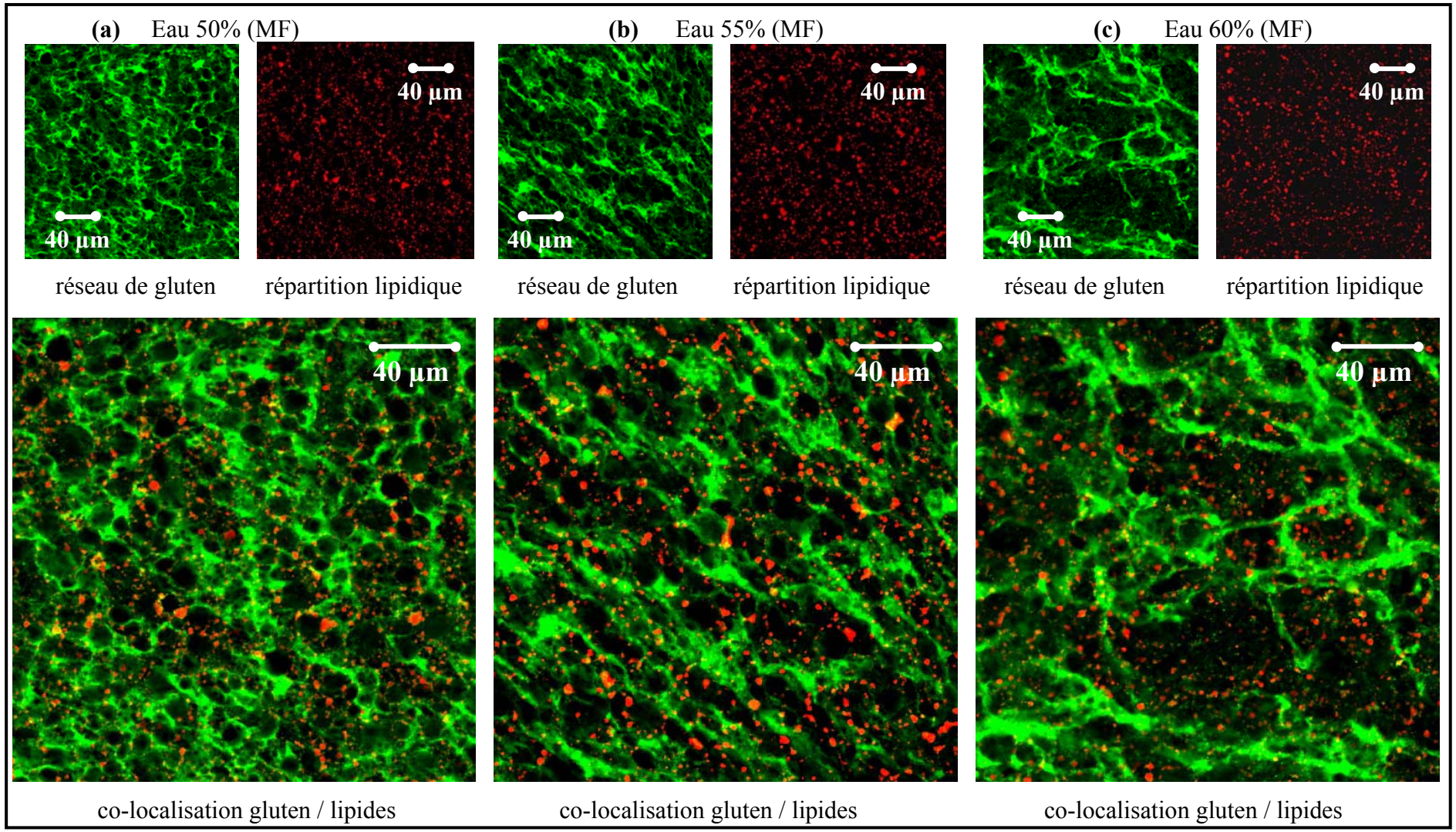


Figure 90 Observations en microscopie confocale (x40) de pâtes à même teneur en saccharose (2% (MF)) et en huile de colza (10% (MF)) et à différentes teneurs en eau : (a) 50%, (b) 55% et (c) 60% (MF).

La visualisation des pâtes à différentes teneurs en eau (figures 89 et 90), en huile de colza (figures 91 et 92) et en saccharose (figures 93 et 94) à des grossissements x10 et x40 nous permettent d'observer l'influence de ces ingrédients sur la répartition des lipides et la structuration du réseau de gluten.

- **Effet de l'eau** : sur les images de la figure 89, l'agrégation des protéines du réseau de gluten semble organisée de plus en plus en fibres lorsque la teneur en eau augmente. A 60% en eau (MF), le réseau de gluten est très discontinu et se répartit essentiellement sous forme de fibres épaisses constituées de protéines agrégées et interconnectées. Entre ces fibres, les larges zones noires sont, probablement, constituées de « poches » d'eau contenant les gouttelettes d'huile et les grains d'amidon dispersés. Cette observation est en bon accord avec la description de Bloksma (1990b) bien que décalée du point de vu de l'échelle d'observation. Il faut probablement que les protéines du gluten atteignent un état très agrégé pour pouvoir observer les poches aqueuses à une échelle de 10 microns. L'observation au grossissement x40 des pâtes à différentes teneurs en eau (figure 90) montre que le réseau de gluten de la pâte à 50% (MF) est beaucoup plus continu (il couvre la quasi totalité de la surface observée) que celui des pâtes à 55 et 60% (MF). Les bulles gazeuses de la pâte à plus faible teneur en eau (figure 90a) semblent plus nombreuses et de petite taille (diamètre < 40 µm) que celles de la pâte témoin (Figure 90b). Cette dernière présente des bulles de taille hétérogène avec un diamètre variant de 10 à 150 µm. L'observation des images de la répartition lipidique seule des trois pâtes ne montre pas de différences sensibles tant en terme de taille que de nombre de gouttelettes (figure 90a, b et c répartition lipidique). Les différences apparentes observées sur les images de co-localisation (figure 90a, b et c co-localisation) sont essentiellement dues à la différence de structuration du réseau de gluten. La répartition en couronne autour des bulles de gaz est observée pour les trois pâtes. Notons que le caractère diffus du réseau de gluten de la pâte à 60% (MF) de teneur en eau rend difficile l'identification des bulles gazeuses.

- **Effet de l'huile de colza** : deux différences importantes sont observées lors de la comparaison des images relatives au marquage des pâtes à différentes teneurs en huile de colza (figures 91 et 92) : le nombre et la taille des gouttelettes rouges. Les images relatives au grossissement x10 montrent peu de gouttelettes dans la pâte à plus faible teneur en huile (figure 91a). Elles sont beaucoup plus présentes pour la pâte témoin (figure 91b) et d'avantage encore pour la pâte à 20% (figure 91c). Au grossissement x40 (figure 92), non seulement le nombre de gouttelettes mais également leur taille est nettement plus

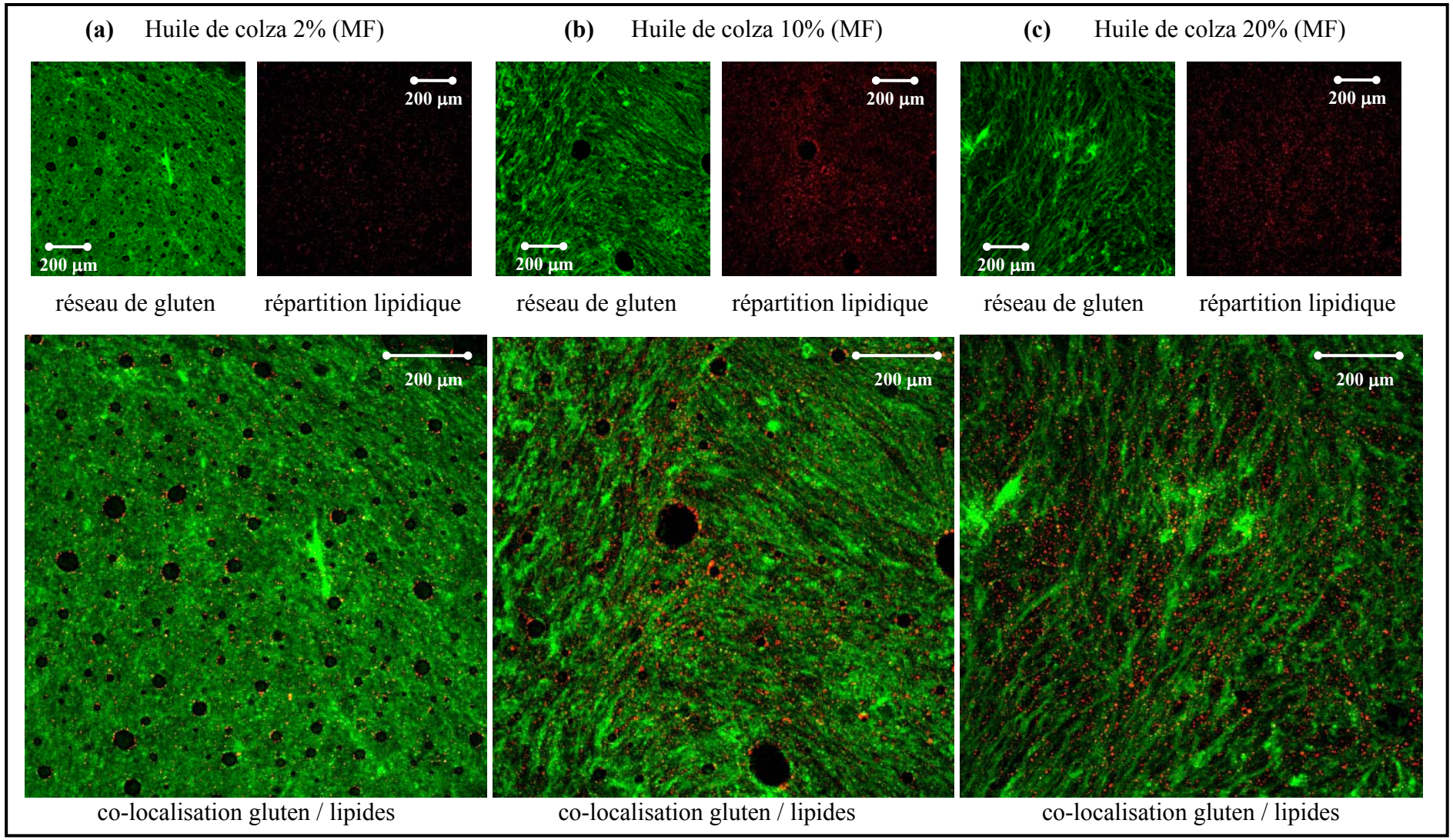


Figure 91 Observations en microscopie confocale (x10) de pâtes à même teneur en saccharose (2% (MF)) et en eau (55% (MF)) et à différentes teneurs en huile de colza : (a) 2%, (b) 10% et (c) 20% (MF).

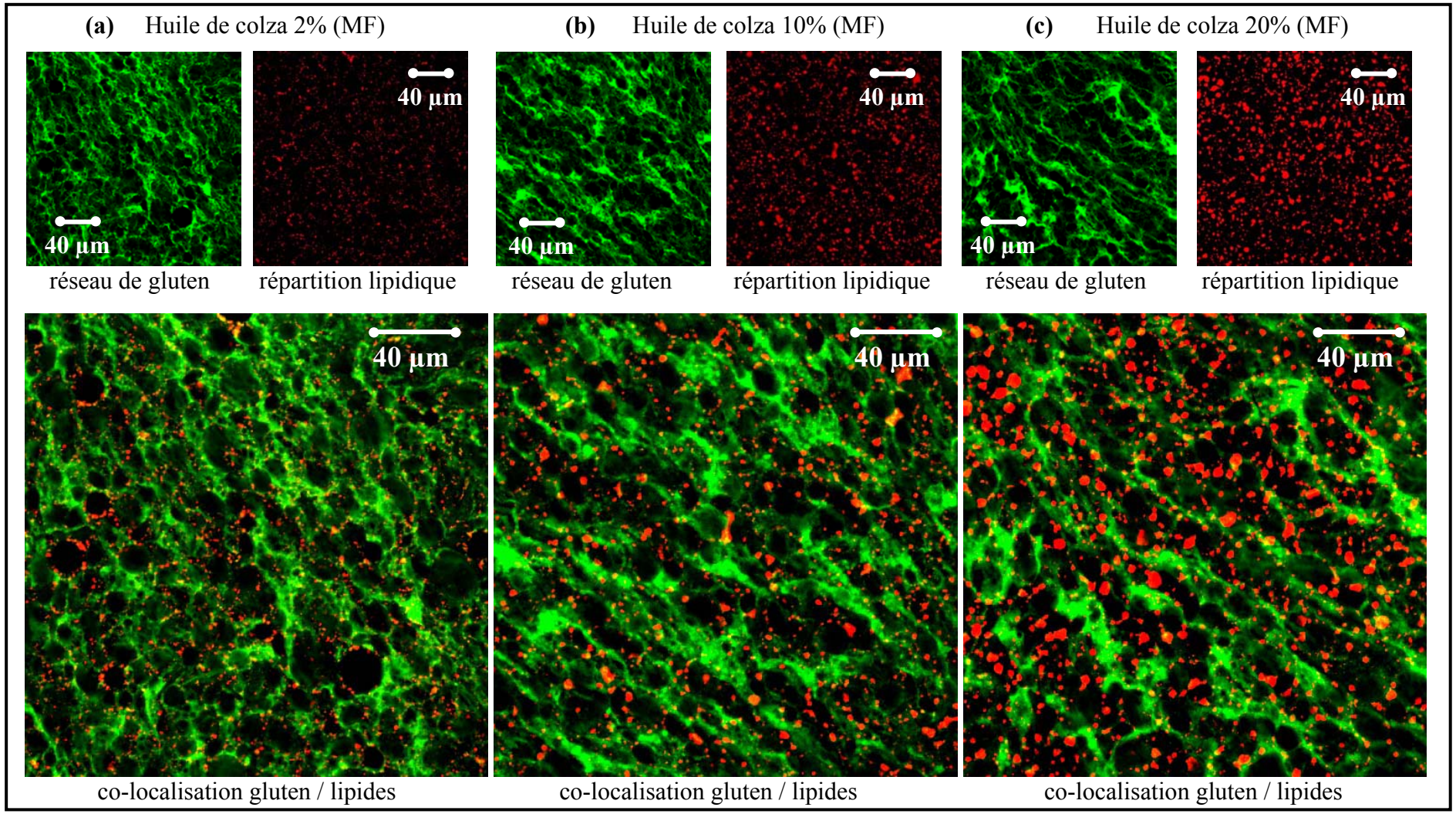


Figure 92 Observations en microscopie confocale (x40) de pâtes à même teneur en saccharose (2% (MF)) et en eau (55% (MF)) et à différentes teneurs en huile de colza : (a) 2%, (b) 10% et (c) 20% (MF).

importante. Les plus grosses sont de 3 µm pour la pâte à une teneur de 2% (MF) en huile (figure 92a), de 6 µm pour la pâte témoin avec l'apparition de petits agrégats (figure 92b) et de 10 µm pour la pâte à 20% (MF) en huile avec la présence d'agrégats plus gros et plus nombreux (figure 92c). L'augmentation de la teneur en matière grasse influence également l'organisation du réseau de gluten mais dans une moindre mesure que l'eau. D'une organisation complètement anisotrope à 2% en huile (MF), le réseau de gluten tend vers un aspect plus agrégé et orienté lorsque la concentration en matière grasse augmente (figures 91 et 92a, b et c réseau de gluten). Le nombre de bulles enchâssées dans le réseau de la pâte à plus faible teneur en huile (2% (MF)) est le plus important (figure 91a). Leur distribution en taille est monomodale, les plus grandes bulles présentent un diamètre de 50 - 60 µm. Pour la pâte témoin (10 % (MF)), le nombre de bulles est beaucoup moins important et la répartition en taille est bimodale (figure 91b) : une population présente des diamètres inférieurs à 40 µm, l'autre est constituée de quelques bulles d'un diamètre moyen de 100 µm. Il est très difficile de détecter la moindre bulle dans la pâte contenant la teneur en huile la plus élevée (figure 91c). Des observations effectuées, par ailleurs, sur des pâtes contenant des concentrations en eau et saccharose équivalentes à celles de la pâte témoin et à différentes concentrations en huile de colza (0, 4, 8 et 12% (MF)) montrent que les pâtes à 4 et 8% (MF) présentent un plus grand nombre de bulles avec des diamètres plus hétérogènes que celle à 0% (MF), et le contraire pour la pâte à 12% (MF) (Zouari, 2005). De plus, si pour une pâte à 0% de teneur en huile la répartition en taille de bulles est monomodale, elle devient progressivement bimodale avec une augmentation du diamètre moyen des plus grandes bulles. Ceci indique que, pour des teneurs en huile inférieures à une certaine limite, lorsque la teneur en huile augmente le nombre de bulles gazeuses introduites dans la pâte augmente également avec l'apparition de bulles de taille plus importante. Au delà de cette teneur limite, la quantité d'air introduite diminue. La teneur limite se situerait donc entre 8 et 12% (MF).

- **Effet du saccharose** : les réseaux de gluten des pâtes contenant 0 et 2% (MF) de saccharose présentent une structuration similaire (figures 93 et 94a et b réseau de gluten) : un réseau de gluten continu avec des protéines peu agrégées. Lorsque la teneur en saccharose augmente, l'état d'agrégation des protéines du réseau de gluten augmente : le phénomène débute pour 7% en saccharose (Figures 93 et 94c réseau de gluten) et devient majeur pour 15% en saccharose (Figures 93 et 94d réseau de gluten). L'augmentation de la teneur en saccharose entraîne une structuration différente du réseau de gluten favorisant

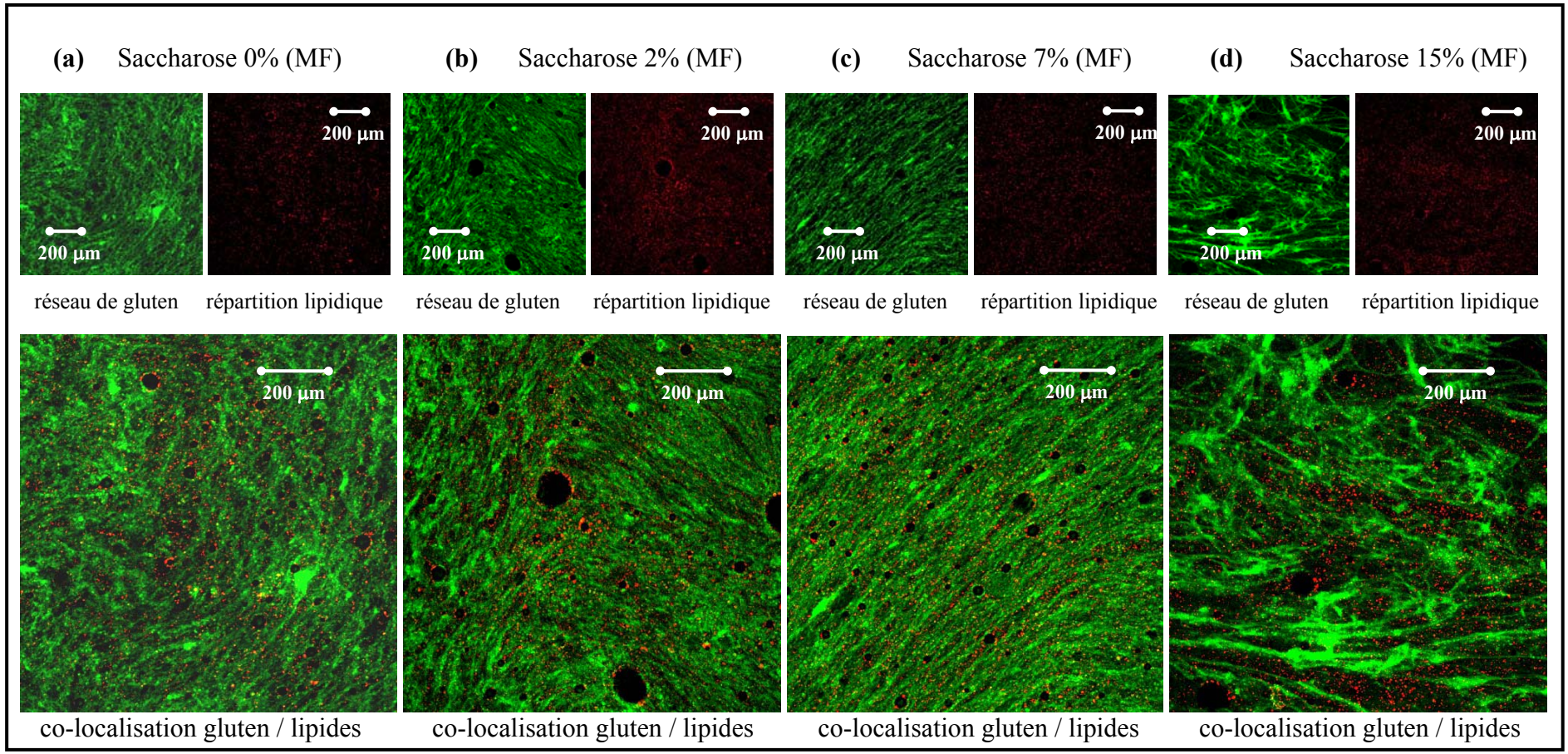


Figure 93 Observations en microscopie confocale (x10) de pâtes à même teneur en eau (55% (MF)) et en huile de colza (10% (MF)) et à différentes teneurs en saccharose : (a) 0%, (b) 2%, (c) 7% et (d) 15% (MF).

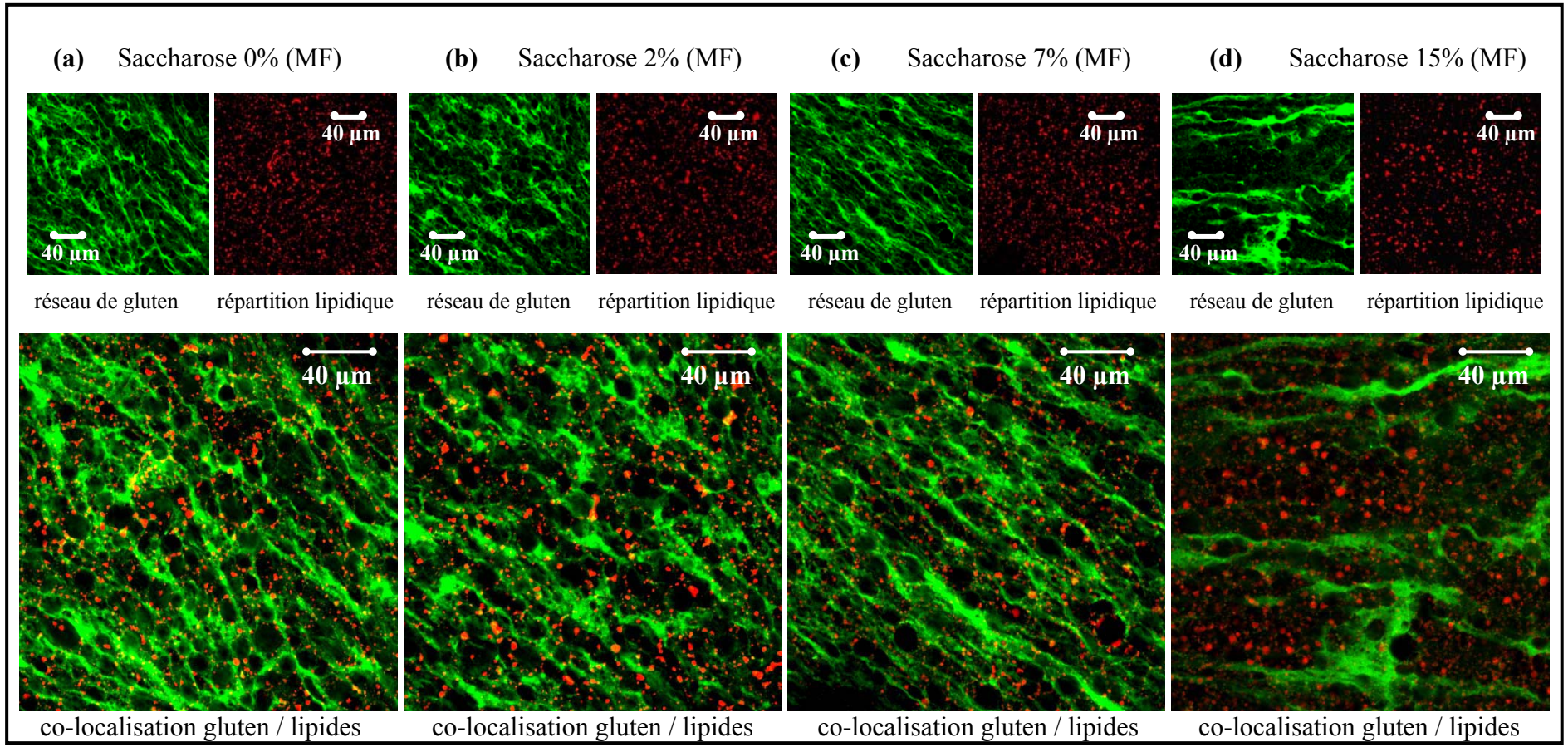


Figure 94 Observations en microscopie confocale (x40) de pâtes à même teneur en eau (55% (MF)) et en huile de colza (10% (MF)) et à différentes teneurs en saccharose : (a) 0%, (b) 2%, (c) 7% et (d) 15% (MF).

la formation de larges fibres au détriment d'une continuité du réseau. Des « trous » particulièrement visibles sur les images prises à l'aide de l'objectif x40 (Figure 94d) apparaissent. Sur la figure 93, la pâte témoin présente quelques bulles de 100-150 µm de diamètre. Les pâtes à 0% et 7% (MF) de saccharose ne contiennent que la population des petites bulles. Le nombre de bulles semble plus important pour la pâte à 7% (MF) de teneur en saccharose avec un diamètre légèrement plus faible (10 à 20 µm). A 15% (MF) en saccharose, le nombre de bulles est très réduit.

En conclusion (Tableau 13), la structuration du réseau de gluten est essentiellement affectée par une augmentation de la teneur en eau (60% MF) ou de saccharose (15% MF), où le réseau devient structuré en grosses fibres. La répartition lipidique dépend essentiellement de la teneur en huile : plus elle augmente, plus la taille des gouttelettes et le nombre d'agrégats augmentent. Le nombre et la taille des bulles semblent être influencés par la teneur des trois constituants :

- *A forte teneur en huile, eau ou saccharose, pratiquement aucune bulle n'est identifiable.*
- *Aux teneurs moyennes en ces trois constituants testées, apparaissent quelques bulles de taille nettement supérieure à la moyenne (100 µm). L'effet de la concentration en huile a été montré par ailleurs (Zouari, 2005), avec un optimum compris entre 8 et 12%.*
- *Aux faibles teneurs en ces trois constituants testées, la taille des bulles est moyenne et plus importante qu'aux teneurs les plus élevées (40 µm).*

Tableau 13 : Résumé des effets de l'augmentation des teneurs en eau, huile de colza et saccharose sur la microstructure de la pâte

	Etat d'agrégation des protéines du gluten	Orientation réseau	Répartition des lipides
eau	+++	++	-
huile	+	+	+++
saccharose	++	++	-

II. PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES PATES EN EXTENSION BIAXIALE

II.1. Préparation des échantillons

Les essais de compression en conditions lubrifiées ont été menés sur l'ensemble des formules choisies pour l'étude de l'influence des ingrédients du tableau 12 à l'exception de la composition relative au produit E. En effet, la teneur élevée de cette formule en saccharose (15% (MF)) entraîne la formation d'une pâte de consistance très faible (130 UB) et très

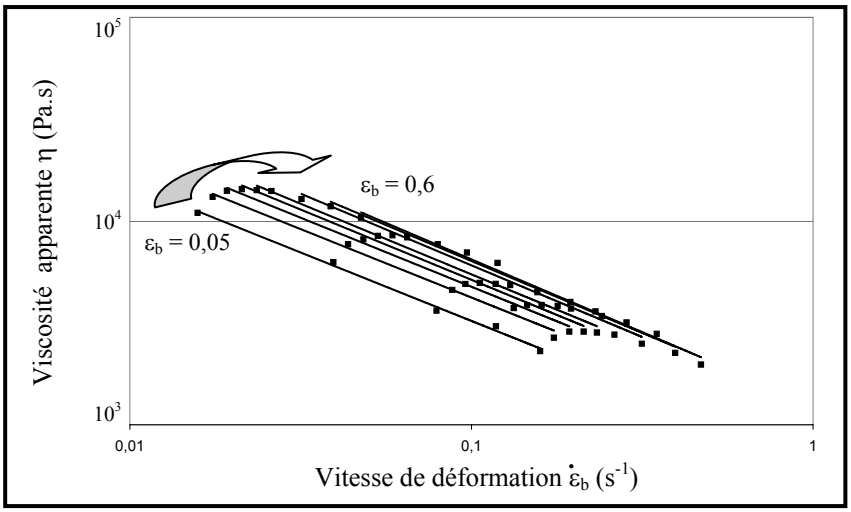


Figure 95 : Evolution de la viscosité apparente de la pâte témoin (55% eau, 2% saccharose et 10% huile (MF)) en fonction de la vitesse de déformation à différentes déformations biaxiales comprises entre 0,05 et 0,6.

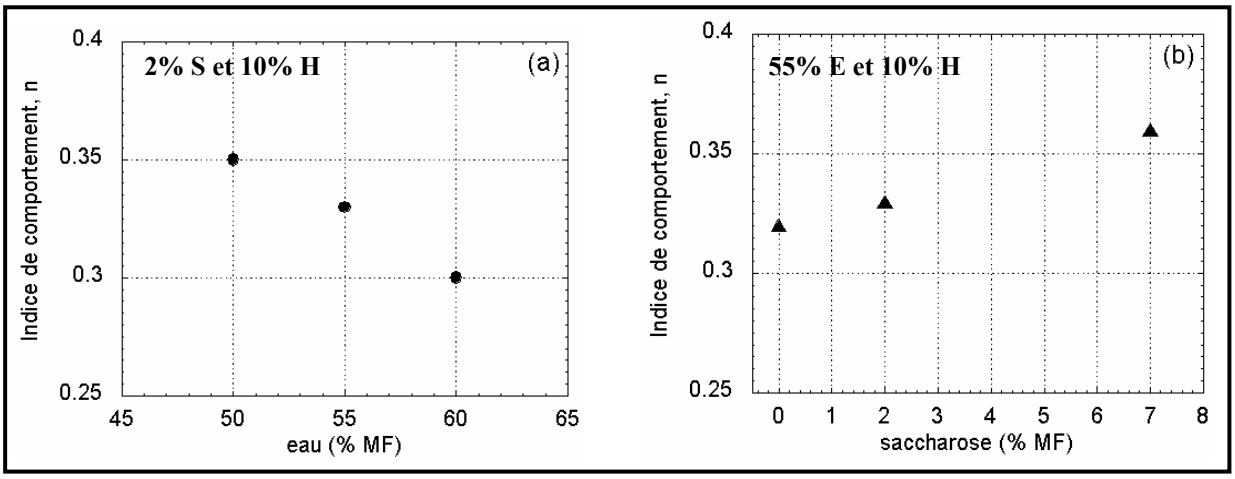


Figure 96 : Evolution de l'indice de comportement n (issu de la loi en puissance), indicateur du caractère rhéofluidifiant en fonction de la teneur (a) en eau et (b) en saccharose.

collante, ce qui la rend extrêmement difficile à manipuler, notamment la mise en forme des échantillons par extrusion avec l'Alvéographe Chopin n'est pas possible. La consistance Brabender des 7 autres pâtes varie dans une gamme comprise entre 340 et 170 UB (Tableau 14). Les limites de consistance maximale et minimale sont obtenues pour les pâtes contenant les teneurs en eau extrêmes (Tableau N°12, compositions correspondantes aux produits B et C respectivement). Dans cette gamme de consistance, la mise en forme des échantillons ne pose pas de problème et la répétabilité des mesures est bonne (erreur inférieure à 2% sur les valeurs de force mesurée lors des essais en écoulement compressionnel).

II.2. Suivi de la viscosité apparente

Le traitement des données brutes (cf. partie 2 ; chapitre 2 ; §II.4) permet de suivre l'évolution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation biaxiale à différentes déformations biaxiales. Cette évolution est représentée en échelle log-log afin de vérifier si la viscosité suit une loi en puissance (figure 95). Une évolution linéaire avec des pentes négatives est effectivement observée pour les 7 formules testées. Elle confirme le caractère rhéofluidifiant des pâtes dans ce mode d'écoulement. L'indice de comportement en écoulement (n) ne dépend pas significativement de la déformation biaxiale. Sa valeur, calculée à partir de la courbe obtenue à une déformation de 0,05 est donnée dans le tableau 14 pour chacune des pâtes testées. L'indice de comportement (n) des différentes pâtes est égal à 0,33 ± 0,03 sauf pour la formule correspondante au produit F (teneurs faibles en huile de colza et saccharose, soit 2% (MF) pour les deux ingrédients) dont n est égal à 0,20. Cette valeur est voisine de celle d'une pâte à pain (sans saccharose et matière grasse ajoutés) qui est de 0,23 (Berland, 1993). Lorsque la teneur en eau augmente, n diminue ce qui signifie que le caractère rhéofluidifiant de la pâte augmente (figure 96a). Le comportement contraire est observé lorsque la teneur en saccharose augmente (figure 96b) ce qui pourrait être attribué au caractère antiplastifiant du saccharose souvent décrit (Eliasson, 1992).

Tableau 14 : Consistance en sortie pétrissage (UB) et indice de comportement issu de la loi en puissance (n) des pâtes testées en compression en conditions lubrifiées.

Formule relative au produit	A	B	C	D	F	G	H
Consistance (UB)	260	340	170	210	280	200	260
Indice de comportement n	0,33	0,35	0,30	0,36	0,20	0,30	0,32

La consistance Brabender (C) et l'indice de comportement (n) sont choisis comme des paramètres de caractérisation de la pâte sortie pétrissage, pour l'étude des corrélations.

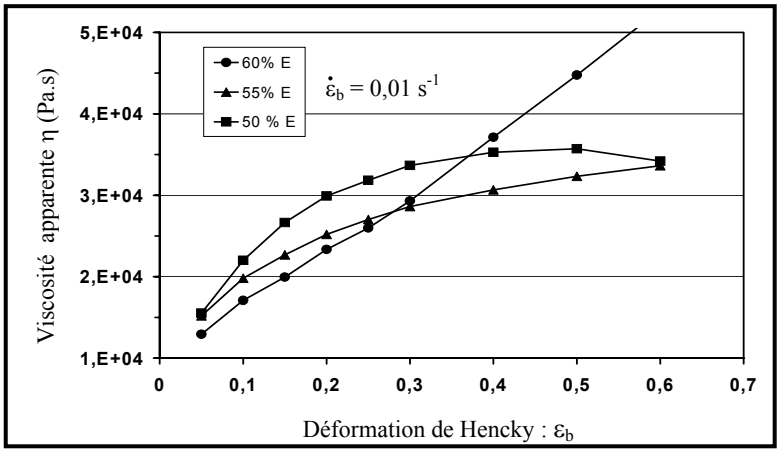


Figure 97 : Evolution de la viscosité apparente en fonction de la déformation biaxiale ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}), pour les pâtes à différentes teneurs en eau ■ 50% ; ▲ 55% et ● 60% et même teneur en huile de colza (10%) et en saccharose (2%) (MF).

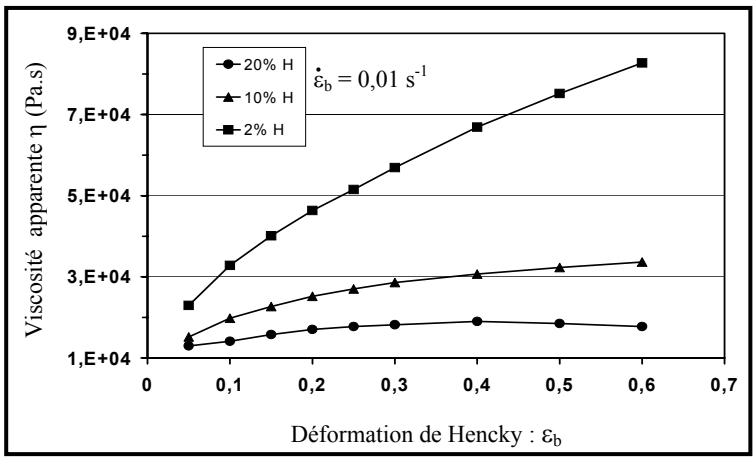


Figure 98 : Evolution de la viscosité apparente en fonction de la déformation biaxiale ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}), pour les pâtes à différentes teneurs en huile de colza ■ 2% ; ▲ 10% et ● 20% et même teneur en eau (55%) et en saccharose (2%) (MF).

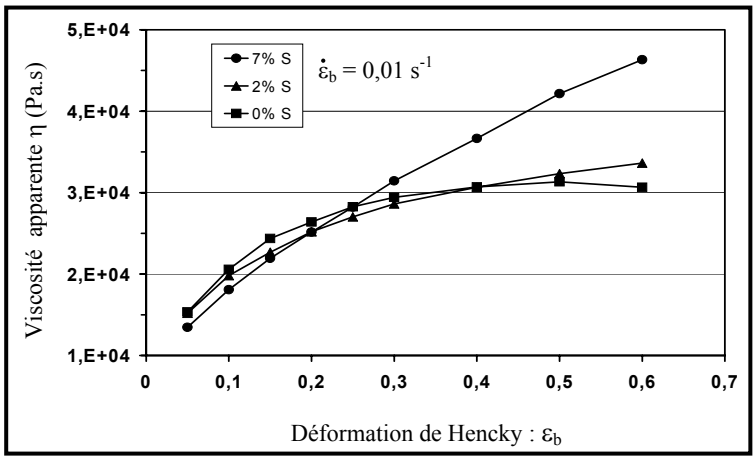


Figure 99 : Evolution de la viscosité apparente en fonction de la déformation biaxiale ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}), pour les pâtes à différentes teneurs en saccharose ■ 0% ; ▲ 2% et ● 7% et même teneur en eau (55%) et en huile de colza (10%) (MF).

Les valeurs de viscosité apparente, des pâtes à différentes teneurs en eau, huile et saccharose, sont également représentées en fonction de la déformation biaxiale pour une vitesse de déformation faible, proche de celle ayant lieu en cours de fermentation (0,01 s^{-1}) (Figures 97, 98 et 99). Globalement, la viscosité apparente augmente quand la déformation biaxiale augmente. Trois pâtes affichent une légère baisse de la viscosité apparente en fin du test (à partir d'une déformation de 0,5) : la pâte à faible teneur en eau, 50 % (MF) (figure 97), la pâte à forte teneur en huile, 20% (MF) (figure 98) et la pâte sans saccharose (figure 99).

- **Effet de la teneur en eau sur l'évolution de la viscosité apparente**
  Pour les faibles déformations (< 0,3), à une déformation biaxiale donnée une augmentation de la teneur en eau de la pâte induit une diminution de la viscosité (figure 97). Au-delà de cette déformation, des comportements différents sont observés. Les viscosités des pâtes à 55% et 60% (MF) de teneur en eau continuent à augmenter quand la déformation augmente jusqu'à la fin du test de compression. La viscosité de la pâte à 50% (MF) en eau plafonne jusqu'à une déformation de 0,5 et diminue ensuite. Elle devient largement inférieure à la viscosité de la pâte à forte teneur en eau, 60% (MF).

- **Effet de la teneur en huile de colza sur l'évolution de la viscosité apparente**
  Une augmentation de la teneur en huile de colza induit, à une déformation donnée, une diminution de la viscosité et ce quelle que soit la déformation (figure 98). Par exemple, à une déformation égale à 0,1, le rapport des viscosités des pâtes à 2 et 10% en huile (MF) est égale à 1,6. Cette diminution est d'autant plus importante que la déformation est grande : le rapport des viscosité des mêmes pâtes est égale à 2,7 à une déformation de 0,6.

- **Effet de la teneur en saccharose sur l'évolution de la viscosité apparente**
  Aux faibles déformations (< 0,3), les courbes de viscosité des pâtes à différentes teneurs en saccharose sont quasiment superposées (figure 99) : la viscosité ne semble pas dépendre de la teneur en saccharose. Au-delà de cette déformation de 0,3, les viscosités des pâtes à 0 et 2% (MF) en saccharose continuent à être proches jusqu'à une déformation de 0,5 alors que la viscosité de la pâte à 7% (MF) augmente d'une manière très importante passant de $1{,}3 \cdot 10^4$ (Pa · s) en début du test de compression à $4{,}6 \cdot 10^4$ (Pa · s) en fin de test.

En conclusion, la viscosité apparente augmente aux grandes déformations biaxiales. Cette augmentation de viscosité est particulièrement importante lorsque, par ailleurs, en microscopie confocale, de grosses fibres de protéines agrégées sont observées (pâtes à 60% d'eau ou 7% en saccharose).

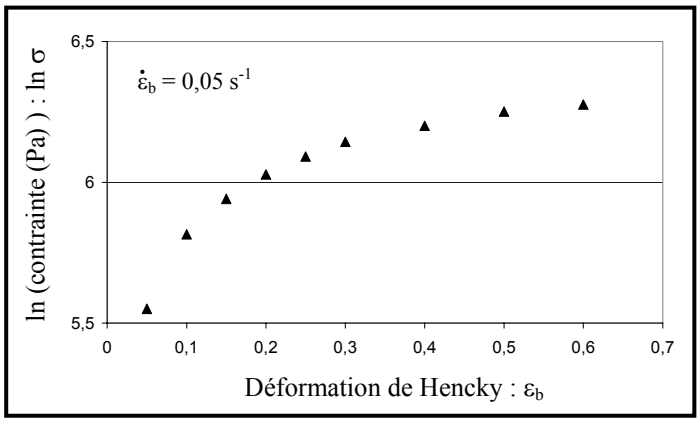


Figure 100 : Evolution du logarithme de la contrainte de la pâte témoin (55% eau, 2% saccharose et 10% huile (MF)) en fonction de la déformation ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}).

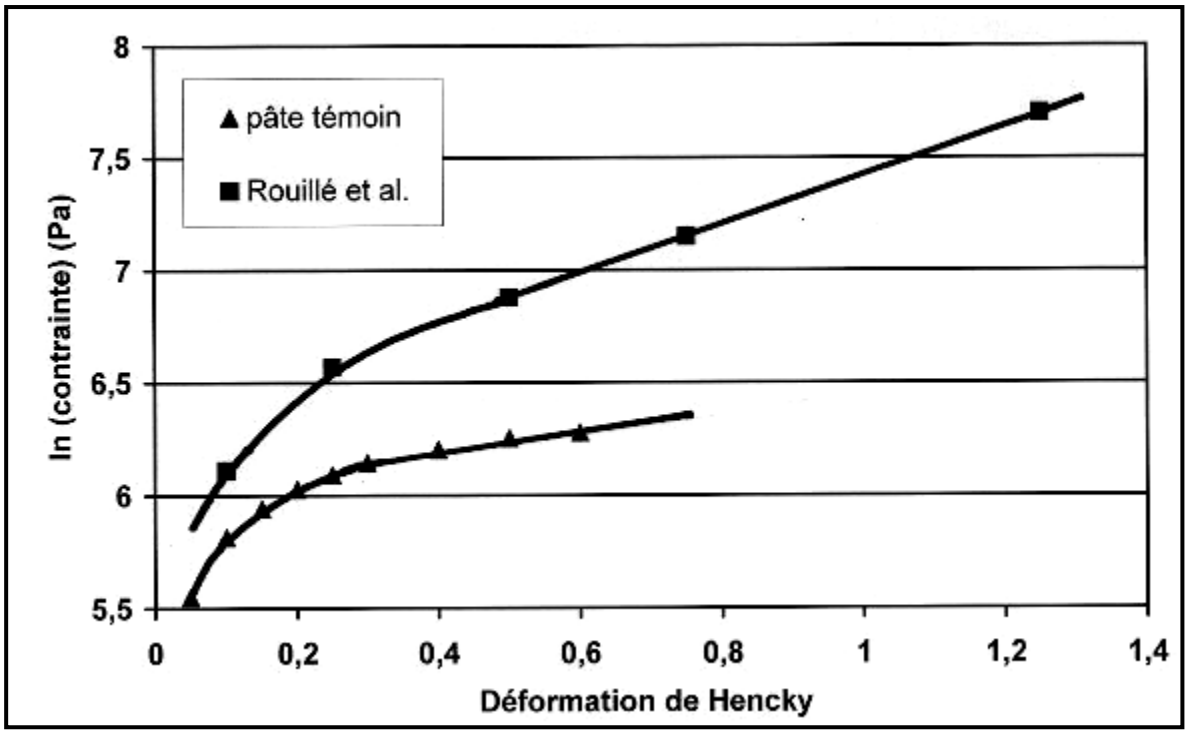


Figure 101 : Comparaison de l'évolution du logarithme de la contrainte de la pâte témoin ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}) et des échantillons de Rouillé *et al.* (2005) (ε_b =0,01 s^{-1}) en fonction de la déformation biaxiale.

La valeur de la viscosité évaluée par extrapolation à une faible vitesse de déformation, proche de celle ayant lieu en cours de fermentation (η_i) (ε_b = 0,05 et $\acute{\varepsilon}_b$ = 0,01 s^{-1}) est choisie comme paramètre de caractérisation de la pâte à la sortie du pétrissage.

II.3. Suivi du caractère rhéodurcissant

La figure 100 montre que, pour la pâte témoin, le logarithme de la contrainte, à une vitesse de déformation donnée (0,05 s^{-1}), augmente rapidement avec la déformation biaxiale jusqu'à une valeur de 0,3. Au dessus de celle-ci, la contrainte augmente moins fortement avec la déformation. La même tendance est observée pour l'ensemble des 7 pâtes caractérisées dans cette étude, à l'exception des compositions correspondant aux produits B, G et H (plus faible teneur en eau et en saccharose, teneur plus élevée en huile) pour lesquelles le logarithme de la contrainte diminue légèrement en fin du test de compression. Cette évolution est différente de celle rapportée dans la littérature (Van Vliet *et al.*, 1992 ; Rouillé *et al.*, 2005b) pour laquelle une augmentation linéaire du logarithme de la contrainte en fonction de la déformation, pour une vitesse de déformation donnée, est décrite (figure 40). Plusieurs hypothèses peuvent être proposées pour expliquer cette différence d'évolution :

- Les géométries des échantillons sont significativement différentes : les pâtons utilisés dans cette étude ont une hauteur de 7 mm et un rayon de 20 mm (L/R = 0,35), alors que Van Vliet *et al.* (1992) et Rouillé *et al.* (2005b) ont travaillé avec des pâtons de 10 mm de rayon et respectivement de 20 mm et 23 mm de hauteur (L/R ≥ 2) : l'essentiel de la déformation de l'échantillon est uniaxiale alors que pour L/R petit, l'essentiel de la déformation est un cisaillement biaxial. De plus, le débordement de la pâte lors de la compression à surface constante provoque probablement des phénomènes de frottement entre la pâte et les bordures du plateau (Estellé, 2004).
- Les échantillons de pâte testés dans le cas de l'étude de Van Vliet et ses collaborateurs (1992) sont à une teneur en eau de 30% (MT) avec une consistance de 500 UB. Les teneurs en eau des échantillons testés dans cette étude varient dans une gamme comprise entre 38 et 42 % (MT). Les pâtes ont une consistance comprise entre 170 et 340 UB. Cette différence de teneur en eau pourrait être à l'origine des différences observées entre les deux études. Les travaux de Rouillé *et al.* (2005b) ont été effectués dans des conditions expérimentales identiques à celles de Van Vliet *et al.* (1992) mais sur des pâtes à hydratation voisine de celles des pâtes étudiées dans ce travail. La comparaison des résultats de Rouillé *et al.* (2005b) aux résultats obtenus dans le présent travail (figure 101)

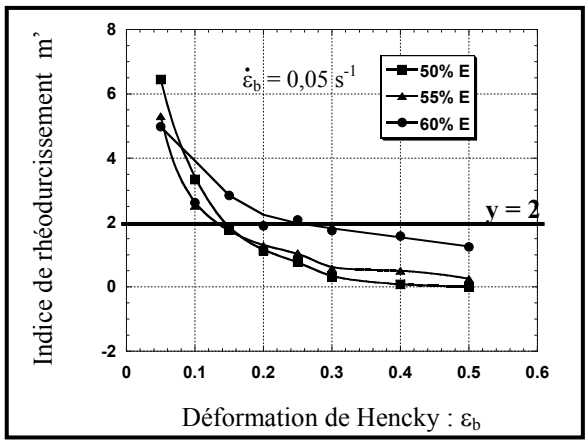


Figure 102 : Evolution de l'indice de rhéodurcissement en fonction de la déformation biaxiale ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}), pour les pâtes à différentes teneurs en eau ■ 50% ; ▲ 55% et ● 60% et même teneur en huile (10%) et en saccharose (2%) (MF).

montre qu'une concavité tournée vers le bas, aux faibles déformations, existe probablement aussi sur la courbe obtenue par Rouillé *et al.* (2005b).

A partir de l'évolution du logarithme de la contrainte en fonction de la déformation (figure 100) et selon la définition de l'indice de rhéodurcissement, choisie dans ce travail :

$$m = \frac{d \ln \sigma}{d\varepsilon_b} \qquad \text{(eq 23)}$$

il est possible de calculer m entre deux valeurs de déformations successives choisies (cf partie 2 ; chapitre 2 ; § II.4) pour l'analyse des résultats (exemple entre 0,05 et 0,1).

L'évolution de l'indice de rhéodurcissement (m) avec la déformation, pour les pâtes aux différentes teneurs en eau, huile et saccharose, est donnée par les figures 102, 103 et 104. Pour l'ensemble des formules testées, la valeur de l'indice de rhéodurcissement diminue tout au long de l'essai lorsque la déformation augmente et devient inférieure à la valeur limite 2. A la fin du test de compression, les courbes d'évolution de l'indice de rhéodurcissement tendent parallèlement vers une valeur limite. Trois paramètres caractéristiques sont relevés à partir de ces courbes d'évolution :

- **m_i**, la valeur de l'indice de rhéodurcissemnt au début du test de compression et à la vitesse de déformation techniquement la plus faible (ε_b = 0,05 et $\acute{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1})
- **pente m**, c'est la pente de décroissance à l'origine de la courbe d'évolution de l'indice de rhéodurcissement en fonction de la déformation à $\acute{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}.
- **ε_{lim}**, est la valeur de la déformation au dessus de laquelle l'indice de rhéodurcissement est supérieur à la valeur limite 2.

- **Effet de la teneur en eau sur l'évolution de l'indice de rhéodurcissement**

  La valeur de l'indice de rhéodurcissemnt m_i est plus élevée pour la pâte à plus faible teneur en eau (50% MF) et diminue lorsque la teneur en eau augmente (figure 102). Toutefois, l'indice de rhéodurcissment décroît plus rapidement (pente m élevée) lorsque la teneur en eau est plus faible et au cours du test de compression, il y a inversement de classement : la pâte à la teneur en eau la plus faible tend vers la valeur limite la plus faible. Ainsi, pour les pâtes à 50 et 55% (MF) d'eau, le caractère rhéodurcissant est dominant sur un domaine de déformation inférieur à (ε_{lim}) 0,12 – 0,14. Alors que pour la pâte à 60% d'eau (MF) le caractère rhéodurcissant est présent jusqu'à une déformation (ε_{lim}) de 0,25. L'augmentation de la teneur en eau de la pâte contribue donc à l'élargissement du domaine de présence du caractère rhéodurcissant.

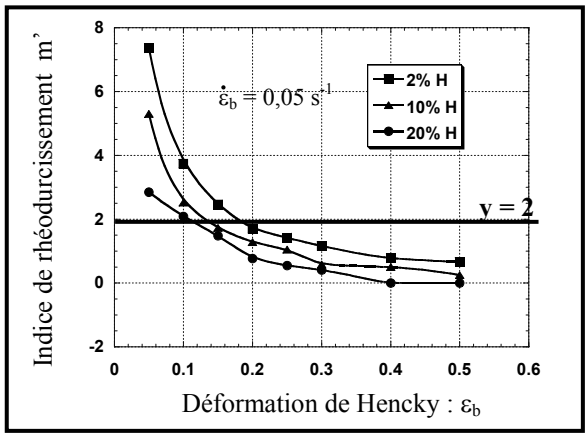


Figure 103 : Evolution de l'indice de rhéodurcissement en fonction de la déformation biaxiale ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}), pour les pâtes à différentes teneurs en huile ■ 2% ; ▲ 10% et ● 20% et même teneur en eau (55%) et en saccharose (2%) (MF).

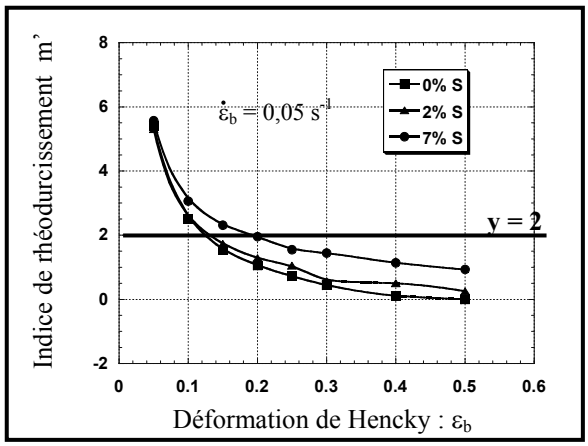


Figure 104 : Evolution de l'indice de rhéodurcissement en fonction de la déformation biaxiale ($\dot{\varepsilon}_b$ = 0,05 s^{-1}), pour les pâtes à différentes teneurs en saccharose ■ 0% ; ▲ 2% et ● 7% et même teneur en eau (55%) et en huile (10%) (MF).

- **Effet de la teneur en huile de colza sur l'évolution de l'indice de rhéodurcissement**
  La valeur de m_i est plus faible lorsque la teneur en huile augmente (figure 103). La vitesse de décroissance du caractère rhéodurcissant (pente m) est aussi plus faible dans ce cas. Le parallélisme des courbes d'évolution reste valable tout au long du test de compression et plus la teneur en huile est importante, plus l'indice de rhéodurcissement tend vers une valeur faible. Une multiplication de la teneur en huile de la pâte par 10 (de 2 à 20% (MF)) aboutit à une diminution du domaine de déformation de près de la moitié (de 0,18 à 0,10). L'augmentation de la teneur en huile de colza, diminue le domaine où l'indice de rhéodurcissement est supérieur à 2.

- **Effet de la teneur en saccharose sur l'évolution de l'indice de rhéodurcissement**
  La valeur de m_i est la même pour les pâtes aux trois teneurs en saccharose testées (0, 2 et 7 % MF) (figure 104). Les courbes d'évolution de l'indice de rhéodurcissment en fonction de la déformation pour les pâtes à 0 et 2% (MF) de saccharose, sont superposées au début du test et décroîent plus rapidement (pente m élevée) que la courbe relative à la pâte à 7% (MF) de saccharose. Le caractère rhéodurcissant est dominant sur un faible domaine de déformation (ε_{lim} = 0,14) pour les pâtes à faible teneur en saccharose, alors qu'il s'étend jusqu'à une déformation de 0,2 pour la pâte à 7% (MF) de saccharose. L'augmentation de la teneur en saccharose de la pâte contribue donc à l'élargissement du domaine de présence du caractère rhéodurcissant.

La limite du domaine de rhéodurcissement s'étend vers les grandes déformations lorsque la teneur en saccharose ou en eau augmente et diminue lorsque la teneur en huile augmente. L'effet de l'augmentation de la teneur en saccharose ou en eau sur la limite du domaine de rhéodurcissement s'oppose donc à celui de l'augmentation de la teneur en huile de colza.

II.4. Conclusion

Plusieurs courbes des figures 97, 98 et 99 semblent indiquer que la viscosité apparente atteindraient une valeur limite aux déformations les plus élevées. Ce résultat pourrait indiquer l'existence d'un phénomène de rhéodestruction qui équilibrerait, au moins transitoirement, le rhéodurcissement qui domine le comportement de la pâte aux plus faibles déformations (figures 102, 103 et 104). Cependant, si ce phénomène est bien connu dans le cas des écoulements en cisaillement des pâtes de farine, il n'a jamais été observé, à notre connaissance, en régime élongationnel. Une autre hypothèse pourrait donc être, au moins dans le cas des pâtes contenant suffisamment de matière grasse : la disparition du caractère rhéodurcissant associée à un régime d'écoulement visqueux pur.

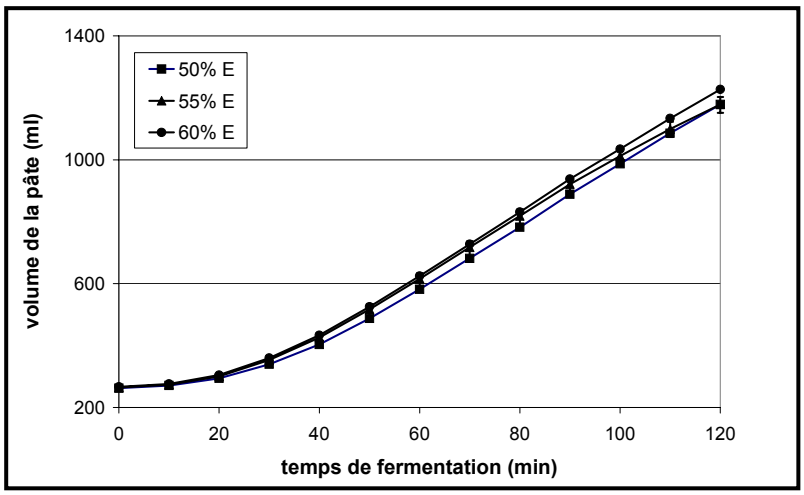


Figure 105 : Evolution du volume de la pâte en cours de fermentation au Rhéofermentomètre Chopin à 27°C pour les pâtes à différentes teneurs en eau (■) 50% ; (▲) 55% et (●) 60% et même teneur en saccharose (2%) et en huile de colza (10%) (MF).

Légende :

- Les écarts types sont calculés sur 5 essais.
- Le trait vertical à 90 min indique la fin de l'étape de fermentation dans le diagramme de fabrication.

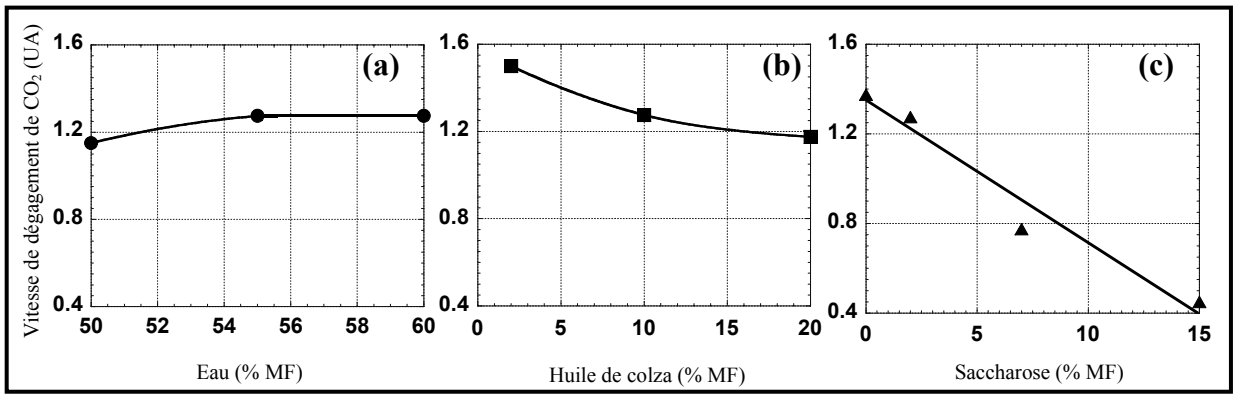


Figure 106 : Evolution de la vitesse initiale de dégagement du CO_2 (UA) au Rhéofermentomètre Chopin à 27°C en fonction de la (a) teneur en eau, (b) en huile de colza et (c) en saccharose.

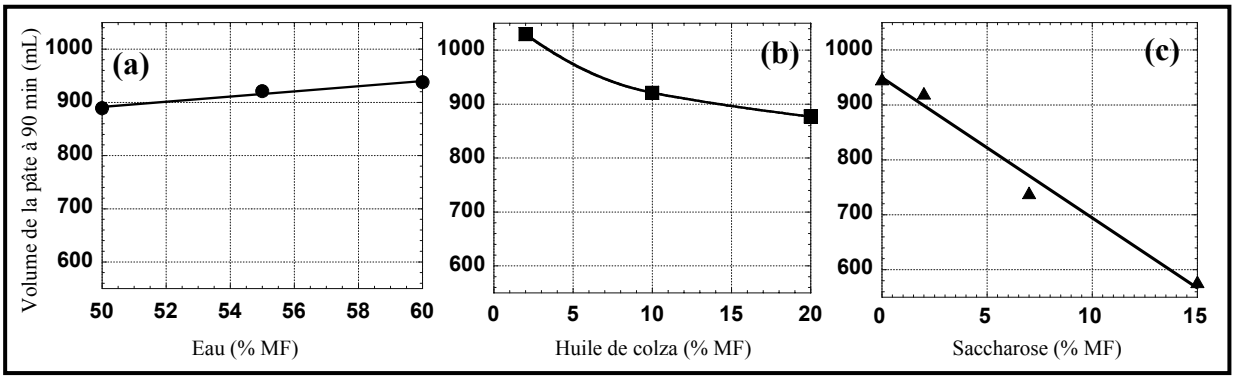


Figure 107 : Evolution du volume de la pâte au bout de 90 min de fermentation au Rhéofermentomètre Chopin à 27°C en fonction de la (a) teneur en eau, (b) en huile de colza et (c) en saccharose.

III. SUIVI DE LA FERMENTATION

III.1. Suivi du dégagement gazeux

Le suivi au rhéofermentomètre Chopin a permis de tracer l'évolution du volume des 8 échantillons décrits au tableau 12 au cours de l'étape de fermentation (figures 105, 108 et 109). Le dégagement de CO_2 est quasi-nul durant les 10 premières minutes (« temps de latence ») pour toutes les pâtes. Les différences de production de CO_2 entre les pâtes deviennent perceptibles au delà de ce temps de latence.

- **Effet de la teneur en eau sur l'évolution du volume de la pâte au cours de la fermentation**

  Les courbes d'évolution du volume des pâtes à différentes teneurs en eau restent très voisines tout au long de la fermentation (figure 105). Une légère augmentation de la vitesse de dégagement de CO_2 initiale est observée lorsque la teneur en eau augmente de 50 à 55% (MF). Elle passe de 1,15 à 1,28 (UA) (figure 106a). L'augmentation de la teneur en eau de la pâte entre 55 et 60 % (MF) n'influence pas la vitesse initiale de dégagement de CO_2. Le volume final atteint par les pâtes à différentes teneurs en eau augmente légèrement quand la teneur en eau augmente (figure 107a) ce qui est probablement lié à la baisse de la viscosité de la pâte sous l'effet plastifiant de l'eau. L'augmentation du caractère rhéofluidifiant lorsque la teneur en eau augmente pourrait être à l'origine de la petite augmentation de volume observée en fin de fermentation sur la figure 105.

- **Effet de la teneur en huile de colza sur l'évolution du volume de la pâte au cours de la fermentation**

  Les courbes d'évolution du volume des pâtes à différentes teneurs en huile de colza restent superposées sur les 20 premières minutes de fermentation (figure 108). La courbe relative à la pâte à la teneur en huile la plus faible (2% MF) se détache la première au bout d'environ 17 min de fermentation, puis au bout de 35 min celle de la pâte à teneur moyenne (10% MF). L'augmentation de la teneur en huile de 2 à 10% (MF) induit une baisse de la vitesse initiale de dégagement de CO_2 qui passe de 1,5 à 1,27 (UA) (figure 106b). La diminution de cette vitesse est réduite au delà puisqu'à 20% de teneur en huile (MF) elle est de l'ordre de 1,18 (UA). Il en est de même pour le volume de la pâte atteint en fin de fermentation : une importante différence (109 mL) est observée entre les pâtes à 2 et 10% (MF) d'huile de colza, qui se réduit à 44 mL entre les pâtes à 10 et 20% (MF) d'huile de colza (figure 107b).

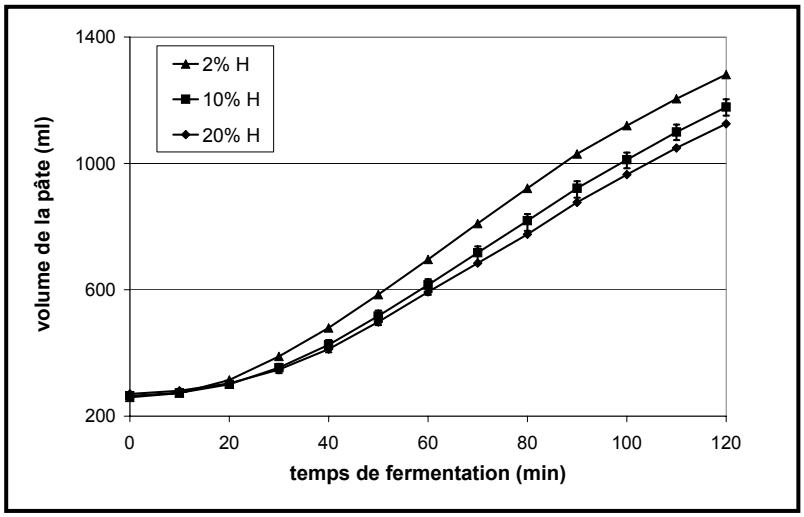


Figure 108 : Evolution du volume de la pâte en cours de fermentation au Rhéofermentomètre Chopin à 27°C pour les pâtes à différentes teneurs en huile de colza (▲) 2% ; (■) 10% et (♦) 20% et même teneur en eau (55%) et en saccharose (2%) (MF).

Légende :

- Les écarts types sont calculés sur 5 essais.
- Le trait vertical à 90 min indique la fin de l'étape de fermentation dans le diagramme de fabrication.

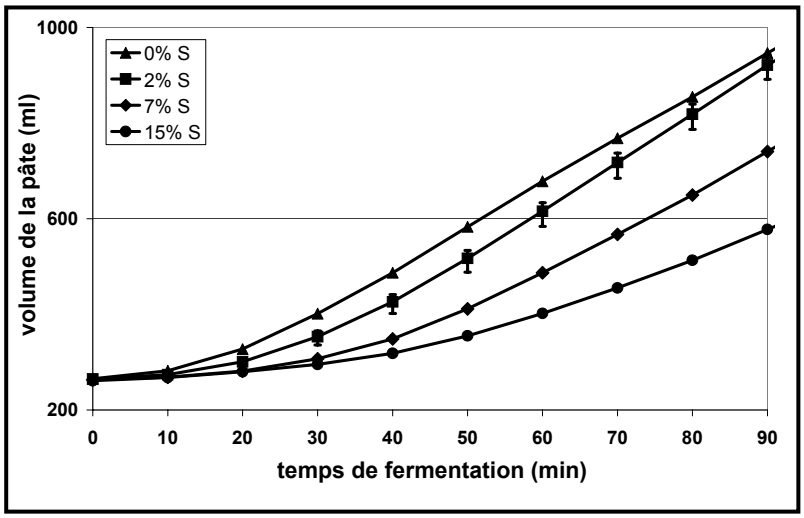


Figure 109 : Evolution du volume de la pâte en cours de fermentation au Rhéofermentomètre Chopin à 27°C pour les pâtes à différentes teneurs en saccharose (▲) 0% ; (■) 2% ; (♦) 7% et (●) 15% et même teneur en eau (55%) et en huile de colza (10%) (MF).

Légende :

- Les écarts types sont calculés sur 5 essais.
- Le trait vertical à 90 min indique la fin de l'étape de fermentation dans le diagramme de fabrication.

- **Effet de la teneur en saccharose sur l'évolution du volume de la pâte au cours de la fermentation**

  Le temps de latence pour le début de l'action de la levure est d'autant plus important que la teneur en saccharose augmente (figure 109). De 10 minutes pour les pâtes à faible teneur en saccharose (0 et 2 % MF), il passe à 15 et 20 minutes pour les pâtes à teneur plus élevée (7 et 15 %). A l'inverse, la vitesse initiale de dégagement de CO_2 diminue lorsque la teneur en saccharose augmente (figure 106c). Le volume de la pâte en fin de fermentation (90 min) diminue peu (26 mL) lorsque la teneur en saccharose est faible 2 % (MF) (figure 107c). La diminution s'accentue lorsque la teneur en saccharose augmente, pour atteindre 207 mL et 369 mL pour une addition de 7 et 15 % (MF) de saccharose respectivement. L'augmentation de la pression osmotique dans la pâte lorsque la teneur en saccharose augmente est vraisemblablement, au moins en partie, à l'origine de la diminution de la réactivité de la levure (augmentation du temps de latence, diminution de la vitesse de dégagement de CO_2 initiale) et explique la diminution du volume de la pâte en fin de fermentation.

La vitesse de dégagement de CO_2 initiale (Vit CO_2) et le volume de la pâte en fin de fermentation (Vol_{90}) sont choisis comme paramètres de caractérisation de la pâte au cours de l'étape de fermentation.

III.2. Evaluation de la déformation de la pâte

L'évolution de la déformation globale (cf. partie 2 ; chapitre 3 ; § I.3) au cours de la fermentation est du même type que celle suivie par le volume de la pâte (Annexe 2). Une diminution de la déformation globale est observée lorsque la teneur en saccharose ou en huile de colza augmente : plus la teneur en saccharose ou en huile de colza est importante, moins la pâte a été sollicitée. La déformation globale atteinte en fin de fermentation est de l'ordre de 1,25 pour des pâtes à des teneurs en eau comprises entre 50 et 60% (MF)

En conclusion, l'étape de fermentation est essentiellement affectée par les teneurs en saccharose et en huile de colza. Plus celles-ci sont élevées, plus le volume final est faible et moins la déformation globale induite est importante. Dans la gamme de teneur en eau entre 50 et 60%, l'effet de l'eau sur le volume de la pâte en fin de fermentation n'est pas visible.

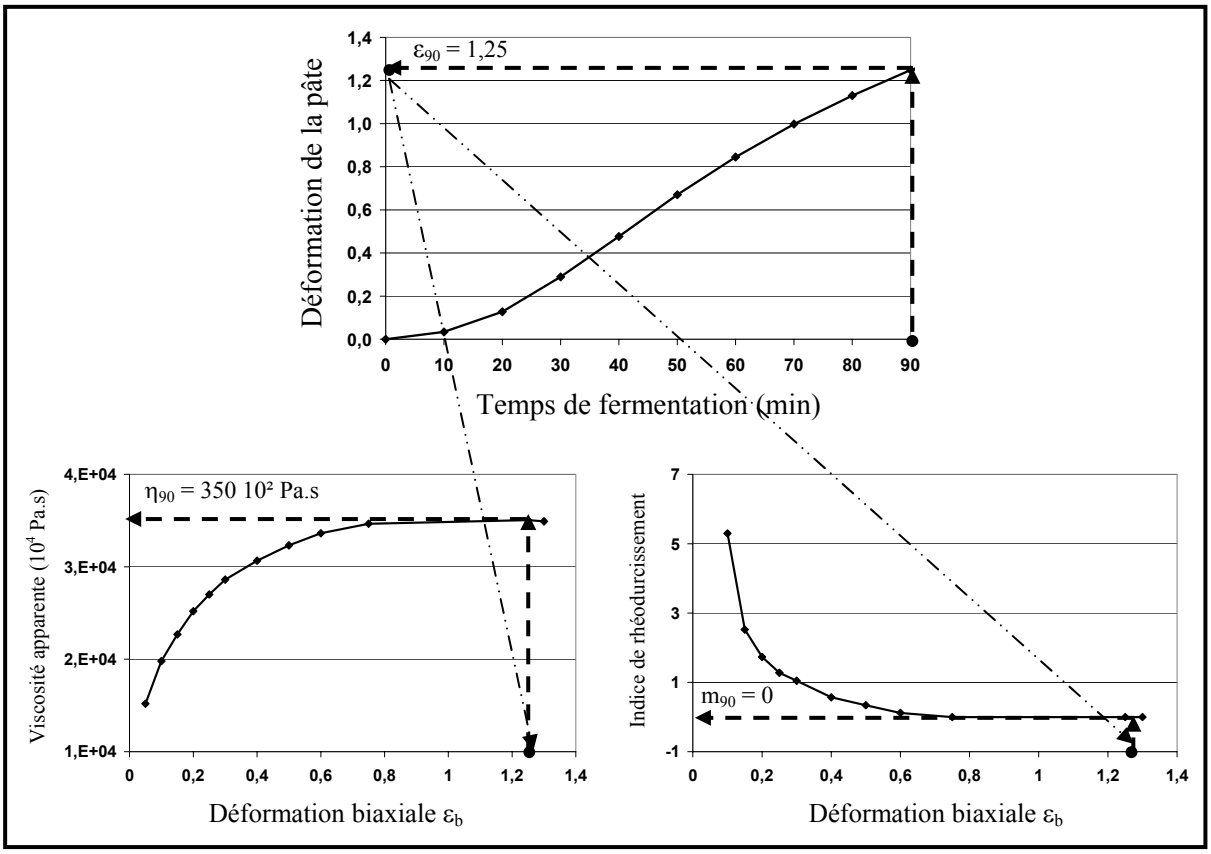


Figure 110 : Couplage des données issues du suivi de la pâte témoin (55% eau, 2% saccharose et 10% huile) en cours de fermentation par le Rhéofermentomètre Chopin et des essais de compression en conditions lubrifiées.

IV. DISCUSSION

Plusieurs paramètres caractérisant la pâte à la sortie du pétrissage et en cours ou en fin de fermentation sont déterminés à partir des méthodes présentées dans ce chapitre (pétrissage au Farinograph Brabender, Compression en Conditions Lubrifiées (CCL), suivi de la fermentation au Rhéofermentomètre Chopin (RC)) : C, n, η_i, m_i, ε_{lim}, pente m, Vit CO_2 et Vol_{90}. Ils sont résumés dans le tableau 15, où deux autres paramètres sont ajoutés. En effet, comme les niveaux de dégagement gazeux peuvent être très différents suivant les formules, par conséquent les pâtes sont également étirées différemment. Comme il a été observé lors des essais de compression, une différence de déformation a un impact sur la valeur de la viscosité et de l'indice de rhéodurcissement. Il est donc apparu intéressant de prendre en compte ces différences. Les valeurs de la viscosité et de l'indice de rhéodurcissement en fin de fermentation (respectivement η_{90} et m_{90}) sont déterminées par couplage des données issues du suivi de l'étape de fermentation par le Rhéofermentomètre Chopin et des essais de compression en conditions lubrifiées. A partir des premiers essais, il est possible de déterminer la déformation globale de la pâte en fin de fermentation. En reportant ces valeurs de déformation sur les courbes d'évolution de la viscosité et du caractère rhéodurcissant en fonction de la déformation (figure 110), il est possible de relever les valeurs de viscosité et d'indice de rhéodurcissement en tenant compte des déformations en fin de fermentation.

Tableau 15 : Paramètres de caractérisation de la pâte lors des deux premières étapes de fabrication (pétrissage et fermentation).

Méthode employée	**Paramètre de caractérisation**	**Notation**
Farinograph Brabender	Consistance Brabender de la pâte	C
Compression en conditions lubrifiées (CCL)	Indice de comportement de la pâte	n
	Viscosité de la pâte en début du test de compression	η_i
	Indice de rhéodurcissement en début du test	m_i
	Déformation au dessus de laquelle m > 2	ε_{lim}
	Pente à l'origine de la courbe $m = f(\varepsilon_b)$	pente m
Rhéofermentomètre Chopin (RC)	Vitesse initiale de dégagement du CO_2	Vit CO_2
	Volume de la pâte en fin de fermentation	Vol_{90}
Couplage de CCL et RC	Viscosité en fin de fermentation	η_{90}
	Indice de rhéodurcissement en fin de fermentation	m_{90}

Tableau 16 : Matrice de corrélations entre les paramètres de caractérisation du produit au cours des deux premières étapes de fabrication (pétrissage et fermentation) et les teneurs en eau, saccharose et huile de colza.

	E (MF)	S (MF)	H (MF)	C	n	ηi	η 90	mi	εlim	pente m	m 90	vit CO2	vol 90
E (MF)	1	0,057	-0,055	**-0,844**	-0,280	-0,177	0,430	0,236	0,643	-0,045	0,722	0,135	0,147
S (MF)	0,057	1	-0,001	-0,284	0,340	-0,219	0,220	0,093	0,416	0,066	0,664	**-0,856**	**-0,795**
H (MF)	-0,055	-0,001	1	-0,420	0,484	**-0,792**	**-0,861**	**-0,961**	-0,421	**0,972**	0,055	-0,392	-0,478
C	**-0,844**	-0,284	-0,420	1	-0,008	0,530	-0,026	0,210	-0,426	-0,439	**-0,778**	0,253	0,273
n	-0,280	0,340	0,484	-0,008	1	**-0,793**	-0,602	-0,521	-0,147	0,351	0,118	-0,733	**-0,780**
ηi	-0,177	-0,219	**-0,792**	0,530	**-0,793**	1	0,645	0,749	0,004	-0,704	-0,400	0,613	0,674
η 90	0,430	0,220	**-0,861**	-0,026	-0,602	0,645	1	**0,894**	0,744	**-0,760**	0,386	0,259	0,371
mi	0,236	0,093	**-0,961**	0,210	-0,521	0,749	**0,894**	1	0,459	**-0,941**	0,078	0,345	0,417
εlim	0,643	0,416	-0,421	-0,426	-0,147	0,004	0,744	0,459	1	-0,334	**0,808**	-0,157	-0,049
pente m	-0,045	0,066	**0,972**	-0,439	0,351	-0,704	**-0,760**	**-0,941**	-0,334	1	0,122	-0,391	-0,452
m 90	0,722	0,664	0,055	**-0,778**	0,118	-0,400	0,386	0,078	**0,808**	0,122	1	-0,506	-0,442
vit CO2	0,135	**-0,856**	-0,392	0,253	-0,733	0,613	0,259	0,345	-0,157	-0,391	-0,506	1	**0,989**
vol 90	0,147	**-0,795**	-0,478	0,273	**-0,780**	0,674	0,371	0,417	-0,049	-0,452	-0,442	**0,989**	1

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

Remarque : les essais de compression en conditions lubrifiées n'ont été menés que sur 7 des formules du tableau 12 à cause de la difficulté de la mise en forme des échantillons de la formule à forte teneur en saccharose (formule correspondant au produit E). Le calcul de la matrice de corrélation a été effectué sur la base des 7 autres formules testées.

La matrice de corrélation (Tableau 16) entre les paramètres de caractérisation de la pâte en sortie pétrissage et au cours de la fermentation (Tableau 15) et les teneurs en eau, saccharose et huile de colza exprimées par rapport à la farine met en évidence les corrélations suivantes :

- Une forte corrélation négative (-0,941) est obtenue entre la pente à l'origine de la courbe $m = f(\varepsilon_b)$ (pente m) et l'indice de rhéodurcissement en début du test (m_i) : plus la valeur de l'indice de rhéodurcissement est élevée au début du test, moins elle décroît vite. Nous avons choisi de retenir l'indice de rhéodurcissement au début du test (m_i) car il est souvent rapporté dans la littérature comme un indicateur du degré de résistance de la pâte vis-à-vis du phénomène de coalescence des bulles (Van Vliet *et al.*, 1992).

- Une forte corrélation positive (0,989) existe entre la vitesse de dégagement de CO_2 (vit CO_2) et le volume en fin de fermentation (Vol_{90}). Le but étant de mettre en évidence des corrélations entre les caractéristiques de la pâte aux différents stades de la fabrication du produit de cuisson et la structure alvéolaire du produit fini, le paramètre gardé est le volume de la pâte en fin de fermentation (Vol_{90}).

- L'indice de rhéodurcissement évalué en fin de fermentation (m_{90}) et la déformation limite du domaine de dominance de ce caractère rhéologique (ε_{lim}) sont corrélés positivement (0,895). Le choix s'est porté sur l'indice de rhéodurcissement en fin de fermentation car il pourrait être associé au degré de résistance de la pâte au phénomène de coalescence en début de cuisson.

Ces remarques permettent de sélectionner 7 paramètres caractérisant la pâte lors des deux premières étapes de fabrication peu ou pas corrélés entre eux : ***C, n,*** $\boldsymbol{\eta_i}$***,*** $\boldsymbol{m_i}$***, vol 90,*** $\boldsymbol{\eta_{90}}$ *et* $\boldsymbol{m_{90}}$.

Outre l'affinement du nombre de paramètres de caractérisation de la pâte, la matrice de corrélation permet de montrer l'influence des ingrédients sur ces derniers :

- La teneur en eau est corrélée négativement (-0,844) avec la consistance de la pâte en sortie pétrissage. Cette matrice de corrélations est calculée sur la base des échantillons du tableau 12, la teneur en eau varie dans ce cas dans une gamme réduite comprise entre 50 et 60% (MF). **Une faible augmentation de la teneur en eau diminue fortement la consistance de la pâte**.

- Les paramètres viscosité (η_i) et indice de rhéodurcissement (m_i) évalués au début du test de compression (faibles déformations) sont négativement corrélés à la teneur en huile de colza (respectivement -0,792 et -0,961). Aux fortes déformations (fin de la fermentation), la viscosité (η_{90}) continue à être négativement corrélée avec la teneur en huile (-0,861) et pas l'indice de rhéodurcissement (m_{90}). **La teneur en huile influence la viscosité de la pâte tout au long de l'étape de fermentation** : **plus la teneur en huile augmente, plus la viscosité est faible**. Cette influence pourrait être critique quant à la stabilité de la phase gazeuse vis-à-vis des phénomènes de crémage et d'agrégation (cf. partie 1 ; chapitre 2 ; § II.3).

- **L'augmentation de la teneur en saccharose est à l'origine de la baisse du rendement de l'étape de fermentation** : elle est négativement corrélée à la vitesse initiale de dégagement de CO_2 (Vol CO_2) et au volume final (Vol_{90}) atteint en fin de fermentation (respectivement -0,856 et -0,795). L'augmentation de la teneur en saccharose provoque une pression osmotique importante, diminuant les capacités fermentaires de la levure, malgré la présence d'une plus grande quantité de substrat.

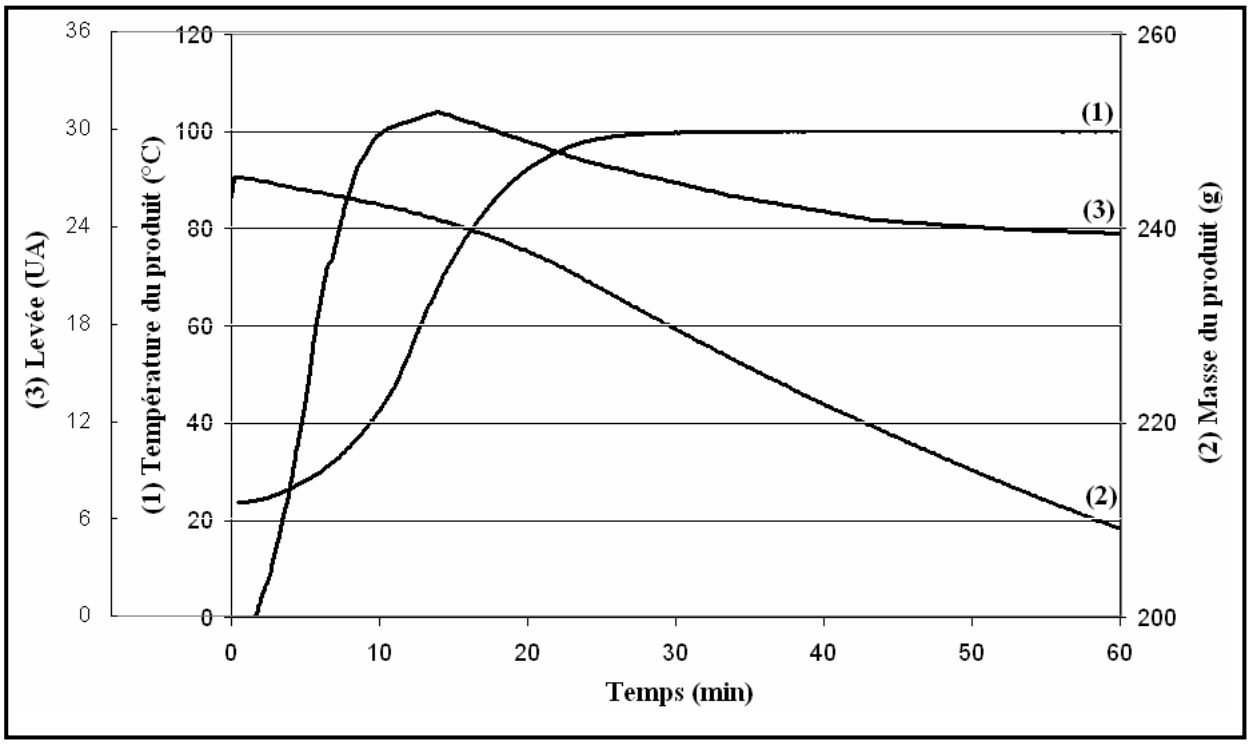


Figure 111 : Courbes d'évolution de la température (1), de la masse (2) et de levée (3) de la pâte témoin en cours de cuisson.

Chapitre 3 Evolution des propriétés de la pâte au cours de la cuisson

I. SUIVI DES CARACTERISTIQUES MACROSCOPIQUES DES PRODUITS PENDANT LA CUISSON

L'utilisation du four instrumenté décrit précédemment (cf. partie 2 ; chapitre 1 ; § II) a permis le suivi des caractéristiques macroscopiques au cours de la cuisson des produits définis dans le tableau 12. Le logiciel de supervision assure le suivi de l'évolution de la température et de la masse du produit en continu au cours de la cuisson. La comparaison visuelle de la série d'images du produit en cours de cuisson et, plus spécifiquement, le niveau atteint par la surface du produit, permet de définir une courbe de levée (en unités arbitraires). La figure 111 donne l'exemple d'évolution de la température (thermocouple placé à 2 cm du fond du moule), de la perte en eau et de la levée au cours de la cuisson de la pâte témoin (eau 55%, saccharose 2% et huile 10% (MF)).

- L'allure de la courbe d'évolution de la température au sein du produit (courbe 1, figure 111) est similaire à celles rapportés par Lostie et ses collaborateurs (2002 - figure 15) et obtenues, lors de la cuisson d'une génoise en moule, par des thermocouples positionnés à différentes hauteurs du fond du moule. Durant les 2 premières minutes de la cuisson, la température de la pâte est constante et égale à 25°C. Il s'agit probablement du temps nécessaire pour que l'échange thermique entre le four et l'intérieur de la pâte s'établisse. Ensuite, la courbe d'évolution de la température indique deux régimes. Une première phase d'augmentation rapide de température qui débute 3 min après l'enfournement du produit et se termine environ 27 min après. Une cinétique de chauffe maximale de 3°C/min est atteinte entre 10 et 20 min de cuisson. La courbe présente un point d'inflexion au bout de 12 min de cuisson vers 58°C. Ce point d'inflexion, traduisant un changement de régime énergétique, pourrait correspondre à une modification structurale du produit. De plus, cette température est proche de celle du début du phénomène de gélatinisation déterminée par AED et DMTA (54°C) dans cette étude et en littérature (par exemple Champenois *et al.*, 1995), qui est bien un phénomène à l'origine d'une modification structurale du produit.

La seconde phase de la courbe d'évolution de la température est caractérisée par un plateau de température à 100°C, correspondant à la température de vaporisation de l'eau, atteint au bout de 27 min de cuisson.

- La perte de masse (courbe N°2, figure 111) débute dés l'enfournement du produit et reste faible (0,3 g/min) pendant une dizaine de minutes. Avec un point d'inflexion vers 17 min, la vitesse de perte de masse augmente avec un maximum entre 20 et 38 min de cuisson de 0,87 g/min. A partir de ce stade et jusqu'à la fin de la cuisson, le produit perd de l'eau d'une manière constante avec une vitesse enregistrée de l'ordre de 0,63 g/min.

- Comme pour la courbe de perte en eau, la levée du produit débute dés l'enfournement du moule (courbe N°3, figure 111). Elle est probablement due à l'évaporation du dioxyde de carbone dissous dans la pâte depuis l'étape de fermentation et qui débute dès 30°C (Bloksma, 1986). Au début de la cuisson, la levée est rapide et malgré une déchirure à la surface du produit vers 6 min de cuisson, le produit atteint son maximum de d'expansion au bout de 13 minutes de cuisson. L'arrêt de la levée pour la pâte témoin (13 min de cuisson) coïncide avec une température de pâte de 60°C. Cette valeur est plus faible que celles avancées dans la littérature pour des produits type « pain de mie » : 80°C et 70°C respectivement par Moore et Hoseney (1985) et Bloksma (1990a). Mais les différences de compositions entre les trois études sont probablement à l'origine de ces différences de température. A partir de 13 min et jusqu'à 38 min de cuisson, un affaissement rapide est observé. La retombée du produit se poursuit ensuite jusqu'à la fin de la cuisson mais avec une cinétique plus faible.

On définit la levée et le gain par les rapports adimensionnels respectifs des hauteurs maximum et initiale du produit et des hauteurs finale et initiale du produit

$$\text{Levée} = \frac{h\max}{hi} \qquad \text{(eq 37)}$$

$$\text{gain} = \frac{hf}{hi} \qquad \text{(eq 38)}$$

Où h_{max} est la hauteur maximale du produit en cours de cuisson.
h_i est la hauteur du produit au début de l'étape de cuisson.
h_f est la hauteur du produit à la fin de l'étape de cuisson.

Les deux paramètres levée et gain sont retenus pour la caractérisation macroscopique de la cuisson lors de l'étude des corrélations.

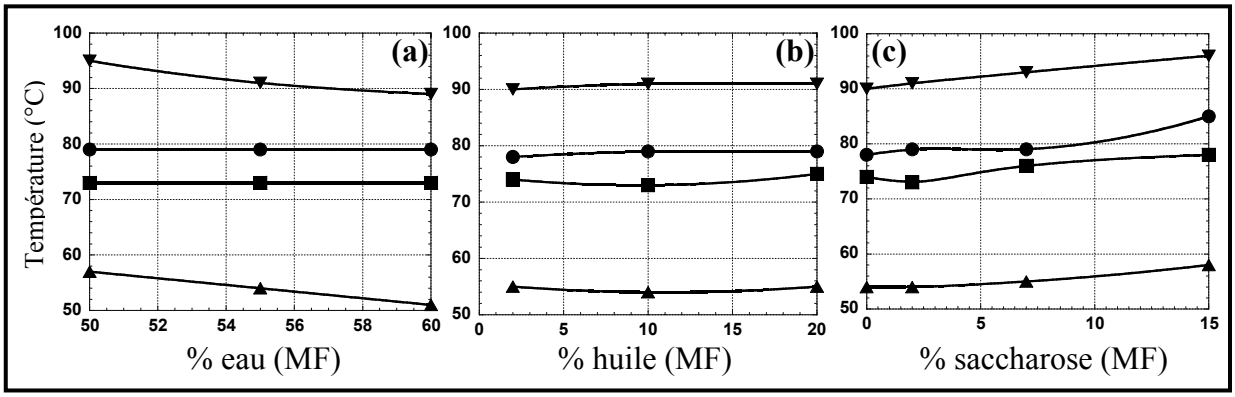


Figure 112 : Evolution des températures caractéristiques du phénomène de gélatinisation (T1 (▲), T2 (■), T3 (◆) et T4 (▼)) en fonction de la teneur en (a) eau (10% huile et 2% saccharose), (b) huile (55% eau et 2% saccharose) et (c) saccharose (55% eau et 10% huile).

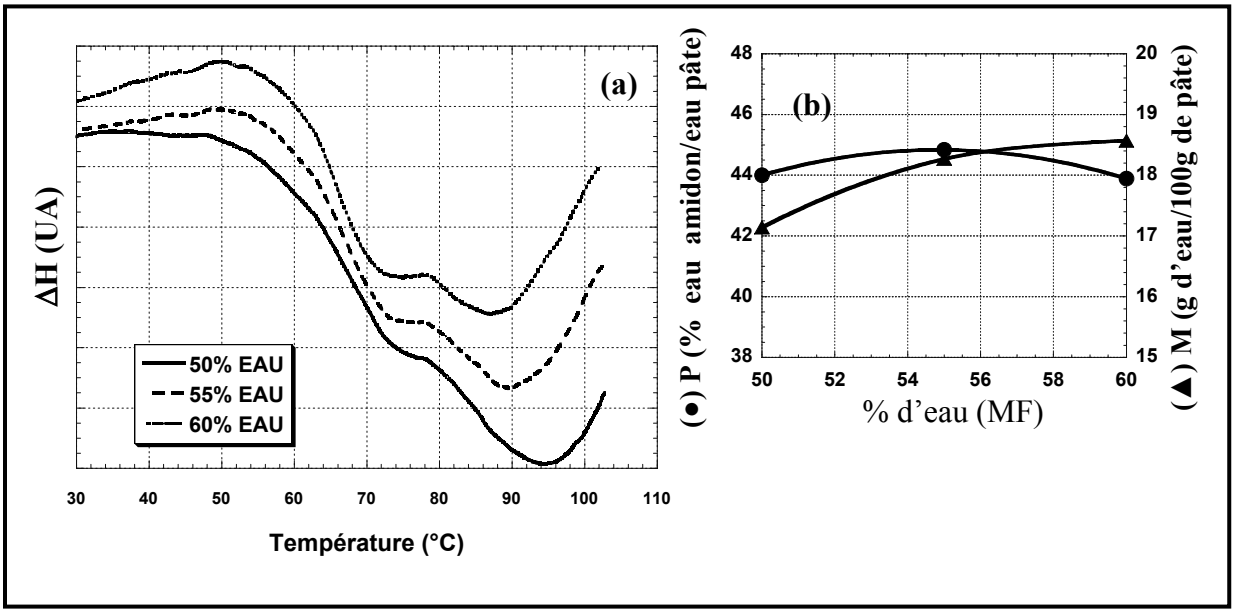


Figure 113 : Influence de la teneur en eau sur le phénomène de gélatinisation :

(a) Thermogrammes des pâtes à différentes teneurs en eau (——) 50% ; (– – –) 55% et (---) 60% (MF) et même teneur en saccharose (2% (MF)) et en huile de colza (10% (MF)). Cinétique de chauffe de 20 à 120°C à 4°C/min.

(b) Evolution, en fonction de la teneur en eau, du (●) pourcentage d'eau utilisé par l'amidon par rapport à l'eau totale disponible dans la pâte et (▲) de la masse d'eau utilisée par l'amidon pour 100g de pâte.

D'une manière générale, c'est les mêmes allures de courbes d'évolution de la température, de la perte d'eau et de levée qui sont obtenues pour les différentes formules testées (Tableau 12).

- La perte de masse d'eau en cours de la cuisson est similaire pour les différentes formules. Elle est de l'ordre de 33 ± 2 g en moyenne. Les faibles différences entre les teneurs en eau initiales des formules testées pourraient expliquer cette similarité de perte en masse.
- Quelques différences entre les courbes d'évolution de la température au sein du produit pour les pâtes aux différentes teneurs en huile et saccharose sont observées (Annexe 3) : plus la teneur en huile est faible, plus le début d'augmentation de la température est retardé et plus le plateau de 100°C est atteint tardivement. L'augmentation de la teneur en saccharose semble jouer aussi pour une augmentation rapide de la température de la pâte en début de cuisson. Le comportement contraire est observé à partir du point d'inflexion des courbes de température qui se situe entre 58 et 65°C selon les pâtes : plus la teneur en saccharose est importante, plus l'atteinte du plateau de 100°C est tardive.

Les vitesses d'augmentation de la température au sein des différentes pâtes lors de la première phase de cuisson sont très proches de celles observées pour la pâte témoin avec une vitesse moyenne de 4°C/min. Cette valeur de vitesse moyenne a été simulée en Analyse Enthalpique Différentielle et en Analyse Thermo-Mécanique Dynamique pour suivre les propriétés de la pâte au cours des transitions thermiques.

II. TRANSITIONS THERMIQUES

II.1. Analyse enthalpique différentielle

D'une manière générale, les thermogrammes des différentes pâtes ont la même allure pour toutes les formules étudiées. En revanche, les températures caractéristiques T_1, T_2, T_3 et T_4 (cf. partie 2 ; chapitre 2 ; § II.1.c) liées au phénomène de gélatinisation peuvent varier selon les formules (figures 112). Ces variations en fonction des teneurs en eau, huile et saccharose sont discutées ci-après :

- **Effet de la teneur en eau sur les températures de transition** (figures 112a et 113)

La superposition des thermogrammes des pâtes à différentes teneurs en eau (figure 113a) montre que la température de début de gélatinisation T_1 est décalée vers les températures plus élevées lorsque la teneur en eau diminue : 51°C pour 60% (MF), 54°C pour 55% (MF) et

57°C pour 50% (MF) en eau. Les températures T_2 (73°C) et T_3 (79°C) ne varient pas avec la teneur en eau. En revanche, la température du pic de fusion M_1 (T_4), se décale vers les températures plus élevées lorsque la teneur en eau diminue : 89, 91 et 95°C respectivement pour les pâtes à 60, 55 et 50% (MF) de teneur en eau. Ce dernier résultat est complètement cohérent avec les résultats décrits dans la littérature (Champenois *et al.* (1995 - cf. partie 1 ; chapitre 2 ; §III.2.a).

La fraction volumique ν définie par la relation :

$$\nu = \frac{V_{eau}}{V_{eau} + V_{amidon}} \qquad \text{(eq 39)}$$

où V_{eau} est le volume d'eau utilisé par la fusion (pic M_1) de 100g d'amidon

V_{amidon} est le volume d'amidon

La valeur de ν peut être évaluée en utilisant l'équation de Flory, à partir des valeurs de T_4 et de la droite 1/T (K) = f(ν) représentée dans la figure 22 (cf. partie 1 ; chapitre 2 ; § III.2.a). Le volume d'eau utilisé par l'amidon (V_{eau} en cm^3) est ensuite facilement accessible par la relation tirée de l'équation 39 :

$$\text{Veau} = \frac{(\upsilon * (\frac{M_{amidon}}{D_{amidon}})}{(1-\upsilon)} \qquad \text{(eq 40)}$$

Où M_{amidon} est la masse d'amidon dans 100 g de pâte

D_{amidon} est la densité de l'amidon est prise égale à 1,45.

La densité de l'eau étant égale à 1, la masse d'eau (M_{eau}) utilisée pour la fusion de l'amidon dans 100 g de pâte est déduite très simplement ($M_{eau} = V_{eau}$). Le pourcentage d'eau (P) ainsi utilisée par l'amidon par rapport à l'eau présente dans la pâte ($M_{eau\ totale\ dans\ la\ pâte}$, en % P/P) est également calculé :

$$\text{P} = \frac{M_{eau}}{M_{eau.totale.dans.la.pâte}} \qquad \text{(eq 41)}$$

La figure 113b retrace les évolutions respectives de M et P en fonction de la teneur en eau de la pâte (MF). De 50 à 60% en eau (MF), la masse d'eau utilisée par l'amidon pour 100 g de pâte augmente : les grains d'amidon disposant d'une plus grande quantité d'eau dans la pâte,

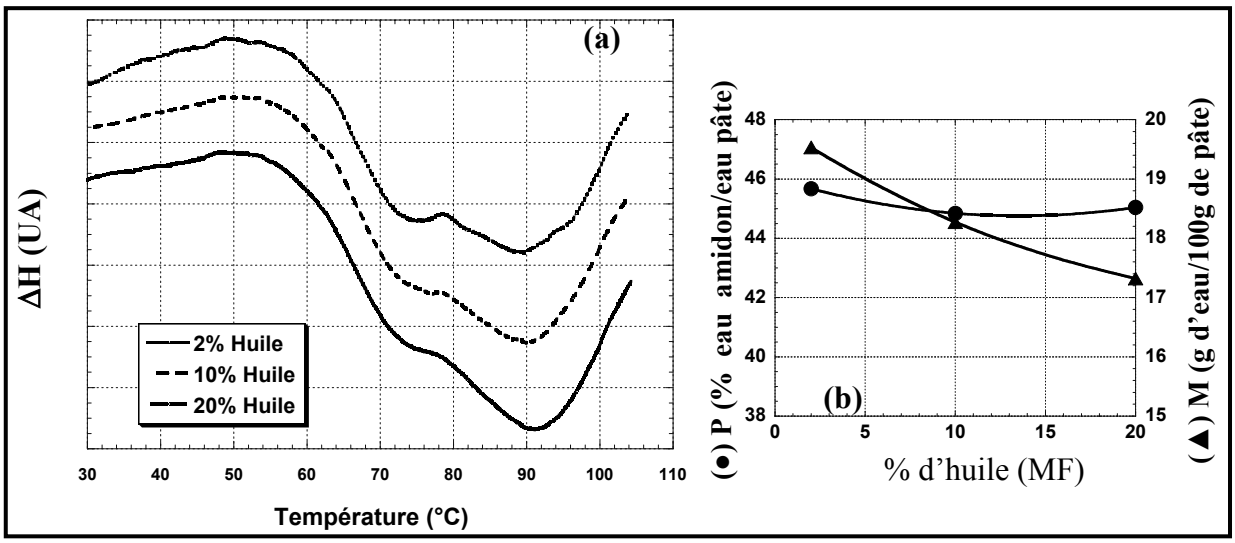


Figure 114 : Influence de la teneur en huile sur le phénomène de gélatinisation :

(a) Thermogrammes des pâtes à différentes teneurs en huile de colza (——) 2% ; (– – –) 10% et (---) 20% (MF) et même teneur en eau (55% (MF)) et en saccharose (2% (MF)). Cinétique de chauffe de 20 à 120°C à 4°C/min.

(b) Evolution, en fonction de la teneur en huile, du (●) pourcentage d'eau utilisé par l'amidon par rapport à l'eau totale disponible dans la pâte et (▲) de la masse d'eau utilisée par l'amidon pour 100g de pâte.

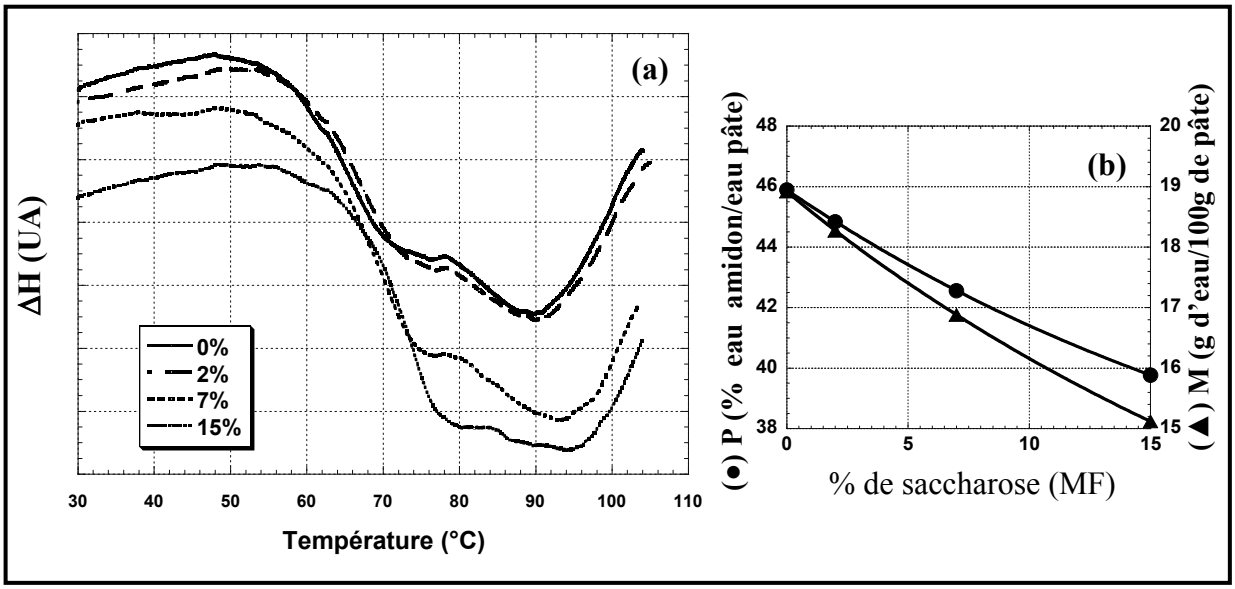


Figure 115 : Influence de la teneur en saccharose sur le phénomène de gélatinisation :

(a) Thermogrammes des pâtes à différentes teneurs en saccharose (——) 0% ; (— —) 2% ; (– – –) 7% et (---) 15% (MF) et même teneur en eau (55% (MF)) et en huile de colza (10% (MF)). Cinétique de chauffe de 20 à 120°C à 4°C/min.

(b) Evolution, en fonction de la teneur en saccharose, du (●) pourcentage d'eau utilisé par l'amidon par rapport à l'eau totale disponible dans la pâte et (▲) de la masse d'eau utilisée par l'amidon pour 100g de pâte.

en utilisent plus pour gonfler et gélatiniser. L'évolution du pourcentage d'eau (P) utilisée par l'amidon par rapport à l'eau totale de la pâte est faible. Il existe un maximum pour la teneur en eau de 55% (MF), qui, s'il est interprétable, signifierait qu'au delà d'une certaine quantité d'eau dans la pâte, la répartition de l'eau entre l'eau et les autres composants de l'amidon est modifiée. Les observations en microscopie confocale montrent que plus la teneur en eau augmente, plus les protéines du réseau gluténique semblent agrégées en fibres épaisses (figure 90). Cette augmentation de l'épaisseur des fibres avec l'augmentation de la teneur en eau pourrait être due à une absorption d'eau plus importante par les protéines du réseau de gluten et expliquer la diminution du pourcentage d'eau utilisé pour le phénomène de gélatinisation. Pour vérifier cette hypothèse, il faudrait néanmoins tester une pâte contenant 62 ou 63 % d'eau (MF) afin de voir si la tendance à la baisse de P au delà de 55% d'eau (MF) se confirme.

- **Effet de la teneur en huile de colza sur les températures de transition** (figures 112b et 114)

D'une manière générale, les températures caractéristiques évoluent peu lorsque la teneur en huile augmente (figures 112b et 113a) : T_1 ~ 54 - 55°C ; T_2 ~ 73 - 75°C, T_3 ~ 79°C et T_4 ~ 90 - 91°C. Néanmoins, du fait des petites variations dans les formules, la masse d'eau (M) utilisée par l'amidon (/ 100 g de pâte) lors du phénomène de gélatinisation, selon l'équation de Flory, diminue lorsque la teneur en huile de la pâte augmente passant de 19,5% à 17,3% (p/p) (figure 113b). Le pourcentage d'eau utilisé par rapport à l'eau présente dans la pâte diminue également légèrement entre 2 et 10% d'huile puis demeure constant. Lorsque la teneur en huile augmente, l'amidon a plus de mal à utiliser l'eau présente dans la pâte. Les observations en microscopie confocale montrent que plus la teneur en huile augmente, plus elle se répartie sous forme de gouttelettes de plus grande taille, formant parfois des amas autour des grains d'amidon (figure 92). L'huile couvre donc plus de surface des grains d'amidon et pourrait ainsi jouer le rôle d'une barrière contre la pénétration de l'eau pour le phénomène de gélatinisation.

- **Effet de la teneur en saccharose sur les températures de transition** (figures 112c et 115)

Les thermogrammes des pâtes à différentes teneurs en saccharose (figure 115a) révèlent d'importantes évolutions en fonction de la teneur en saccharose. La température du début du phénomène de gélatinisation T_1 est la même (~ 54-55°C) pour les pâtes à 0 et 2 et 7% (MF),

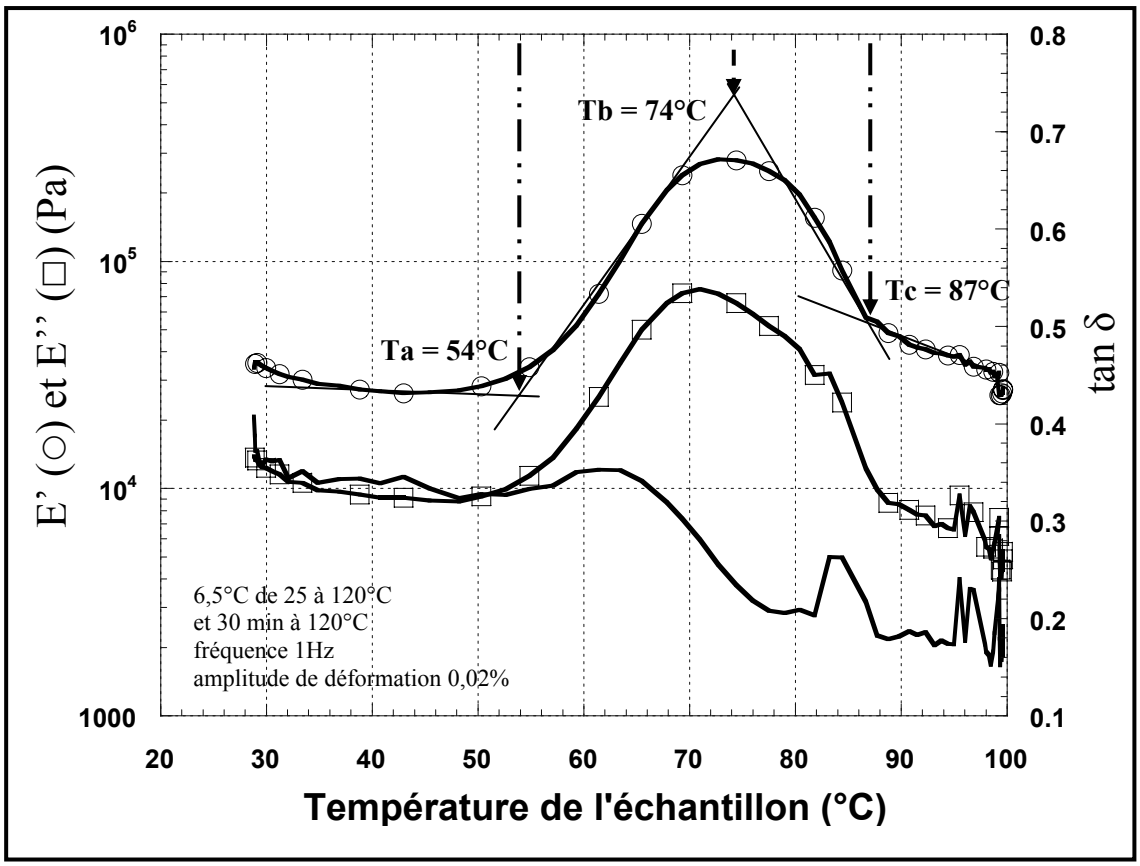


Figure 116 : Evolution de E' (○) ; E'' (□) et tan δ (—) de la pâte témoin (55% eau, 2% saccharose et 10% huile MF) (cinétique de chauffe de 25 à 120°C à 6,5°C/min et 30 min à 120°C ; fréquence 1Hz, amplitude de déformation 0,02%).

mais augmente légèrement (58°C) pour la pâte à la plus forte teneur en saccharose (15% MF). La température T_2 se décale d'environ 3°C en passant de 2 à 7% de saccharose et encore de 2°C en passant de 7 à 15% de saccharose. Il n'y a pas de différence quant à T_3 (78 - 79°C) pour les pâtes à 0, 2 et 7% (MF) de saccharose. En revanche, pour la pâte à 15% (MF) en saccharose, T_3 est égale à 85°C. La température du pic M_1 (T_4) se décale vers les températures plus élevées quand la teneur en saccharose augmente : 90-91°C pour 0 et 2% (MF), 93°C pour 7% (MF) et 96°C pour 15% (MF). Les différentes pâtes testées sont à même teneur en eau, mais, la masse d'eau (M) utilisée pour la fusion de l'amidon ainsi que le pourcentage d'eau (P) utilisé par rapport à l'eau disponible dans la pâte diminuent lorsque la teneur en saccharose augmente (Figure 115b). Cette diminution pourrait être expliquée par le fait que le saccharose est fortement hygroscopique : plus la teneur du milieu en saccharose augmente, plus il absorbera de l'eau et moins il y'en aura de disponible pour la gélatinisation de l'amidon. La répartition de l'eau entre les différents constituants de la pâte est donc modifiée par la teneur en saccharose.

En conclusion, les variations des teneurs des trois composants étudiés (eau, huile et saccharose) ont des effets différents sur la quantité d'eau utilisée par l'amidon pour le phénomène de gélatinisation et sur la répartition de celui-ci entre l'amidon et les autres constituants de la pâte :

- *Plus la teneur en eau augmente, plus la quantité d'eau utilisée par l'amidon pour la gélatinisation augmente sans changement majeur de la répartition de l'eau entre les différents constituants de la pâte.*
- *Plus la teneur en huile de colza augmente, plus la quantité d'eau utilisée par l'amidon diminue. Pas de modification majeure observée concernant la répartition de l'eau entre les différents composants de la pâte.*
- *Plus la teneur en saccharose augmente plus la quantité d'eau utilisée par l'amidon diminue. De plus, un changement important de la répartition de l'eau entre les différents constituants de la pâte est noté.*

II.2. Analyse thermo-mécanique dynamique

Un exemple d'évolution des propriétés viscoélastiques obtenu pour la pâte témoin (eau 55% (MF), saccharose 2% (MF) et huile de colza 10% (MF)) est donné en fonction de la température au sein de l'échantillon sur la figure 116. Trois températures caractéristiques peuvent être définies, elles sont notées T_a, T_b et T_c :

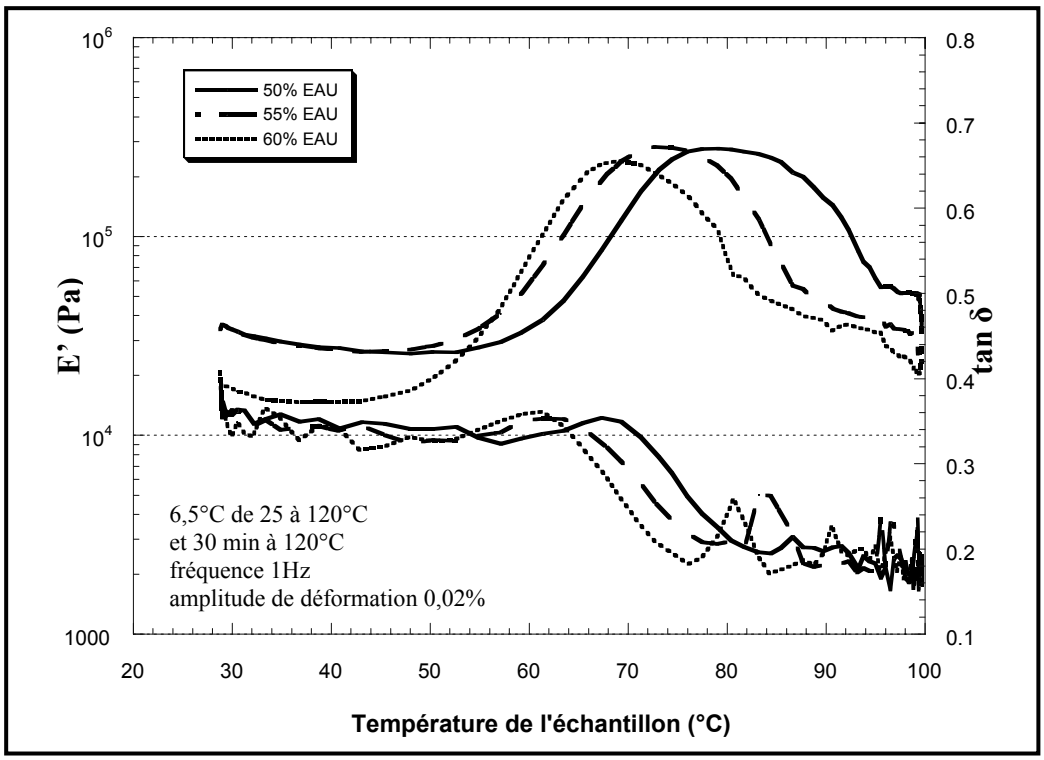


Figure 117 : Evolution du module E' et tan δ des pâtes à différentes teneurs en eau (——) 50% ; (– – –) 55% et (---) 60% (MF) et même teneur en saccharose 2% MF et huile 10% MF).

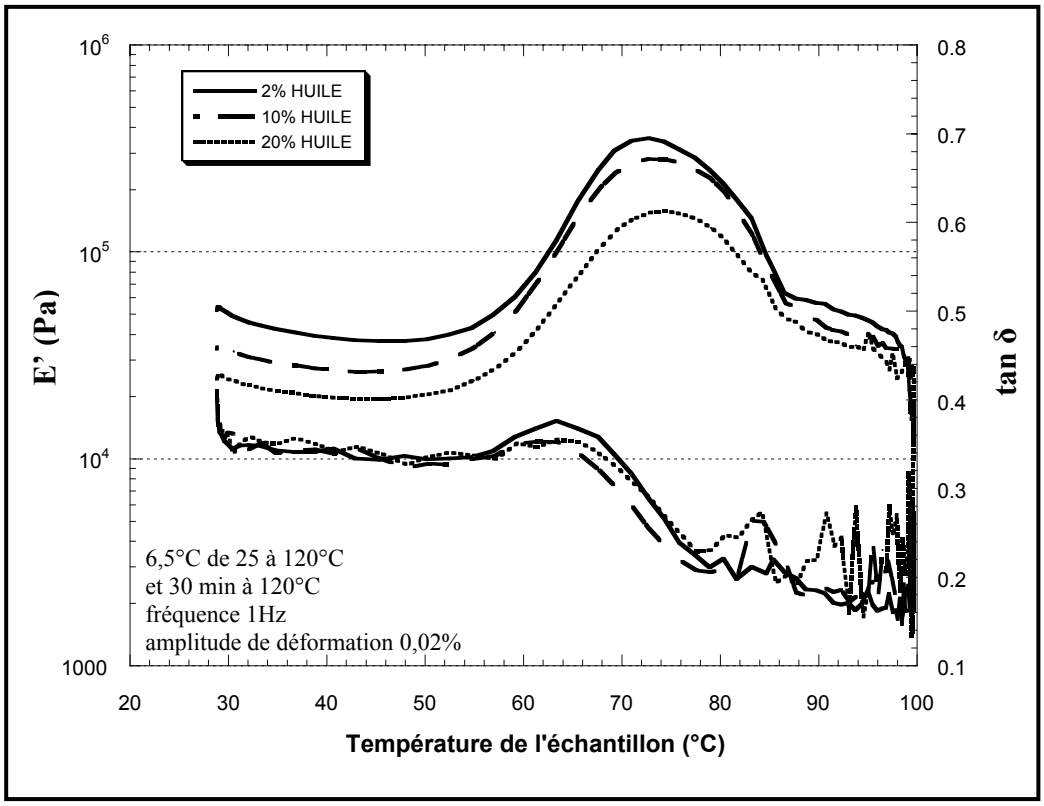


Figure 118 : Evolution du module E' et tan δ des pâtes à différentes teneurs en huile (——) 2% ; (– – –) 10% et (---) 20% (MF) et à même teneur en eau 55% MF et saccharose 2% MF).

- Au début du chauffage, jusqu'à T_a, les modules E' et E'' diminuent légèrement. L'augmentation de l'agitation thermique au sein de l'échantillon est probablement à l'origine de ce phénomène.
- A partir de T_a (= 54°C dans l'exemple de la figure 116), l'augmentation rapide des modules est due probablement au phénomène de gélatinisation et/ou de thermo-coagulation des protéines. Cette interprétation est étayée par les données de la littérature concernant l'amidon et le gluten. Le viscogramme Brabender (figure 20 ; Eliasson et Larsson, 1993) révèle également une augmentation de la viscosité de suspensions d'amidon dans un domaine de température similaire. Le gonflement progressif des grains d'amidon participerait à l'augmentation des modules jusqu'au pic de gélatinisation (Rolée et Le Meste, 1997). Le suivi des propriétés viscoélastiques du gluten hydraté montre aussi le même type d'évolution dans cette gamme de température (figure 35 - Rouillé, 2003). Selon les auteurs, la thermocoagulation des protéines participerait également à la rigidification de la matrice induisant ainsi l'augmentation de E' et E''.
- A partir de T_b (=74°C dans l'exemple de la figure 116), un changement d'évolution des modules est observé : E' et E'' après un maximum en T_b commencent à diminuer. Cette évolution pourrait révéler un comportement viscoélastique essentiellement gouverné par le gonflement des grains d'amidon dans un premier temps puis par la solubilisation des macromolécules, notamment de l'amylose, dans un second temps. La diminution de tanδ observée dans la même plage de température traduirait l'augmentation de la structuration du milieu par la solubilisation de l'amylose (Rolée et Le Meste, 1997).
- A partir de T_c (= 87°C dans l'exemple de la figure 116), la diminution des modules E' et E'' lorsque la température augmente ralentie. Il est à noter que cette diminution continue des modules E' et E'' confirme le fait que l'échantillon reste à l'état de mie. En effet, si une croûte s'était formée au cours du chauffage, les modules auraient vraisemblablement augmenté.

Pour la suite du document et par souci de clarté, nous avons choisi de ne représenter que l'évolution de tanδ et du module E', l'évolution du module E'' n'apportant aucune information supplémentaire.

Les courbes des différentes pâtes testées ont la même allure que celles décrites pour la pâte témoin (figure 116). Seules les températures caractéristiques, T_a, T_b et T_c, sont susceptibles de se déplacer en fonction de la composition.

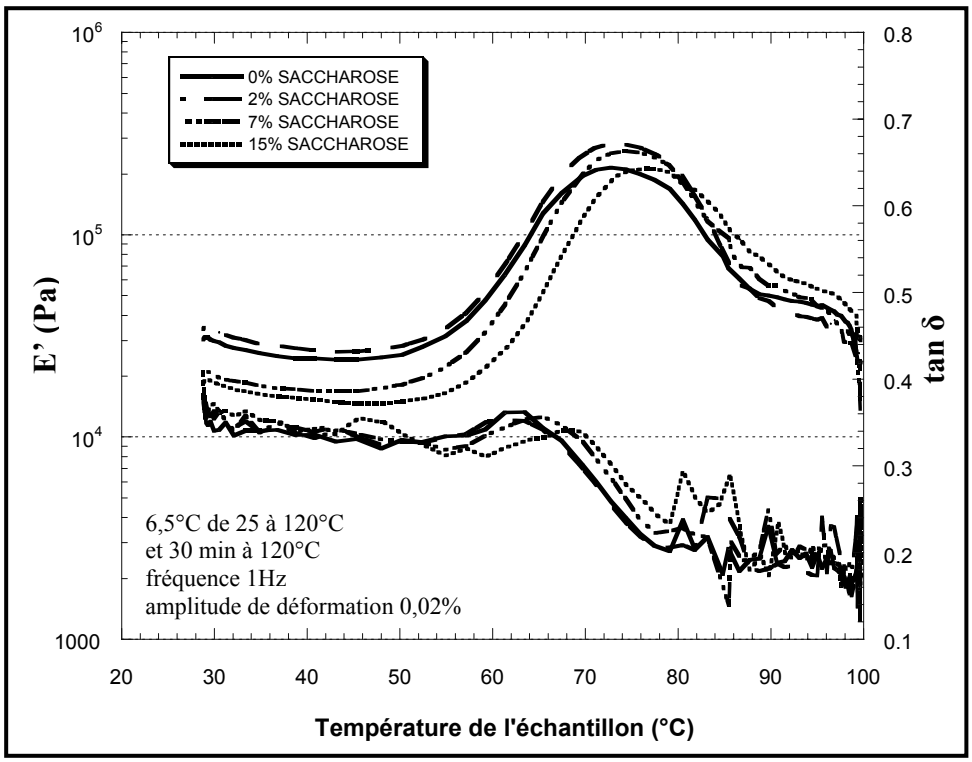


Figure 119 : Evolution de E' et tan δ des pâtes à différentes teneurs en saccharose (——) 0% ; (— —) 2% ; (– – –) 7% et (----) 15% (MF) et à même teneur en eau 55% MF et en huile 10% MF).

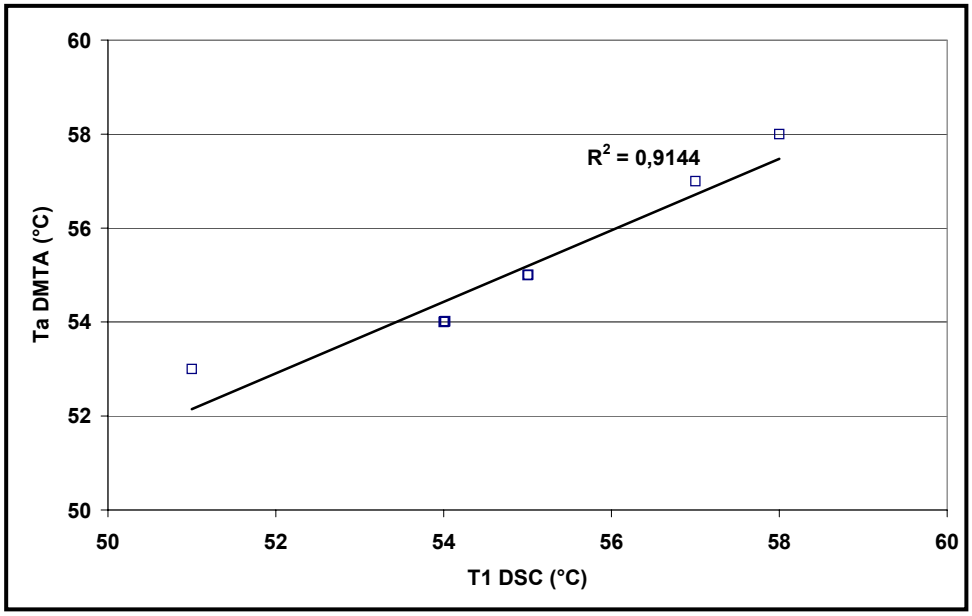


Figure 120 : Corrélogramme entre la température du début d'augmentation du module E' suivi par DMTA (Ta) et la température du début du phénomène de gélatinisation déterminé par AED (T1)

- **Effet de la teneur en eau sur l'évolution des propriétés viscoélastiques**

La figure 117 affiche un décalage des courbes d'évolution du module E' vers les faibles températures lorsque la teneur en eau augmente : T_a, T_b et T_c diminuent continûment entre 50 et 60% de teneur en eau (MF). Ce résultat est complètement cohérent avec les résultats de l'AED : le domaine de transition thermique se décale vers les températures plus faibles lorsque la teneur en eau augmente.

- **Effet de la teneur en huile sur l'évolution des propriétés viscoélastiques**

L'augmentation de la teneur en huile de 2 à 20% (MF) induit une « translation » verticale des courbes vers des niveaux de E' plus faibles sans que l'amplitude du pic soit modifiée. En revanche, les températures caractéristiques restent quasiment constantes (figure 118) : T_a ~ 54 – 55°C, T_b ~ 73 - 75°C et T_c ~ 87°C. Le rôle de l'huile se limiterait à la lubrification du milieu sans influencer les températures et l'intensité des transitions thermiques.

- **Effet de la teneur en saccharose sur l'évolution des propriétés viscoélastiques**

Les courbes sont décalées vers les hautes températures quand la teneur en saccharose augmente (figure 119). T_a situé vers 55°C pour les pâtes aux teneurs en saccharose de 0, 2 et 7% (MF) augmente à 58°C pour la pâte à 15% en saccharose. La température du pic T_b (74°C) identique pour les pâtes à 0 et 2% (MF) en saccharose augmente légèrement pour la pâte à 7% (75°C) et plus nettement pour celle à 15% (78°C) en saccharose. T_c (87°C) ne varie pas pour les pâtes aux différentes teneurs testées. Ces données concordent avec les données de la littérature des essais de suivi de la viscosité de suspensions d'amidon additionnées de saccharose. La valeur de viscosité maximum atteinte augmente jusqu'à ce que la teneur en saccharose atteigne 16% (100 mL d'eau) (D'Appolonia, 1972). Les valeurs de nos essais se situent au dessous de ce seuil. La température du pic de viscosité est aussi décalée vers les hautes températures lorsque la teneur en saccharose augmente, comme c'est le cas pour le module E'. De plus, les essais en DMTA et en AED concordent sur le décalage des phénomènes de transition vers les hautes températures avec l'augmentation de la teneur en saccharose : les températures du début d'augmentation du module E' (T_a) concordent avec les températures du début du phénomène de gélatinisation (T_1) pour l'ensemble des concentrations en saccharose testées.

La température du début d'augmentation du module E' mesurée par DMTA (T_a) a été reportée sur la figure 120 en fonction de la température du début du phénomène de gélatinisation déterminé en AED (T_1). On obtient une corrélation linéaire de T_a avec T_1. Des

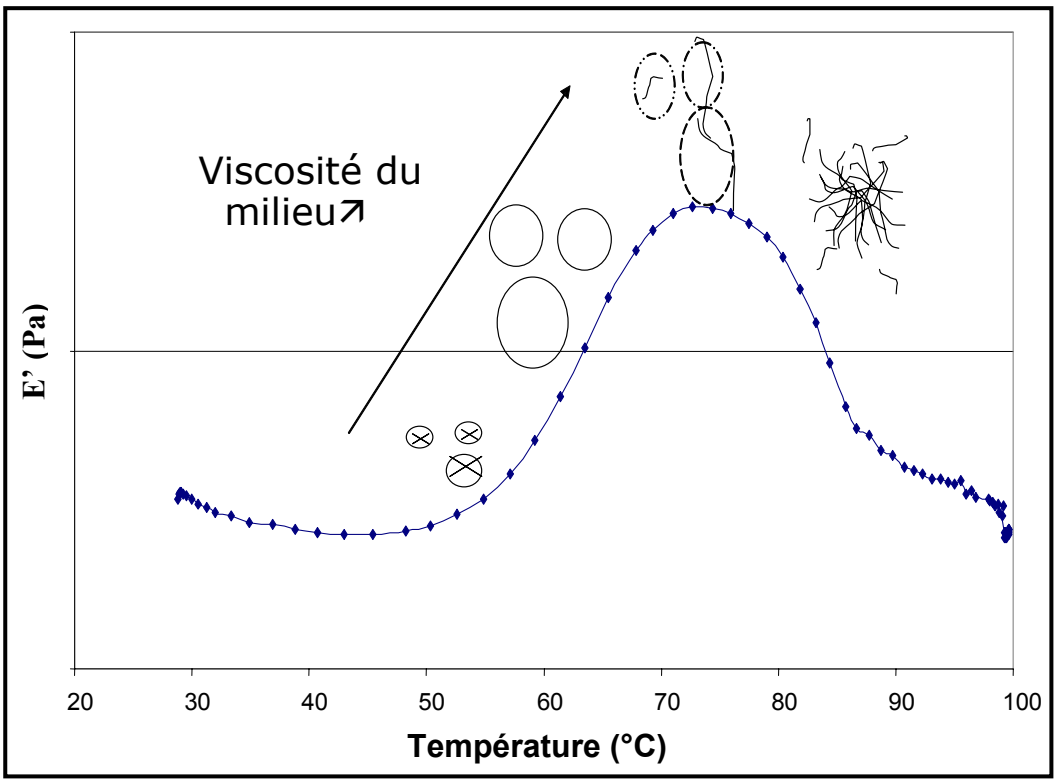


Figure 121 : Schéma hypothétique de l'influence du phénomène de gélatinisation et plus spécifiquement le comportement des grains d'amidon sur l'évolution des propriétés viscoélastiques de la pâte au cours de son chauffage.

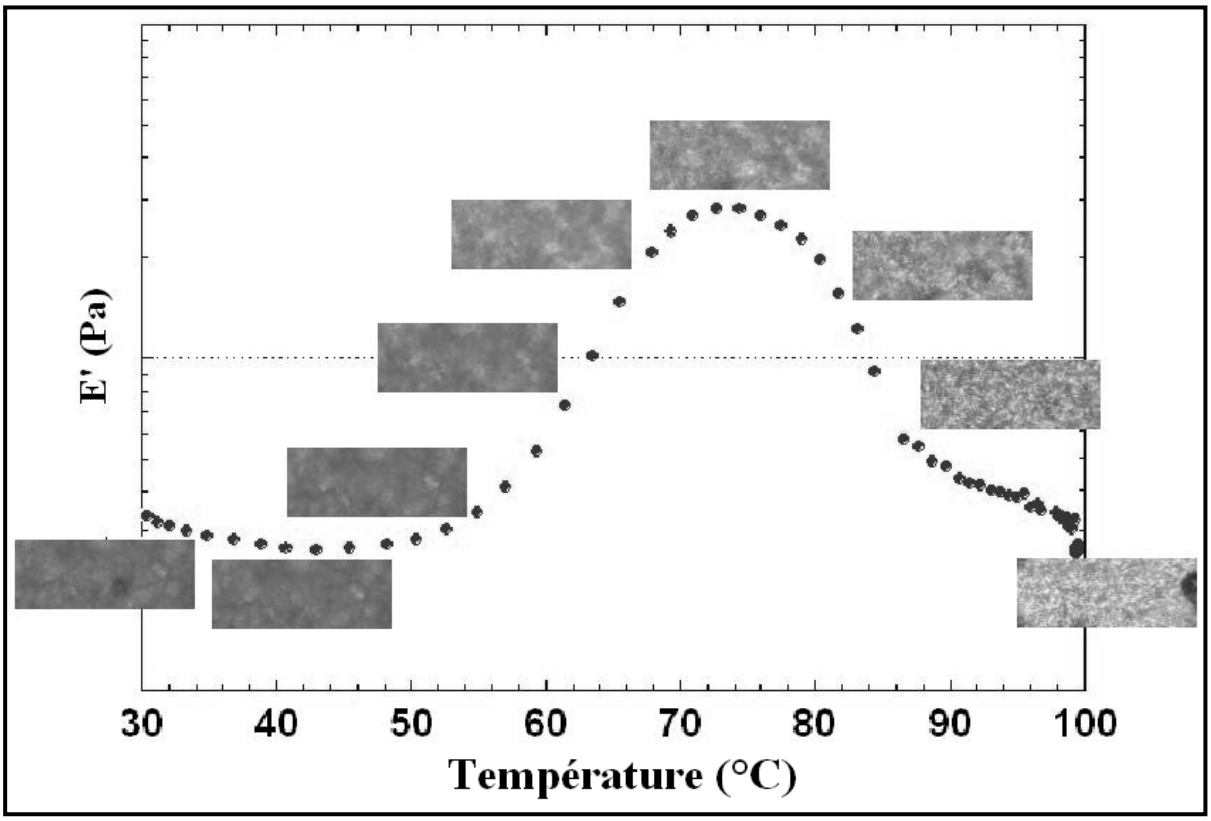


Figure 122 : Images obtenues par thermo-microscopie reportées sur la courbe d'évolution du module E' de la pâte témoin.

corrélations avec les températures (T_2, T_3 et T_4) déterminées par AED et (T_b et T_c) par DMTA sont plus difficiles à établir. Il est vraisemblable que l'analyse thermomécanique est plus sensible aux phénomènes de thermocoagulation des protéines que la calorimétrie. Toutefois il est difficile d'identifier séparément l'effet de la gélatinisation de l'amidon et celui de la thermocoagulation des protéines, les deux se produisant dans la même gamme de température. L'évolution du module E' est, néanmoins, largement lié au phénomène de gélatinisation dont le mécanisme est décrit sur la figure 121 : le début d'augmentation du module E' à partir de T_a pourrait correspondre au début du gonflement des grains d'amidon. Au fur et à mesure que le volume des grains augmente et que l'espace entre ces derniers diminue, l'augmentation du module E' se poursuit. La solubilisation progressive des macromolécules accompagnée d'une destruction partielle des grains participerait à la chute du module, à partir de T_b. Le suivi de la microstructure de la pâte par thermo-microscopie (figure 122) permet d'appuyer ce schéma. Au début, les grains d'amidon apparaissent agrégés mais avec des contours identifiables. Ces derniers restent visibles jusqu'à une température de 55°C. Température à laquelle, ils commencent à disparaître progressivement au fur et à mesure que les grains d'amidon augmentent de volume. Pour une pâte donnée, la température de disparition totale des contours est très voisine de T_b obtenue par DMTA. Au delà de cette température, un changement de microstructure s'opère avec l'apparition de « petites tâches » blanches irrégulières. Ce changement d'organisation microstructurale se poursuit jusqu'à 100°C.

III. DISCUSSION

Un nombre de paramètres important est déterminé à partir des méthodes de caractérisation de l'étape de cuisson (Tableau 17) :

Tableau 17 : Paramètres de caractérisation de la pâte au cours de l'étape de cuisson

Méthode employée	**Paramètre de caractérisation**	**Notation**
AED	Les températures caractéristiques	T_1, T_2 et T_4 *
DMTA	Les températures caractéristiques La caractérisation du pic	T_a, T_b et T_c E' T_b et tanδ T_b
Essais de cuisson	Hauteur maximale / hauteur initiale Hauteur finale / hauteur initiale	levée gain

* La température T3 n'est pas considérée car elle est constante (79°C) pour tous les échantillons pris en compte lors du calcul de la matrice de corrélations.

A nouveau, les corrélations sont recherchées afin d'éliminer les paramètres interdépendants. La matrice de corrélations entre les paramètres de caractérisation de l'étape de cuisson (Tableau 17) et les teneurs en eau, saccharose et huile de colza exprimées par rapport à la farine, est donnée dans le tableau 18 et montre que :

- Les températures T_a, T_b et T_c déterminées par DMTA sont positivement corrélés entre elles et avec la température T_1 déterminée par AED. Il est possible d'en garder une seule d'entre elles pour la suite de l'étud. T_a est choisie car elle affiche les meilleurs coefficients de corrélations avec les 3 autres températures (0,939 ; 0,810 et 0,959 respectivement avec T_b, T_c et T_1).

- Le paramètre gain est négativement corrélé avec tanδ (-0,814) : l'augmentation de la valeur de tanδ pourrait traduire le fait que le matériau présente une composante visqueuse plus marquée. L'énergie fournie par la poussée gazeuse au cours de la cuisson serait probablement plus dissipée dans la pâte, ce qui expliquerait la baisse du gain du produit en cours de cuisson. Par ailleurs, ce même paramètre gain est fortement corrélé au paramètre levée (0,984). Dans le but de garder le maximum de paramètres pertinents et indépendants, c'est les paramètres tanδ et levée, non corrélés entre eux, qui sont choisis pour la suite de l'étude.

Sept paramètres caractérisant la pâte lors de la dernière étape de fabrication sont donc retenus: ***T_a, E' T_b, tgδ T_b, T_1, T_2, T_4*** *et* ***levée****.*

Tableau 18 : Matrice de corrélations entre les paramètres de caractérisation de l'étape de cuisson et les teneurs des ingrédients (eau, saccharose et huile).

	E (MF)	S (MF)	H (MF)	Ta	Tb	Tc	E' Tb	tanδ Tb	T1	T2	T4	levée	gain
E (MF)	1	0,057	-0,055	**-0,962**	**-0,946**	**-0,829**	-0,099	0,585	**-0,944**	0,020	0,708	-0,141	-0,266
S (MF)	0,057	1	-0,001	0,195	0,127	0,023	0,134	0,087	0,164	0,671	0,539	0,404	0,374
H (MF)	-0,055	-0,001	1	-0,013	0,163	-0,014	**-0,929**	-0,189	0,010	0,272	0,177	0,435	0,429
Ta	**-0,962**	0,195	-0,013	1	**0,939**	**0,810**	0,167	-0,530	**0,959**	0,163	-0,569	0,216	0,325
Tb	**-0,946**	0,127	0,163	**0,939**	1	**0,922**	0,036	-0,691	**0,928**	0,000	-0,457	0,345	0,483
Tc	**-0,829**	0,023	-0,014	**0,810**	**0,922**	1	0,157	**-0,763**	**0,794**	-0,251	-0,325	0,338	0,488
E' Tb	-0,099	0,134	**-0,929**	0,167	0,036	0,157	1	0,059	0,176	-0,278	-0,228	-0,333	-0,292
tanδ Tb	0,585	0,087	-0,189	-0,530	-0,691	**-0,763**	0,059	1	-0,392	0,497	0,222	-0,733	**-0,814**
T1	**-0,944**	0,164	0,010	**0,959**	**0,928**	**0,794**	0,176	-0,392	1	0,191	-0,564	0,034	0,168
T2	0,020	0,671	0,272	0,163	0,000	-0,251	-0,278	0,497	0,191	1	0,258	-0,026	-0,084
T4	0,708	0,539	0,177	-0,569	-0,457	-0,325	-0,228	0,222	-0,564	0,258	1	0,335	0,266
levée	-0,141	0,404	0,435	0,216	0,345	0,338	-0,333	-0,733	0,034	-0,026	0,335	1	**0,984**
gain	-0,266	0,374	0,429	0,325	0,483	0,488	-0,292	**-0,814**	0,168	-0,084	0,266	**0,984**	1

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

Les corrélations entre les paramètres de caractérisation de l'étape de cuisson et les teneurs en eau, saccharose et huile montrent que :

- La teneur en eau est fortement et négativement corrélée avec les trois températures caractéristiques de la transition thermique et déterminés par DMTA (T_a, T_b et T_c respectivement égales à -0,962, -0,946 et -0,829). Toutefois, elle ne l'est qu'avec la température T1 déterminée par AED (-0,944). Les températures T2 et T4 ne le sont pas. La teneur en eau influence les températures de transition thermique, notamment le début du phénomène de gélatinisation de l'amidon.

- Seul le niveau maximum du module E' au pic de DMTA est négativement corrélé avec la teneur en huile (-0,929) : ceci confirme l'effet lubrifiant de ce constituant.

- Contrairement au volume de la pâte en fin de fermentation qui était négativement corrélé à la teneur en saccharose, le niveau d'expansion au four ne semble pas en dépendre.

Chapitre 4 Caractérisation des produits de cuisson : Mesures instrumentales et sensorielles

I. INTRODUCTION

Ce chapitre comprend deux parties :

- La première partie concerne la caractérisation des propriétés mécaniques et de la structure alvéolaire, par analyse d'image, des produits de cuisson relatifs aux 8 formules du tableau 12. La méthode d'analyse d'image a fait l'objet d'une étude préliminaire qui sera présentée dans cette première partie.
- La seconde partie décrit les résultats des études sensorielle et instrumentale réalisées sur une quinzaine de formules englobant les 8 formules précédemment mises en œuvre. Une confrontation des deux études aura pour but d'identifier quelles mesures instrumentales peuvent le mieux décrire les sensations perçues par le consommateur.

II. CARACTERISATION DES PRODUITS DE CUISSON

La cuisson des 8 formules du tableau 12, qui sont désignés respectivement par les lettres de A à H, aboutit à des produits de masse volumique comprise entre 0,26 et 0,35 g/cm^3 comme résumé dans le tableau 19. **La masse volumique (ρ) est considérée comme un des paramètres de caractérisation du produit fini pour l'étude des corrélations.**

Tableau 19 : Masses volumiques des produits de cuisson

Produit fini	A	B	C	D	E	F	G	H
ρ (g/cm^3)	0,27	0,26	0,28	0,30	0,35	0,33	0,26	0,28

- Dans la gamme de teneurs en eau explorée (50 à 60% (MF)), on observe une légère augmentation de la masse volumique du produit fini lorsque **la teneur en eau** de la pâte augmente (figure 123a).

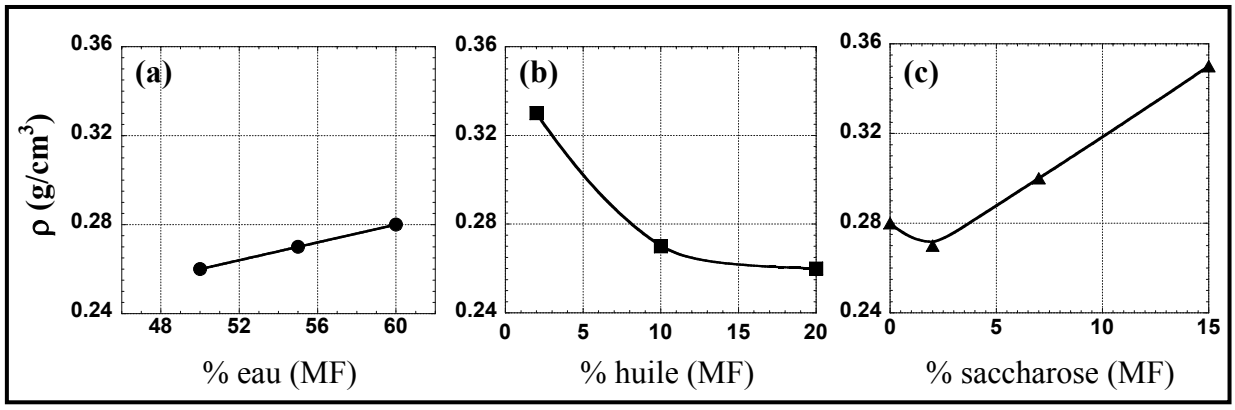


Figure 123: Evolution de la masse volumique des produits de cuisson en fonction de la teneur en (a) eau, (b) huile et (c) saccharose.

- L'augmentation de **la teneur en huile** induit une baisse de la masse volumique du produit fini (figure 123b). Toutefois, cette diminution n'est pas proportionelle à la quantité d'huile ajoutée : pour une augmentation de la teneur de la pâte entre 2 et 10% (MF), le rapport des masses volumiques est de 0,82. Alors que pour des formules à 10 et 20% (MF) ce rapport est de 0,96. L'huile joue probablement le rôle de lubrifiant sur toute la gamme de teneur explorée, facilitant l'introduction d'un plus grand nombre de bulles gazeuses (cf. partie 3 ; chapitre 2 ; § I), l'augmentation du volume de la pâte en cours de fermentation (cf. partie 3 ; chapitre 2 ; § III.1) et du produit en cours de cuisson (cf. partie 3 ; chapitre 3 ; §III). Mais, son effet est plus important entre 2 et 10% qu'entre 10 et 20% : en dessous d'une valeur seuil (comprise entre 2 et 10%), l'ajout d'huile influence largement l'ensemble des propriétés de la pâte mesurées tout au long du processus de fabrication. Au dessus de cette gamme, ce composant continue à jouer ce rôle mais d'une manière moins prononcée.

- L'effet de l'augmentation de **la teneur en saccharose** est double selon la gamme de concentration (figure 123c). Entre 0 et 2% (MF), il y a une légère baisse, mais significative, de la masse volumique du produit : l'augmentation de la concentration en saccharose correspond à une quantité de substrat à utiliser plus importante pour la levure. Peu de différences sont perçues lors de l'étape de fermentation (cf. partie 3 ; chapitre 2 ; §III.1), mais l'expansion au four est légèrement plus importante pour la pâte à 2% (MF) de saccharose que pour celle à 0% (cf. partie 3 ; chapitre 3 ; §III). Au dessus de 2% et jusqu'à 15% il y a une augmentation de la masse volumique proportionnelle à la quantité de saccharose ajoutée : au dessus d'une valeur seuil et malgré la présence d'une quantité de substrat plus importante, la pression osmotique provoquée par l'augmentation de la teneur en saccharose et l'augmentation de la viscosité de la pâte (cf. partie 3 ; chapitre 2 ; § II) participent à l'augmentation de la masse volumique du produit fini.

II.1. Caractérisation des structures alvéolaires des mies par analyse d'images

II.1.a. Etude préliminaire

Cette méthode de classification des textures par analyse d'images a été initiée au cours du travail de thèse de J.Rouillé (2003) (Rouillé *et al.*, 2005a). Avec l'assistance de M.F. Devaux et A.L. Reguerre (INRA – Nantes), nous y avons apporté, plusieurs améliorations, notamment dans la prise d'images (scanner) et dans le programme de traitement d'images.

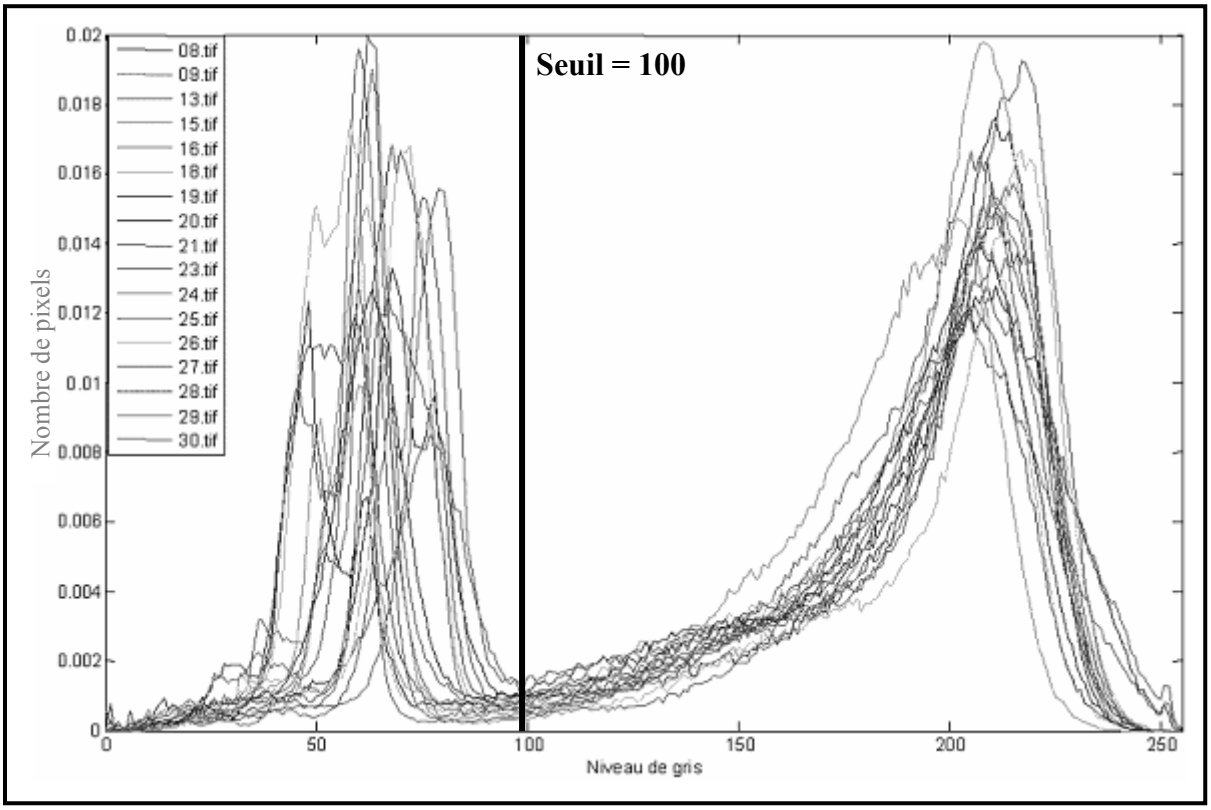


Figure 124 : Superposition des histogrammes en niveaux de gris des images retenues

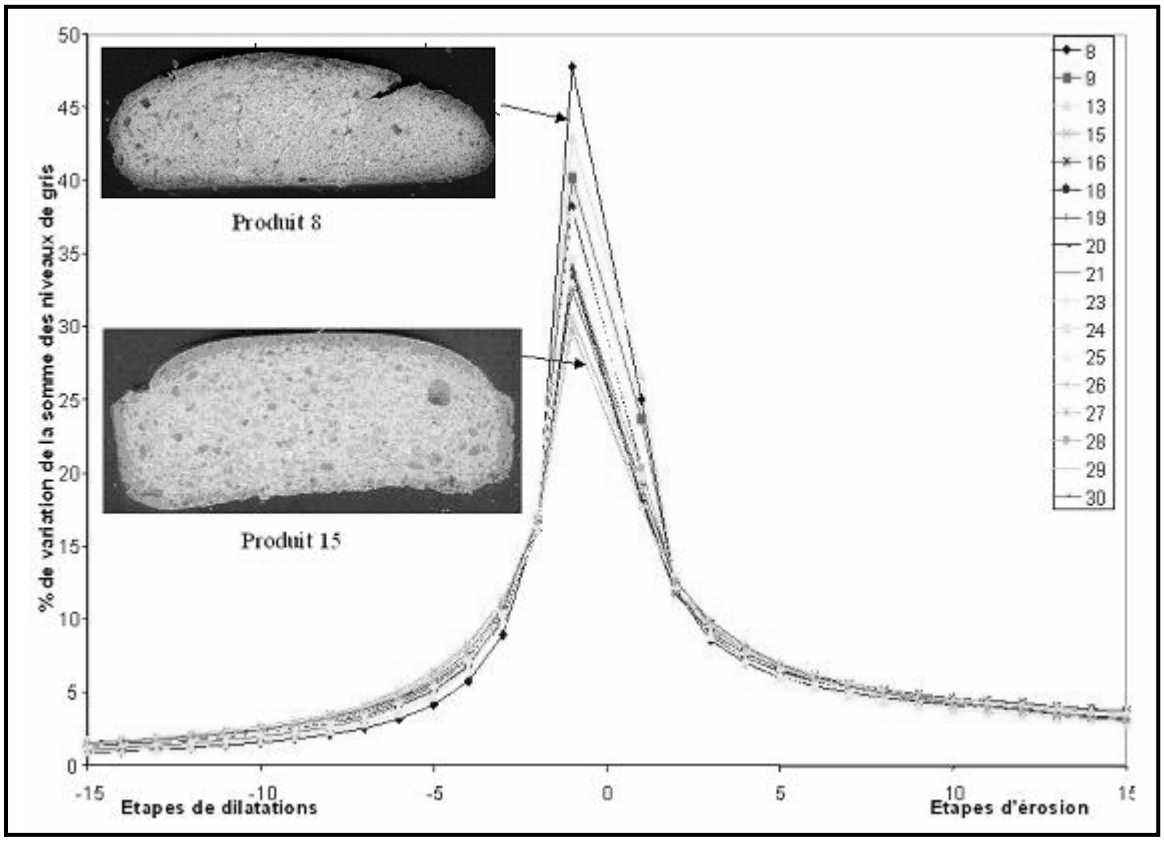


Figure 125 : Courbes de texture granulométrique en niveaux de gris

- **Choix des structures alvéolaires à caractériser**

Les produits concernés par cette étude préliminaire sont ceux qui appartiennent aux 30 produits définis sur les ternaires de la figure 84 (cf. partie 3 ; chapitre 1 ; § I) et présentant une structure alvéolaire : les produits de la famille N°4 du tableau 11 sont alors éliminés (formules N°1, 2, 4, 5, 6, 7, 10, 11, 12, 14, 17 et 22). La mie correspondant à la formule 3 n'a pas été scannée. Au total, 17 formules différentes sont retenues pour l'étude préliminaire de classification des structures alvéolaires par analyse d'images.

- **Classification des structures alvéolaires**

Comme spécifié dans « Matériel et Méthodes » (cf. partie 2 ; chapitre 4 ; § II), la première étape consiste à superposer les histogrammes des niveaux de gris de toutes les images retenues. La figure 124 montre que le niveau de gris maximal atteint par les pixels, représentant le fond noir, est inférieur à 100 pour toutes les images de la collection. C'est la valeur seuil de niveau de gris choisie pour séparer la tranche du fond de l'image.
15 étapes de dilatations suivies d'autant d'étapes d'érosions sont appliquées à chacune des images. Les courbes de texture granulométrique calculées, sont regroupées sur la figure 125. La forme en pic des courbes, où elles sont essentiellement modifiées par les premières étapes d'érosion et de dilatation, est due au fait que les mies ont une texture fine (comportent un nombre important d'alvéoles de petite taille). Les plus fortes variations sont observées pour les 3 premières étapes d'érosion et de dilatation, correspondant à la disparition de « formes » dont la plus petite dimension est inférieure à 1,2 mm. Toutefois, la variation importante de la hauteur du pic montre que cette famille d'échantillons couvre un ensemble varié de textures. Les échantillons extrêmes correspondent aux mies des formules 8, la plus fine, et 15, la plus grossière, de la série des 17 mies des produits de cuisson analysées.
Une Analyse en Composantes Principales (ACP) permet de classer les courbes granulométriques obtenues pour les images de mies traitées (figure 126). Nous avons choisi de retenir seulement les deux premières composantes principales (CP1 et CP2) car elles expliquent plus de 98 % de la variance totale (CP1 : 93,84% et CP2 : 4,53%).

- **Discussion**

La carte montre qu'une discrimination des produits en fonction de leur texture visuelle est obtenue. Mais, l'ACP n'attribue pas de significations physiques aux axes de classement. La méthode d'analyse d'images employée retrace les variations de texture. Les qualificatifs qui peuvent s'y reporter en tenant compte des opérations morphologiques appliquées (érosion,

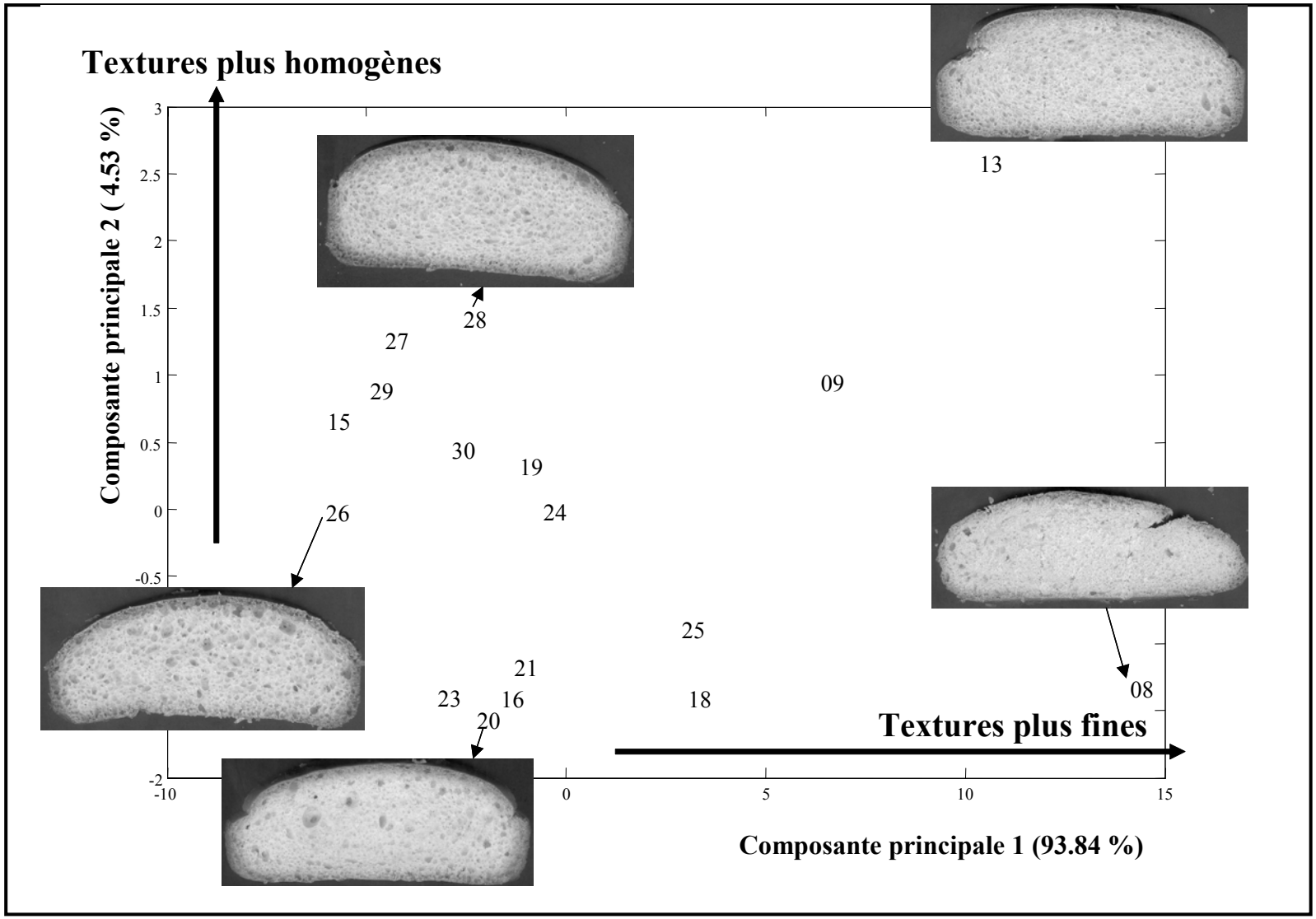


Figure 126 : Carte de ressemblance issue de l'analyse en composantes principales sur les courbes granulométriques de texture

dilatation) sont du type lisse, fine, grossière, régulière, homogène, hétérogène… Dans cette optique, nous avons cherché à donner une signification en ces termes aux composantes principales. C'est le replacement de l'ensemble des images scannées sur la carte de l'ACP (figure 126) et l'allure des vecteurs propres (figure 127) qui ont permis de proposer des significations. En effet, tout vecteur propre étant relatif à une composante principale, il reproduit une courbe de texture granulométrique typique de sa signification physique. Dans le cas de cette étude, la signification physique est relative à des paramètres de la structure alvéolaire. L'allure du vecteur propre permet alors de déduire les caractéristiques morphologiques décrites par cette composante principale.

- La première composante principale oppose les mies de textures fines (à droite de la carte) aux mies de textures plus aérées (à gauche de la carte). L'allure du premier vecteur propre (figure 127a) reproduit, dans la zone positive, la hauteur du pic des premières étapes de la courbe de granulométrie (par opposition aux étapes de plus grande taille dans la zone négative). Etant donné que les premières étapes modifient essentiellement les « formes » de petites dimensions, nous déduisons que la première composante principale décrit la finesse de la structure alvéolaire.
- Selon la seconde composante principale, les mies comportant des alvéoles de taille moyenne s'opposent aux mies comportant une distribution en taille d'alvéoles bimodales. Par exemple, les images des produits relatifs aux formulations 20 et 28 montrent deux textures classées très proches selon la première composante principale mais opposées selon la seconde. Alors que la mie du produit relatif à la formule 28 est constituée d'alvéoles de taille homogène, celle du produit relatif à la formule 20 comprend un mélange d'alvéoles de grande et de petite taille. Ainsi, pour une finesse globale équivalente, elles présentent des distributions de taille d'alvéoles différentes. Les informations tirées du vecteur propre relatif à la seconde composante principale (figure 127b) sont complémentaires à celles du premier vecteur propre puisqu'elles s'intéressent à la description des variations sur les étapes suivantes. La forme du pic dans la partie droite de la courbe, relatif aux étapes d'érosion de taille inférieure à 3, montre la présence de parois fines. Le pic dans la partie gauche de la courbe, autour de la quatrième étape de dilatation, oppose la présence d'alvéoles de taille moyenne à des alvéoles de petites taille ou de grandes tailles. La seconde composante principale, décrivant 4,5% de la variation totale, classe alors les textures en fonction de l'hétérogénéité de distribution de taille de leurs alvéoles. Les textures des mies étaient classées de la plus hétérogène, en bas de la carte, à la plus homogène, en haut de la carte.

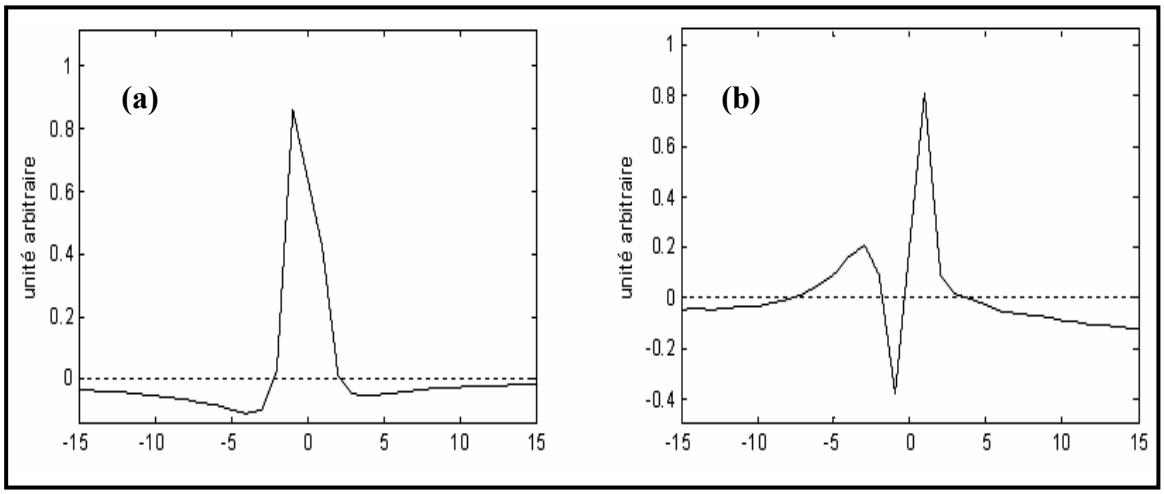


Figure 127 : Profil des vecteurs propres relatifs aux deux premières composantes principales calculés lors de l'étude préliminaire effectuée sur 17 mies de textures alvéolaires différentes.

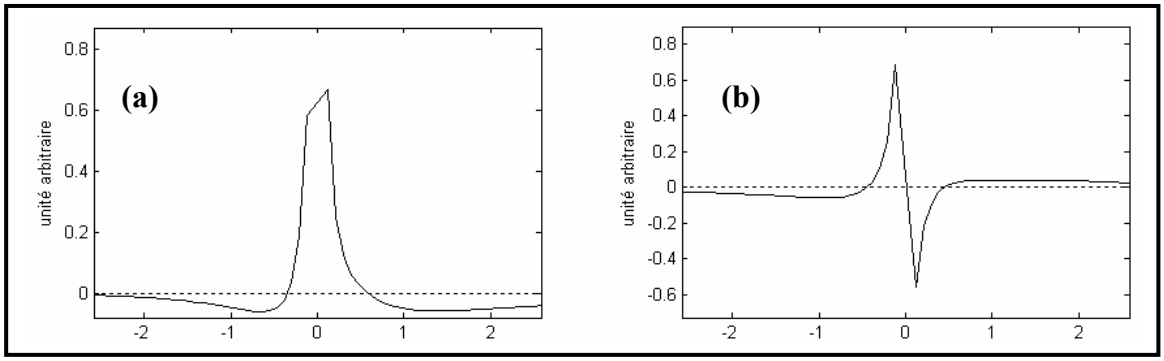


Figure 128 : Profil des vecteurs propres relatifs aux deux premières composantes principales calculés en fonction de l'ensemble des images des 4 essais de cuisson.

La méthode d'analyse d'images proposée, basée sur la morphologie mathématique, a permis de calculer des courbes de texture décrivant la distribution de taille des alvéoles et de leurs parois ainsi que la taille moyenne des alvéoles. La lecture de ces courbes n'étant pas directe, une classification par Analyse en Composantes Principales permet de révéler les variations de textures observées. La première composante principale classe les mies en fonction de leur finesse globale. La seconde composante décrit des variations fines de la courbe révélant l'hétérogénéité de la structure.

Remarque : Depuis cette étude préliminaire, deux améliorations ont été apportées d'un point de vue technique, notamment le nombre de tranches considéré par produit pour une meilleure représentativité sur la carte. Le second point concerne l'augmentation de la résolution utilisée (600 dpi) pour scanner les images pour accéder à des informations plus détaillées concernant la granulométrie des alvéoles et des parois. Ces améliorations ont été mises en œuvre pour toutes les autres études d'analyse d'images réalisées dans le cadre de ce travail.

II.1.b. Caractérisation de la structure alvéolaire des 8 produits de cuisson

4 campagnes de cuisson portant sur les 8 produits (A → H) décrits dans le tableau 12 ont été mises en œuvre au cours de cette étude. Pour chacun des produits et chacune des campagnes, 4 tranches de mie, d'une épaisseur moyenne de 10 mm, ont été scannées à une résolution de 600 dpi. La superposition des histogrammes des niveaux de gris de toutes les images permet de choisir un seuil de niveau de gris égal à 70 (figure 1 – annexe 4) pour séparer la tranche du fond de l'image. 20 étapes de dilatations d'une part, et autant d'étapes d'érosions d'autre part sont appliquées à chacune des images. Les courbes de texture granulométrique calculées (figure 2 – annexe 4) sont classées par une Analyse en Composantes Principales. Les deux premières composantes principales expliquent respectivement 66,24% et 24,45% de la variance totale. L'allure des vecteurs propres (figure 128) et la superposition des images scannées sur la carte de l'ACP (figure 129) confirment le classement selon la finesse de la structure alvéolaire sur l'axe 1 de la carte et celui de l'axe 2 en fonction de l'hétérogénéité de distribution de taille de leurs alvéoles.

Les coordonnées des barycentres des ellipses de confiances (Cp1 et Cp2) sur les deux axes principaux seront considérées comme paramètres de caractérisation de la structure alvéolaire (finesse et homogénéité) du produit fini dans l'étude des corrélations.

Le nombre de structures alvéolaires supposées différentes, du fait de leurs compositions différentes, analysées dans ce cas (8) est plus faible que celui analysé lors de l'étude

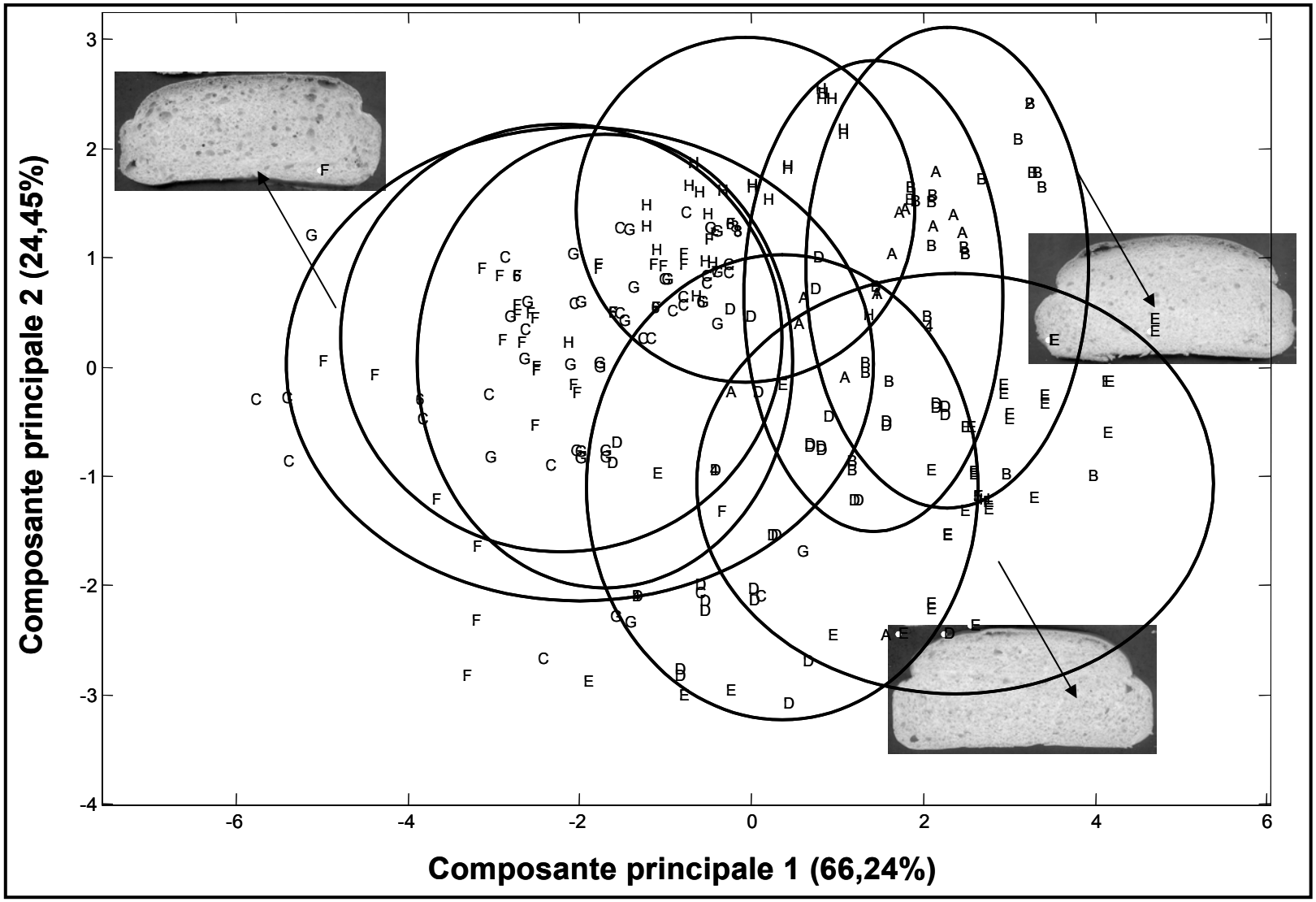


Figure 129: Carte de ressemblance issue de l'analyse en composantes principales sur les courbes granulométriques de texture des images des mies des 4 séries de cuisson.

préliminaire (17) avec des gammes de concentrations en eau, huile et saccharose plus réduites aussi. Cette différence pourrait expliquer l'accumulation des structures au centre de la carte et la recouvrance des ellipses de confiance. En effet, la pertinence de la carte de ressemblance obtenue par ACP dépend de la collection d'images traitées. Il est nécessaire d'acquérir des images sur un ensemble varié et représentatif des produits à analyser. Plus les structures alvéolaires prises en compte dans le classement sont différentes, plus les informations servant au calcul des composantes principales sont riches.

Malgré la superposition des nuages de points, certaines structures se distinguent :

- Le produit H correspondant à la formule sans saccharose semble avoir une structure alvéolaire plus hétérogène.
- Les produits D et E correspondants aux formules à forte teneur en saccharose (respectivement 7 et 15% (MF)) semblent présenter les structures les plus fines et plus homogènes. Le faible dégagement gazeux au cours de la fermentation de ces pâtes et leurs viscosités élevées sont probablement à l'origine de cette structure.
- Les produits à différentes teneurs en eau B, A et C (respectivement à 50, 55 et 60% (MF)) semblent classées sur un même axe d'hétérogénéité mais dans l'ordre contraire sur l'axe de la finesse.

II.2. Caractérisation des propriétés mécaniques de la mie

Les essais de compression ont été menés sur des échantillons découpés parallèlement au sens de la levée au four. Le module d'Young apparent (E_{app}) varie dans une gamme étroite comprise entre 6 et 8 10^3 Pa sauf pour la pâte à faible teneur en huile (figure 130b) ou pour les pâtes à teneurs très élevées en saccharose (figure 130c).

Le module d'Young apparent (Eapp) est considéré comme paramètre de caractérisation des propriétés mécaniques du produit fini dans la matrice de corrélations.

- Eapp diminue quand **la teneur en huile** augmente (figure 130b). Cette diminution pourrait être expliquée par l'effet lubrifiant de l'huile. Toutefois, la diminution du module d'Young observée entre les produits F et A relatifs aux teneurs à 2 et 10% est beaucoup plus importante que celle observée entre les produits A et G relatifs aux teneurs à 10 et 20%. Il est probable qu'il existe un seuil de teneur en huile, au dessus duquel l'augmentation de la teneur en huile n'induit pas de forts changements quant à la valeur du module du produit fini.

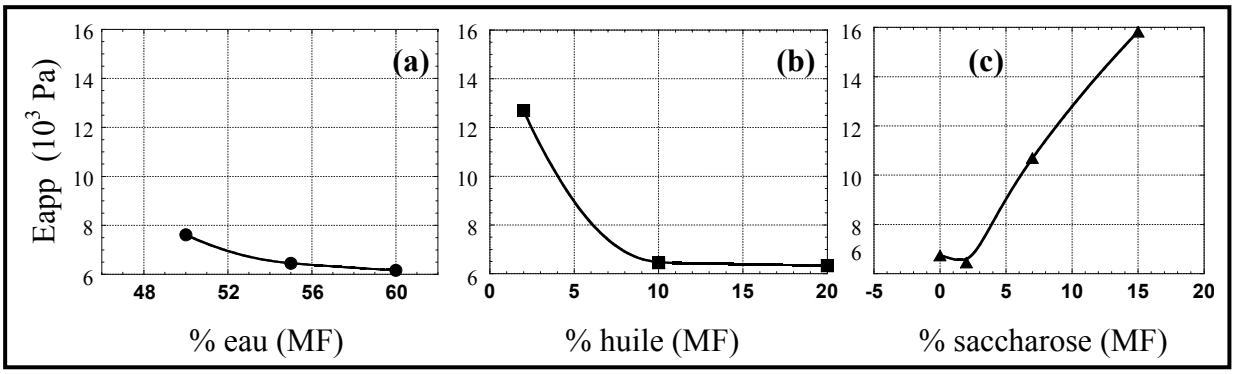


Figure 130 Evolution du module d'Young apparent en fonction de la teneur en (a) eau, (b) huile de colza et (c) saccharose à 25°C.

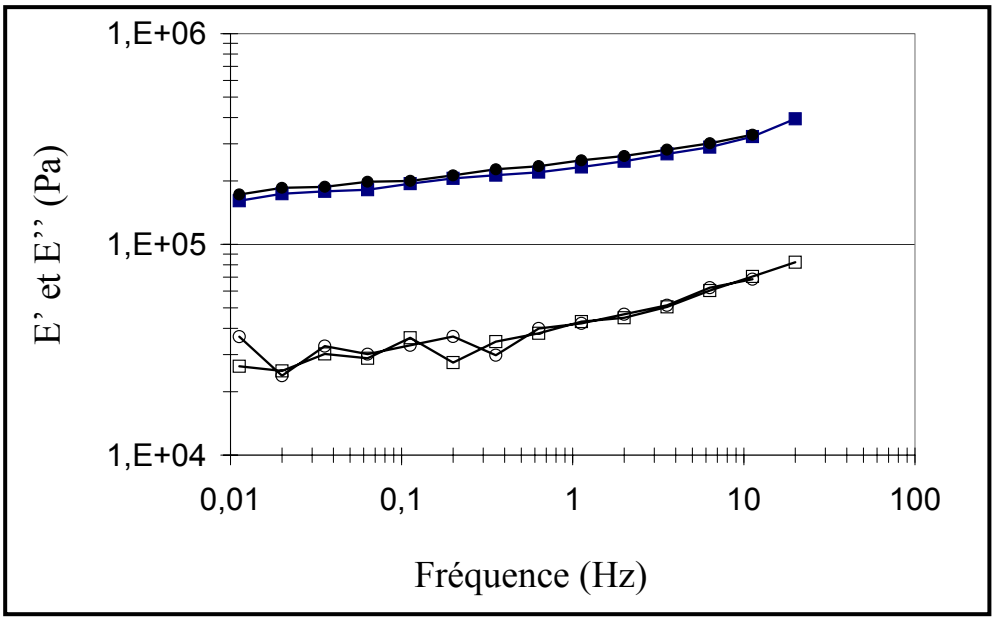


Figure 131 Evolution des modules E' (●) et E'' (○) de 2 échantillons de mie du produit de cuisson correspondant à la formule témoin (déformation 9 10^{-3} %) à 25°C.

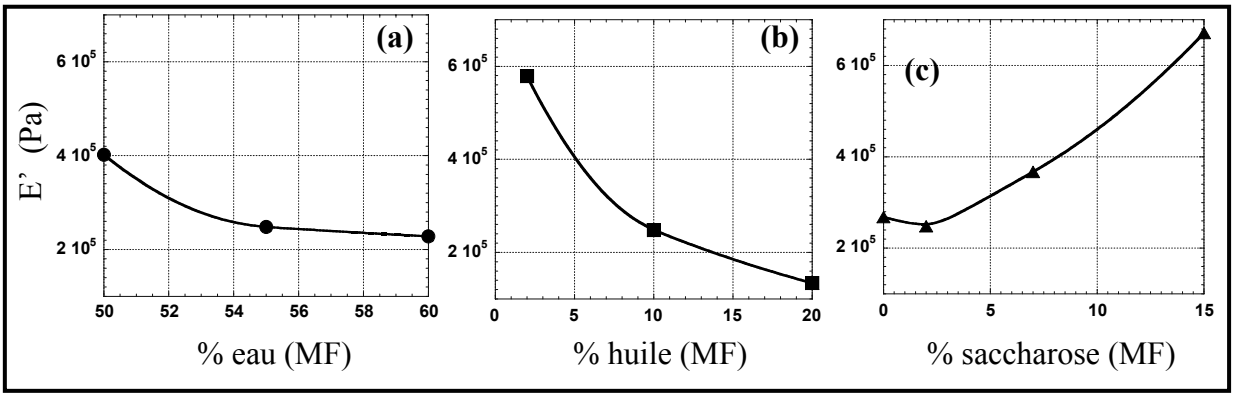


Figure 132 Evolution du module élastique E', relevé du spectre en fréquence effectué à une déformation de 9 10^{-3} % et une fréquence de 2Hz, en fonction de la teneur en (a) eau, (b) huile de colza et (c) saccharose (T° = 25°C).

- Le module d'Young apparent semble légèrement diminuer entre les produits relatifs aux formules à 0 et 2% (MF) de teneur en saccharose. L'effet contraire est observé quand **la teneur en saccharose** augmente dans la gamme de teneurs comprise entre 2 et 15% (MF) (figure 130c). L'effet hygroscopique du saccharose permet de rapprocher cette diminution à celle observée lorsque **la teneur en eau** diminue (figure 130a)

II.3. Caractérisation des propriétés mécaniques des parois alvéolaires

La figure 131 montre l'évolution des modules E' et E'' pour un balayage en fréquence entre 0,01 et 20 Hz de deux échantillons de mies broyées et densifiées du produit cuit (formule témoin). Le spectre est typique d'un matériau solide viscoélastique avec un plateau caoutchoutique ou E', la composante élastique, est constamment et largement supérieure à E'', la composante visqueuse, et tend vers une valeur non nulle vers les basses fréquences.

Les spectres en fréquence de tous les produits testés ont la même allure que celle décrite pour le produit témoin A (figure 131). Seuls les niveaux des modules E' et E'' sont susceptibles de varier en fonction de la composition :

- Comme pour le module d'Young apparent évalué lors de la compression de la mie, la valeur de la composante élastique E', à une fréquence donnée, diminue quand **la teneur en eau** augmente (figure 132a) : effet plastifiant de l'eau.
- Il en est de même quand **la teneur en huile** augmente (figure 132b). L'effet lubrifiant de l'huile, qui en est probablement à l'origine, est très important lors de l'augmentation de la teneur de 2 à 10%. L'effet de l'augmentation de l'huile sur la diminution du module E' des parois, reste très important au dessus de la teneur de 10%, ce qui n'est pas le cas pour le module d'Young apparent de la mie. L'aération du produit doit participer à cette différence.
- E' diminue légèrement quand **la teneur en saccharose** augmente de 0 et 2% (MF) et augmente par la suite d'une manière importante jusqu'à une teneur de 15% (MF) (figure 132c). C'est la même évolution que celle observée pour le module d'Young apparent mesuré lors de la compression du produit aéré.

Le module E' (E'_{parois}) est retenu comme paramètre de caractérisation des propriétés des parois alvéolaires pour le calcul de la matrice de corrélations

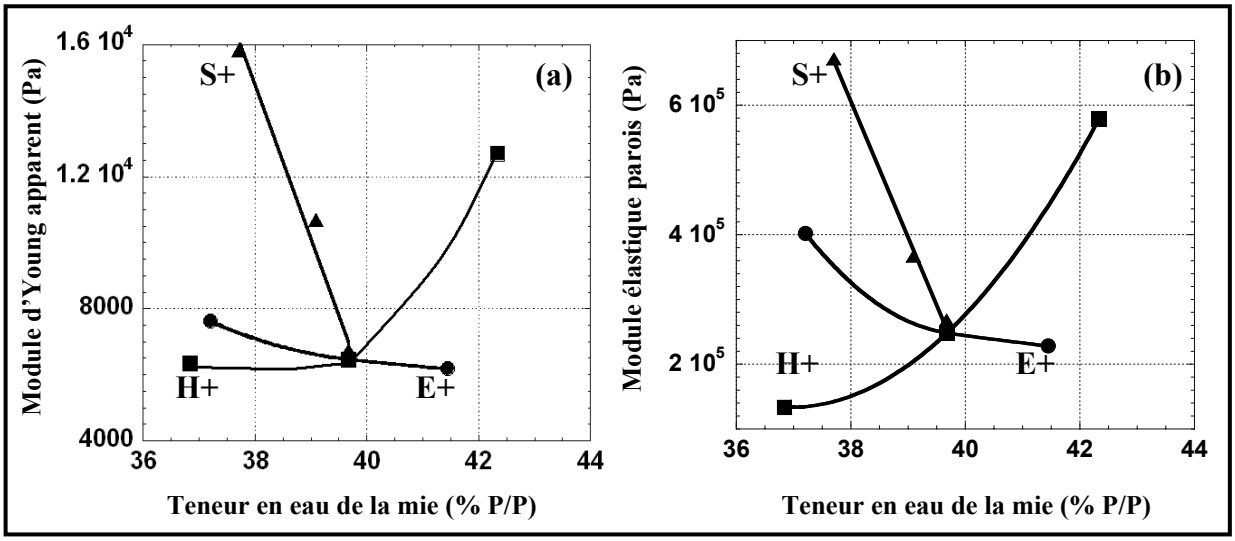


Figure 133 Evolution (a) du module d'Young apparent calculé à partir de la pente de la courbe de compression de la mie et (b) du module élastique E', relevé du spectre en fréquence effectué à une déformation de 9 10^{-3} % et une fréquence de 2Hz, en fonction de la teneur en eau finale de la mie.

Légende :

Les icônes ●, ■ et ▲ sont respectivement relatifs aux produits à différentes teneurs en eau, en huile et en saccharose.

II.4. Discussion

A partir des résultats présentés, il est possible de déterminer plusieurs paramètres (Tableau 20) caractérisant le produit de cuisson :

Tableau 20 : Paramètres de caractérisation du produit de cuisson.

Objet de la caractérisation	Paramètre de caractérisation	Notation
« Mousse solide » = mie	Masse volumique	ρ
	Module d'Young apparent	E_{app}
Structure alvéolaire	Coefficient du produit sur l'axe de la finesse Coefficient du produit sur l'axe de l'hétérogénéité	Cp1 Cp2
« Matériau constructif » = Parois alvéolaires	Module E' à une fréquence de 2 Hz	E'_{parois}
	Teneur en eau de la mie	Eau mie

La matrice de corrélations (Tableau 21) entre les paramètres de caractérisation du produit de cuisson et les teneurs en eau, saccharose et huile de colza exprimées par rapport à la farine montre une forte corrélation positive entre ρ, E' parois et E_{app}, si pris deux à deux. Ceci permet de supposer que les propriétés mécaniques des parois et la structure alvéolaire participent conjointement aux propriétés mécaniques de la mie. D'ailleurs, nous avons observé certaines ressemblances dans les évolutions du module d'Young apparent et du module élastique des parois avec la teneur en eau, saccharose et huile (figures 130 et 132). La représentation des évolutions de ces deux paramètres en fonction de la teneur en eau finale de la mie (figure 133) montre :

- L'effet plastifiant de l'eau et de l'huile et au contraire l'effet anti-plastifiant du saccharose.
- Les modules d'Young apparent (mie) et élastique (parois) des produits relatifs aux pâtes à différentes teneurs en saccharose suivent la même évolution en fonction de la teneur en eau finale : c'est l'effet teneur en eau qui l'emporte sur la propriétés d'aération.
- Il en est de même pour les produits relatifs aux formules à forte teneur en eau (60 à 55% (MF)) ou à faible teneur en huile (2 à 10% (MF)) : les courbes d'évolution des deux modules sont très proches et l'effet teneur en eau domine.
- Des différences importantes sont observées entre les courbes d'évolution des deux modules pour les produits à teneur en eau faible (50 à 55% (MF)) ou à teneur en huile élevée (10 à 20% (MF)) : l'influence de la structure alvéolaire devient non négligeable lorsque la masse volumique diminue ce qui a bien été démontré par Babin (2005).

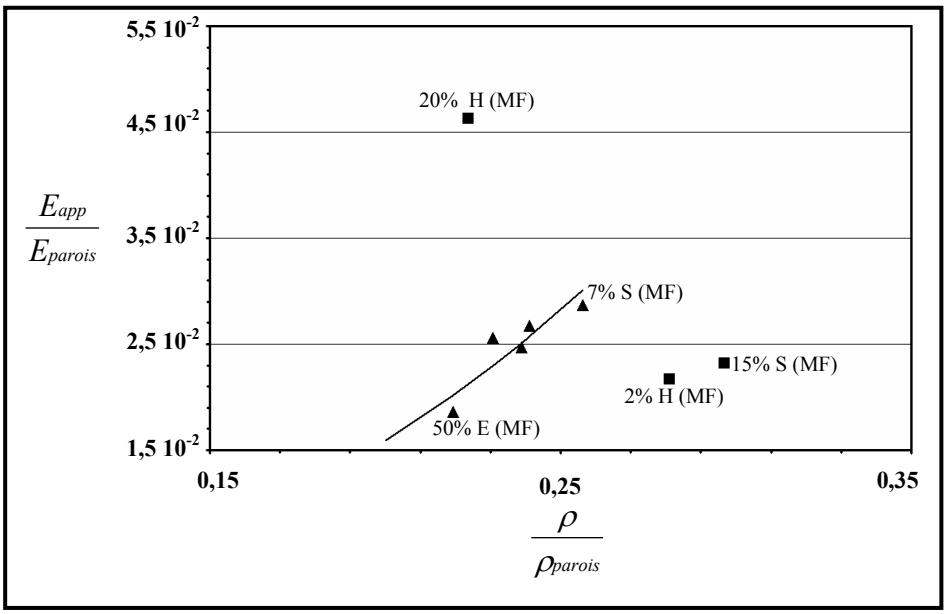


Figure 134 Evolution de $\frac{Eapp}{E_{parois}}$ en fonction de $\frac{\rho}{\rho_{parois}}$ et ajustement par une loi en puissance pour les produits représentés par des icônes en ▲ seulement. Les produits représentés par des icônes en ■ ne suivent pas cette loi en puissance.

Tableau 21 : Matrice de corrélations entre les paramètres de caractérisation du produit fini et les teneurs en eau, saccharose et huile de colza.

	E (MF)	S (MF)	H (MF)	ρ	cp1	cp2	E' parois	Eapp	eau mie
E (MF)	1	0,057	-0,055	0,296	-0,694	-0,352	-0,277	-0,094	0,651
S (MF)	0,057	1	-0,001	0,287	0,117	**-0,902**	0,184	0,475	-0,082
H (MF)	-0,055	-0,001	1	**-0,778**	0,022	-0,106	**-0,864**	-0,681	**-0,778**
ρ	0,296	0,287	**-0,778**	1	-0,468	-0,337	**0,767**	**0,893**	**0,767**
cp1	-0,694	0,117	0,022	-0,468	1	0,279	0,020	-0,210	-0,508
cp2	-0,352	**-0,902**	-0,106	-0,337	0,279	1	-0,053	-0,422	-0,053
E' parois	-0,277	0,184	**-0,864**	**0,767**	0,020	-0,053	1	**0,879**	0,467
Eapp	-0,094	0,475	-0,681	**0,893**	-0,210	-0,422	**0,879**	1	0,435
eau mie	0,651	-0,082	**-0,778**	**0,767**	-0,508	-0,053	0,467	0,435	1

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

L'effet conjoint des parois alvéolaires et de l'aération sur les propriétés de la mie, sur certains produits de la série des 8 produits, peut être observé en utilisant l'approche de Gibson et Ashby (1988) et en représentant $\frac{E_{app}}{E_{parois}}$ en fonction de $\frac{\rho}{\rho_{parois}}$, où E_{parois} et ρ_{parois} sont respectivement le module et la masse volumique du matériau densifié.

- E_{parois} est calculé à partir des valeurs des composantes élastique (E') et visqueuse (E''), relevées du spectre en fréquence des échantillons de mie densifiée à une fréquence de 2Hz, selon l'équation :

$$E_{parois} = \sqrt{E'^2 + E''^2} \qquad \text{(eq 42)}$$

- Comme pour la masse volumique de la pâte non aérée (cf. partie 2 ; chapitre 3 ; § I.3), le calcul de la masse volumique du produit dense a été effectué par une méthode indirecte en considérant les masses volumiques de chacun des ingrédients et en respectant leurs coefficients massiques. La teneur en eau finale (de la mie) est considérée dans le calcul.

Même, s'il est dangereux d'identifier une loi en puissance sur une plage de densités aussi réduite que celle étudiée dans ce travail, l'évolution de la figure 134 peut être ajustée par une loi en puissance de type $\frac{Eapp}{E_{parois}} \alpha \left(\frac{\rho}{\rho_{parois}} \right)$, pour cinq sur les huit des formulations étudiées. Les produits relatifs aux formules extrêmes de teneur en huile de colza (20 et 2% MF) et en saccharose (15% MF) ne le sont pas. Le coefficient de la loi en puissance (n = 2,58) est supérieur à 2. Cet exposant pourrait signifier que la structure est fermée aux hautes masses volumiques mais ouverte aux plus faibles (Babin, 2005).

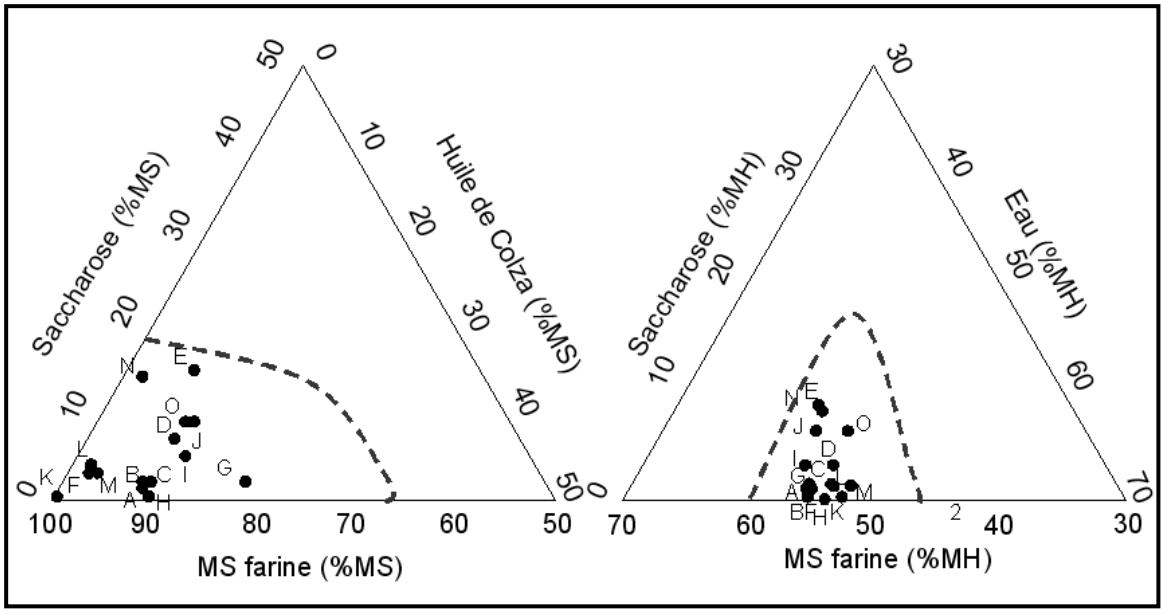


Figure 135 : Positionnement de l'espace produit sur les ternaires de composition.

Les 6 paramètres de caractérisation utilisés dans cette matrice de corrélations, s'intéressant chacun à un aspect donné du produit de cuisson (propriétés des parois, structure alvéolaire, mie…), sont tous retenus pour la discussion finale de cette étude : **ρ**, **Cp1**, **Cp2**, **E'_{parois}**, **E_{app}** et **eau mie**.

- Sur les trois paramètres analysés précedemment : ρ, E'_{parois}, et E_{app}, seuls les deux premiers sont négativement corrélés avec la teneur en huile. Le coefficient de corrélation entre la teneur en huile et ρ (-0,778), même s'il est significatif, reste faible. Celui avec E'_{parois} est de -0,864. La masse volumique étant fonction de l'aération du produit et des propriétés des parois, la teneur en huile semble influencer largement les propriétés des parois et en conséquence mais à une moindre mesure, la masse volumique des produits finis.
- Le paramètre Cp2, indicateur de l'hétérogénéité de la structure alvéolaire, est négativement corrélé avec la teneur en saccharose (-0,902). En effet, plus la teneur en saccharose est importante, plus le dégagement gazeux est faible. Les bulles gazeuses et le film de pâte les entourant sont alors moins déformés et sont moins sujets aux instabilités physiques et à la rupture des parois, responsables de l'hétérogénéité de la mie.

III. CORRELATIONS INSTRUMENTAL SENSORIEL

Dans l'optique de rechercher les mesures instrumentales pouvant décrire les aspects sensoriels de la texture telle qu'elle est perçue par le consommateur. Plusieurs mesures instrumentales se rapportant à la texture de la mie (masse volumique, module d'Young apparent, caractérisation de la structure alvéolaire par analyse d'images) ont été effectuées dans une première étape. Dans une seconde étape, une étude sensorielle par Profil Flash a été réalisée. Enfin, les liens entre les mesures instrumentales et sensorielles se rapportant à la texture du produit fini ont été établis.

III.1. Espace produit

L'espace produit comporte 15 produits de cuisson correspondant à 15 formules différentes (Tableau N° 22; figure 135) :

- Les 8 décrits dans le tableau 12 sont conservés pour l'étude des propriétés sensorielles des produits de cuisson. Ils gardent les mêmes désignations par les lettres de A à H.

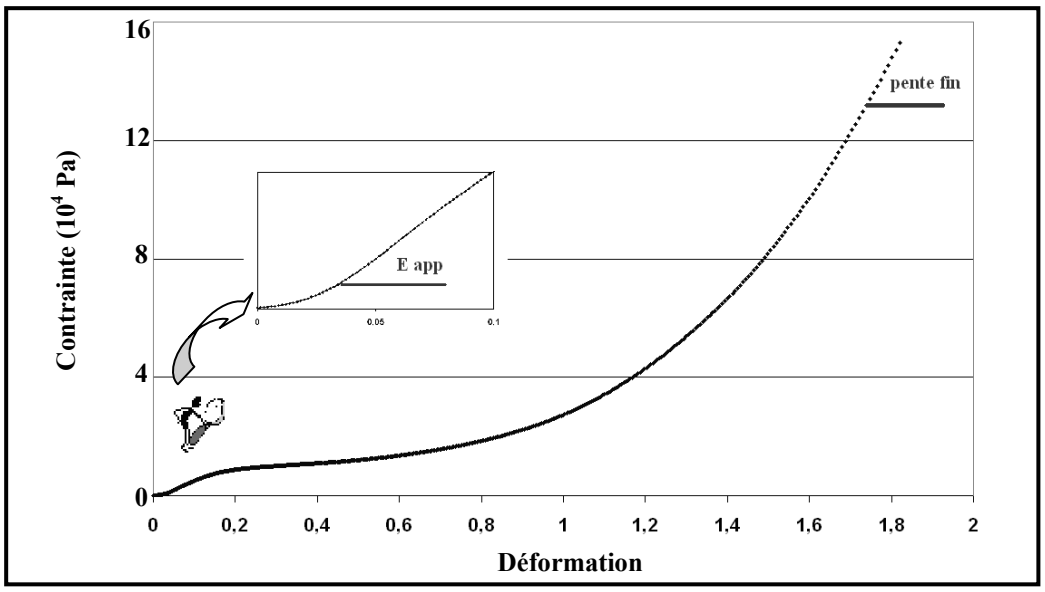


Figure 136 : Exemple de courbe de compression et détermination des deux caractéristiques : le module d'Young apparent et la pente à l'origine.

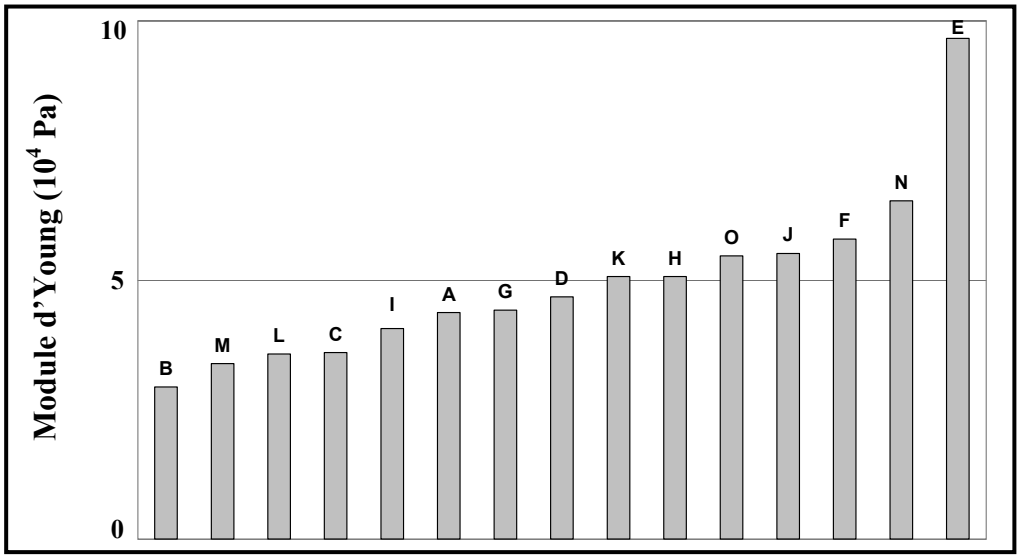


Figure 137 : Evolution du module d'Young apparent en fonction des formules pour les échantillons de l'espace produit.

- 2 produits intermédiaires en teneur en saccharose par rapport aux formulations N° 1, 4, 5 et 8 du tableau 12 (respectivement à 2, 7, 15 et 0% MF) avec 5 et 10% (MF) de teneur en saccharose et notés respectivement I et J.
- 1 produit de référence pour les consommateurs correspondant à la formule de la baguette et désigné par la lettre K.
- 4 produits ayant fait l'objet d'une caractérisation de la structure alvéolaire en 3D par tomographie aux rayons X dans le cadre de la thèse 2 du projet CANAL SALVE (Babin, 2005). Ils correspondent aux formules 13, 15, 25 et 28 sur les ternaires complémentaires de la figure 84. Ils sont désignés respectivement par les lettres de L à O.

Les teneurs en farine, eau, saccharose et sel de l'ensemble de ces formules sont incluses dans le domaine de concentration délimité au début de l'étude (figure 135). Leur masse volumique varie dans une gamme comprise entre 0,26 et 0,36 g/cm^3 (Tableau 22) :

Tableau 22 : Masse volumique et désignations des produits de cuisson de l'espace produit

produit	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O
ρ (g/cm^3)*	0,26	0,26	0,28	0,29	0,36	0,26	0,30	0,29	0,28	0,33	0,28	0,26	0,29	0,32	0,35

* les masses volumiques sont calculées sur la moyenne de cinq produits par formule.

La masse volumique (ρ) est la première mesure instrumentale considérée dans cette étude des corrélations sensoriel/instrumental.

III.2. Caractérisation instrumentale

III.2.a. Propriétés mécaniques de la mie

A partir des essais de compression, deux paramètres sont retenus pour l'étude des corrélations instrumental/sensoriel (E_{app} et pente fin). Il s'agit du module d'Young apparent mais déterminé à deux moments du test de compression de la mie mené dans le sens perpendiculaire à la levée (figure 136) :

- au début du test pour accéder au module apparent de la mie aérée (**E_{app}**)
- en fin du test pour accéder au module de la mie compactée (**pente fin**)

En effet, par manque de temps il n'était pas possible d'effectuer dans la même journée (24 h après les essai de cuisson), le Profil flash, les tests de compression de la mie et les essais de broyage et de densification, afin d'accéder au matériau dense. Nous avons choisi d'essayer d'accéder au module du matériau dense selon la pente en fin du test de compression de la mie. Sauf que, vu les limites de force de l'appareil, il était difficile d'y accéder. Les valeurs du

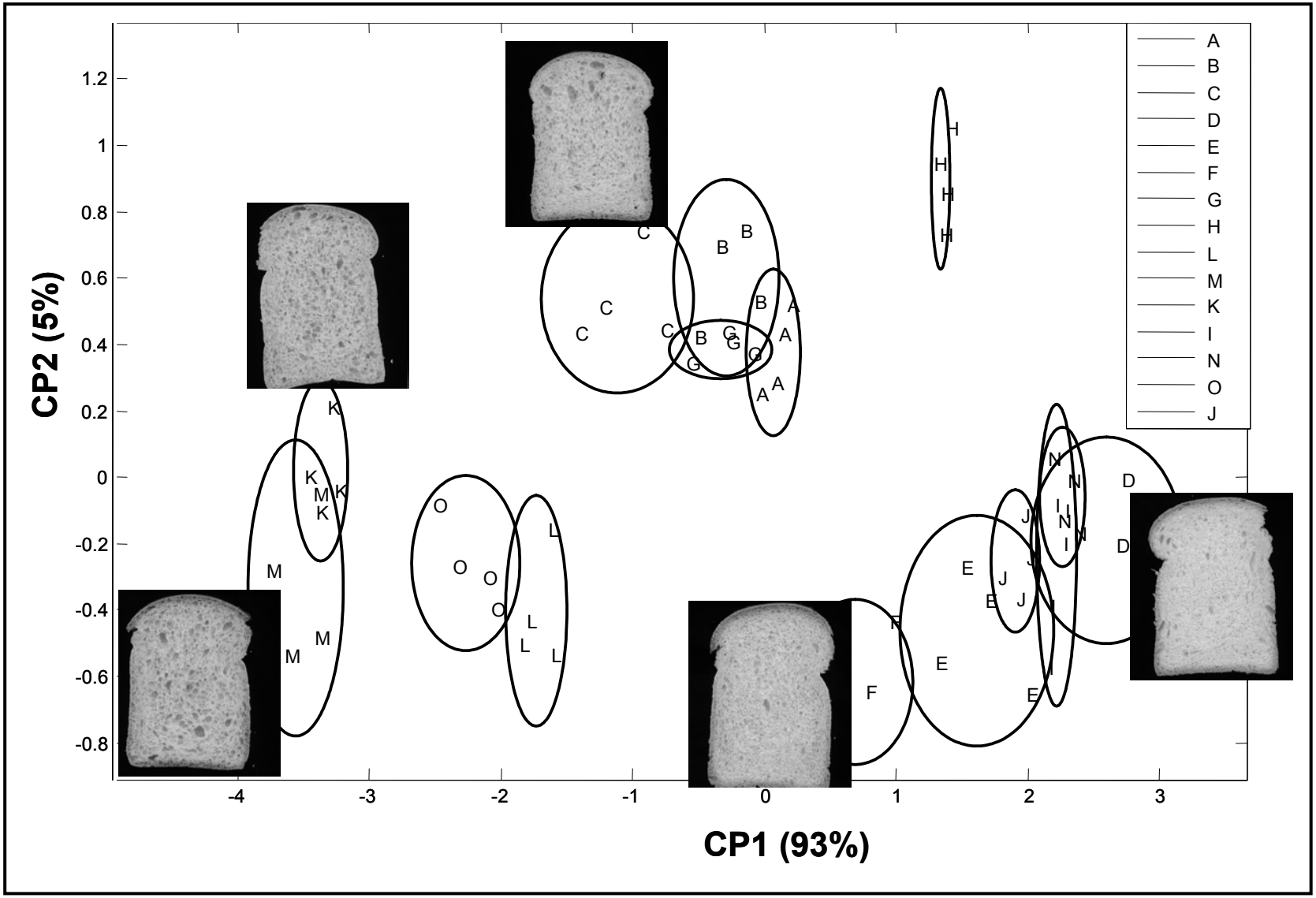


Figure 138 : Carte de ressemblance issue de l'analyse en composantes principales sur les courbes granulométriques de texture.

module d'Young apparent des mies aérées sont reportées sur la figure 137. Les valeurs sont comprises entre 3 et 7 10^4 Pa à l'exception du produit E relatif à la plus importante teneur en saccharose (15% MF) qui est nettement plus élevée (~ 10^5 Pa). Le produit se détachait déjà du reste des formules lors de la campagne de cuisson des 8 formules du tableau 12 seuls.

III.2.b. Caractérisation de la structure alvéolaire

De chacune des mies issues des 15 produits de cuisson de l'espace produit, 4 tranches sont scannées à une résolution de 600 dpi. La superposition des histogrammes des niveaux de gris nous permet de choisir la valeur seuil de 70 pour séparer la tranche du fond de l'image (figure 1 – Annexe 5). 30 étapes de dilatations d'une part et autant d'étapes d'érosions d'autre part sont appliquées à chacune des régions d'intérêt. Les courbes de texture granulométrique obtenues montrent que les échantillons de texture extrême correspondent aux produits D et M (figure 2 - Annexe 5). La mie du produit D étant plus fine que celle du produit M. Une Analyse en Composantes Principales permet de classer ces courbes granulométriques. Les deux premières composantes principales (CP1 et CP2) expliquent 98 % de la variance totale avec respectivement 93% pour la première composante et 5% pour la seconde. L'allure des vecteurs propres (figure 3 – Annexe 5) et le replacement des images scannées sur la carte de l'ACP (quelques exemples sont données sur la figure 138) permettent de révéler les significations des axes. Nous retrouvons les mêmes que celles établies dans l'étude préliminaire (même chapitre § II.1.a) mais l'allure du second vecteur propre est inverse et moins prononcée sur les étapes supérieures à 3 pour les alvéoles comme pour les parois. La première composante principale oppose les mies de texture « fine » (à droite de la carte avec le produit D à l'extrémité de l'axe) aux mies de texture « grossière » (à gauche de la carte avec le produit M à l'autre extrémité). La texture « grossière » correspond à des mies présentant des alvéoles de taille plus importantes. Elles sont relatives à des mies plus aérées. La première composante principale décrit donc la finesse de la structure alvéolaire. La seconde composante principale classe les textures en fonction de l'hétérogénéité de distribution de taille de leurs alvéoles. Les textures des mies sont classées de la plus homogène, en bas de la carte, à la plus hétérogène, en haut de la carte.

Les abscisses du barycentre des ellipses de confiances correspondant aux 15 produits sur les deux axes de l'ACP (Cp1 et Cp2) sont retenues pour l'étude des corrélations sensoriel/instrumental.

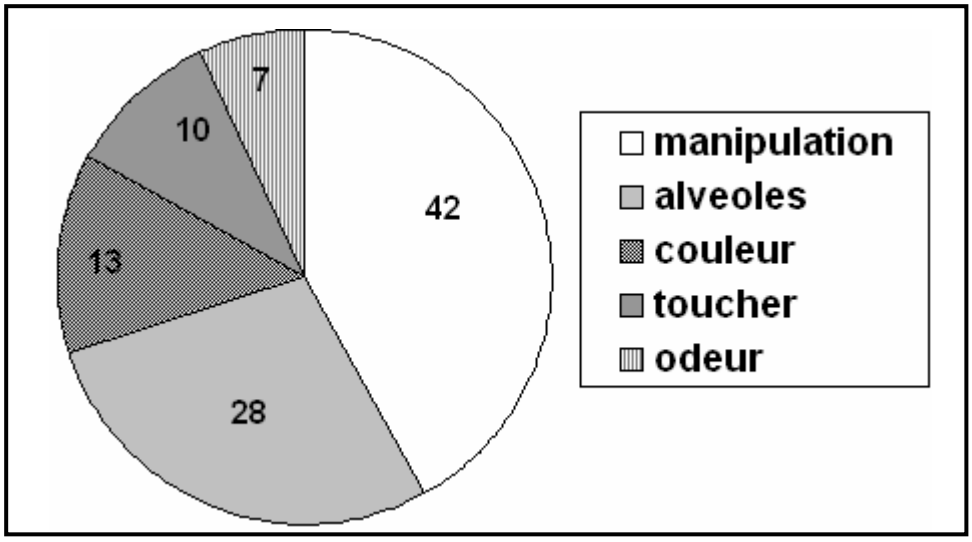


Figure 139 : Répartition en pourcentage des descripteurs générés par les panélistes en famille relatives (□) à la manipulation des produits 42%, (□) à la structure alvéolaire de la mie 28%, (□) à la couleur 13%, (□) au toucher 10% et (□) à l'odeur 7%.

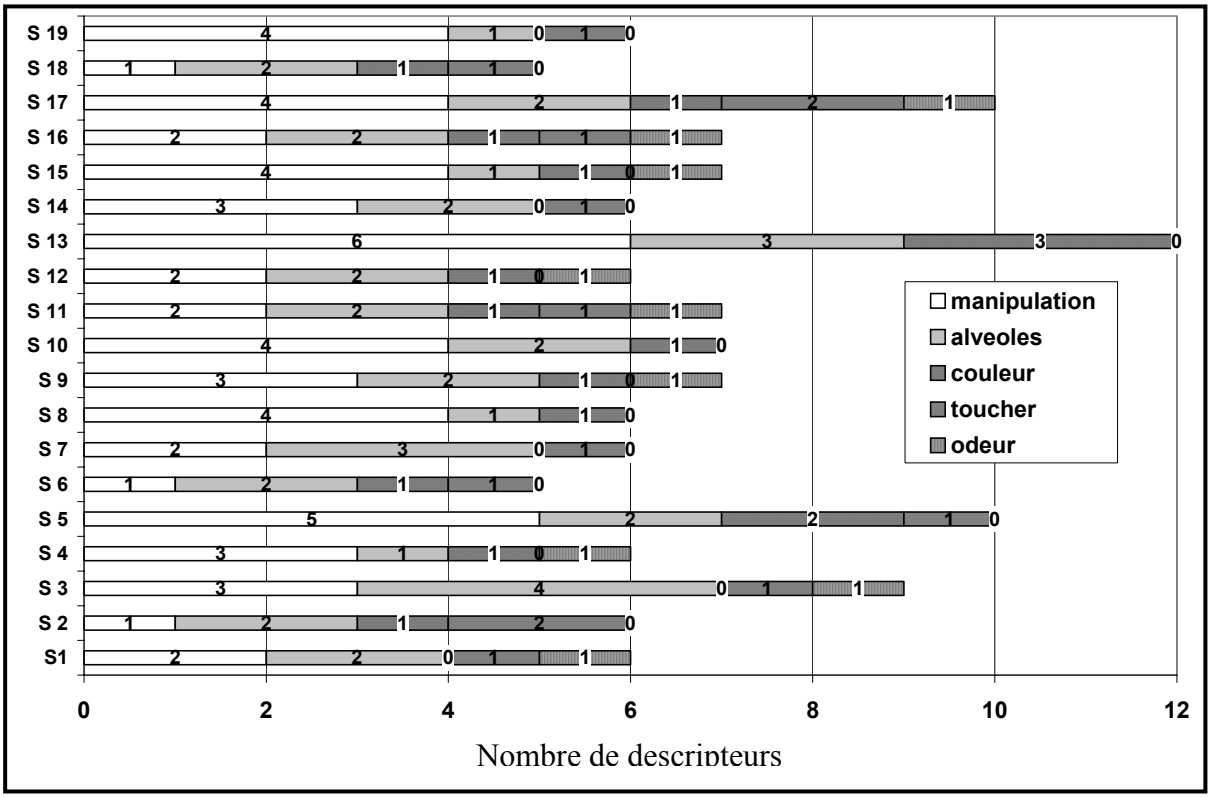


Figure 140 : Répartition des descripteurs générés par chacun des sujets en nombre pour chacune des familles définies sur le graphe précédent.

Le positionnement relatif des 8 produits (A → H) sur cette carte est similaire à celui observé sur la figure 137 : le produit D semble présenter la structure la plus fine de la série d'images de mies analysée avec le produit E classé très proche. Le produit H garde aussi son positionnement en tant que produit avec la mie la plus hétérogène. C'est le nombre plus important de structures alvéolaires pris en compte dans le calcul de la carte (15 au lieu de 8) qui est à l'origine de l'étalement des produits sur la carte. La réduction du nombre d'échantillons considéré par produit doit aussi y participer.

III.3. Caractérisation sensorielle : Profil Flash

III.3.a. Déroulement du test

La séance d'évaluation a duré 80 min en moyenne (minimum 60 min et maximum 105 min). Les sujets n'ayant pas le même niveau d'expertise dans le domaine céréalier et/ou sensoriel, ils n'avaient pas tous la même aisance lors de l'évaluation de l'espace produit. D'après leurs déclarations :

- Les sujets experts en panification, mais sans expérience en analyse sensorielle, ont trouvé la phase de génération de termes facile du fait d'une grande richesse de vocabulaire acquise de part leur expérience. Mais c'est la phase de classement des produits sur chacun des termes qui semblait plutôt difficile du fait de l'absence d'une telle pratique. Ceci pourrait expliquer le fait que les séances d'évaluation les plus longues correspondaient à ce groupe d'experts.
- Le second groupe de sujets experts en analyse sensorielle n'a pas trouvé de difficulté particulière pour la génération des termes et le classement des produits. C'est probablement leur familiarité avec ces techniques qui a facilité la tâche d'évaluation malgré le nombre élevé de produits à classer.
- Les sujets sans expérience ni en analyse sensorielle, ni dans le domaine céréalier ont déclaré que le test était long et fastidieux. Ils n'étaient pas forcément prêts à refaire ce test.

III.3.b. Les descripteurs sensoriels

Chacun des 19 panélistes a généré entre 5 et 12 termes, soit un total de 134 termes, dont 71 termes sémantiquement différents. Les termes ont été classés en 5 familles (figure 139) :

- La première (42% des termes) concerne les descripteurs générés lors de la manipulation des échantillons. Elle comprend près de la moitié des descripteurs totaux avec 56 termes générés tel que friabilité, déchirable, fermeté à la compression…

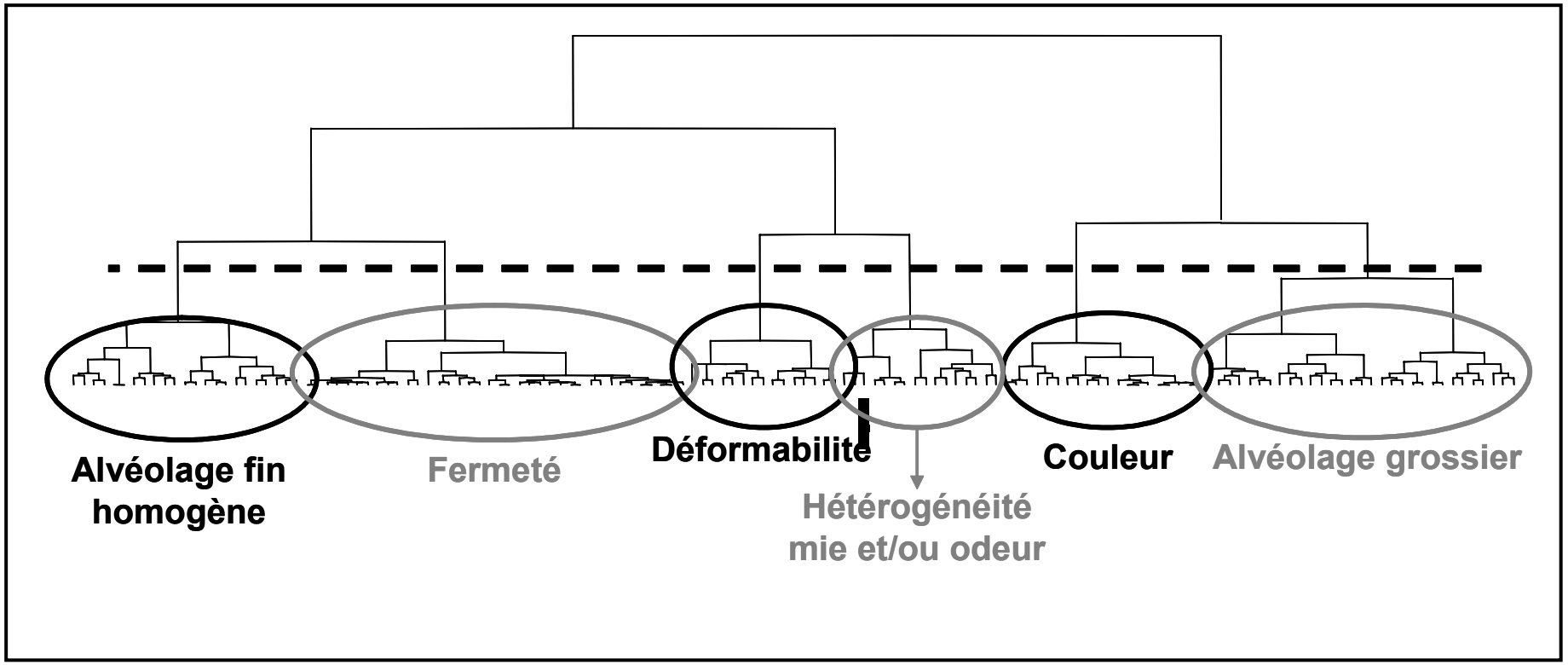


Figure 141 : Dendrogramme de la classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les coordonnées des descripteurs issus de l'APG.

- La seconde famille (28% des termes) regroupe les descripteurs relatifs à la structure alvéolaire de la mie (38 descripteurs) tel que taille des alvéoles, régularité des alvéoles…
- La troisième famille (13% des termes) regroupe les descripteurs se rapportant à la couleur des échantillons, avec 19 descripteurs au total. La « couleur jaune » a été le descripteur le plus cité.
- La quatrième famille est constituée de 14 descripteurs (10% des termes) qui correspondent à des sensations liés au toucher des échantillons tel que humidité, gras.
- La cinquième famille (7% des termes) regroupe 9 termes concernant l'odeur perçue par les sujets du panel, comme odeur de levain ou de pain.

La répartition des descripteurs générés selon ces cinq familles et pour chacun des sujets (figure 140) montre que :

- Tous les sujets ont généré des descripteurs appartenant aux deux premières familles à savoir manipulation et alvéoles.
- Seuls 3 sujets ont généré des termes appartenant aux cinq familles des descripteurs avec 7 termes au total pour les sujets 11 et 16 et 10 termes pour le sujet 17. Ces trois sujets ne sont pas de la même spécialité, le premier est expert en panification alors que les deux autres sujets sont du domaine de la recherche.
- Le sujet 13 malgré qu'il a généré le plus grand nombre de termes (12), il s'est attaché à décrire les trois premières familles seulement (0 termes concernant l'odeur et le toucher). Ce sujet, spécialiste en rhéologie, s'est plutôt concentré sur les termes de manipulation du produit (6), pour la plupart très corrélés entre eux.

III.3.c. Analyse de la carte consensuelle

L'Analyse Procustéenne Généralisée, réalisée sur les résultats individuels permet d'obtenir une carte sensorielle moyenne (cf. partie 2 ; chapitre 4 ; § III.3). Les trois premières dimensions expliquent 88% (respectivement 56 et 18 et 14%) de l'information totale. Une Classification Ascendante Hiérarchique (CAH), réalisée sur les coordonnées des descripteurs issus de l'APG (cf. partie 2 ; chapitre 4 ; § III.4), permet de mettre en évidence six groupes principaux de descripteurs (figure 141). Une attribution de noms aux groupes a été effectuée :

- Le groupe 1 constitué majoritairement de termes relatifs à la taille moyenne d'alvéoles, à la présence de grosses alvéoles et de « trous » dans la mie et parfois même à l'hétérogénéité de celle-ci, est appelé **« alvéolage grossier »**.

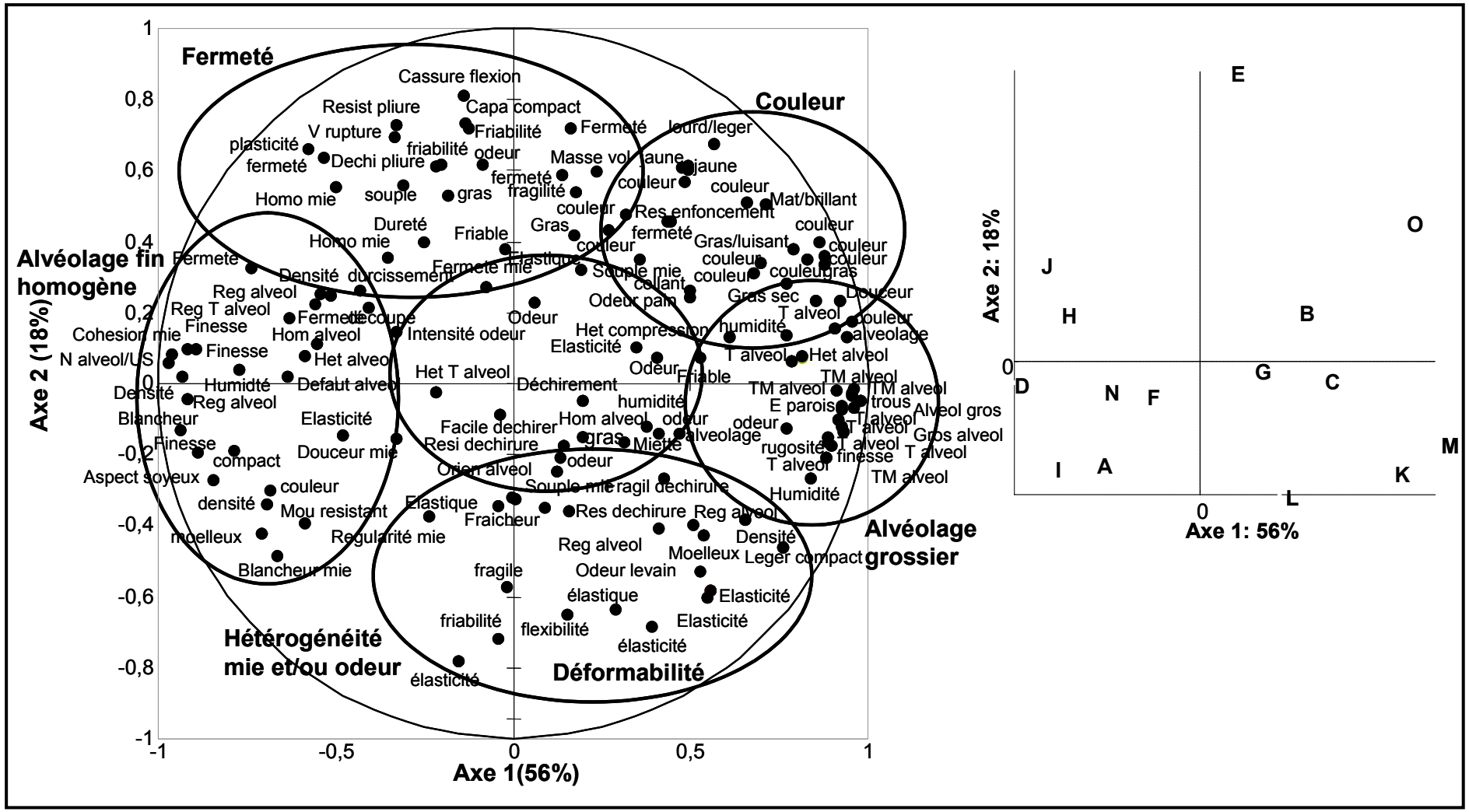


Figure 142 : Deux premières composantes de l'APG du profil Flash sur l'espace produit (15 produits de cuisson) et notions attribuées à chaque groupe de descripteurs (en gras et couleur).

- Le groupe 2 réunissant les descripteurs relatifs à la couleur jaune de la mie, à l'aspect mat ou brillant, relié, aussi au descripteur gras dû à une teneur élevée en huile de colza pour certains produits qui se traduit par une intensité de jaune importante, est désigné par le terme **« couleur** ».
- Le groupe 3 comporte peu de termes et il n'y a pas de tendance nette. Certains termes sont relatifs à l'hétérogénéité de la mie et d'autres à l'odeur du produit. Les deux types de termes sont à retenir dans ce cas et étant donné qu'ils varient dans le même sens le groupe est nommé « **hétérogénéité mie et/ou odeur** ».
- Le groupe 4 traduit les descripteurs de flexibilité, élasticité, souplesse et moelleux relatifs à la mie. Il est désigné par le terme « **déformabilité** ».
- Le groupe 5 décrit les propriétés de dureté, résistance et fermeté de la mie. Il est appelé « **fermeté** ».
- Le groupe 6 assemble principalement les descripteurs liés à la finesse de la mie, à une régularité de taille d'alvéoles reliée à la densité du produit. Ce groupe est défini par le terme « **alvéolage fin et homogène** ».

L'observation de la carte consensuelle permet de retrouver les six groupes de descripteurs. Cinq de ces groupes se retrouvent sur le plan 1-2 de la carte consensuelle (figure 142) (désignés sur la figure par les termes : **alvéolage grossier**, **couleur**, **déformabilité**, **fermeté** et **alvéolage fin et homogène**). Le dernier groupe **hétérogénéité mie et/ou odeur** apparaissant au centre de la carte définit essentiellement l'axe 3 (figure non montrée). Sur les cinq groupes de descripteurs, quatre d'entre eux s'opposent deux à deux. Les groupes **alvéolage grossier** et **alvéolage fin et homogène** s'opposent sur la première composante de l'APG. Les groupes **fermeté** et **déformabilité** s'opposent sur la bissectrice du second et quatrième cadran de l'ACP. Ces groupes définissent les bornes de deux axes : l'un qui est lié à la **granulométrie** (taille des alvéoles de la mie) et l'autre aux **propriétés mécaniques** de la mie. Le dernier groupe **couleur** est porté sur la bissectrice du premier cadran du cercle de corrélations.

Sur la carte des produits de la figure 142, le produit E est bien discriminé des autres produits selon l'axe 2 : selon les sujets, il est perçu comme le produit le plus ferme de l'espace produit. Ce positionnement concorde avec les données instrumentales puisque le produit E présente le module d'Young apparent le plus élevé de l'espace produit (figure 137). Le positionnement du produit O montre qu'il est désigné par les sujets du panel comme le produit le plus

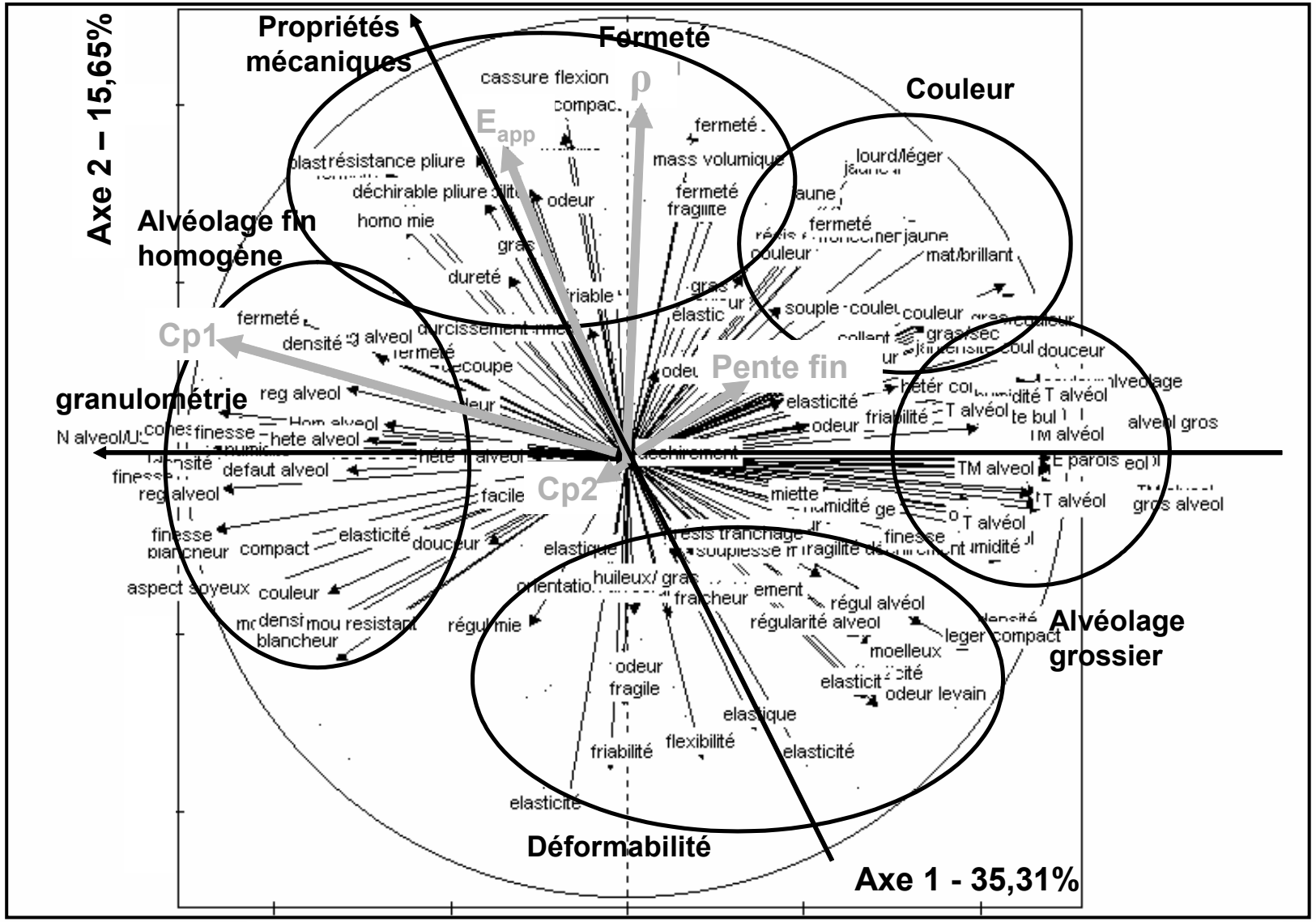


Figure 143 : Plan 1-2 de l'AFM réalisée sur les données sensorielles et instrumentales de l'espace produit (15 produits de cuisson). En rouge les paramètres instrumentaux et en gras les notions attribuées à chaque groupe de descripteurs et les axes de classement sensoriel.

« **coloré** ». Il s'agit d'un produit à forte teneur en saccharose, eau et huile de colza. La participation de ces ingrédients dans les réactions de Maillard et de coloration est probablement à l'origine de cette différentiation. Les produits M et D se retrouvent aux deux extrémités de l'axe 1 (respectivement à droite et à gauche) correspondant à la **granulométrie** de taille des alvéoles de la mie. Le produit M est perçu par le panel comme le produit ayant les alvéoles de taille moyenne importante. Le produit D qui se trouve à l'opposé du produit M sur l'axe 1 est défini par les panélistes comme le produit présentant la mie la plus fine. Ce classement des extrémités est en parfaite concordance avec celui obtenu en analyse d'images (figure 138) avec un axe 1 inversé entre les deux méthodes. Les produits M et D constituent les produits extrêmes de l'axe 1 de l'ACP de classement des courbes granulométriques, dont la signification physique est la finesse de la structure alvéolaire.

III.4. Les relations instrumental / sensoriel

Plusieurs similarités existent entre le classement des produits par les sujets du panel en Profil Flash et les mesures instrumentales. Dans le but de déterminer les liens éventuels entre les mesures instrumentales et les groupes de descripteurs générés par lors du Profil Flash, nous procédons à une Analyse Factorielle Multiple (AFM) qui permet d'analyser conjointement l'ensemble des données sensorielles et instrumentales (cf. partie 2 ; chapitre 4 ; § III.5). 20 groupes de variables dont 1 groupe de variables instrumentales (ρ, E app, pente fin, Cp1 et Cp2) et 19 groupes de variables sensorielles qui correspondent aux classement des 19 juges ont été considérés dans cette analyse. Les trois premiers axes de l'AFM sont représentés sur les figures 143 et 144. Ils représentent respectivement 35,3 ; 15,6 et 11,8 % de l'information (total 65,6%).

La première remarque concerne les 6 groupes de descripteurs identifiées par la CAH effectuée sur les coordonnées des descripteurs issus de l'APG : on retrouve les groupes alvéolage fin et homogène et alvéolage grossier qui définissent l'axe de granulométrie, les groupes fermeté et déformabilité qui définissent l'axe des propriétés mécaniques, le groupe couleur et enfin le groupe hétérogénéité mie et/ou odeur.

Les deux cartes de l'AFM (figures 143 et 144) montrent qu'il existe des corrélations fortes entres les paramètres instrumentaux et les groupes de descripteurs sensoriels :

- La finesse de la structure alvéolaire de la mie issue de l'analyse d'image (**Cp1**) est corrélée positivement avec les descripteurs du groupe **alvéolage fin et homogène** et négativement avec les descripteurs du groupe **alvéolage grossier** (figure 143).

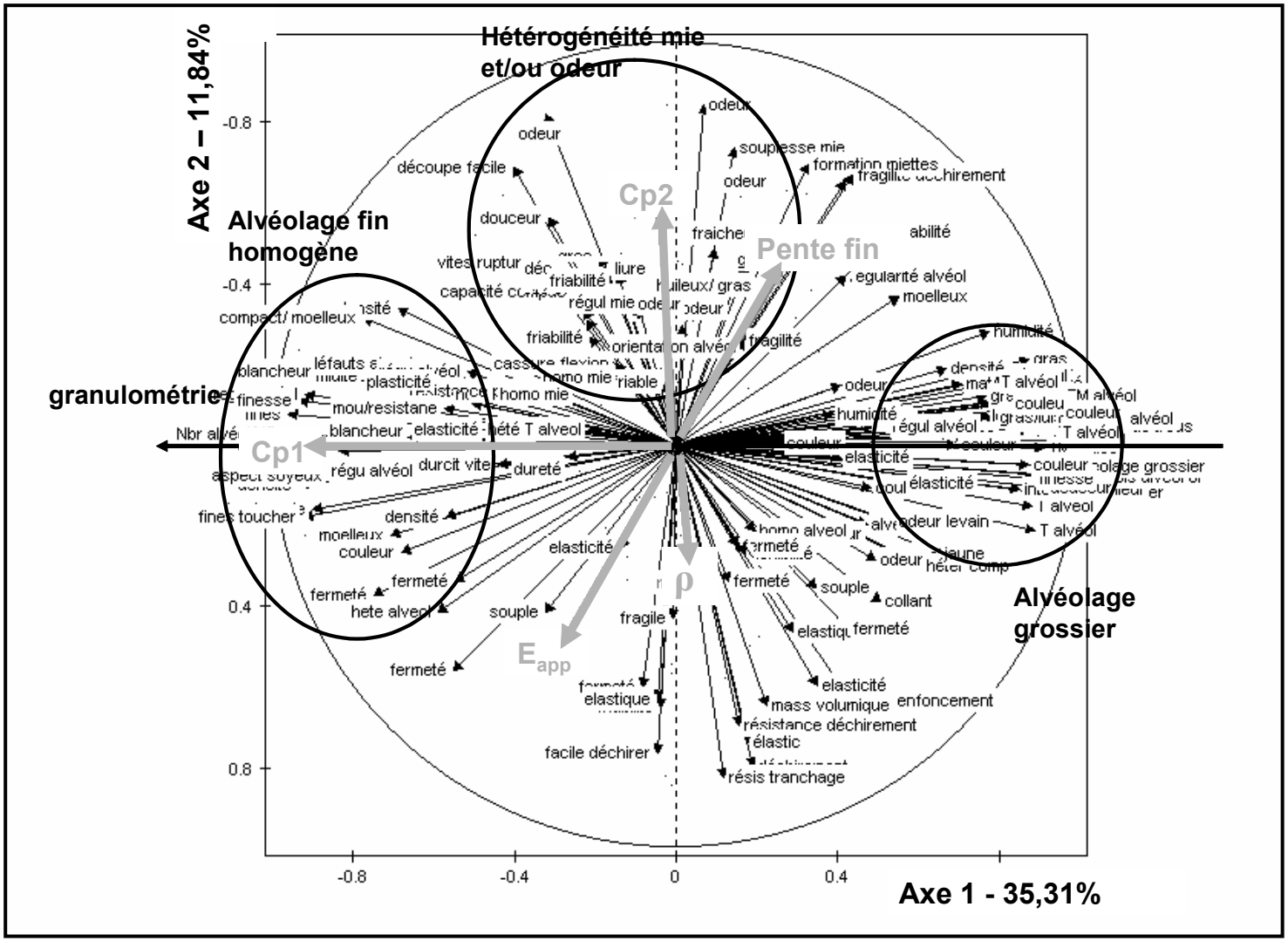


Figure 144 : Plan 1-3 de l'AFM réalisée sur les données sensorielles et instrumentales de l'espace produit (15 produits de cuisson). En rouge les paramètres instrumentaux et en gras les notions attribuées à chaque groupe de descripteurs et les axes de classement sensoriel.

- Le module d'Young (**E_{app}**) issu des essais de compression de la mie aérée et la masse volumique (ρ) des produits sont corrélés entre eux et sont positivement corrélés avec le groupe **fermeté**. Par opposition, les deux paramètres instrumentaux **E_{app}** et ρ sont anti-corrélés avec le groupe de descripteurs **déformabilité**.
- L'hétérogénéité de la mie obtenue par analyse d'images (**Cp2**) est corrélé positivement avec le groupe de descripteurs traduisant un **alvéolage hétérogène et/ou odeur**. Il est probable que ces deux notions soient liées.
- Le module d'Young du matériau densifié ne semble pas être corrélé avec un groupe de descripteurs donné. La validité de cette mesure reste à vérifier, vu les limites de mesure de l'appareil utilisé.

L'ensemble de ces corrélations montre qu'il est tout à fait possible de décrire par des essais instrumentaux certaines variations de texture ressenties sensoriellement. Ces variations concernent principalement les propriétés mécaniques (fermeté, déformabilité) et la structure alvéolaire de la mie (finesse et hétérogénéité). La détermination de la couleur de la mie dans le système Lab, qui n'avait pas été envisagée lors de cette étude, aurait pu fournir une donnée instrumentale supplémentaire à intégrer dans ces données et vérifier ainsi sa pertinence par rapport au classement fourni par les sujets du panel.

DISCUSSION GENERALE

Discussion générale

I. INTRODUCTION

Pour l'étude des corrélations entre les différentes étapes du processus de fabrication, l'ensemble des paramètres sélectionnés dans les chapitres 2, 3 et 4 de la partie « Résultats et Discussion » sont repris. Leur nombre (20) est largement supérieur au nombre de produits (7 formules du tableau 12 sauf la formule N°5) pour lesquels ils sont obtenus. Aussi il n'est pas possible de réaliser une ACP. En revanche, les corrélations deux à deux sont recherchées afin de discuter, voir identifier, les facteurs interférant dans l'établissement de la structure alvéolaire au cours du procédé de fabrication.

- Dans la matrice de corrélation finale (Tableau 23), sont notés les corrélations significatives. Celles entre les paramètres d'une même étape de fabrication (pâte sortie pétrissage, transition thermique, produit finis) ayant déjà été discutées (respectivement dans les chapitres 2, 3 et 4) ne sont pas rediscutées en tant que tel ici. Les valeurs correspondantes sont notées en noir sur la matrice de corrélations.
- Les hypothèses explicatives des corrélations entre les paramètres de caractérisation du produit à deux étapes distinctes seront discutées dans cet ordre :
  - Les paramètres de caractérisation de la « pâte crue » et ceux du produit en cours de « cuisson ». Les valeurs correspondantes sont notées en bleu sur le tableau 23.
  - Les paramètres de caractérisation du produit au cours de l'étape de « cuisson » et ceux du « produit fini ». Les valeurs correspondantes sont notées en rouge sur le tableau 23.
  - Les paramètres de caractérisation de la « pâte crue » et ceux du « produit fini ». Les valeurs correspondantes sont notées en vert sur le tableau 23.
- Puis, l'influence des teneurs des ingrédients, eau, huile et saccharose, sur les différents paramètres est rediscutée dans une optique de choix de formules permettant de fabriquer à volonté des produits aux propriétés finales fixées. Les valeurs des coefficients de corrélations relatifs sont reportées sur les trois premières colonnes de la matrice de corrélation (Tableau 23) en marron.

Du fait de la symétrie de la matrice, et afin d'en simplifier la lecture, seule l'une des deux séries de chiffres donnant les corrélations deux à deux est donnée sur le tableau 23.

Tableau 23 : Matrice de corrélations entre la composition et les paramètres de caractérisation du produit tout au long du processus de fabrication (pâte crue, cuisson et produit fini)

	E (MF)	S (MF)	H (MF)	C	n	ηi	η 90	mi	m 90	vol 90	Ta	E' Tb	tanδ Tb	T1	T2	T4	levée	ρ	cp1	cp2	E' parois
E (MF)																					
S (MF)																					
H (MF)																					
C	-0,844																				
n																					
ηi			-0,792		-0,793																
η 90			-0,861																		
mi			-0,961				0,894														
m 90				-0,778																	
vol 90		-0,795			-0,780																
Ta	-0,962			0,781																	
E' Tb			-0,929			0,799	0,807	0,856													
tanδ Tb																					
T1	-0,944										0,959										
T2																					
T4				-0,793					0,955												
levée					0,944	-0,793															
ρ			-0,778				0,878	0,880													
cp1													-0,885								
cp2		-0,902							-0,825												
E' parois			-0,864			0,845		0,787				0,892						0,767			
Eapp																		0,893			0,879
eau mie			-0,778				0,891	0,860										0,767			

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

- Les corrélations entre les paramètres d'une même étape de fabrication sont notées en noir.
- Les corrélations entre les paramètres « pâte crue » et ceux de la « cuisson » sont notées en bleue.
- Les corrélations entre les paramètres « pâte crue » et ceux du « produit fini » sont notées en vert.
- Les corrélations entre les paramètres de la « cuisson » et ceux du « produit fini » sont notées en rouge.
- Les corrélations entre la composition et l'ensemble des autres paramètres sont notées en marron.

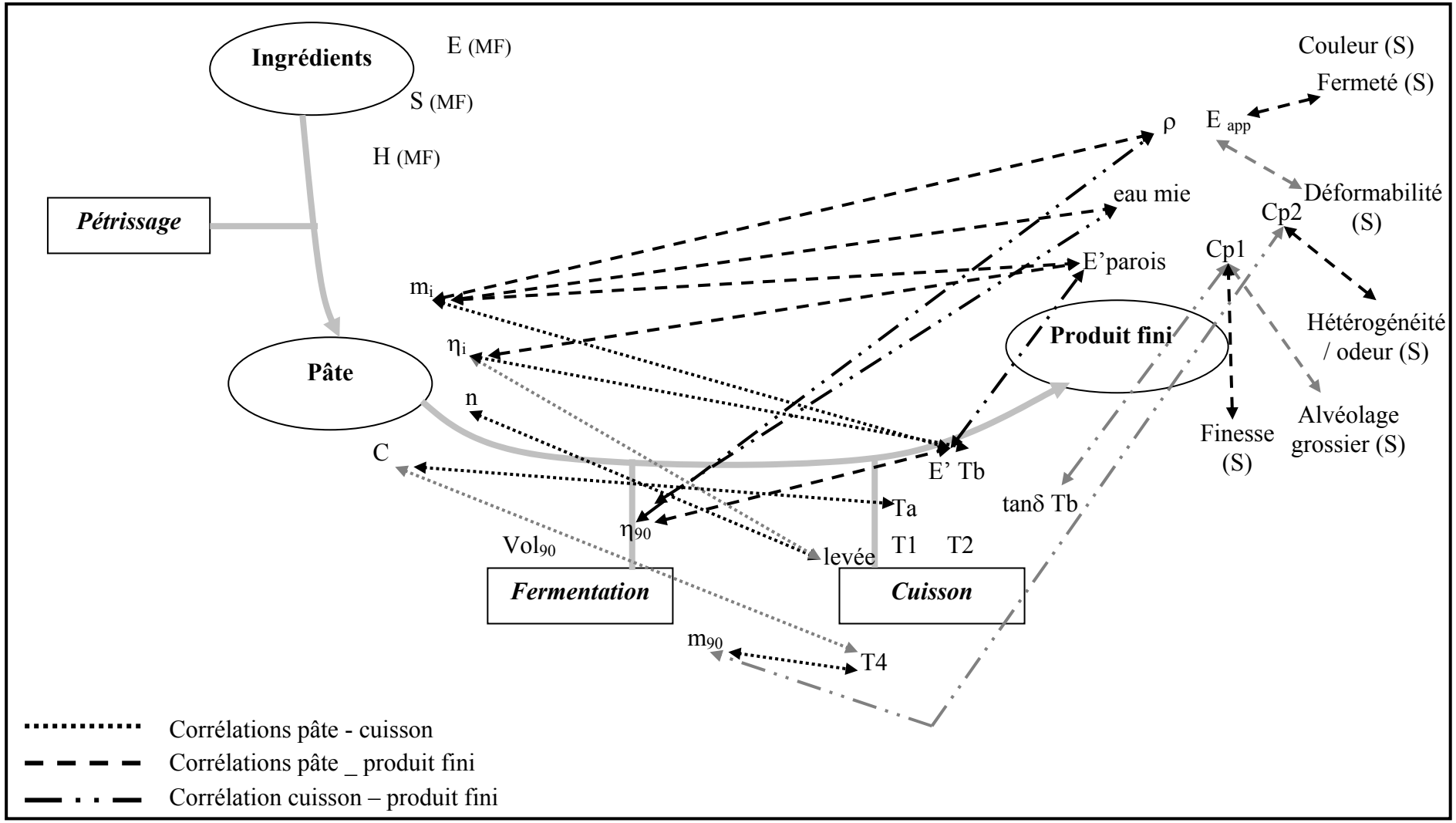


Figure 145 : Représentation des corrélations entre les paramètres de caractérisation du produit aux différents stades de sa fabrication. La lettre S est relative aux mesures sensorielles. Les traits en noirs sont relatifs aux corrélations positives et les traits en gris sont relatifs aux corrélations négatives.

II. CORRELATIONS ENTRE LES PARAMETRES DES DIFFERENTES ETAPES DU PROCEDE DE FABRICATION

La figure 145 reprend les différentes corrélations possibles entre les paramètres de caractérisation du produit aux différentes étapes de sa fabrication. Les corrélations positives sont représentées en bleu et négatives en vert. Nous allons procéder à leur explication en considérant les étapes de fabrication deux par deux.

II.1. Corrélations paramètres « pâte crue » - paramètres « cuisson »

- La consistance Brabender (**C**) est corrélée aux températures de début d'augmentation du module E' (**T_a** - corrélation positive de 0,781) et de fusion de l'amidon (**T_4** - corrélation négative de – 0,793). Ces corrélations, faibles, peuvent néanmoins être expliquées par l'incidence de la teneur en eau sur la consistance de la pâte et les températures de transition thermique. En effet, la consistance de la pâte et la teneur en eau présentent une corrélation négative de -0,844. Par ailleurs, les deux températures, T_a et T_4, auxquelles est corrélée la consistance sont relatives à la transition thermique de l'amidon et probablement celle du gluten qui se produit dans la même zone de température. Ces deux phénomènes sont largement dépendants de la teneur en eau du milieu (cf. partie 1 ; chapitre 2 ; III.2).
- Les deux paramètres de caractérisation de la pâte, l'indice rhéofluidifiant (**n**) et la viscosité apparente aux petites déformations (η_i), négativement corrélés entre eux (-0,793) présentent des corrélations avec la **levée** au four, positive (0,944) et négative (-0,793) respectivement. Dans le domaine étudié, il semble que les pâtes ayant un indice de comportement (**n**) important (caractère rhéofluidiant peu marqué) présente également une viscosité apparente aux petites déformations (η_i) faible. Ces propriétés semblent favoriser une augmentation de la levée au four : l'expansion se produit essentiellement au début de la cuisson, à un moment où la pâte est encore liquide et est sujette à de faibles déformations sous l'effet de l'expansion des gaz. Un indice **n** important et/ou une viscosité η_i faible de la pâte en sortie pétrissage favoriseraient son expansion puisque la pâte résisterait moins à la pression des gaz.
- La viscosité apparente de la pâte en sortie pétrissage et en fin de fermentation (η_i et η_{90}) ainsi que l'indice de rhéodurcissement (m_i) sont positivement corrélés au maximum du module conservatif E' de la pâte obtenu lors de la transition thermique suivie par DMTA

(**E' T_b**), avec respectivement des coefficients de corrélation de 0,799 ; 0,807 et 0,856. Une pâte ayant une viscosité apparente et/ou un indice de rhéodurcissement, indicateur de la résistance de la pâte à la rupture, élevés conduirait à la création d'un matériau plus élastique à l'issue de la transition thermique.

- L'indice de rhéodurcissement en fin de fermentation (**m_{90}**) est fortement corrélé avec **T_4**, la température du pic de fusion des zones cristallines de l'amylopectine déterminée par AED. Aucune explication simple, en lien avec la physico-chimie des pâtes, n'a pu être trouvée.

II.2. Corrélations paramètres « pâte crue » - paramètres « produit fini »

- La viscosité apparente de la pâte en fin de fermentation, c'est-à-dire aux grandes déformations, (**η_{90}**) et l'indice rhéodurcissant (**m_i**) sont corrélés positivement avec la masse volumique du produit fini (ρ) (respectivement 0,878 et 0,880). Plus la viscosité (η_{90}) et l'indice rhéodurcissant (m_i) sont faibles, plus le produit fini est aéré. Ces deux facteurs (**η_{90}** et **m_i**) jouent le rôle de freins à la levée au four sans qu'ils y soient corrélés. D'autres facteurs jouent probablement sur cette dernière.

- L'indice de rhéodurcissement évalué en fin de fermentation (**m_{90}**), est inversement corrélé avec le paramètre d'hétérogénéité de la mie (**Cp2**). Lorsque **m_{90}**, indicateur de la capacité de résistance de la pâte à la rupture augmente, la pâte résiste mieux à la rupture lorsqu'elle est étirée sous l'effet du grossissement des bulles. Statistiquement, il y aura moins de rupture de parois et donc moins de grosses alvéoles par rapport aux alvéoles initiales : la mie obtenue est plus homogène Il est intéressant de noter ici que c'est **m_{90}** qui est corrélé avec le paramètre d'hétérogénéité de la mie (**Cp2**) et non **m_i**. La valeur de **m_{90}** est obtenue par extrapolation des mesures de l'indice de rhéodurcissement à des déformations du même ordre de grandeur que celles subies par les pâtes en fin de fermentation. A ces déformations, comprises entre 0,75 et 1,07, un effet de rhéodestruction de la pâte, variable suivant la formule est pris en compte. Etudier le caractère rhéodurcissant aux grandes déformations, plus proches de celles auxquelles il est sollicité (fin fermentation et début cuisson) est donc plus pertinent. Par ailleurs, les études sur ce caractère, le considèrent constant quelle que soit la déformation (cf. partie 1 ; chapitre 3 ; § I.2). Les résultats de cette étude montrent que tenir compte de l'évolution de ce paramètre en fonction de la déformation est primordiale pour expliquer l'hétérogénéité de la mie.

- La viscosité et l'indice de rhéodurcissement de la pâte au début du test de compression (η_i et m_i) sont positivement corrélés au module conservatif E' des parois alvéolaires (**E'_{parois}**) obtenu après broyage et densification de la mie (respectivement 0,845 et 0,787). Une pâte à forte viscosité apparente et présentant une résistance à la rupture des parois élevée conduit à la formation d'un matériau constitutif de parois alvéolaires plus élastique.
- La teneur en eau de la mie du produit fini (**eau mie**) est positivement corrélée à la viscosité de la pâte en fin de fermentation (η_{90}) et à l'indice de rhéodurcissement au début du test de compression (m_i). Le lien entre la viscosité en fin de fermentation et la teneur en eau est logique. D'après la loi de Stoke-Einstein, le coefficient de diffusion d'un milieu est inversement proportionnel à sa viscosité : plus la viscosité de la pâte est élevée, moins les phénomènes de diffusion, notamment celui de l'eau, seront prononcés et la teneur en eau finale de la mie sera importante. La corrélation positive avec m_i est plus difficile à expliquer.

II.3. Corrélations paramètres « cuisson » - paramètres « produit fini »

- La valeur de tanδ mesurée au maximum du module E' lors du suivi de la transition thermique en DMTA (**tanδ Tb**), est inversement corrélée au paramètre de finesse de la mie (**Cp1**) déterminé par analyse d'image. Une augmentation de **tanδ** signifie que le matériau est moins structuré, avec un caractère visqueux plus marqué. L'énergie fournie au cours de la poussée gazeuse durant la première phase de cuisson serait globalement plus dissipée que dans le cas d'un matériau présentant un **tanδ** à T_b plus faible. A même poussée gazeuse, le film de pâte séparant deux bulles gazeuses, une fois déformé aura moins tendance à retrouver sa forme initiale lorsque le **tanδ** est plus élevé. Les alvéoles sont donc globalement plus grandes et les parois entre alvéoles plus fines.
- La valeur maximum du module E' atteinte au cours de la transition thermique suivie par DMTA (**E' T_b**) est positivement corrélé (0,892) avec la valeur de la composante élastique des parois alvéolaires mesurée à température ambiante (**E'_{parois}**). L'essentiel des propriétés mécaniques des parois alvéolaires semble donc conditionné par la première phase de la transition thermique, qui conduit à l'augmentation du module E' suite au gonflement des grains d'amidon et à la thermocoagulation du réseau de gluten. Les changements d'organisation microstructurale qui s'opèrent ensuite (sortie de l'amylose à l'extérieur des grains d'amidon, ruptures de grains) ne semblent pas modifier de façon notable le

classement des produits selon les propriétés mécaniques des parois quelle que soit la composition du produit en eau, huile et saccharose.

Remarque : Le volume de la pâte en fin de fermentation (**Vol_{90}**) n'est pas corrélé avec la **levée** au four mais présente un coefficient de corrélation limite (-0,739) : le potentiel de levée généré au cours de la fermentation par production de CO_2 joue probablement un rôle important mais ne suffit pas à expliquer le niveau de levée au four. De même la masse volumique du produit fini (**ρ**), n'est pas corrélée à la **levée** au four. L'expansion au four ne suffit pas non plus à obtenir un produit fini de faible densité. La formation de la croûte doit probablement participer à l'arrêt de la levée, mais ce facteur n'est pas évalué dans cette étude.

Tableau 23 : Principaux corrélations entre les paramètres de caractérisation du produit aux différentes étapes de sa fabrication et indépendants de la composition.

Paramètre (s) 1		**Paramètre (s) 2**
n ↗ et/ou η_i ↘	⇨	levée ↗
C ↗	⇨	T_a ↗
η_i ↗ et/ou η_{90} ↗ et/ou m_i ↗	⇨	E' T_b ↗
C ↘ et m_{90} ↗	⇨	T_4 ↗
m_{90} ↗	⇨	Cp2 ↘ (homogénéité selon le sensoriel ↗)
η_{90} ↘ et /ou m_i ↘	⇨	eau mie ↘ et ρ ↘
η_i ↗ et/ou m_i ↗	⇨	E'_{parois} ↗
tanδ T_b ↘	⇨	Cp1 ↗ (finesse↗)
E' T_b ↗	⇨	E'_{parois} ↗

Le tableau 24 résume les corrélations entre les différentes étapes du processus de fabrication. Il en ressort que les propriétés rhéologiques de la pâte en sortie de pétrissage et à la fin de la fermentation, notamment la viscosité de la pâte, conditionnent pour beaucoup les propriétés du produit fini du point de vue aération et structure alvéolaire. L'état de structuration du matériau au cours de la transition thermique y intervient aussi notamment au niveau de la taille des alvéoles de la mie. **Une pâte avec une faible viscosité et/ou un indice rhéofluidiant élevé conduit à une perte d'eau, par diffusion et évaporation au cours de la cuisson, importante, par conséquent une levée facilitée aboutissant à un produit fini plus aéré. Si de plus, elle présente un indice rhéodurcissant important aux grandes**

déformations (fin de fermentation / début de cuisson) la distribution en taille des alvéoles de la mie correspondante est plutôt homogène. L'état de structuration de la pâte au cours de la transition thermique joue pour beaucoup dans la taille des alvéoles correspondantes, plus le caractère visqueux à ce stade est peu marqué, plus la structure alvéolaire est fine. Le tableau 24 montre aussi que certains paramètres ne sont pas corrélés avec d'autres : Vol_{90}, T_1, T_2 et E_{app}. Le cas du volume de la pâte en fin de fermentation a été discuté par ailleurs (cf. remarque). Pour les deux températures caractéristiques tirées de l'AED (T_1 et T_2), il était difficile de les corréler avec des grandeurs autres que celles issues du suivi de la transition thermique. Toutefois, T_1 est fortement corrélé avec T_a et en corrélation limite avec la consistance de la pâte (C). La corrélation de E_{app} avec aucun des autres paramètres pourrait paraître étonnante et poser problème du fait de sa corrélation avec les paramètres sensoriels (fermeté et déformabilité). Cette absence de corrélations avec les autres paramètres instrumentaux est probablement due à une corrélation multiple avec les données des propriétés mécaniques du matériau constitutif des parois alvéolaires mais également celles de la structure alvéolaire à travers le degré d'aération (ρ), la finesse de la mie (Cp1) et aussi son hétérogénéité (Cp2). En effet, l'ACP effectuée dans le cadre de l'étude instrumental/sensoriel montre la forte corrélation entre E_{app} et ρ ainsi que les notions de fermeté de la mie, par opposition à déformabilité et générés par les sujets du panel. Par ailleurs, Babin (2005) montre que l'hétérogénéité de la mie et la masse volumique du produit jouent conjointement sur le rapport Eapp/Eparois.

Il est par ailleurs intéressant de noter que l'étude sensorielle par Profil Flash a permis de générer des termes décrivant bien les caractéristiques de finesse et d'hétérogénéité de la mie. Grâce à la matrice de corrélations entre paramètres instrumentaux (Tableau 23), il est possible de remonter aux **caractéristiques clefs de la structure alvéolaire : m_{90} pour l'hétérogénéité et tanδ T_b pour la finesse.**

III. INFLUENCE DES TENEURS DES INGREDIENTS SUR LES PARAMETRES DE CARACTERISATION DU PRODUIT

L'étude systématique des effets teneurs en eau, huile et saccharose au cours de ce travail permet de dégager les tendances de structures alvéolaires et de fermeté de la mie liées à la composition : le tableau 25 résume les effets respectifs de l'eau, de l'huile et du saccharose sur les différentes caractéristiques analysées tout au long de l'étude et la figure 146 reprend

les corrélations entre les paramètres de composition et les paramètres choisis pour la discussion générale. L'observation de ces deux bases de données permet d'avancer :

Tableau 24 : Influence de la composition (teneur en eau, huile et saccharose) sur les paramètres de caractérisation du produit aux différentes étapes de sa fabrication

	Méthode	Observation / paramètre	Eau		Huile de colza		Saccharose	
			Intensité	Sens	Intensité	Sens	Intensité	Sens
Pâte	MCBL	Agrégation protéines	+ + +	↗	+	↗	+ +	↗
		Orientation réseau	+ +	↗	+	↗	+ +	↗
		Répartition lipides	-	→	+ + +	↗	-	→
	Rhéologie	η_i	+	↘	+ +	↘	+	↘
		η_{90}	+ +	↗	+ + +	↘	+	↗
		m_i	+ +	↘	+ + +	↘	-	→
		m_{90}	+ +	↗	+ +	↘	+ +	↗
		n	+ +	↘	+ +	↗↘	+ +	↗
		C	+ + +	↘	+	↘	+ +	↘
Fermentation Rhéofermentomètre		V CO_2	-	→	+	↘	+ + +	↘
		V_{90}	+	↗	+ +	↘	+ + +	↘
Cuisson	AED	T_1	+ +	↘	-	→	+ +	↗
		T_4	+ +	↘	-	→	+ +	↗
		P_{amidon}	+	↗↘	+	↘	+ + +	↘
		M_{amidon}	+ +	↗	+ +	↘	+ + +	↘
	DMTA	T_a	+ +	↘	-	→	+	↗
		tanδ T_b	+ +	↗	+	↗↘	+	↘↗
		E' T_b	-	→	+ +	↘	+ +	↗
	Four	levée	+	→↘	+	↗↘	+ + +	↗
Produit fini	Mie	ρ	+	↗	+ +	↘	+ +	↗
		E_{app}	+	↘	+ +	↘→	+ + +	↗
		Eau mie	+ + +	↗	+ + +	↘	+ +	↗
	Parois	E'_{parois}	+ +	↘→	+ + +	↘	+ + +	↗
	Alvéoles	Cp1	+	↘	+	↘	+	↗
		Cp2	-	→	+	↗	+ + +	↘

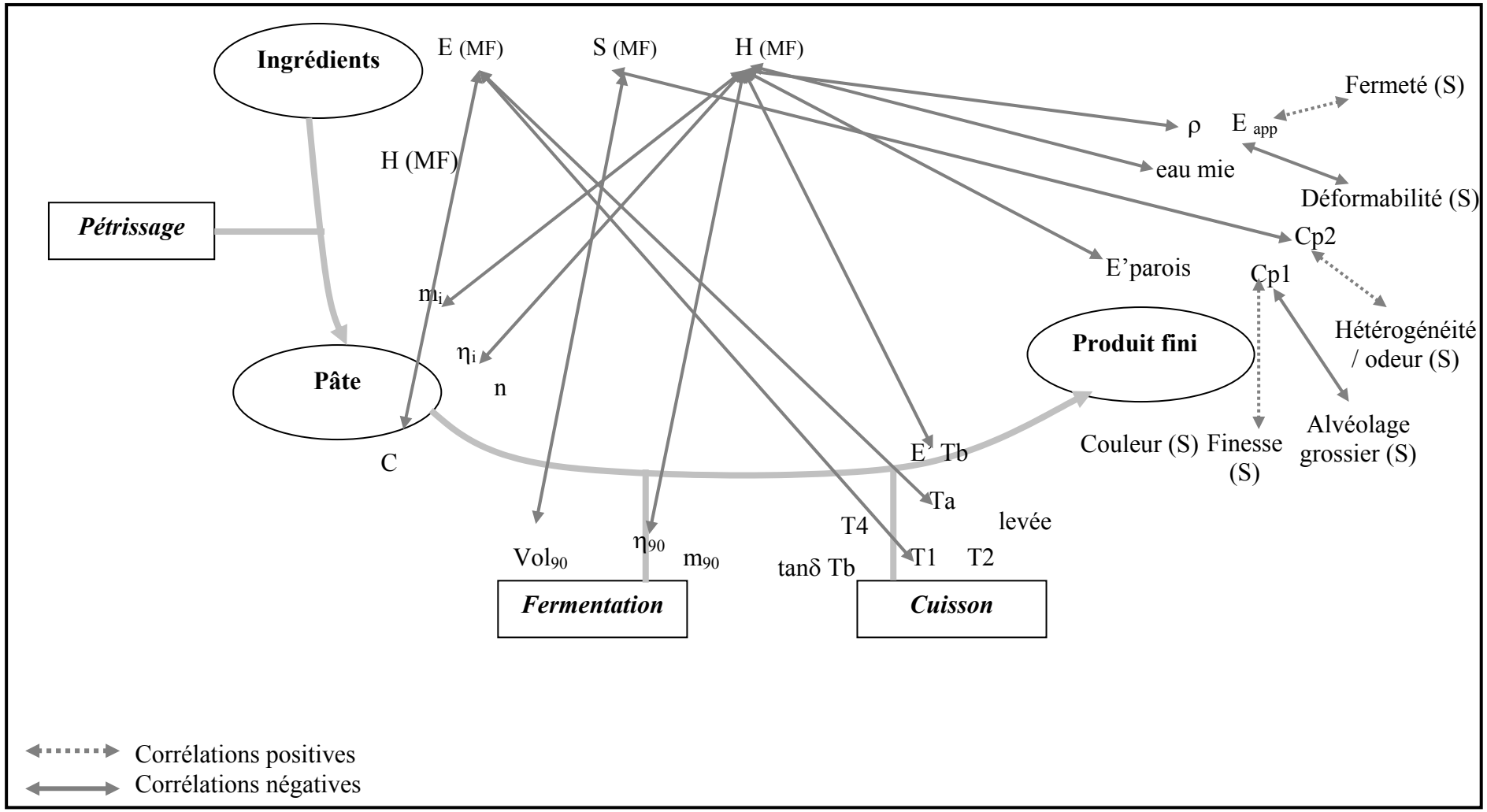


Figure 146 : Représentation des corrélations ←——→ négatives entre la composition de la pâte et les différents paramètres de caractérisation du produit au cours de sa fabrication et des corrélations sensoriel/instrumental. La lettre S est relative aux mesures sensorielles.

- **La teneur en eau** qui, conditionne largement la consistance de la pâte et la température de début du phénomène de transition thermique, ne semble pas avoir d'impact sur les caractéristiques du produit fini. Pourtant, les observations en microscopie confocale montrent l'influence de la teneur en eau sur l'agrégation du réseau de gluten qui est un paramètre influant sur les propriétés rhéologiques de la pâte. La gamme de teneur en eau explorée dans cette étude (50 et 60% MF) est peut être insuffisante pour montrer l'effet de ce composant. Des essais complémentaires avec des teneurs en dehors de cette gamme pourraient confirmer cette hypothèse. Une autre explication possible serait les effets antagonistes de l'eau sur les facteurs influençant les propriétés du produit fini. A titre d'exemple une augmentation de la teneur en eau conduit à une diminution de η_i et η_{90} (Tableau 25), alors que ces deux paramètres sont positivement corrélées à E'_{parois}. La même remarque peut être faite sur m_i et η_{90} qui sont tous deux positivement corrélés à la masse volumique du produit fini. L'effet eau sur la structure alvéolaire est aussi loin d'être simple. On peut noter néanmoins, que même s'il n'existe pas de corrélations entre la teneur en eau et tanδ et Cp1, une augmentation de la teneur en eau entraîne une augmentation de tanδ, paramètre anti-corrélé avec Cp1 (Tableau 25). Le classement des mies suivant l'axe 1 de l'ACP issue de l'analyse d'images sur les 8 formules de l'étude (figure 129) montre en effet un déplacement des mies vers des valeurs de Cp1 plus faibles (taille plus importante) quand la teneur en eau augmente.
- **La teneur en saccharose** influence l'étape de fermentation à travers le volume de CO_2 dégagé : il diminue quand la présence de ce substrat dans la pâte augmente. Ce paramètre de composition est aussi négativement corrélé avec le coefficient d'hétérogénéité de la structure alvéolaire du produit fini (Cp2). Une augmentation de la teneur en saccharose implique la formation d'un produit avec une texture plus homogène. Ces deux corrélations se rejoignent : le dégagement d'une plus faible quantité de gaz induit une plus faible déformation, d'où peu ou pas de rupture des parois entre les bulles gazeuses et donc l'obtention d'alvéoles de forme similaire.

Remarque : Le tableau 25 montre des informations complémentaires à ces corrélations. La concentration en saccharose sur des paramètres de caractérisation du produit en cours de cuisson ou encore au stade de produit fini est très nette. Ces liens ne ressortaient pas dans la matrice de corrélations, du fait de la non prise en compte du produit à forte teneur en saccharose (15% MF) lors du calcul. En effet, vu sa faible consistance et sa forte viscosité, la

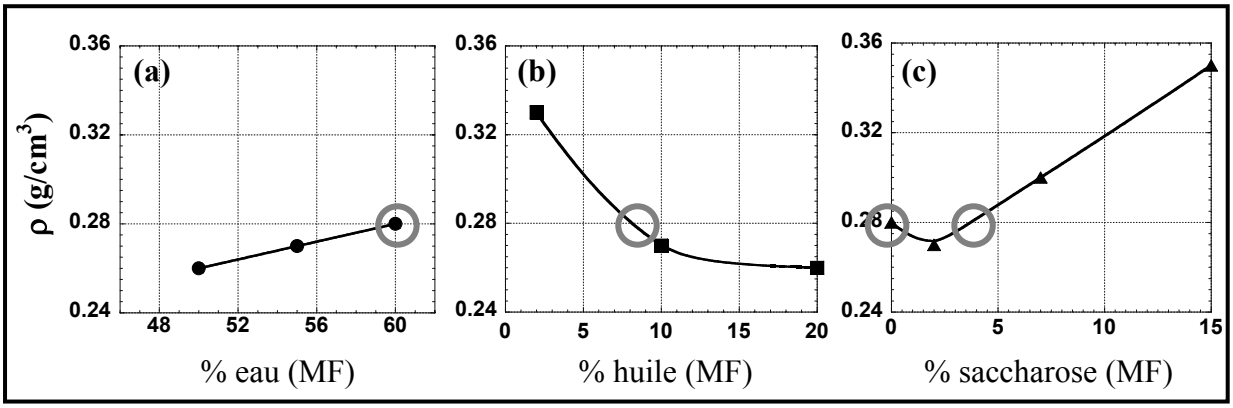


Figure 147: Evolution de la masse volumique des produits de cuisson en fonction de la teneur en (a) eau, (b) huile et (c) saccharose.

mise en forme des échantillons n'a pas pu être effectuée pour les essais de compression en conditions lubrifiées.

- **La teneur en huile** semble influencer les propriétés rhéologiques du produit à tous les stades de la fabrication ainsi que les caractéristiques de la structure alvéolaire du produit fini. Compte tenu de son influence forte sur les paramètres que l'on retrouve très corrélés entre eux, il est probable que dans cette étude, il soit le paramètre dominant dans les variations des propriétés de structure et mécaniques du produit fini. Rappelons que l'étude des effets eau et saccharose a été réalisée avec des pâtes contenant 10% (MF) d'huile. L'effet lubrifiant de ce composé permet de jouer sur les propriétés rhéologiques de la pâte tout au long du processus de fabrication et par conséquent influence les propriétés du produit fini (E'_{parois}, ρ, eau mie). Si l'huile constitue un bon levier pour jouer sur les propriétés de texture (structure alvéolaire et propriétés mécaniques), le saccharose et l'eau jouent également un rôle : le premier, en particulier sur l'hétérogénéité de la mie et le deuxième sur la finesse de la structure alvéolaire.

A partir des données réunies dans ce travail, il est possible également de dégager des tendances d'évolution de certains paramètres caractéristiques des produits finis en fonction de la composition et de proposer des formules équivalentes en fonction des caractéristiques souhaitées. A titre d'exemple, sur la figure 147, où on reprend l'évolution de la masse volumique du produit fini en fonction de la composition (figure 123), 4 formules de pâte aboutissant à des produits de masses volumiques équivalentes (0,28 g/cm^3) peuvent être proposées. Elles sont données dans le tableau 25. La première a une forte teneur en eau (60% (MF)), la deuxième à une teneur moyenne en eau (55% (MF)) et 8% d'huile (MF) et les formules des pâtes 3 et 4 seraient à une teneur de 0 et 3,5% en saccharose respectivement.

Tableau 25 : Proposition de 4 formules de pâtes aboutissant à des produits finis de même masse volumique (0,28 g/cm^3).

N° de formule	1	2	3	4
Saccharose (% MF)	2	2	0	3,5
Huile (% MF)	10	8	10	10
Eau (% MF)	60	55	55	55

CONCLUSION & PERSPECTIVES

Conclusion & Perspectives

L'objectif de cette étude était d'identifier les paramètres qui interviennent au fil des étapes du processus de fabrication dans l'établissement de la structure alvéolaire et d'établir, si possible, des liens entre eux. Pour y répondre, nous avons utilisé un grand nombre de techniques pour caractériser le produit aux différentes étapes de sa fabrication. Certaines méthodes classiques existaient déjà ou sont issues du savoir faire des laboratoires de l'INRA et de l'ENSIA où j'ai été accueillie. Elles ont été utilisées simplement : compression en conditions lurbifiées, DMTA, Profil Flash. D'autres ont été adaptées ou développées spécifiquement dans le cadre de ce travail telle que :

- l'analyse d'images : la méthode de classification des textures alvéolaires par analyse d'images se basant sur la morphologie mathématique a été initiée au cours du travail de thèse de J. Rouillé (2003). Au cours de ce travail et avec l'assistance de M.F. Devaux et A.L. Reguerre (INRA – Nantes), nous y avons apporté, plusieurs améliorations. C'est principalement au niveau de la prise d'images que nous effectuons avec un scanner avec une haute résolution. Les artefacts de luminosité lors de la prise d'images par caméra ont ainsi pu être éliminés. La perte d'information liée au traitement des images, nécessaire pour corriger ces artefacts, a donc été limité. L'augmentation du nombre de tranches considéré par produit permet une meilleure représentativité sur la carte avec les ellipses de confiance. Il est important de noter que la robustesse de cette méthode a été vérifiée au cours de ce travail par la comparaison des résultats obtenus à ceux issus d'une classification des mêmes structures alvéolaires mais avec des images en 3D. Cette dernière classification a été effectuée dans le cadre du travail de la thèse 2 du projet CANAL SALVE (Babin, 2005).

  Par ailleurs, le suivi de l'évolution de la structure de la pâte au cours du chauffage par thermomicroscopie est une technique prometteuse puisque des modifications importantes sont observées telles que la disparition des contours des grains d'amidon ou leur fusion. Dans le cadre de ce travail, ces modifications structurales n'ont pas pu être rapprochées autrement que qualitativement. Mais une adaptation de la méthode d'analyse de texture par érosion/dilatation est en cours pour accéder aux températures relatives à ces changements et tenter de les relier aux températures caractéristiques déterminées par DMTA et AED.

- la microscopie confocale à balayage laser : l'étude de l'influence de la composition sur l'état de structuration de la pâte par un marquage double du gluten et des lipides ajoutés n'a pas été, à notre connaissance, décrit en littérature. L'action des ingrédients, notamment de l'eau et du saccharose, sur la structuration du réseau de gluten a été mise en évidence. La description qualitative du réseau de gluten pourrait être complétée par des mesures quantitatives, notamment par analyse d'images, ce qui pourrait permettre d'établir des corrélations avec les propriétés rhéologiques de la pâte en sortie de pétrissage (viscosité, indice de rhéodurcissement…).

A partir de ces différentes techniques un grand nombre de paramètres caractérisant le produit aux différentes étapes de fabrication a été généré. La variation de la composition a été le moyen par lequel nous avons fait varier la structure alvéolaire finale. L'étude de chacune des étapes à travers les paramètres de caractérisation générés, montre que la formulation a une grande incidence sur :

- **la pâte crue**
  - La microstructure de la pâte évolue avec la composition : l'augmentation de la teneur en eau ou en saccharose semble favoriser l'agrégation des protéines en fibres épaisses et orientées formant un réseau plus diffus. L'hypothèse de répartition de l'huile dans la pâte principalement autour des bulles gazeuses est confirmée.
  - la consistance de la pâte : il est important de noter qu'en industrie meunière, le paramètre consistance est considéré comme un indicateur fondamental du comportement de la pâte lors des essais de panification. Dans cette étude, la consistance est essentiellement liée à la teneur en eau (effet plastifiant de l'eau) et n'aurait aucune influence directe sur la fermeté de la mie et la structure alvéolaire. Par ailleurs, les propriétés rhéologiques de la pâte semblent beaucoup réagir à l'effet lubrifiant de l'huile. Cet effet se répercute sur la plupart des paramètres de caractérisation du produit aux différents stades de sa fabrication jusqu'au produit fini.
  - Le développement de la pâte en lien avec la vitesse de dégagement de CO_2 et le volume en fin de fermentation, semble être conditionné par la teneur en saccharose de la pâte. Malgré la présence d'une plus grande quantité de substrat pour la levure, l'action de celle-ci est inhibée par l'augmentation de la pression osmotique qui s'en suit.

- **<u>Les phénomènes de transition pâte - mie</u>**

  Les températures de transition thermique (gélatinisation de l'amidon et thermocoagulation du gluten) sont déplacées vers les hautes températures avec la diminution de la teneur en eau ou l'augmentation de la teneur en saccharose (> 7% MF). Ce déplacement procède du même mécanisme à savoir la diminution de la quantité d'eau disponible au gonflement des grains lors de la gélatinisation. Les techniques utilisées pour la détection de ces phénomènes de transition l'AED et la DMTA montrent que la deuxième méthode intègre aussi les changements structuraux liés au phénomène de thermocoagulation des protéines en fournissant une information globale sur l'état de structuration de la pâte (E' et tanδ).

- **<u>Le produit fini</u>**

  - Les propriétés mécaniques des parois alvéolaires, sont fortement liées à la fermeté de la mie mesurée instrumentalement et sensoriellement. Un triple effet eau, huile et saccharose est détecté lors des essais de compression, alors que sensoriellement, c'est l'effet huile qui domine. Il ressort de ces observations qu'un facteur de composition influence de façon prépondérante les propriétés du produit tout au long du processus de sa fabrication : l'huile. Il est à noter que la formule témoin de cette étude a une teneur en huile de 10% (MF) ce qui est une teneur élevée par rapport aux produits du commerce. Il serait intéressant de tester quelques formules avec des teneurs en huile plus faibles (de l'ordre de 2% MF) pour permettre notamment de faire ressortir d'une manière plus prononcée les effets des teneurs en eau et en saccharose.
  - Les propriétés d'aération du produit fini au travers de la masse volumique et la structure alvéolaire sont influencées par les teneurs en huile et saccharose. Ces deux facteurs jouent tous les deux un rôle important sur la masse volumique du produit fini. La teneur en saccharose agit également sur l'hétérogénéité de la distribution de taille d'alvéoles.

La sélection, à chacun des stades de fabrication, des paramètres pertinents et indépendants, puis l'établissement de corrélations deux à deux et en lien avec la composition, permet d'identifier les facteurs clefs de la structure alvéolaire.

- **<u>Paramètres de caractérisation</u>**

  - **La levée au four est largement dépendante de la viscosité de la pâte en sortie pétrissage.** Ce résultat concorde avec les données de la littérature. **L'effet conjoint de l'indice de comportement (n) au même plan est décrit en plus dans cette étude.** Il serait intéressant de séparer les effets de ces deux paramètres, notamment par la fabrication de pâtes à même viscosité mais à des indices de comportement différents et inversement, et étudier leur impact sur la levée.

  - **L'indice de rhéodurcissement, évalué en fin de fermentation a un fort impact sur l'hétérogénéité de la mie.** Cet indice a été souvent rapporté en littérature comme un indicateur de la résistance de la pâte à la rupture lors du grossissement des bulles. Toutefois, il a toujours été considéré constant et indépendant de la déformation. Il s'avère à travers cette étude, que c'est la valeur estimée à des déformations équivalentes à celles de fin de fermentation qui gouverne l'hétérogénéité de la structure alvéolaire. **La technique d'accès à cette valeur par couplage des données de la compression en conditions lubrifiées et le suivi de la fermentation par le Rhéofermentomètre Chopin est innovante dans la matière.**

  - **L'influence de la viscosité de la pâte sur la perte d'eau par diffusion et évaporation se répercute sur la teneur en eau du produit fini et sa masse volumique**. Ce résultat concorde avec les données de la littérature.

  - **L'état de structuration de la pâte au cours de la transition thermique, évalué à travers tanδ gouverne largement la finesse de la structure alvéolaire du produit fini**. La structure alvéolaire finale dépend alors largement de la première phase de cuisson avant figeage de la structure. Cette corrélation, n'a pas été décrite, à notre connaissance auparavant dans la littérature.

- **<u>Paramètres de composition</u>**

Les tendances d'évolution de certaines caractéristiques du produit fini selon la composition permettent de définir des pistes pour les conditionner.

  - Une augmentation de la teneur en saccharose permet d'obtenir un produit avec une masse volumique plus importante, présentant une mie plus ferme et une structure alvéolaire plus homogène.

- L'effet lubrifiant de l'huile joue pour beaucoup dans la diminution de la masse volumique du produit fini ainsi que les propriétés des parois alvéolaires qui sont moins rigides.
- Même si l'effet de l'eau n'est pas clairement défini, probablement caché par celui prédominant de l'huile, on discerne une augmentation de la masse volumique avec une tendance à une structure alvéolaire plus grossière avec l'augmentation de la teneur en eau.

Toutes ces données pourront venir enrichir l'outil d'aide à la décision, objectif du projet Canal SALVE.

Par ailleurs, l'étude sensorielle, basée sur la technique du Profil Flash n'a jamais été utilisée sur des produits céréaliers. Elle a permis de mettre en évidence les paramètres instrumentaux utiles à la modélisation de la perception sensorielle des caractéristiques de la mie. Ces paramètres concernent essentiellement :

- les propriétés mécaniques de la mie, où les sujets du panel opposent les mies « déformables » aux mies « fermes ». Ce dernier groupe est corrélé avec le module d'Young apparent déterminé par un test de compression classique ainsi que la masse volumique des mies mesurée par le déplacement des graines de colza.
- la structure alvéolaire de la mie, où la taille et l'homogénéité des alvéoles ressortent comme les caractéristiques les plus importantes pour les sujets du panel. Elles semblent être parfaitement évaluées lors de l'analyse des images des textures des mies. Cette méthode est simple à mettre en oeuvre, nécessite simplement un scanner et un ordinateur muni des logiciels appropriés.

Une remarque intéressante ressort de l'étude sensorielle et concerne le caractère « moelleux » des produits céréaliers de cuisson. Malgré que ce soit une caractéristique primordiale pour les professionnels de ce domaine, elle n'a été générée que par 3 sujets sur 19. Pourtant, il s'agissait d'une étude par Profil Flash, où les sujets n'étaient pas limités ni au niveau du nombre de descripteurs ni au niveau du temps nécessaire pour le classement des produits.

Le caractère moelleux serait-il un mirage alors !

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

Ablett, S., Attenburrow, G.E. and Lillford, P.J. 1986. The significance of water in the baking process. In: *Chemistry and Physics of Baking. Materials, processes and products*. Blanshard, J.M.V., Frazier, P.J. and Galliard, T.(eds). Royal Society of Chemistry, Londres, 30-41.

Ablett, S., Barnes, D.J., Davies, A.P., Ingman, S.J. and Patient, D.W. 1988. 13C and pulse nuclear magnetic resonance spectroscopy of wheat proteins. *Journal of Cereal Science,* 7, 11-20.

Aguilera, J.M. and Stanley, D.W. 1999. Microstructural principles of food processing and engineering. Aspen Publishers, Maryland.

Attenburrow, G.E., Goodband, R.M., Taylor, L.J. and Lillford, P.J. 1989. Structure, mechanics and texture of a food sponge. *Journal of Cereal Science,* 9, 61-70.

Atwell, W.A. 2001. Wheat flour. Eagan press, Minnesota, USA.

Autio, K., Parkkonen, T. and Fabritius, M. 1997. Observing structural differences in wheat and rye breads. *Cereal Foods World*, 42, 702-705.

Autio, K. and Salmenkallio-Marttila, M. 2001. Light microscopic investigations of cereal grains, doughs and breads. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technology,* 34, 18-22.

B

Baardseth, P., Kvaal, K., Lea, P., Ellekjær, M. R. and Færgestad, E. M. 2000. The effects of bread making process and wheat quality on French baguettes. *Journal of Cereal Science*, 32, 73-87.

Babin, P. 2005. Matériaux alvéolaires à base de bio-polymères : Structure et propriétés mécaniques. *Thèse de doctorat.* INPG, France. 153p.

Bailey, L.H. 1930. A simple apparatus for measuring the compressibility of baked products. *Cereal Chemistry,* 7, 340-341.

Baker, J.C. and Mize, M.D. 1941. The origin of the gas cell in bread dough. *Cereal Chemistry,* 18, 19-34.

Baker, J.C., Parker, H.K. and Mize, M.D. 1946. Supercentrifugates from dough. *Cereal Chemistry,* 23, 16-30.

Banks, W. and Greenwood, C.T. 1975. Starch and its components. Aberdeen University Press, Grande Bretagne.

Bartolucci, J.C. 1997. Comportement rhéologique des pâtes et qualité des farines de blés tendres français en panification et en biscuiterie. *Thèse de doctorat.* ENSIA, France. 300p.

Berger, M. 1983. Les lipides du blé tendre : 2 - composition lipidique des farines de moutures d'essai de huit variétés Françaises de blé tendre. *Science des Aliments,* 3, 181-217.

Berland, S. 1993. Etude rhéologique et calorimétrique de l'influence de traitements de congélation-décongélation sur les propriétés des pâtes de farine de blé. Répercussions en technologie boulangère. *Thèse de doctorat.* ENSIA, France.141p.

Berland, S. and Launay, B. 1995. Shear softening and thixotropic properties of wheat flour doughs in dynamic testing at high shear strain. *Rheologica Acta*, 34, 622-628.

Bertrand, D., Le Guernevé, C., Marion, D., Devaux, M.F. and Robert, P. 1992. Description of the textural appearance of bread crumb by video image analysis. *Cereal Chemistry,* 69, 257-261.

Bikard, J., Coupez, T. and Vergnes, B. 2003. Simulation numérique de la levée d'une pâte à pain lors de sa fabrication. 38ème colloque annuel du GFR, Brest, 14-16 octobre 2003.

Biliaderis, C.G. 1941. The structure and interactions of starch with food constituents. *Canadian Journal of Physiology and Pharmacology,* 69, 60-78.

Biliaderis, C.G., Page, C.M., Maurice, T.J. and Juliano, B.O. 1986. Thermal characterization of rices starches : A polymeric approach to phase transitions of granular starch. *Journal of Agricultural and Food Chemistry,* 34, 6-14.

Biliaderis, C.G. 1992. Structures and phase transitions of starch in food systems. *Food Technology*, 46, 98-109.

Bloksma, A.H. 1980. Effect of heating rate on viscosity of wheat flour doughs. *Journal of Texture Studies,* 10, 261-269.

Bloksma, A.H. 1986. Rheological Aspects of Structural Changes during Baking. In: *Chemistry and Physics of Baking. Materials, processes and products*. Blanshard, J.M.V., Frazier, P.J. and Galliard, T.(eds). Royal Society of Chemistry, Londres, 170-178.

Bloksma, A.H. and Bushuk, W. 1988. Rheology and chemistry of dough. In: *Wheat chemistry and technology,* A. a. o. c. Chemists, ed., Pameranz, Y. ed., MN, 131-218.

Bloksma, A.H. 1990a. Rheology of the breadmaking process. *Cereal Foods World,* 35, 228-236.

Bloksma, A.H. 1990b. Dough structure, dough rheology, and baking quality. *Cereal Foods World,* 35, 237-244.

Brooker, B.E. 1993. The role of fat in the stabilisation of gas cells in bread dough. *Food Structure,* 12, 285-296.

Brooker, B.E. 1996. The role of fat in the stabilisation of gas cells in bread dough. *Journal of Cereal Science*, 24, 187-198.

Buleon, A., Bizot, H., Delage, M.M. and Multon, J.L. 1982. Evolution of cristallinity and specific gravity of potato starch versus water ad-and desoption. *Starch*, 34, 361-366.

Buleon, A., Colonna, P. and Leloup, V. 1990. Les amidons et leurs dérivés dans les industries des céréales. *Industries Alimentaires et Agricoles*, 515-532.

Buck, J.S. and Walker, C.E. 1988. Sugar and sucrose ester effects on maize and wheat starch gelatinization patterns by differential scanning calorimeter. *Starch*, 40, 353-356.

C

Cairncross, W. S. and Sjöström, L. B. 1950. Flavor profiles - a new approach to flavor problems. *Food Technology*, 4, 308-311.

Carr, N.O., Daniels, N.W.R. and F. P.J. 1992. Lipid interactions in breadmaking. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition,* 31, 237-258.

Chaboissier, D. 1981. Les pâtes à génoises. In: *Le compagnon pâtissier,* V. J, ed., France, 344-349.

Charalambides, M.N., Wanigasooriya, L. and Williams, J.G. 2002. Biaxial deformation of dough using the bubble inflation technique. II. Numerical modelling. *Rheologica Acta*, 41, 541-548.

Chargelegue, A., Guinet, R., Neyreneuf, O., Onno, B. and Poitrenaud, B. 1994. La fermentation, In: *La panification française,* Vol. 528. Guinet, R. and Godon, B. eds., Lavoisier-Apria, Tec et Doc, Paris, 283-325.

Champenois, Y., Colonna, P., Buleon, A., Della Valle, G. and Renault, A. 1995. Gélatinisation et rétrogradation de l'amidon dans le pain de mie. *Sciences des Aliments*, 15, 593-614.

Chatraei, S.H., Macosko, C.W. and Winter, H.H. 1981. Lubricated squeezing flow: a new biaxial extensional rheometer. *Journal of Rheology,* 25, 433-443.

Chung, O.K., Pomeranz, Y. and Finney, K.F. 1978. Wheat flour lipids in bread baking. *Cereal Chemistry*, 55, 598-618.

Civille, G. V. and Szczesniak, A. S. 1973. Guidelines to training a texture profile panel. *Journal of Texture Studies*, 4, 204-223.

Coster, M. and Chermant, J. L. 1989. Précis d'analyse d'image. CNRS plus, Presses du CNRS (eds), France.

D

Danzart, M. 1998. Statistique. In: *Evaluation sensorielle - Manuel méthodologique*, Vol. 528, 2 ed., Depledt, F. ed., Lavoisier-Apria, Tec et Doc, Paris, 219-317.

D'Appolonia, B.L. 1972. Effects of bread ingredients on starch gelatinization properties as measured by the Amylograph. *Cereal Chemistry,* 49, 532-543.

Dairou, V. and Sieffermann, J. M. 2002. A comparison of 14 jams characterized by conventional profile and a quick original method, the flash profile. *Journal of Food Science*, 67, 826-834.

Daniels, D.G.H. and Fisher, N. 1976. Release of carbon dioxide from dough during baking. *Journal of Science and Food Agriculture,* 27, 351-357.

Davies, A.P. 1986. Protein Functionality in Bakery Products. In: *Chemistry and Physics of Baking. Materials, processes and products*. Blanshard, J.M.V., Frazier, P.J. and Galliard, T.(eds). Royal Society of Chemistry, Londres, 89-104.

Delarue, J. and Sieffermann, J.M. 2004. Sensory mapping using Flash profile. Comparison with a conventional descriptive method for the evaluation of the flavour of fruit dairy products. *Food Quality and Preference*, 15, 383-392.

De Stephanis, V.A. and Ponte, J.G. 1976. Studies on the breadmaking properties of wheat-flour nonpolar lipids. *Cereal Chemistry,* 53, 636-642.

Donovan, J.W. 1979. Phase transitions of the starch-water system. *Biopolymers,* 18, 263-275.

Dreese, P.C., Faubion, J.M. and Hoseney, R.C. 1988. Dynamic rheological properties of flour, gluten, and gluten-starch doughs. I.Temperature-dependent changes during heating. *Cereal Chemistry,* 65, 348-353.

Dobraszczyk, B.J. and Roberts, C.A. 1994. Strain hardening and dough gas cell-wall failure in biaxial extension. *Journal of Cereal Science,* 20, 265-274.

Dubreil, L., Biswas, S.C. and Marion, D. 2002. Localization of puroindoline-a and lipids in bread dough using confocal scanning laser microscopy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 6078-6085.

Dus, S.J. and Kokini, J.L. 1990. Prediction of the nonlinear viscoelastic properties of hard wheat flour dough using the Bird-Carreau constitutive model. J*ournal of Rheology,* 34, 1069-1084.

Gan, Z., Angold, R.E., Williams, M.R., Ellist, P.R., Vaughan, J.G. and Galliard, T. 1990. The microstructure and gas retention of bread dough. *Journal of Cereal Science,* 12, 15-24.

Gan, Z., Ellist, P.R. and Schofield, D. 1995. Mini review - Gas cell stabilisation and gas retention in wheat bread dough. *Journal of Cereal Science,* 21, 215-230.

Garcia, V., Colonna, P., Lourdin, D., Buleon. A., Bizot, H. and Ollivon, M. 1996. Thermal transitions of cassava starch at intermediate water contents. *Journal of Thermal Analysis,* 47, 1213-1228.

Ghiasi, K., Hoseney, R.C. and Varriano-Marston, E. 1983. Effects of flour components and dough ingredients on starch gelatinization. *Cereal Chemistry,* 60, 58-61.

Gibson, L. J. and Ashby, M. F. 1988. In: *Cellular solids. Structure & properties.* Pergamon press. (eds). Oxford, Angleterre.

Gower, J. C. 1975. Generalized procustes analysis. *Psychometrika*, 40, 33-51.

Grandvoinnet, P. and Pratx, B. 1994. Farines et mixes. In: La panification française, Vol. 528, Guinet, R. and Godon, B. eds., Lavoisier-Apria, Tec et Doc, Paris, 100-131.

Greenspan, P., Mayer, E.P. and Fowler, S.D. 1985. Nile red : a selective fluorescent stain for intracellular lipids droplets. *The Journal of Cell Biology*, 100, 965-973.

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

H

Halton, P. 1949. Signifiance of load-extension tests in assessing the baking quality of wheat flour doughs. *Cereal Chemistry,* 26, 24-45.

Hayman, A., Hoseney, R.C. and Faubion, J.M. 1998a. Effect of pressure (crust formation) on bread crumb grain development. *Cereal Chemistry,* 75, 581-584.

Hayman, A., Sipes, K., Hoseney, R.C. and Faubion, J.M. 1998b. Factors controlling gas cell failure in bread dough. *Cereal Chemistry,* 75, 585-589.

Hibberd, G.E. and Parker, N.S. 1985. Measurements of the compression properties of bread crumb. *Journal of Texture Studies,* 16, 97-110.

Hoseney, R.C., Hsu, K.H. and Junge, R.C. 1979. A simple spread test to measure the rheological properties of fermenting dough. *Cereal Chemistry,* 56, 141-143.

Hoseney, R.C. 1986. Component interaction during heating and storage of baked products. In: *Chemistry and Physics of Baking. Materials, processes and products*. Blanshard, J.M.V., Frazier, P.J. and Galliard, T.(eds). Royal Society of Chemistry, Londres, 216-226.

Hug-Iten, S., Handschin, S., Conde-petit, B. and Escher, F. 1999. Changes in starch microstructure on baking and staling of wheat bread. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technology,* 32, 255-260.

J

Janssen, A.M., Van Vliet, T. and Vereijken, J.M. 1996. Fundamental and empirical rheological behaviour of wheat flour doughs and comparison with bread making performance. *Journal of Cereal Science,* 23, 43-54.

Junge, R.C. and Hoseney, R.C. 1981. A mechanism by which shortening and certin surfactants improve loaf volume in bread. *Cereal Chemistry,* 58, 408-412.

K

Kalichevsky, M.T. and Ring, S.G. 1987. Incompatibility of amylose and amylopectin in aqueous solution. *Carbohydrate Research,* 162, 323-328.

Kamman, P.W. 1970. Factors affecting the grain and texture of white bread. *The Bakers Digest,* 44, 34-38.

Katz, J. R. 1930. Abhandlungen zur physikalischen Chemie der Stärke und der Brotbereitung. *Zeitschrift fur Physikalische Chemie*, 37, 37-109.

Keetels, C.J.A.M., Visser, K.A., Van Vliet, T., Jurgens, A. and Walstra, P. 1996. Structure and mechanics of starch bread. *Journal of Cereal Science*, 24, 15-26.

Kiger, J., L. and Kiger, J.G. 1968. Techniques modernes de la biscuiterie-pâtisserie-boulangerie (industrielles et artisanales) et des produits de régime. France.

Kim, C.S. and Walker, C.E. 1992. Interactions between starches, sugars, and emulsifiers in high-ratio cake model systems. *Cereal Chemistry*, 69, 206-212.

Kissell, L.T., Marshall, B.D. and Yamazaki, W.T. 1973. Effect of variability in sugar granulation on the evaluation of flour cookie quality. *Cereal Chemistry,* 50, 255-264.

L

Launay, B. and Buré, J. 1977. Use of the Chopin Alveographe as a rheological tool. II. Dough properties in biaxial extension. *Cereal Chemistry,* 54, 1152-1158.

Launay, B. and Bartolucci, J.C. 1997. Comportement rhéologique des pâtes et des produits finis. In: *Guide pratique d'analyses dans les industries des céréales*, Vol. 819, Godon, B. and Loisel, W. eds., Lavoisier-Apria, Tec et Doc, Paris, 122-174.

Lenk, R.S. 1978. Polymer rheology. London.

Levine, H. and Slade, L. 1990a. 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*, Faridi, H. V. N. and Faubion, J.M., Reinhold ed., USA, 157-330.

Levine, H. and Slade, L. 1990b. Cryostabilization technology: thermoanalytical evaluation of food ingredients and systems. In: *Thermal analysis of food*, Harwalkar, V. R. and Ma, C. Y., eds., Elsevier science publishers LTD, USA, 221-305.

Li, W., Dobraszczyk, B.J. and Wilde, P.J. 2004. Surface properties and locations of gluten proteins and lipids revealed using confocal scanning laser microscopy in bread dough. *Journal of Cereal Science,* 39, 403-411.

Lostie, M., Peczalski, R., Andrieu, J. and Laurent, M. 2002. Study of sponge cake batter baking process. Part I: Experimental data. *Journal of Food Engineering*, 51, 131-137.

M

Mac Ritchie, F. and Gras, P.W. 1973. The role of flour lipids in baking. *Cereal Chemistry,* 50, 292-302.

Mac Ritchie, F. 1976. The liquid phase of dough and its role in baking. *Cereal Chemistry,* 53, 318-326.

Mac Ritchie, F. 1986. Physicochemical Processes in Mixing. In: *Chemistry and Physics of Baking*, T. R. S. o. Chemistry, ed., London, 132-146.

Mac Ritchie, F. 1989. Identifying the baking quality related components of wheat flours. *Cereal Foods World,* 34, 548-552.

Macosko, C.W. 1994. Lubricated compression. In: *Rheology, Principles, measurements, and applications.* VCH Publishers, U.S.A, 297-303.

Marion, D. and Clark, D.C. 1995. Wheat lipids and lipid-binding proteins : structure and function, In: *Wheat structure biochemistry and functionality.* Schofield, J.D. and Cornwall, J.P. (eds). Royal Society of Chemistry, London. 245-260.

Menard, G., Emond, S., Bolduc, R., Marcoux, D. and Boudreau, A. 1992. La pâtisserie industrielle. In: *Le blé - Eléments fondamentaux et transformation.* Boudereau, A. and Menard, G. eds., Les presses de l'Université de Laval, Sainte-Foy, 349-390.

Meredith, P. 1964. A theory of gluten structure. *Cereal Science Today,* 9, 34,54.

Mitchell, J.R., Areas, J.A.G. and Rasul, S. 1994. Modifications chimiques et texturation des protéines à faibles teneurs en eau. In: *La cuisson-extrusion,* Colonna, P. and Della Valle, G. eds., Tec et doc - Lavoisier, France, 85-108.

Moore, W.R. and Hoseney, R.C. 1985. The leavening of bread dough. *Cereal Foods World*, 30, 791-792.

Morris, V.J. 1990. Starch gelation and retrogradation. *Trends in Food Science and Technology,* 7, 2-6.

Mulvihill, D.M. and Donovan, M. 1987. Whey proteins and their thermal denaturation - a review. *Irish Journal of Food Science and Technology,* 11, 43-75.

Muller, H.G., Williams, M.V., Russel Eggitt, P.W. and Coppock, J.B.M. 1961. Fundamental studies on dough with the Brabender Extensograph. I. Determination of stress-strain curves. *Journal of the Science of Food and Agriculture,* 7, 513-523.

Myers, C.D. 1990. Study of thermodynamics and kinetics of protein stability by thermal analysis. In: *Thermal analysis of food,* Harwalkar, V. R. and Ma, C. Y. eds., Elsevier science publishers LTD, USA, 16-50.

N

Naito, S., Ishida, N., Takano, H., Koizumi, M. and Kano, H. 2003. Routine evaluation of the grain structures of baked breads by MRI. *Food Science and Technology Research,* 9, 155-161.

Nicolas, F. 1994. Evolution de la consommation, des techniques et des structures de promotion. In: *La panification française,* Vol. 528, Guinet, R. and Godon, B. eds., Lavoisier-Apria, Tec et Doc, Paris, 62-99.

O

Osborne, T.B. 1907. The proteins of wheat kernel. Gibson, L.J. and Ashby, M.F., Grande-Bretagne.

P

Platt, W. and Powers, R. 1940. Compressibility of bread crumb. *Cereal Chemistry,* 17, 601-621.

Ponsart, G. 2002. Caractérisation expérimentale d'un matériau alimentaire et modélisation des contraintes au cours du séchage. Application aux pâtes spaghetti. *Thèse de doctorat*, ENSIA, Massy, 106 p.

Pyler, E.J. 1988. Baking science and technology. 2 ed., Merriam, K.S., Sosland, USA.

Q

Quarmby, A. R. and Ratkowsky, D. A. 1988. Free-choice and odour profiling of fish spoilage: does it achieve its objective? *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 44, 89-98.

R

Raboutet, C., Zemmou, M., LeBlanc, B., Della Valle, G. and Ndiaye, A. 2005. Connaissances scientifiques et préoccupations industrielles. Projet CANAL-SALVE: Notions d'assemblage de connaissances et de gestion de connaissances. Revue Cognitics, *Sous presse.*

Ribotta, P.D., Pérez, G.T., Léon, A.E. and Anon. M.C. 2004. Effect of emulsifier and guar gum on micro structural, rheological and baking performance of frozen bread dough. *Food Hydrocolloids,* 18, 305-313.

Rollee, A. and Le Meste, M. 1997. Thermomechanical behavior of concentrated starch-water preparations. *Cereal Chemistry,* 74, 581-588.

Rouau, X., El-Hayek, M-L. and 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, 259-157.

Rouau, X. 1993. Investigations into the effects of an enzyme preparation for baking on wheat dough pentosans. *Journal of Cereal Science*, 18, 145-272.

Rouillé, J. 2003. Mécanismes d'alvéolation de la pâte et la mie de pain Français. *Thèse de doctorat,* Université de Nantes, France, 173p.

Rouillé, J., Della Valle, G., Devaux, M.F., Marion, D. and Dubreil, L. 2005a. French bread loaf volume variations and digital image analysis of crumb grain changes induced by the minor components of wheat flour. *Cereal Chemistry,* 82, 20-27.

Rouillé, J., Della Valle, G., Lefebvre, J., Sliwinski, E. and Van Vliet, T. 2005b. Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components. *Journal of Cereal Science*, 42, 45-57.

Roussel, P. 1989. Contribution à la normalisation et à la codification des essais de panification et des critères d'appréciation de la valeur boulangère. *Mémoire d'ingénieur DPE*, ENS-MIC, Paris, 57 p.

Roussel, P. and Chiron, H. 2002. Les pains français : Evolution, qualité, production. 1 ed., MAE-ERTI. (Eds), France.

S

Sablani, S.S., Marcotte, M., Baik, O.D. and Castaigne, F. 1998. Modeling of simultaneous heat and water transport in the baking process. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technology,* 31, 201-209.

Sapirstein, H.D., Roller, R. and Bushuk, W. 1994. Instrumental measurement of bread crumb grain by digital image analysis. *Cereal Chemistry,* 71, 383-391.

Scanlon, M.G. and Zghal, M.C. 2001. Bread properties and crumb structure. *Food Research International,* 34, 841-864.

Schofield, J.D., Bottomley, R.A., LeGrys, G.A., Timms, M.F. and Booth, M.R. 1984. Effect of heat in wheat gluten. In: *Gluten proteins,* Graveland, A. and Moonen, J.H.E. eds., Wageningen, Pays Bas, 81-90.

Setser, C.S. 1996. Sensory methods. In: *Baked goods freshness*, Hebeda, R. E. and Zobel, H.F. eds., Marcel Dekker, Inc, USA, 171-187.

Shewry, P.R., Tatham, A.S., Ford, J., Kreis, M. and Miflin, B.J. 1986. The classification and Nomenclature of wheat gluten proteins : a reassessment. *Journal of Cereal Science,* 4, 97-106.

Sieffermann, J. M. 2000. Le profil flash. Un outil rapide et innovant d'évaluation sensorielle descriptive. Agoral 2000 - XIIèmes rencontres « L'innovation: de l'idée au succès », Montpellier, France, 335-340.

Slade, L. and Levine, H. 1988. Non-equilibrium melting of native granular starch : part I. Temperature location of the glass transition associated with gelatinization of A type cereal starches. *Carbohydrate Polymers*, 8, 183-208.

Smolarz, A., Van Hecke, E. and Bouvier, J.M. 1989. Computerized image analysis and texture of extruded biscuits. *Journal of Texture Studies,* 20, 223-234.

Soille, P. 2003. Morphological image analysis. Principles and application. Springer, 391 p.

Sommier, A., Chiron, H., Colonna, P., Della Valle, G. and Rouillé, J. 2005. An instrumented pilot scale oven for the study of French bread baking. *Journal of Food Engineering,* 69, 97-106.

Spies, R.D. and Hoseney, R.C. 1982. Effects of sugars on starch gelatinization. *Cereal Chemistry*, 59, 128-131.

Spies, R. 1989. Application of rheology in the bread industry, In: *Dough rheology and baked product texture.* Reinhold, V. N. ed., Faridi, H., Faubion, J.M., New York, 343-361.

Stone, H., Sidel, J. L., Woosley, A. and Singleton, R. C. 1974. Sensory evaluation by quantitative descriptive analysis. *Food Technology*, 28, 11-34.

Strigler, F., Touraille, C., Sauvageot, F., Barthelemy, J. and Issanchou, S. 1998. Les épreuves. In: *Evaluation sensorielle - Manuel méthodologique*, Vol. 528, 2 ed., Depledt, F. ed., Lavoisier-Apria, Tec et Doc, Paris, 98-181.

T

Tkachuk, R. and Hlynka, I. 1968. Some properties of dough and gluten in D_2O. *Cereal Chemistry,* 45, 80-87.

Toufeili, I., Lambert, I.A. and Kokini, J.L. 2002. Effect of glass transition and cross-linking on rheological properties of gluten: development of a preliminary state diagram. *Cereal Chemistry,* 79, 138-142.

V

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

W

Wagner, H.M. 2005. Suivi local et dynamique par IRM lors de la cuisson du pain et étude des mécanismes contrôlant la mise en place de la structure alvéolaire. *Thèse de doctorat.* ENSIA, France, 225p.

Webb, T., Heaps, P.W., Russell Eggitt, P.W. and Coppock, J.B.M. 1970. A rheological investigation of the role of water in wheat flour doughs. *Journal of Food Technology,* 5, 65-76.

Weegels, P.L., Verhoek, J.A., De Groot, A.M.G. and Hamer, R.J. 1994. Effects on gluten of heating at different moisture contents. I. changes in functional properties. *Journal of Cereal Science,* 19, 31-38.

Wikström, K. and Bohlin, L. 1999. Extensional flow studies of wheat flour dough. II. Experimental method for measurements in constant extension rate squeezing flow and application to flours varying in breadmaking performance. *Journal of Cereal Science*, 29, 227-234.

Williams, A. A. and Langron, S. P. 1984. The use of free-choice profiling for the evaluation of commercial ports. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 35, 558-568.

Wootton, M. and Bamunuarachchi, A. 1980. Application of differential scanning calorimetry to starch gelatinization. *Starch*, 31, 126-129.

Z

Zayas, I.Y. 1993. Digital image texture analysis for bread crumb grain evaluation. *Cereal Foods World,* 38, 760-766.

Zghal, M.C., Scanlon, M.G. and Sapirstein, H.D. 1999. Prediction of bread crumb density by digital image analysis. *Cereal Chemistry,* 76, 734-742.

Zghal, M.C., Scanlon, M.G. and Sapirstein, H.D. 2002. Cellular structure of bread crumb and its influence on mechanical properties. *Journal of Cereal Science,* 36, 167-176.

Zobel, H.F. 1984. Gelatinization of starch and Mechanical Properties of Starch Pastes. In: *Starch: Chemistry and Technology*, 2 ed., Whistler, R. L. et al., eds., Academic Press, Orlando, Florida, 285-309.

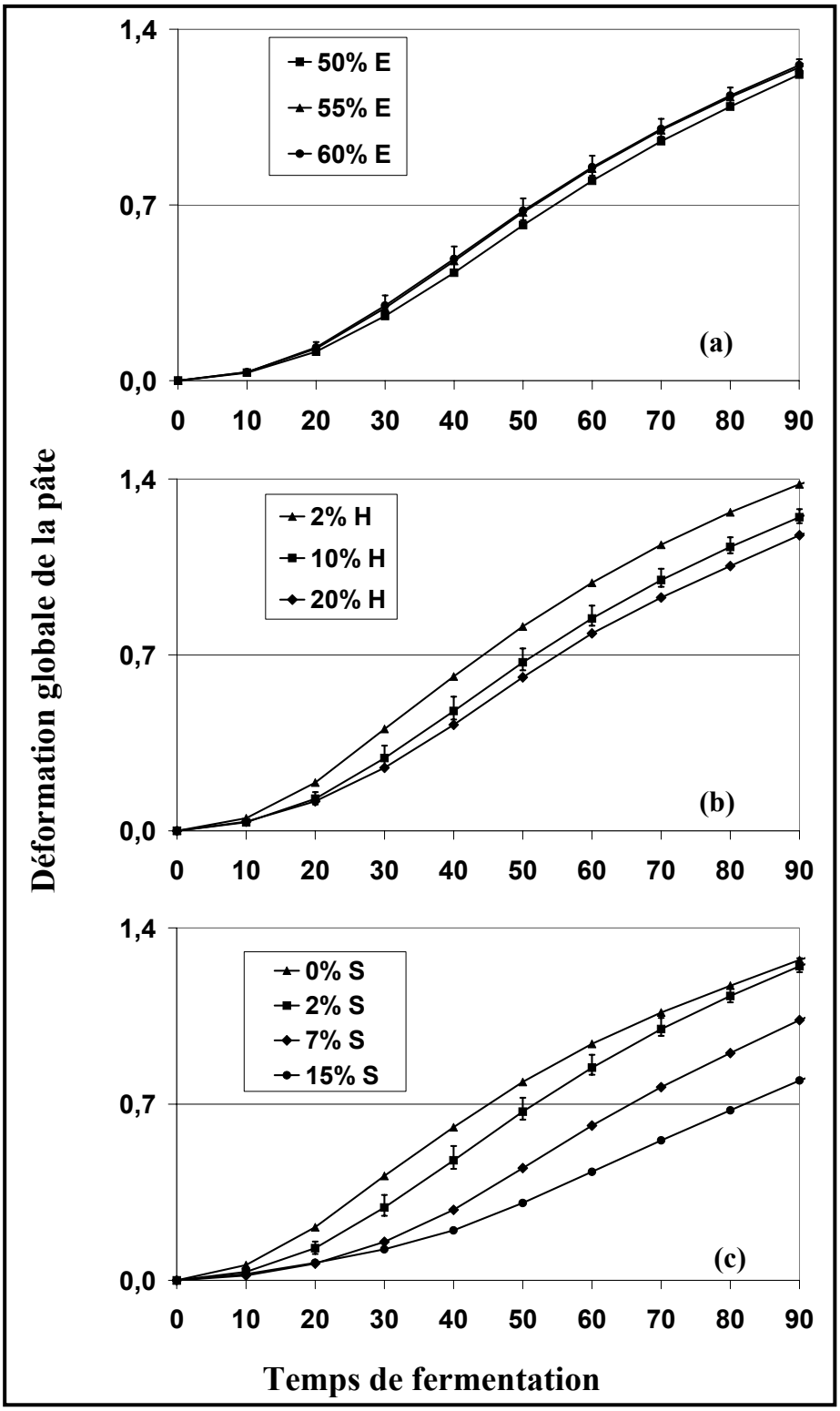
Zouari, N. 2005. Influence de la concentration et de la nature de la matière grasse sur la structure et la rhéologie des pâtes et des produits céréaliers de cuisson. *Mastère en Industries Alimentaires*, Ecole Supérieure des Industries Alimentaires deTunis.

ANNEXES

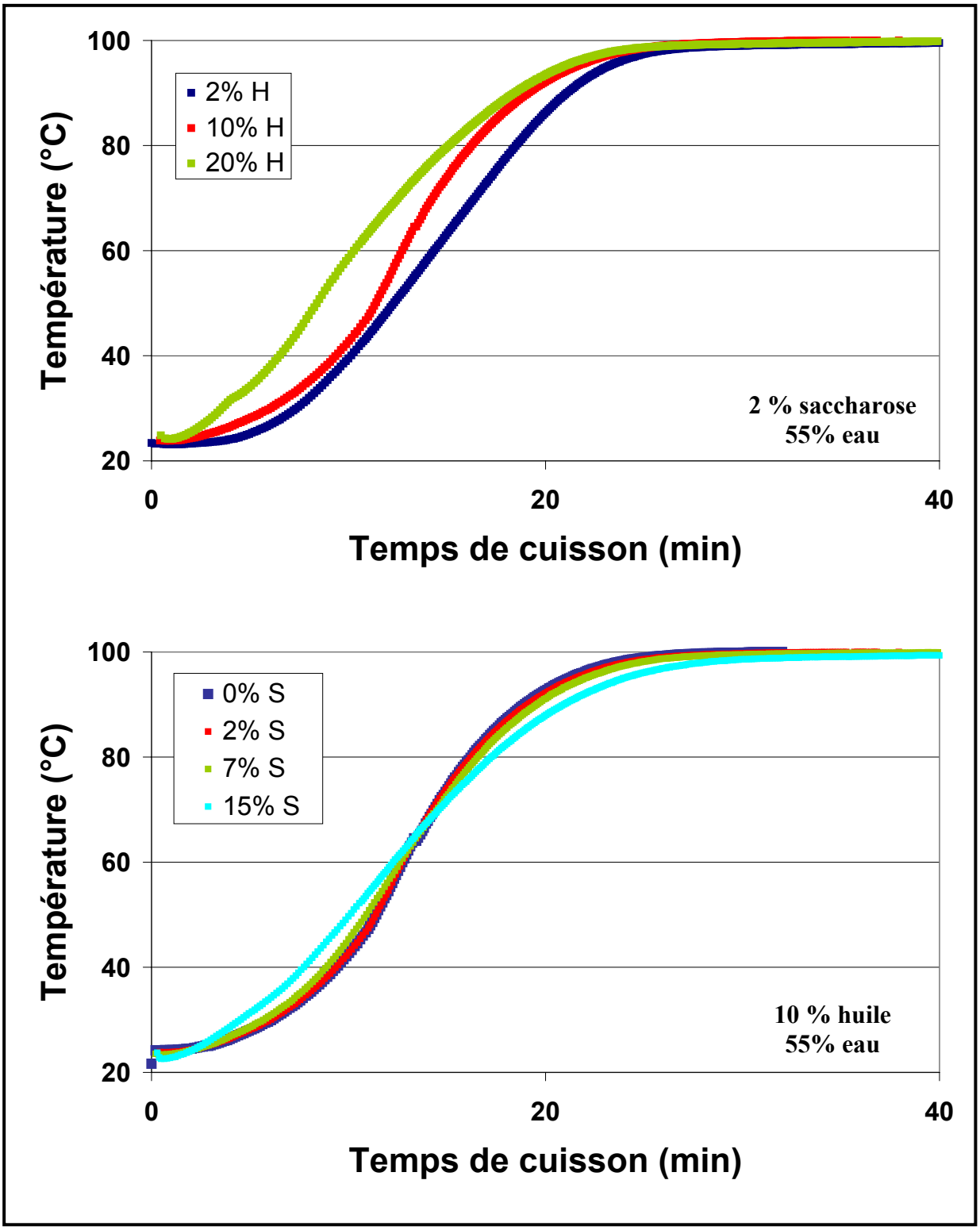
Annexe 1 : Tableau des teneurs des 30 formulations étudiées lors de la définition du domaine de l'étude, exprimées en masse farine (MF).

N° formulation	% masse farine (MF)					
	farine	eau	sucre	huile	levure	sel
1	100	90,5	24,6	16,7	3	2
2	100	91,4	0,0	17,1	3	2
3	100	55,2	2,0	2,0	3	2
4	100	48,4	24,8	16,3	3	2
5	100	134,9	25,5	17,0	3	2
6	100	91,1	25,2	0,0	3	2
7	100	91,5	25,6	34,2	3	2
8	100	61,9	7,7	4,8	3	2
9	100	60,8	7,4	28,4	3	2
10	100	120,0	7,2	4,8	3	2
11	100	121,9	7,5	28,5	3	2
12	100	60,7	42,9	5,0	3	2
13	100	60,5	2,0	2,0	3	2
14	100	121,1	42,2	5,0	3	2
15	100	65,1	2,0	2,0	3	2
16	100	60,0	10,0	2,0	3	2
17	100	60,0	20,0	2,0	3	2
18	100	54,9	9,7	2,0	3	2
19	100	60,6	7,3	10,3	3	2
20	100	60,0	7,1	19,4	3	2
21	100	59,9	2,0	10,2	3	2
22	100	55,1	19,8	2,0	3	2
23	100	54,9	2,0	9,7	3	2
24	100	54,5	2,0	19,4	3	2
25	100	55,0	14,8	2,0	3	2
26	100	64,5	14,8	9,7	3	2
27	100	65,0	15,0	2,0	3	2
28	100	65,0	10,0	10,0	3	2
29	100	64,8	10,3	2,1	3	2
30	100	64,4	2,0	10,6	3	2

Annexe 2 : Evolution de la déformation globale de la pâte au cours de la fermentation au Rhéofermentomètre Chopin à 27°C en fonction de la (a) teneur en eau, (b) en huile de colza et (c) en saccharose.



Annexe 3 : Courbes d'évolution de la température au sein de la pâte en cours de cuisson pour différentes teneurs en huile et en saccharose.



Annexe 4 : Classification des structures alvéolaires des 8 formules du tableau 12

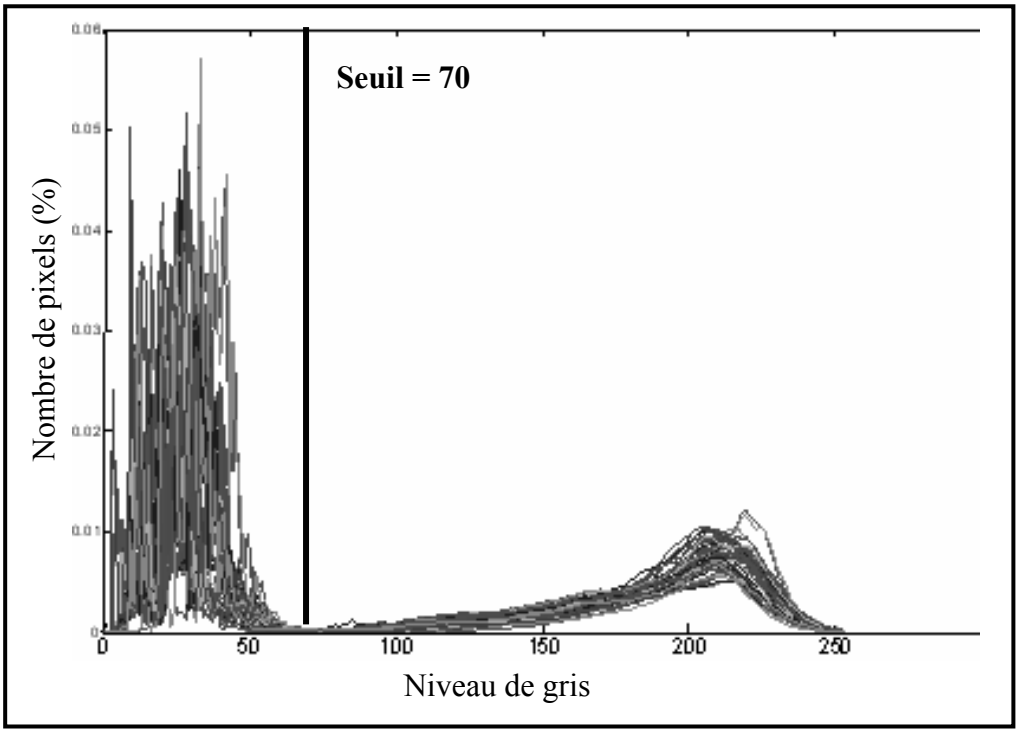


Figure 1 : Superposition des histogrammes en niveaux de gris des images correspondantes aux 8 formules du tableau 12 d'un essai de cuisson. (4 images par produit)

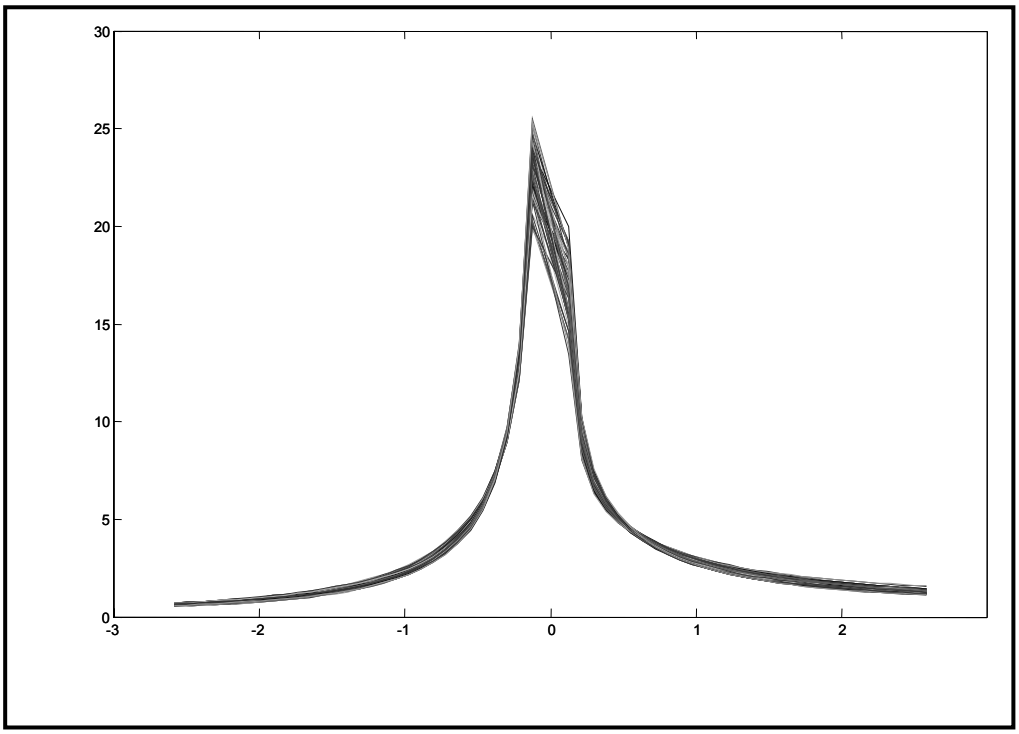


Figure 2 : Courbes de texture granulométrique des images correspondantes aux 8 formules du tableau 12 d'un essai de cuisson. (4 images par produit)

Annexe 5 : Classification des structures alvéolaires des 15 formules de l'étude liens sensoriel/instruemental.

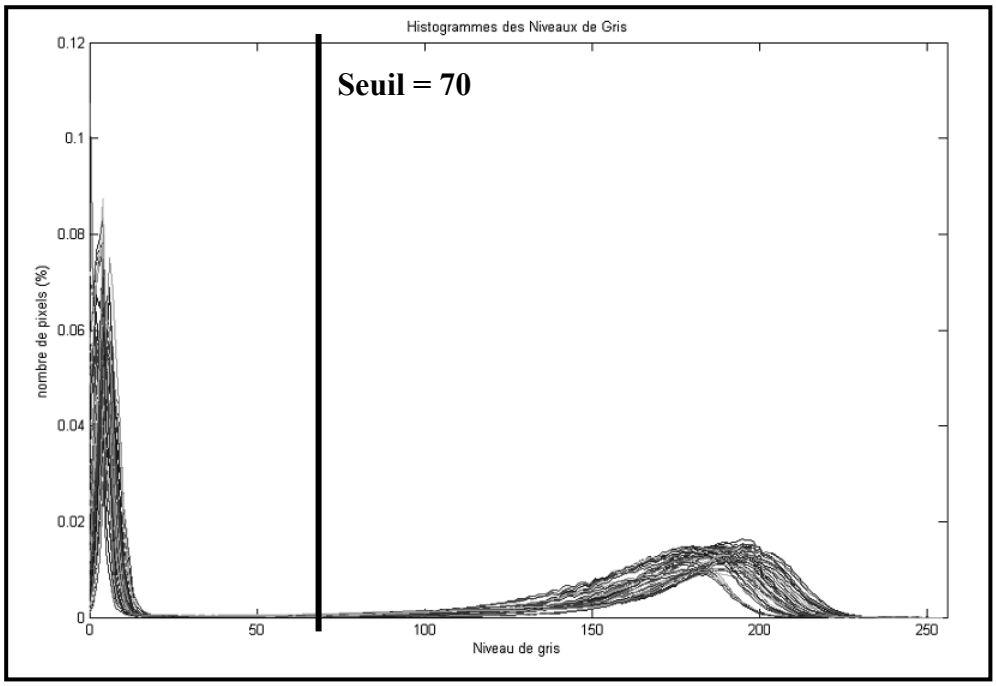


Figure 3 : Superposition des histogrammes en niveaux de gris des images correspondantes aux 15 formules de l'espace produit.

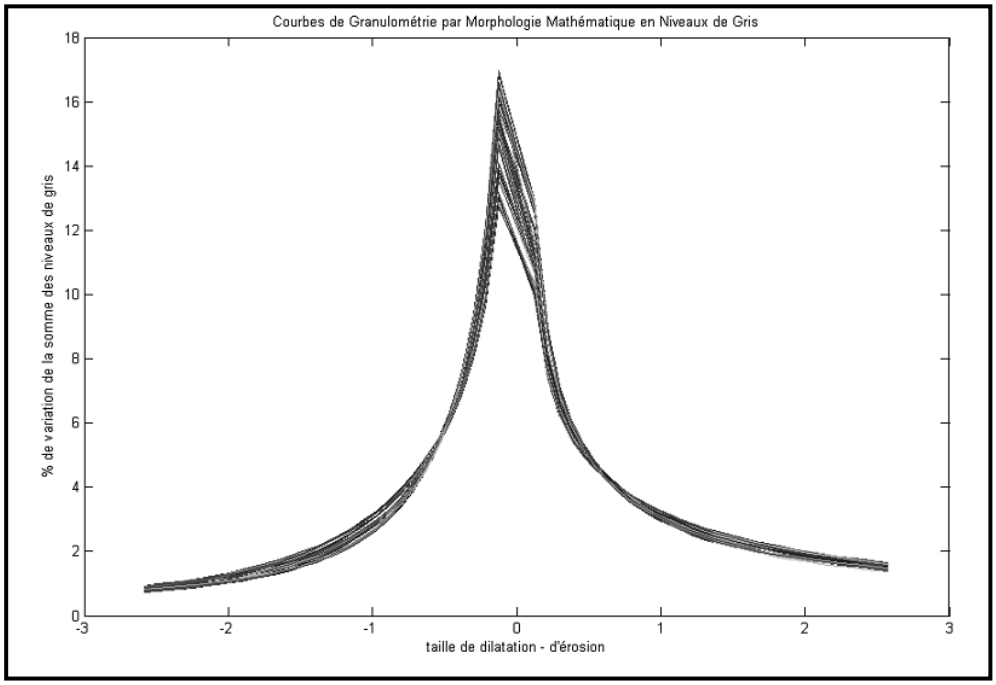


Figure 4 : Courbes de texture granulométrique des images correspondantes aux 15 formules de l'espace produit.

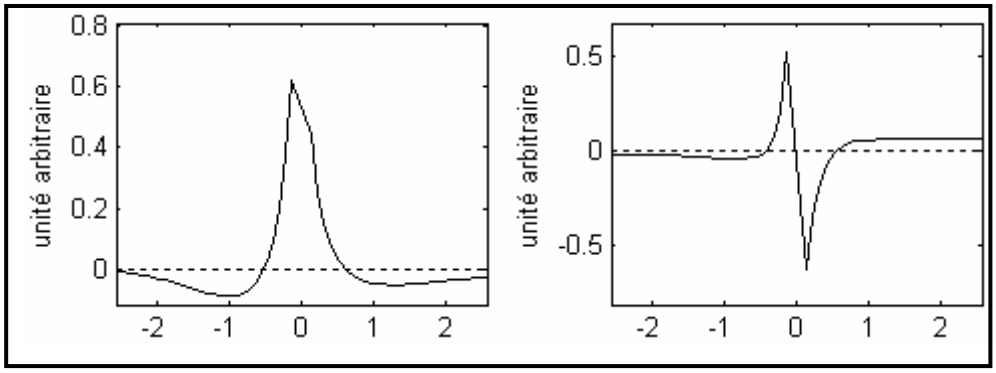


Figure 3 : Profil des vecteurs propres relatifs aux deux premières composantes principales.

Résumé

La structure alvéolaire et la fermeté de la mie des produits céréaliers de cuisson sont deux facteurs de qualité que la profession cherche à maîtriser. Dans ce contexte, des outils d'aide à la décision proposant, notamment, l'apport des paramètres de composition et du procédé intervenant dans la construction de la structure alvéolaire seraient utiles. Une série de « pains de mie enrichis », contenant les composants de base du pain (farine, eau, sel, levure) plus du saccharose et de l'huile de colza, a été fabriquée. Les gammes de concentration en eau, huile et saccharose, respectivement 50–60%, 2-20% et 0–15% (p/p base farine) ont été choisies de manière à fabriquer des produits de masse volumique réaliste par rapport aux produits du commerce (0,25-0,36 g/cm^3) et de structures alvéolaires variées : mies fines ou grossières, homogènes ou hétérogènes. Les produits ont été caractérisés à toutes les étapes de leur fabrication en utilisant différentes techniques permettant l'observation de la structure et l'étude des propriétés rhéologiques et thermiques du produit. Ces techniques ont été choisies en fonction de l'échelle souhaitée et des propriétés à caractériser. Parmi elles, la microscopie, la rhéologie, l'analyse calorimétrique différentielle, l'analyse d'images, l'analyse sensorielle. En sélectionnant, à chaque étape de fabrication les paramètres pertinents et indépendants, et en analysant, ensuite, les corrélations toutes étapes confondues, il apparaît, notamment, que, pour la gamme de compositions étudiées dans ce travail, la masse volumique du produit alvéolaire dépend essentiellement de la viscosité et du caractère rhéofluidifiant de la pâte. La finesse de la mie est corrélée à la valeur de tan δ mesurée à l'issue du gonflement des grains d'amidon, et une fois que le réseau de gluten a thermocoagulé. L'hétérogénéité de la mie semble liée au niveau du caractère rhéodurcissant de la pâte en fin de fermentation. L'étude systématique de l'effet composition (farine, huile et saccharose) permet également de proposer des pistes de choix de compositions permettant l'obtention de structures alvéolaires souhaitées.

Mots clés :

Formulation, pâte, rhéologie, structure, analyse thermique, mie, structure alvéolaire, analyse d'images, pain, analyse sensorielle.

Abstract

The crumb grain and the mechanical properties of cereal baked products are criterions of them quality evaluation by consumers. So controlling these properties is an essential challenge for professionals. To this aim, decision-helping tools containing data about most important parameters of composition and process playing on the cellular structure building would be useful. Series of baked products, containing basic bread components (wheat flour, water, salt and yeast), rapeseed oil and sucrose were prepared. The water, oil and sucrose concentration domains, 50 – 60 %, 2-20% and 0 – 15% (w/w flour basis) respectively, were chosen in order to obtain products with equivalent density to those of commercial products (0,25-0,36 g/cm^3) and with varied cellular structure: small or large cells, regular or irregular distribution of cells. Products were characterized at each step of the bread processing using techniques adapted to the observation of the structure and the study of rheological and thermal properties of the products. Several techniques were used. Among them: microscopy, rheology, differential scanning calorimetry, image analysis and sensory analysis. By selecting at each step of the baking process, relevant and independent parameters and analyzing the relationship between all these parameters, it appears that the density of the baked products is correlated with dough viscosity and strain hardening index measured at low biaxial strain. The lower the tan δ is, the finest the crumb grain. Finally, the irregular structure of loaf seems to be related to the strain hardening index measured at large strain values, which were taken in agreement with strain accruing at the end of proofing step. The higher the strain hardening index is, the less heterogeneous the cellular structure. In addition to these correlations, the composition study allows proposing formula that is able to build a given cellular structures.

Keywords:

Formulation, dough, rheology, structure, thermal analysis, crumb, cellular structure, image analysis, bread, sensory analysis.