

UNIVERSITÉ DE NANTES
UFR SCIENCES ET TECHNIQUES

SCIENCE POUR L'INGENIEUR, GEOSCIENCES, ARCHITECTURE

Année 2010

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Rôle du pétrissage de farine de blé sur les propriétés rhéologiques de la pâte et la texture du pain

THÈSE DE DOCTORAT

Discipline : Agroalimentaire
Spécialité : Génie des procédés

*Présentée
et soutenue publiquement par*

Aamir SHEHZAD

Le 23 Septembre 2010, devant le jury ci-dessous

Président	Lionel BOILLEREAUX (Pr)
Rapporteurs	Bernard CUQ (Pr) Guillaume DELAPLACE (Dr)
Examineurs	Jean-François GRONGNET (Pr) Kati KATINA (Dr) Guillaume RACINEUX (Pr) Guy DELLA VALLE (Dr) Luc SAULNIER (Dr)

Directeur de thèse : Guy DELLA VALLE (Dr)

Co directeur : Luc SAULNIER (Dr)

ED :
(Uniquement pour STIM et SPIGA)

**Rôle du pétrissage de farine de blé sur les propriétés
rhéologiques de la pâte et la texture du pain**

or

**Role of mixing on rheological properties of wheat flour
dough and texture of bread**

Table of Contents

Table of Contents	i
List of Figures	v
List of Tables	ix
Acknowledgements.....	xi
Nomenclature.....	xiii
 Avant-propos	 1
 1. Chapitre. I.....	 5
 Travaux antérieurs sur pétrissage et panification.....	 5
 1.1. Du grain de blé à la farine.....	 7
1.1.1. Le grain de blé	7
1.1.2. Le procédé de mouture	8
1.1.3. Mouture sur cylindres et mouture sur meules	10
1.2. Propriétés fonctionnelles des constituants biochimiques de la farine.....	11
1.2.1. L'amidon	11
1.2.1.1. Organisation structurale	11
1.2.2. Propriétés fonctionnelles de l'amidon.....	13
1.2.2.1. Les transformations hydrothermiques de l'amidon	13
1.2.2.2. Rôle en panification	16
1.3. Les protéines.....	17
1.3.1. Les protéines de réserve: gliadines et gluténines.....	17
1.3.2. Les protéines de structure: albumines et globulines	18
1.3.3. Transformation hydrothermique des protéines.....	19
1.3.3.1. Protéines globulaires	19
1.3.3.2. Le gluten.....	20
1.4. Les autres constituants	21
1.4.1. Les lipides.....	21
1.4.2. Les fibres et les pentosanes	22
1.5. De la farine au pain	24
1.5.1. Formation de la pâte	24
1.5.1.1. Le pétrissage.....	24
1.5.1.2. Le mélange des constituants.....	24
1.5.1.3. Le développement du réseau glutineux	25
1.5.1.4. L'encapsulation d'air.....	26
1.5.2. Propriétés rhéologiques	27
1.5.2.1. Différents tests	27
1.5.3. Rhéologie fondamentale (faibles et grandes déformations)	28
1.5.3.1. Rhéologie aux faibles déformations.....	29
1.5.3.2. Rhéologie aux grandes déformations	31
1.5.4. Comportement rhéologique et structure de la pâte.....	33
1.5.5. Le rôle des fibres	35

1.6. Formation et croissances des alvéoles dans la pâte.....	36
1.6.1. Fermentation et rétention de gaz	37
1.6.2. Phénomènes de disproportionnement et de coalescence	40
1.6.3. Effet des fibres sur l'alvéolation de la pâte	40
1.7. L'acquisition de la texture pendant la cuisson.....	41
1.7.1. L'augmentation du volume de la pâte	41
1.7.2. La rigidification de la matrice amidon-protéines	41
1.7.3. Le passage à une structure cellulaire ouverte	42
1.7.4. Le refroidissement	42
1.8. Vieillessement.....	43
1.8.1. Rassissement de la mie	43
1.8.2. Evolution de la croûte.....	43
1.8.3. Effet des AX/fibres.....	44
1.9. Modélisation des opérations.....	45
1.10. L'évaluation sensorielle des pâtes et du pain	48
1.11. Démarche.....	48
References.....	50

2. Chapitre. II..... 61

Domaine de variation de l'opération de pétrissage, bilan d'énergie et approche rhéologique..... 61

2.1. Abstract	64
2.2. Introduction.....	64
2.3. Material and methods.....	68
2.3.1. Materials	68
2.3.2. Mixing equipment	68
2.3.3. Pre-mixing and texturization stage.....	68
2.3.4. Determination of different variables	69
2.3.5. Energy Balance and heat losses	70
2.3.6. Experimental plan.....	72
2.4. Results and discussion	73
2.4.1. Energy Balance and heat losses	77
2.4.2. Assessing dough rheology during mixing.....	81
2.5. Conclusion	85
Acknowledgements	85
References	86

3. Chapitre. III..... 89

Propriétés rhéologiques de pâtes de farine de blé pour différentes conditions de pétrissage..... 89

3.1. Abstract	92
3.2. Introduction.....	93
3.3. Materials and methods	96
3.3.1. Ingredients	96

3.3.2.	Preparation of doughs	96
3.3.3.	Rheological properties	96
3.3.3.1.	Dynamic thermomechanical analysis (DMA).....	97
3.3.3.2.	Lubricated squeezing flow (LSF)	97
3.4.	Results and discussion	101
3.4.1.	Dough mixing	101
3.4.2.	Small deformation	103
3.4.3.	Large deformation.....	107
3.5.	Conclusion	111
	Acknowledgements	112
	References	113

4. Chapitre. IV117

Détermination par analyse d'images vidéo de la porosité et la stabilité de la pâte à pain durant la fermentation pour différentes compositions et conditions de pétrissage.....117

4.1.	Abstract	121
4.2.	Introduction.....	121
4.3.	Materials and methods	122
4.3.1.	Dough preparation and density measurements	122
4.3.2.	Image acquisition during proofing and analysis	122
4.4.	Results and discussion	123
4.4.1.	Initial porosity.....	123
4.4.2.	Dough proofing behaviour and model fitting	124
4.4.3.	Effect of dough composition.....	124
4.4.4.	Comparison with results of X-ray microtomography	125
4.4.5.	Influence of mixing conditions	126
4.5.	Conclusion	127
	Acknowledgements	127
	References	127

5. Chapitre. V.....129

Comment le comportement de la pâte en cours de fermentation est-il affecté par ses propriétés rhéologiques ?129

5.1.	Rheology and dough proofing.....	132
5.2.	Materials and methods.....	133
5.3.	Results and discussion	133
5.3.1.	Evolution of porosity and stability	135
5.3.2.	Variables of porosity and stability.....	139
5.3.3.	Effect of rheology on dough behavior.....	144
5.4.	Conclusion.....	147
	Acknowledgements.....	148
	References	149

6. Chapitre. VI	151
Evaluation de la texture contrastée de pains de différents formats, préparés selon différentes conditions de pétrissage	151
6.1. Study of mechanical behaviour of crust and crumb.....	154
6.2. Methods	155
6.2.1. Breads preparation	155
6.2.2. Texture evaluation: multi-indentation test.....	156
6.2.3. Crumb image acquisition and analysis	158
6.3. Results and discussion	162
6.3.1. Multi-indentation of crust and crumb	162
6.3.2. Description of crumb cellular structure	170
6.4. Conclusion	173
Acknowledgements.....	173
References	174
7. Chapitre. VII	177
Synthèse des travaux : application à l'incorporation de fibres.....	177
7.1. Rôle des fibres.....	179
7.2. Comportement au pétrissage.....	180
7.3. Propriétés rhéologiques	181
7.4. Effet des fibres pendant la fermentation.....	185
7.5. Texture du pain	187
7.5.1. Multi-indentation.....	187
7.5.2. Effet sur la structure alvéolaire des mies.....	189
Références	192
Conclusions et perspectives.....	195
Annexes.....	201
Annexe 1. Sensory evaluation performa defined by AFNOR, (2002) norm V03- 716	202
Annexe 2. Variables of porosity determined through Gompertz equation for twenty four experimental points	203
Annexe 3. Variables of stability determined by exponential decay for all experimental points.....	204

List of Figures

1. Chapitre. I	5
Figure 1.1 : Coupe longitudinale d'un grain de blé (d'après Surget et Barron, 2005).....	7
Figure 1.2 : Structure de l'amylose	12
Figure 1.3 : Structure de l'amylopectine	12
Figure 1.4 : Représentation schématique de la structure d'un grain d'amidon (Jenkins et al., 1994). (a) le grain avec l'alternance de couches amorphes et semi-cristallines, représentant les anneaux de croissance ; (b) vue agrandie d'une couche semi-cristalline, composée de l'alternance de lamelles cristallines et amorphes ; (c) structure en grappe de l'amylopectine, à l'intérieur de la couche semi-cristalline.	13
Figure 1.5 : Influence d'un traitement hydrothermique sur l'amidon	14
Figure 1.6 : Thermogrammes obtenus en AED pour des amidons de blé à différentes teneurs en eau (Champenois et al., 1995).....	15
Figure 1.7 : Représentation schématique du diagramme d'état « température-teneur en eau » pour les principaux composants de la farine de blé (amidon et protéines du gluten) (Cuq et al., 2003). Tg est la température de transition vitreuse, Tm est la température de fusion, Tgelat est la température de gélatinisation de l'amidon, et Tr est la température minimale de thermoréticulation des protéines	25
Figure 1.8 : Courbe de consistance obtenue au farinographe.....	27
Figure 1.9 : Courbe d'écoulement (viscosité en fonction du taux de cisaillement) de pâte de farine de blé (Lefebvre, 2006)	32
Figure 1.10 : Contrainte (σ) en fonction de la déformation de Hencky, pour une pâte de farine de blé enrichie en son (● 0,0% ; △ 3,3% ; □ 6,6% ; ◆ 9,8%) (Cavella et al., 2008).	33
Figure 1.11 : Représentation schématique du film liquide, en vert, entourant les alvéoles gazeuses de la pâte (Babin et al., 2006), d'après Gan et al., 1995.....	38
Figure 1.12: Représentation systémique du processus de panification française et de ses variables d'après Roussel et Chiron, 2002 et Ndiaye et al., (2009)	45
Figure 1.13 : Schéma du processus de panification et plan de la thèse.....	49
2. Chapitre. II	61
Figure 2.1: Evolution of power for sample A (O), B (○) and C (●) during mixing. The variation of energy (—) and temperature (□) is also shown for sample A.....	73
Figure 2.2: Differences in temperature rise due to different amount of energy inputs for samples J (■), K (□), L (●) and M (O)	74
Figure 2.3: Variations of dough end temperature (a) and (b) temperature increase during texturization with respect to specific energy	76
Figure 2.4: Experimental (—) and calculated temperature for different values of heat transfer coefficients h (a) =1 (b) 50 and (c) 100 W.m ⁻² .°C ⁻¹ for samples E (O), N (□) and X (△) corresponding to low, medium and high dough end temperatures, respectively.....	78
Figure 2.5: Comparison of measured dough end temperature and temperature calculated from model (h = 100 W/m ² /°C) at low (□), medium (O) and high (■) values of specific energy during texturization.....	80
Figure 2.6: Variation of volumic power with angular speed after different texturization time 180 (□), 300 (■), 420 (O) and 600 s (●) fitted according to eq.(11).	82

Figure 2.7: Viscosity versus shear rate variations derived from power (speed) results obtained for dough mixed for 180 ($\square$), 300 ($\blacksquare$), 420 (O) and 600 ($\bullet$) seconds of texturation, compared with control dough and experimental data ($\blacklozenge$) fitted to cross model from Bonnand-Ducasse et al.,(2010) 84

3. Chapitre. III 89

Figure 3.1: Biaxial extension of a dough cylinder by lubricated squeezing flow at h_0 and $h_{(t)}$ indicating the diameters of upper and lower plates 98

Figure 3.2: Variations of stress with respect to (a) deformation (σ vs. ε_b), for three different compression speeds during LSF tests (dough A), (b) the strain rate (σ vs. $\dot{\varepsilon}_b$) for different deformations, increasing from bottom to top. $\varepsilon_b = 0.1$ ($\diamond$), 0.25 ($\blacksquare$), 0.50 ($\blacktriangle$), 0.75 (O), 1.0 (*), 1.25 ($\blacklozenge$)..... 99

Figure 3.3: Representation of all experimental points at low, (O, 13.5-19 °C), medium ($\bullet$, 20-28.5 °C) and high ($\bullet$, 29-36 °C) dough temperatures (T_d). Different groups are identified for selection of points during rheological fermentation studies..... 102

Figure 3.4: DMA thermograms for two rest times after mixing. A (t_0 O t_1 —)..... 103

Figure 3.5: Comparison of values of ($E'_{\max} / E'_{\min}$) measured by DMA at t_0 and t_0+90 min for doughs mixed for shorter ($\square$, 180-250 sec), medium ($\blacksquare$, 420-450 sec) and longer ($\blacksquare$, 590-660 sec) duration of texturization..... 104

Figure 3.6: Variations of the elastic module $E'_{\max}/E'_{\min}$ as a function of (a) specific energy at low ($\square$, 180-250 sec), medium($\blacksquare$, 420-450 sec), and higher ($\blacksquare$, 590-660 sec) time values and (b) time for $E_s \leq 20$ kJ/kg. 10 (O) and 20 ($\bullet$) kJ/kg 106

Figure 3.7: (a) Examples of results obtained for flow curves: η vs. $\dot{\varepsilon}_b$ for $\varepsilon_b = 0.75$. C ($\blacktriangle$), E ($\square$), K ($\triangle$), X ($\blacksquare$) and (b) Determination of strain hardening index, SHI, $\dot{\varepsilon}_b = 0.01s^{-1}$ 108

Figure 3.8: Variations of (a) consistency index K with specific energy at low (O), medium ($\bullet$) and higher values ($\bullet$) of mixing time and of strain hardening index SHI with respect to mixing time at low ($\square$, 12-30 W/kg), medium ($\blacksquare$, 31-90 W/kg) and higher ($\blacksquare$, 91-135 W/kg) values of power. Correlation is shown only for higher and medium values of power. Correlation is shown only for higher values of (a) mixing time and (b) higher and medium values of power..... 110

4. Chapitre. IV 117

Figure 4.1: (a) Dough sample placed in a chamber in front of camera (b), the 1st image after application of Matlab (c) principle of image analysis 123

Figure 4.2: Porosity evolution P (t) ($\blacklozenge$) and R (t) ($\bullet$) with characteristic points, including Gompertz's and exponential decay fittings (—), for sample A1, and definition of the parameters of these models 124

Figure 4.3: Evolution curves for dough samples of various compositions (a) for porosity and Gompertz's fittings and (b) dough shape ratio during fermentation including exponential decay fitting, at macroscopic scale for A1 ($\blacklozenge$), A2 ($\diamond$), A3 ($\triangle$), A4 ($\blacktriangle$)..... 124

Figure 4.4: Porosity evolution curves of dough samples of various compositions at micro scale (X-Ray Tomography) from Babin (2005) and Gompertz's fittings (—) for A1 ($\blacklozenge$), A2 ($\diamond$), A3 ($\triangle$), A4 ($\blacktriangle$) 125

Figure 4.5: Comparison of porosity determined at macro and micro (XRT) scales (a) at same values of time A1 (◆), A2 (◇), A3 (Δ), A4 (▲) and (b) for normalized values of model parameters a (●), b (■), c (□), a+d (O)	126
Figure 4.6: Evolution curves for dough samples mixed under different conditions (a) for porosity and Gompertz's fittings and (b) dough shape ratio during fermentation including exponential decay fitting, at macroscopic scale for B1 (O), B2 (□), B3, (■), B4 (●) (void samples= lower mechanical energy, square = higher temperature).....	126
5. Chapitre. V	129
Figure 5.1: Comparison of the values of densities determined through water displacement and image analysis for dough mixed under conditions leading to lower (O), medium (●) and high temperature (●) (temperature ranges between 13.5 to 36 °C)	135
Figure 5.2: Images of dough samples during fermentation mixed under different mixing conditions (low/large temperature and energy).....	136
Figure 5.3: Evolution of porosity (a) and stability (b) curves for different mixing conditions, including Gompertz and exponential decay fittings (—). A (●), C (▲), D (◆), E (□), S (O), U (Δ), X (■)	137
Figure 5.4 : (a) Principal component analysis of 24 dough samples indicating (b) correlation of different variables of mixing, rheology and fermentation	142
Figure 5.5: Variation of porosity variables (a) a and (b) c with temperature of dough at lower (O), medium (●) and higher (●) values of SHI. The SHI values range between 0.95 and 2.05	143
Figure 5.6: Relationship of a', stability loss, with (a) SHI and (b) K at lower (O,□), medium (●,■) and higher (●,■) values of dough temperature (SHI = 0.95- 2.05).....	145
Figure 5.7: Variation of stability time b' with (a) SHI and (b) consistency K for dough samples with low (O), medium (●) and high end temperatures (●).....	146
6. Chapitre. VI	151
Figure 6.1: (a) Bread (b) baguette and (c) small bread samples during compression in multi-indentation	156
Figure 6.2 : Example of texture profile for compression-relaxation during multi-indentation showing different variables calculated from the curve	157
Figure 6.3: Illustration of erosion and dilation treatments of an image of bread sample K at two different levels, 10 and 60.....	159
Figure 6.4: Erosion-dilation curves. K (◆) and M (O).....	160
Figure 6.5: Granulometric curves of sample K (◆) and M (O) for erosion- dilation steps..	161
Figure 6.6: Average profiles of texture for (a) breads (b) baguettes and (c) mini-breads obtained by multi-indentation.....	163
Figure 6.7: Variations of residual stress (crumb) and apparent modulus (crust) for the three different formats bread (□) , baguette (O), minibread (●).....	164
Figure 6.8 : Comparison of average profiles (sample L) of texture for bread, baguette and mini-bread.....	164
Figure 6.9: Similarity map from principal component analysis of the compression-relaxation curves showing 94 % of total variance	166
Figure 6.10: First two principal component curves showing 94 % of total variance. PC1, representing x-axis shows 85 % of variance and PC2, y-axis, showing 9 % of variation..	166

Figure 6.11: Circle showing correlation of six different variables extracted from multi-indentation profile.....	168
Figure 6.12: Variation of density with (a) apparent modulus and (b) residual stress of normal bread at low/medium (O) and higher (●) values of mixing specific energy.....	168
Figure 6.13: Variation of (a) residual stress and (b) apparent modulus with density for mini-breads at low/medium (O) and higher (●) values of mixing specific energy	170
Figure 6.14: Resemblance graphs from principal component analysis of the bread slices showing 90 % of total variance	171
Figure 6.15: First two principal component curves showing 90 % of total variance. PC1 (a), representing x-axis shows 78 % of variance and PC2 (b), y-axis, showing 12 % of variation	172
 7. Chapitre. VII.....	177
 Figure 7.1: Schéma du processus de panification Français	179
Figure 7.2: Puissance nécessaire au pétrissage de pâte avec fibres (●) et sans fibres (O)	180
Figure 7.3: Viscosité en fonction de taux de cisaillement pour les pâtes avec (●) et sans fibres (O). Les données expérimentaux sont ajustées avec le modèle de Cross.	182
Figure 7.4: Module élastique E' en fonction de la température des pâtes, pour les pâtes enrichies en 7,5 % des fibres (t_0 ● t_1 ●) et témoins (t_0 O t_1 O)	183
Figure 7.5: (a) η vs. $\dot{\epsilon}_b$ pour $\epsilon_b = 0,75$ et (b) log de contrainte σ en fonction de déformation biaxiale ϵ_b pour les pâtes avec (●) et sans fibres (O).....	184
Figure 7.6: (a) Evolution de la porosité et (b) de la stabilité pour les pâtes avec (●) et sans fibres (O).....	186
Figure 7.7: Variations de la densité avec (a) le module apparent et (b) contrainte résiduelle du pain à faible/moyenne (O) et haute (●) énergies. (●) signifie l'ajout de fibres	188
Figure 7.8: Contrainte maximum (a) et résiduelle (b) en fonction du module apparent du pain à faible/moyenne (O) et haute (●) énergies. (●) signifie l'ajout de fibres.	188
Figure 7.9: Carte de ressemblance des images de mies établie par ACP	190
Figure 7.10: Profils des vecteurs propres (a) 1 et (b) 2 de la carte ACP des images de mies.	190

List of Tables

1. Chapitre. I	5
Table 1.1 : Distribution histologique des principaux constituants du grain de blé (d'après Feillet, 2000).....	8
Table 1.2 : Correspondance entre types de farine et taux d'extraction (d'après Roussel et Chiron, 2002).....	9
Table 1.3 : Classification des principales protéines de blé (Shewry et al., 1986)	17
Table 1.4 : Contraintes subies par la pâte au cours de la panification (Dobrazczyk, 1997)....	31
Table 1.5 : Evolution du volume relatif ($V_{\text{total}} / V_{\text{pâte}}$) de la pâte au cours des étapes du procédé de panification (van Vliet et al., 1992 ; Rouillé et al., 2005)	40
2. Chapitre. II.....	61
Table 2.1: Formulations and different conditions used during mixing process	69
Table 2.2: Values of n and K in eq. 2.11 obtained from volumic power measured at different times of texturization	83
3. Chapitre. III	89
Table 3.1: Mixing conditions along with the values of $E'_{\text{max}} / E'_{\text{min}}$, SHI, K and n	101
4. Chapitre. IV	117
Table 4.1: Compositions in g for 100 g of flour ($\rho_i = 1500 \text{ kg/m}^3$) in VMI oblique axis mixer) and density values used to calculate ρ_s Eq. (1)	122
Table 4.2: Compositions and experimental conditions of DIOSNA spiral mixer.....	122
Table 4.3: Values of density (g.cm^{-3}) and porosity (P) of dough ρ_p at start (i) and end of fermentation (f)	123
Table 4.4: Summary of parameter values for porosity Eq. (5) and stability models Eq. (6), determined by experiments at macro (video camera) and micro scales (XRT), for plan A (various compositions) and plan B (influence of mixing conditions)	125
5. Chapitre. V.....	129
Table 5.1: Values of porosity and density of dough for different experimental points at start (i) and end (f) of fermentation.....	134
Table 5.2: Values of dough end temperature, SHI, K and n	139
Table 5.3: Parameter values of porosity obtained through Gompertz fittings.....	140
Table 5.4: Parameter values of stability determined by applying exponential decay fittings	140
6. Chapitre. VI	151
Table 6.1: The values of dough temperature and specific energy for selected experimental points.....	155

Table 6.2: Values of density and characteristic mechanical profiles for different breads 167

7. Chapitre. VII..... 177

Table 7.1: Les valeurs du module $E'_{\max}/E'_{\min}$, SHI, K et n pour les pâtes témoins et enrichies en fibres 183

Table 7.2: Synthèse des valeurs numériques caractérisant les propriétés du pain, petit-pain et baguette..... 187

Acknowledgements

The work described in this thesis was made possible by contributions from various individuals and institutions to whom I am indebted. I thank all those who, in different ways, have walked beside me along the way; offering support and encouragement, challenging my thinking, and teaching me to consider alternative views.

First of all, I would like to express my gratitude for my supervisor Dr. Guy Della Valle for his invaluable guidance and encouragement for the completion of the thesis work. I would like to thank for his continuous support and advice during the work and also for providing some valuable suggestions. Thanks for believing in me; for your support and the way you provided constructive guidance in the manuscript writing which will be a valuable asset for my professional career.

I would also like to thank Dr. Luc Saulnier, co director of my thesis, for his suggestions and valuable comments, not only for the report but also for the thesis defense.

I offer my sincere thanks to Mister Bernard Cuq, professor Supagro, Montpellier and Mister Guillaume Delaplace, doctor INRA, Lille for accepting the review of my thesis. I am equally thankful to Mister Lionel Boillereaux, professor Oniris, Nantes, Mister Jean-François Grongnet, professor Agrocampus, Rennes, Madam Kati Katina, doctor VTT Helsinki, Finland and Mister Guillaume Racineux, professor Ecole Centrale, Nantes on being part of my thesis evaluation. The valuable comments made by jury are also highly appreciated.

Thanks to team members of MC2-BIA at INRA (Institut National de la Recherche Agronomique), Nantes for their support. My sincere thanks to Alain Buleon, Laurent Chaunier, Hubert Chiron, Marion De Carvalho, Roslyne Desirest, Sofiane Guessasma, Denis Lourdin and Anne-Laure Reguerre. I value your comments. I began to really get to know you during this period. I don't take it for granted that you always made time to discuss the work and give valuable comments on the work I presented you in spite of your busy schedule. I am equally thankful to Jane Metayer and Christine Rémigniac for their help regarding administrative issues.

Dr. Jacques Gueguen, a cooperative and affectionate personality, special thanks are extended to you for the care, impetus and encouragements rendered by you during my stay in INRA, Nantes.

I would also like to render special thanks to HEC (Higher Education Commission of Pakistan) and its collaborating organization SFERE (Société française d'exportation des ressources éducatives) for having confidence in me and providing me the financial support for the work and stay in France. The financial support from CEPIA-INRA is also highly acknowledged.

To me, life without friends and colleagues is colorless. I am very thankful to my colleagues Carole Cerclier, Aiping Fang, Lotfi Hedjazi, Saïd Rjafiallah, George Tawail, Arnaud Turbin, Cyril Vechambre and Magali Wagner for all the important technical discussions and their help to make my stay very memorable in Nantes, France. I am equally very thankful to my Pakistani friends, Syed Kamran Ali, Aun Abbas, Sarfraz Ahmad, Fasih Ahmad, Nazir Ahmad, Rafiq Ahmad, Syed Yasir Alam, Shaukat Ali, Zaib Ali, Adeel Anjum, Ahmad Bilal, Khawaja Bilal, Muhammad Bilal, Majid Bhinder, Abdul Haq, Zahoor Hussain, Mr. and Mrs. Hassan Ijaz, Mr. and Mrs. Jamil Ahmad, Mr. and Mrs. Muhammad Irfan Ahmad Khokhar, Fareed Mangi, Muhammad Ahmad Maqbool, Yasir Nawab, Faisal Nawaz, Aasia Nusrat, Raza-ur-Rehman, Amna Sahar, Mumtaz Shah, Sami-ur-Rehman Shah, Mr. and Mrs. Atif Shahzad, Naeem Shahzad, Tanvir Shahzad, Amanullah Yasin, Quaid Zaman, Zeeshan and many others for sharing good times with me and my family.

I am very grateful to my wife (Kanwal Naz Aamir) for her patience, support and nice stay with me in France. Finally I would like to thank my mother, my father, brothers (Asif Shehzad and Atif Shehzad), sister (Sajeela Akram) and all family members for their well wishes and prayers for my success.

All my successes are solely because of efforts of my parents; this thesis is dedicated to my parents.

Nomenclature

N	Angular speed (rad/s)
E_{bread}	Apparent modulus of bread (Pa)
AX	Arabinoxylanes
P_{∞}	Atmospheric pressure (Pa)
ϵ_b	Biaxial deformation or strain
$\dot{\epsilon}_b$	Biaxial deformation or strain rate (1/s)
T_{dcal}	Calculated temperature of dough (°C)
h	Coefficient of heat exchange (W/m ² /°C)
K	Consistency coefficient (Pa.s ⁿ)
P_{cor}	Corrected power (Watt)
ρ_i	Density of ingredients (g/cm ³)
ρ_s	Density of the gas-free dough (g/cm ³)
$\emptyset$	Diameter (mm)
Δt	Difference of time (s)
<i>DSC or AED</i>	Differential scanning calorimetry
T_d	Dough end temperature (°C)
ρ_d	Dough density (kg/L)
t_0	Dough rest time after 30 minutes of dough rest during DMA (s)
t_1	Dough rest time after t_0 + 90 minutes of dough rest during DMA (s)
R	Dough shape ratio
bs	Dry basis
ms	Dry matter
<i>DMA</i>	Dynamic thermomechanical analysis
E' or G'	Elastic or storage modulus (Pa)
E'_0	Elastic or storage modulus at equilibrium temperature (Pa)
W	Energy required to compress the bread (J)
a	Final volume increase from the initial value
n	Flow index
F	Force (N)
T_m	Fusion temperature (°C)
T_0	Gelatinization onset temperature (°C)
T_p	Gelatinization peak temperature (°C)
T_{gelat}	Gelatinization temperature (°C)

T_g	Glass transition temperature (°C)
g	Gravitational constant (m/s ²)
S	Heat exchange surface of the dough (m ²)
H	Height of dough sample (cm)
H_d	Height of dough in mixer (m)
$h(t)$	Height of homogeneous cylinder at instant t (mm)
h_0	Initial height of homogeneous cylinder during LSF (mm)
T_i	Initial temperature of dough after pre-mixing (°C)
p_i	Internal pressure of bubbles (kPa)
a'	Loss of dough shape
c'	Loss of dough shape when $t = \infty$
LSF	Lubricated squeezing flow
X_i	Mass fraction of ingredients
M_d	Mass of dough (g)
E'_{max}	Maximum elastic modulus (Pa)
σ_m	Maximum stress necessary for piercing of bread crust (Pa)
b	Maximum volume expansion growth rate
L_{max}	Maximum width of dough (cm)
P_{mes}	Measured power (Watt)
E_{mec}	Mechanical energy (J)
E'_{min}	Minimum elastic modulus (Pa)
T_r	Minimum temperature for protein crosslinking (°C)
t	Mixing time (s)
e	Neper number
P	Porosity
P_0	Power determined by rotating the empty mixer (Watt)
PCA	Principal component analysis
r_{mixer}	Radius of mixer (m)
$\dot{\gamma}$	Shear rate (1/s)
P_{smt}	Smooth power (Watt)
E_s	Specific energy (kJ/kg)
C_p	Specific heat of dough (kJ/kg/°C)
SME	Specific mechanical energy (kJ/kg)

P_s	Specific power (Watt/kg)
b'	Starting time of the stationary phase (Min)
SHI	Strain hardening index
σ	Stress (Pa)
σ_r	Stress at the end of crumb relaxation (Pa)
$\sigma_{2/3}$	Stress at 2/3rd of the initial height of the sample (Pa)
Γ	Surface tension (N/m)
T_{fp}	Temperature at end of pre-mixing stage (°C)
ΔT	Temperature rise (°C)
k	Thermal conductivity (W/K/m)
E_{therm}	Thermal energy (J)
c	Time for inflection point or characterictic time (Min)
η	Viscosity (Pa.s)
η_p	Viscosity estimated at the wall of the mixing bowl (Pa.s)
E''	Viscous or dissipative modulus (Pa)
F_v	Void fraction or porosity
V_d	Volume of dough (cm ³)
V_i	Volume of initial image during image analysis of crumb
V_f	Volume of initial image of maximal erosion or dilation step
V_0	Volume of initial image of minimal erosion or dilation step
V	Volume of sample
P_v	Volumic power (Watt/m ³)
A_w	Water activity
bh	Wet basis

Avant-propos

L'importance de la farine de blé est bien reconnue dans le monde. Différents produits sont préparés à partir de farine de blé, comme les pains, biscuits, gâteaux et beaucoup d'autres produits utilisés dans la vie quotidienne et, particulièrement le pain revêt un caractère fondamental pour l'humanité et la civilisation. Il en a découlé beaucoup de travaux scientifiques, techniques sur les différentes étapes de transformation de la pâte de farine de blé en pain. Ceci inclut le pétrissage de la farine en ajoutant les différents ingrédients en fonction de la recette appliquée. La pâte obtenue est étudiée pour son comportement au cours du processus de fermentation et d'expansion volumique, les différentes propriétés, comme les propriétés rhéologiques, et la cuisson de la pâte dans le four.

La qualité de nombreux produits céréaliers est liée à leur structure aux différentes échelles du produit, depuis la densité apparente, liée à la porosité, jusqu'à la mobilité locale des macromolécules constitutives, ces variables étant étroitement liées lors de l'élaboration. L'opposition croûte/mie, chez le pain dit « Français », en est une illustration classique. Si, d'une part, les relations structure-propriétés sont établies pour des solides modèle, alvéolaires (ex : mie de pain) ou composites (ex : matrice solide des corn flakes), en revanche, le comportement du produit réel, associant les deux, est encore mal compris. D'autre part, si le rôle des opérations de cuisson et de levée (fermentation) sur l'alvéolation est connu au point que des modèles mécaniques sont disponibles, l'étape de pétrissage, et, dans une moindre mesure, de façonnage (formage), suscitent plus d'incertitudes, notamment en raison de l'importance du comportement rhéologique, mal défini dans les conditions réalistes (grandes déformations, écoulement élongationnel). Outre la formation du réseau de gluten pendant le pétrissage, l'air est incorporé à la pâte, suivant une distribution de bulles qui initialise l'alvéolation. Ensuite, pendant la levée, l'évolution de la masse volumique de la pâte reflète son alvéolation ; au cours de la cuisson, elle affecte les transferts de chaleur (perméabilité, diffusivité thermique apparente) et donc la transition pâte/mie, voire la formation de la croûte. La transition pâte / mie, qui implique la gélatinisation de l'amidon et la thermoréticulation des protéines, a déjà été étudiée, mais les contributions de ces deux biopolymères ne sont pas clairement établies. Avec la masse volumique et la structure alvéolaire, la morphologie du matériau constitutif de la mie et de la croûte gouverne leur comportement mécanique. Ces relations peuvent en outre être affectées par la présence d'autres constituants, comme les fibres

soluble/insolubles dont la contribution croissante dans la recette est encouragée pour des raisons nutritionnelles.

La nécessité d'étudier les différentes propriétés des pâtes de farine de blé dans ce travail, à l'INRA, à Nantes, reposait sur deux projets soutenus par l'Agence Nationale pour la Recherche (ANR) : AQuaNuP (Amélioration de la QUALité NUtritionnelle du Pain, 2005-2009), coordonné par L. Saulnier, et INCALIN (Integration des connaissances dans les industries agro-alimentaires, 2007-2010). Ce travail devait donc fournir différents outils de validation (conceptuelle ou expérimentale) pour tester les produits élaborés dans ces projets à partir de farines éventuellement enrichies en fibres de blé.

AQuaNuP regroupait plusieurs partenaires de la recherche publique (INRA Nantes, Montpellier, Dijon, Clermont, INSERM Hôtel-Dieu Paris) et différents partenaires industriels (ANMF, ARVALIS, Minoterie Girardeau, VITAGORA, Biofournil).

Incalin avait pour objectif général d'intégrer l'ensemble des connaissances disponibles auprès de l'ensemble d'acteurs, depuis le scientifique jusqu'au praticien, concernés par le phénomène, aux différentes échelles et sous différents formats de données, quantitatives et qualitatives. Les domaines étudiés ont été l'affinage du fromage et la panification française. Le projet Incalin est né du constat que durant les 20 dernières années, les recherches sur les processus alimentaires ont conduit à une grande amélioration de la compréhension des phénomènes à des niveaux donnés, du microscopique au macroscopique, sans bénéficier proportionnellement à la conduite pratique des opérations et la qualité des aliments.

Outre ce cadre programmatique, ce travail a été financé par la Higher Education Commission (HEC) du Pakistan et j'ai été sélectionné par les autorités HEC et des professeurs Français pour des études de doctorat en France en 2005. En France, SFERE (Société Française d'Exportation des Ressources Educatives) est responsable de mon séjour en me fournissant notamment une allocation mensuelle, garantie personnelle, une aide éducative et d'orientation. Le département CEPIA de l'INRA, auquel appartient l'Unité BIA l'a également soutenu.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'impact des différentes conditions du pétrissage sur le comportement de la pâte dans l'opération qui le suit et la qualité finale du pain, grâce au suivi des variables physiques qui gouvernent cette opération ainsi que des propriétés rhéologiques. Nous allons également développer un protocole pour l'étude de la levée de la pâte pendant la fermentation, afin de comprendre la relation entre ces différentes entités.

Après avoir revu les travaux antérieurs, le travail de thèse sera divisé en cinq différentes parties conçues comme des publications potentielles (ou déjà publiées). Elles sont

rédigées en anglais, parce que nous manions cette langue plus aisément que le français, mais aussi parce que ce sont les étapes de valorisation du travail dans des revues internationales. Aussi avons nous inséré à chaque étape un résumé des objectifs, de la démarche et des résultats obtenus.

Enfin, en conclusion, nous tenterons une synthèse des ces travaux en montrant que la démarche peut s'appliquer à l'incorporation de fibres dans la pâte et par cet exemple, essayerons de dégager leurs perspectives.

1. Chapitre. I

Travaux antérieurs sur pétrissage et panification

Chapter. I

Previous work on mixing and bread making process

1.1. Du grain de blé à la farine

1.1.1. Le grain de blé

Le blé est une monocotylédone qui appartient au genre *Triticum* de la famille des *Gramineae*. C'est une céréale dont le grain est un fruit sec, appelé caryopse, constitué d'une graine et d'un tégument. Les deux espèces les plus cultivées sont le blé tendre (*Triticum aestivum*) et le blé dur (*Triticum durum*). En France, sur les 37 millions de tonnes de blé tendre produites en 2002, la part des blés tendres panifiables atteignait 80% (les deux variétés les plus cultivées étaient Apache et Isengrain avec respectivement 17 et 13,5% de la surface emblavée).

La longueur d'un grain de blé est comprise entre 5 et 8 mm, sa largeur entre 2 et 4 mm pour un poids entre 20 et 50 mg et une densité entre 1,3 et 1,4. De forme ovoïde, il est composé de nombreux tissus morphologiquement différents (Figure 1.1).

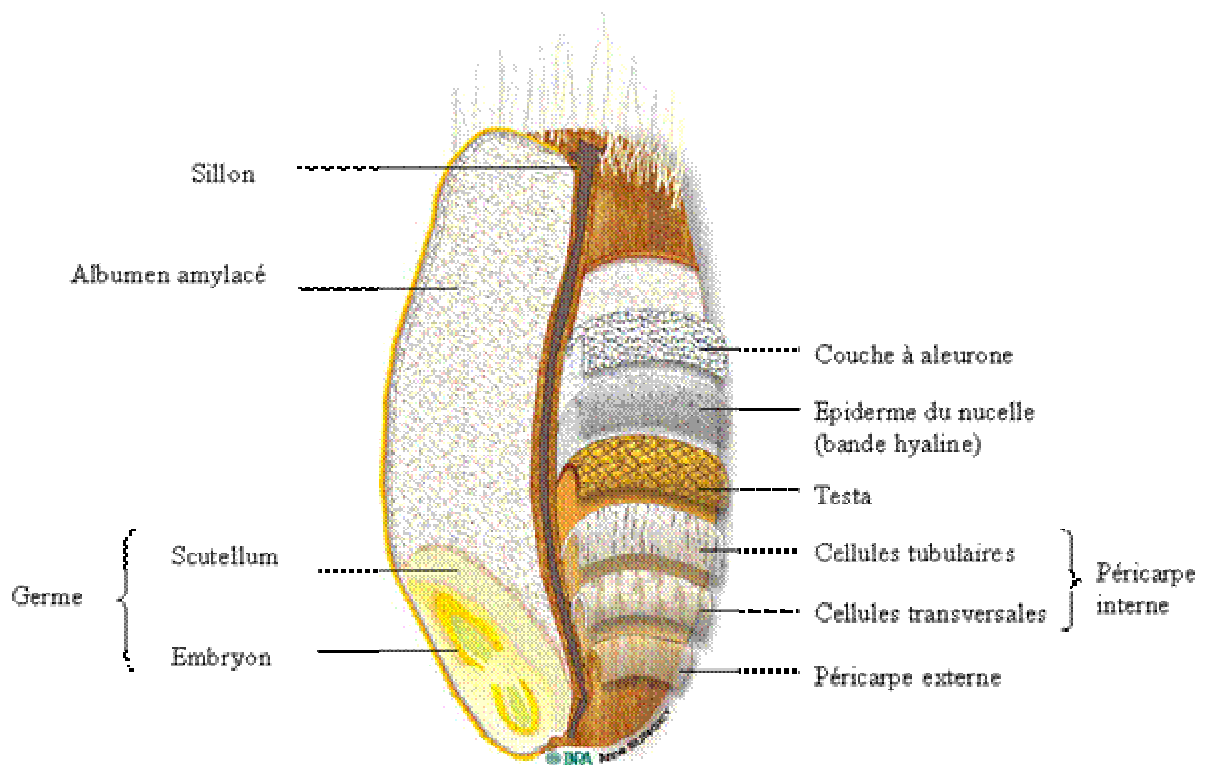


Figure 1.1 : Coupe longitudinale d'un grain de blé (d'après Surget et Barron, 2005)

De l'extérieur vers l'intérieur, on trouve :

- le manteau du fruit (le péricarpe) ;
- le manteau de la graine (testa);
- l'épiderme du nucelle (ou bande hyaline);
- l'albumen, constitué d'une couche de cellules dites à « aleurone », aussi dénommée « l'aleurone », puis de cellules de réserve qui forment l'albumen amylicé contenant l'amidon et les protéines de réserve ;
- le germe.

Les principaux constituants biochimiques du grain de blé se répartissent différemment dans les tissus (tableau 1). L'amidon se retrouve en totalité dans l'albumen amylicé, les teneurs en protéines du germe et de la couche à aleurone sont élevées, les matières minérales abondent dans la couche à aleurone, les fibres sont les constituants majeurs du péricarpe et de l'aleurone, les pentosanes sont aussi les constituants dominants, la cellulose représente près de la moitié du péricarpe, enfin le germe et la couche à aleurone sont particulièrement riches en lipides.

Tableau 1.1 : Distribution histologique des principaux constituants du grain de blé (d'après Feillet, 2000)

	% grain	Part du constituant dans le tissu			
		% albumen	% aleurone	% péricarpe	% germe
Amidon	68,9	82	0	0	0
Protéines	13,7	12	30	10	31
Fibres	10,2	2	49	83	9
Lipides	2,7	2	9	0	12
Minéraux	1,9	0,5	12	7	6
Sucres réducteurs	2,4	1,8	0	0	30

1.1.2. Le procédé de mouture

Le but de la mouture est d'isoler l'albumen amylicé du grain de blé, des parties périphériques et du germe. La forte cohésion des enveloppes externes du grain de blé sur l'albumen, et la présence du sillon (partie rentrante du grain) obligent le meunier à ouvrir le grain pour détacher progressivement l'amande de l'enveloppe. Le rendement en farine, ou

taux d'extraction, est défini comme la quantité de farine obtenue (en kg) pour 100 kg de blé mis en œuvre. La teneur en matières minérales (concentrées surtout dans les parties périphériques du grain) d'une farine est utilisée comme marqueur de sa pureté et détermine son type (décret du 13 juillet 1963). Plus le taux d'extraction est élevé, plus la farine est « piquée », c'est-à-dire plus elle contient des fragments de tissus périphériques (Tableau 1.2).

$$\text{Taux d'extraction} = (\text{kg de farine}) / (100\text{kg de blé mis en œuvre}) \quad (1.1)$$

Tableau 1.2 : Correspondance entre types de farine et taux d'extraction (d'après Roussel et Chiron, 2002)

Type de farine	Cendres (% ms)	Taux d'extraction moyens (% farine) mouture sur cylindres	Taux d'extraction moyens (% farine) mouture sur meules
45	< 0,50	70 - 75	
55	0,50 – 0,60	75 - 80	
65	0,62 – 0,75	78 - 83	70 - 72
80	0,75 – 0,90	82 - 86	78 - 80
110	1,00 – 1,20	87 - 90	
150	> 1,40	90 - 98	

Certains grains d'amidon peuvent être physiquement endommagés lors des étapes de mouture. Cet endommagement joue un rôle très important sur le niveau d'absorption d'eau par la farine lors de la fabrication de la pâte. En excès d'eau, l'amidon non endommagé absorbe 33% de son poids d'eau, tandis que l'amidon endommagé en absorbe 100% (Manley, 1991).

De nouvelles techniques basées sur la quantification de biomarqueurs spécifiques des tissus du grain ont été développées pour préciser la composition des différentes fractions de mouture du blé (Antoine et al., 2004 ; Hemery et al., 2007, 2009). En effet, certains composés sont présents uniquement dans certains tissus du grain de blé : ainsi les phytates sont présents dans les cellules de la couche à aleurone et dans le germe ; parmi les acides phénoliques, un trimère de l'acide férulique est caractéristique du péricarpe externe, l'acide p-coumarique des parois de la couche à aleurone. L'analyse de ces biomarqueurs permet de déterminer la teneur d'un son de blé ou d'un remoulage en ces différents tissus (Antoine et al., 2004).

1.1.3. Mouture sur cylindres et mouture sur meules

Il existe deux types de procédés de mouture : la mouture sur cylindres (la plus répandue), et la mouture sur meules de pierre. La mouture sur cylindres fait intervenir des opérations successives de broyage, pour ouvrir et écraser le grain, et de tamisage pour classer les différentes fractions selon leur granulométrie. Le grain est broyé par compression et cisaillement (Mabille et Abécassis, 2006). On récupère ainsi à l'issue de la mouture la farine, les remoulages (blancs et bis), les sons et le germe. L'origine histologique des fractions de mouture n'est pas strictement définie, mais quelques caractéristiques peuvent être dégagées : la farine est constituée de fines particules d'albumen (entre 30 et 200 μm) et de quelques fragments de la couche à aleurone; les remoulages comprennent la testa, l'épiderme du nucelle, la couche à aleurone et un peu d'albumen; les sons sont composés du péricarpe, de testa, et de couche à aleurone (Godon, 1991). Le germe se retrouve dans les sons à l'issue de la mouture. Ainsi, bien que la couche à aleurone fasse partie de l'albumen d'un point de vue histologique, elle est en grande partie éliminée avec les enveloppes externes au cours de la mouture. La proportion et la composition chimique des produits de mouture récupérés dépendent du réglage et des caractéristiques des cylindres, du choix des tamis (Roussel et Chiron, 2002). Les principaux constituants biochimiques sont l'amidon (78 à 83 % ms), les protéines (7 à 15 % ms), les pentosanes (1,5 à 3 % ms), les lipides (1,5 à 2,5 % ms), les sucres simples (1,5 à 2 % ms) et la cellulose (0,2 à 0,3 % ms). Les fractions sont ensuite assemblées pour constituer la farine finale, d'un type défini. Cependant il existe plusieurs façons de fabriquer une farine d'un certain type, en incorporant préférentiellement telle ou telle fraction.

Dans la mouture sur meules, le grain arrive au centre de la meule pour être écrasé progressivement jusqu'à la périphérie où il est évacué. L'abrasion est associée à la compression du grain (Mabille et Abécassis, 2006). Ce traitement entraîne une réduction de la taille des enveloppes, dont les dimensions sont voisines de celles des autres particules. Il est donc difficile de les séparer par tamisage et d'obtenir des farines dites blanches, de type 45 ou 55. Ainsi, pour un type donné :

- la granulométrie d'une farine de meule apparaît beaucoup plus homogène qu'une farine obtenue sur cylindres,
- une farine de meule est plus riche en lipides et par conséquent moins apte à la conservation, puisque le germe est conservé dans la farine,
- une farine de meule est plus « piquée » qu'une farine sur cylindres (Roussel et Chiron,

2002).

1.2. Propriétés fonctionnelles des constituants biochimiques de la farine

Les produits de mouture du blé ont donc une composition chimique relativement complexe, où les deux fractions pondéralement majoritaires (l'amidon et les protéines) sont des biopolymères. Ces biopolymères, comme d'autres constituants biochimiques de la farine, ont une très forte affinité pour l'eau. Cette eau intervient à plusieurs stades au cours de la vie du produit: comme agent technologique (conditionnement au broyage, force motrice à l'expansion) ou bien comme ingrédient (formation de la pâte de farine). Une description des propriétés fonctionnelles des constituants biochimiques implique la prise en compte de l'influence de l'eau dans ces propriétés, aux différentes échelles structurales: moléculaire, mésoscopique et macroscopique.

1.2.1. L'amidon

1.2.1.1. Organisation structurale

L'amidon est un polysaccharide de réserve, homopolymère de α -D-glucopyranose, et se présente comme un mélange de deux polymères aux structures primaires très différentes : l'amylose (25 à 30 % dans l'amidon du blé (Guilbot et Mercier, 1985)), est une molécule linéaire constituée d'unités de α -D-glucopyranose liées par des liaisons de type α -(1,4) (Figure 1.2). L'amylose native de blé contient en moyenne 2000 à 3000 unités glucose (Roger et Colonna, 1992); l'amylopectine (70 à 75 % dans l'amidon de blé), est une molécule ramifiée. Les unités α -D-glucopyranose sont reliées par des liaisons de type α -(1,4) et α -(1,6) (Figure 1.3). Ces dernières représentent 5 à 6 % du nombre total de liaisons et sont à l'origine de la ramification. L'amylopectine présente un degré de polymérisation de $5 \cdot 10^3$ à 10^5 unités glucosyl, conduisant à des masses moléculaires (10^6 à 10^8 g/mol) beaucoup plus élevées que l'amylose (Colonna et Mercier, 1984).

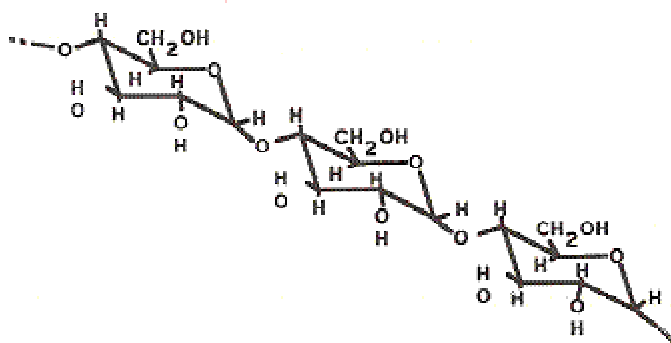


Figure 1.2 : Structure de l'amylose

A l'échelle supramoléculaire, l'amidon s'organise en grains semi-cristallins. L'amidon de blé présente deux populations de grains : des gros grains lenticulaires appelés grains A (15 à 35 μm de diamètre) et des grains polyédriques plus petits appelés grains B (environ 10 μm de diamètre) (Galliard et Bowler, 1987). En lumière polarisée, les grains sont biréfringents et présentent une croix noire appelée croix de Malte. Cette croix est due à l'orientation radiale des chaînes de polymères à l'intérieur des grains.

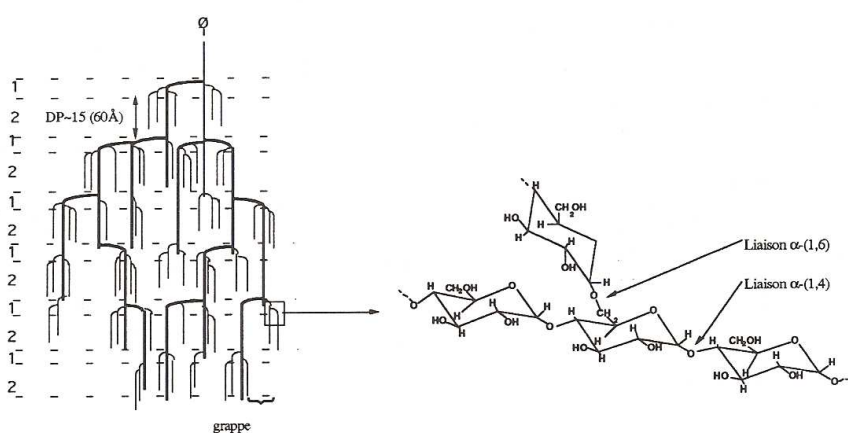


Figure 1.3 : Structure de l'amylopectine

Au niveau macromoléculaire, les grains d'amidon possèdent une cohésion radiale covalente et une cohésion tangentielle résultant de la formation de liaisons hydrogènes intermoléculaires. Ces liaisons contribuent à l'agrégation d'un grand nombre de chaînes et donc à la formation de zones cristallines. Celles-ci sont séparées les unes des autres par des régions complètement désordonnées appelées zones amorphes. Le degré de cristallinité des grains dépend de leur hydratation ; il est de l'ordre de 30 %. La structure cristalline est de type A à l'état natif et de type B une fois l'amidon rétrogradé, c'est-à-dire après réorganisation

d'amidon gélatinisé.

Le grain d'amidon est constitué de couches alternantes amorphes et semi-cristallines (Figure 1.4). Les grains d'amidon possèdent ainsi un degré de cristallisation entre 20 et 40 %. Les lamelles cristallines sont composées des doubles hélices de l'amylopectine, arrangées parallèlement, tandis que les points de branchement de l'amylopectine sont dans les zones amorphes. Les trois formes d'arrangement des doubles hélices définissent trois types de cristaux : A, B ou C.

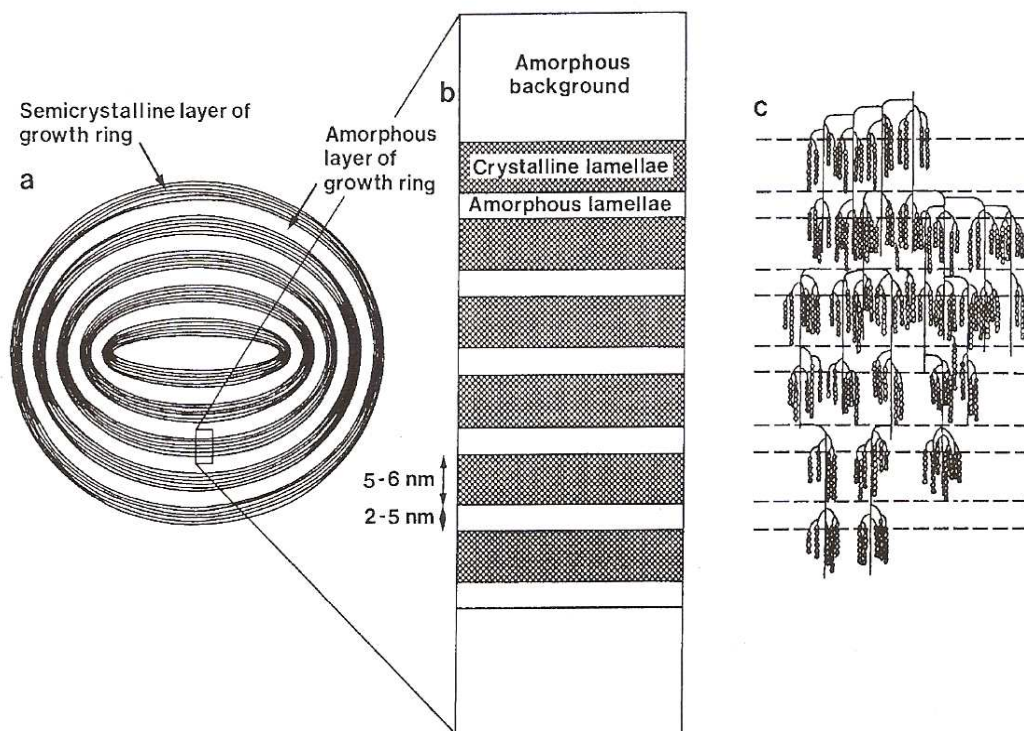


Figure 1.4 : Représentation schématique de la structure d'un grain d'amidon (Jenkins et al., 1994). (a) le grain avec l'alternance de couches amorphes et semi-cristallines, représentant les anneaux de croissance ; (b) vue agrandie d'une couche semi-cristalline, composée de l'alternance de lamelles cristallines et amorphes ; (c) structure en grappe de l'amylopectine, à l'intérieur de la couche semi-cristalline

1.2.2. Propriétés fonctionnelles de l'amidon

1.2.2.1. Les transformations hydrothermiques de l'amidon

La vaporisation de l'eau à l'intérieur de la pâte en cours de cuisson conduit à une stabilisation de la température aux environs de 100 °C. Les évolutions de la teneur en eau et la température conduisent à des valeurs qui permettent la gélatinisation et la fusion de l'amidon. En outre, les protéines du réseau de gluten subissent une thermoréticulation. Ces changements

conduisent à la formation de la mie (Cuq et al., 2003). L'amylolyse par les α et β -amylases augmente avec la température, jusqu'à la dénaturation de ces enzymes vers 50 °C et 75 °C respectivement ; l'amylolyse est également favorisée par l'endommagement de l'amidon à la mouture et le début de la gélatinisation de l'amidon vers 55 °C (Godon, 1991). Les changements subis par l'amidon au cours de la cuisson sont essentiels pour la formation de la mie (Dreese et al., 1988). En présence d'un excès d'eau (plus de 60 % bh) et à une température supérieure à 60 °C, le grain d'amidon gonfle par sorption d'eau puis subit un changement d'état thermodynamique : c'est la gélatinisation (Figure 1.5).

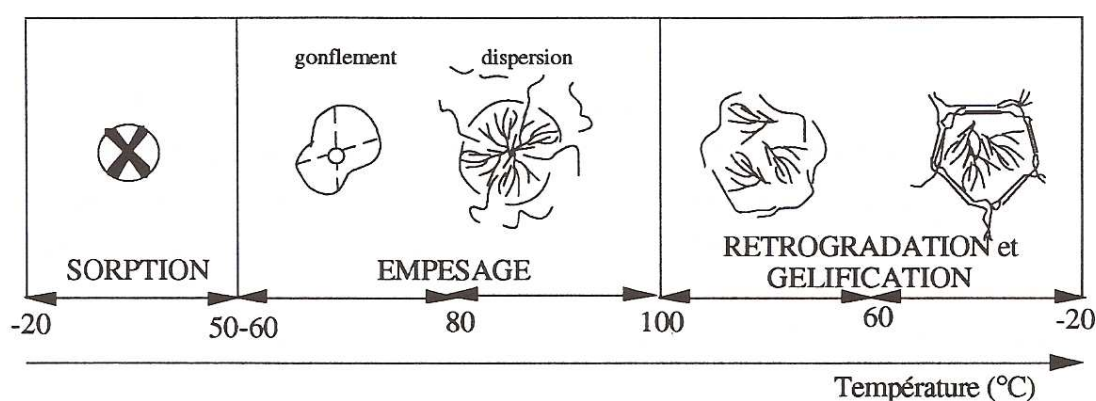


Figure 1.5 : Influence d'un traitement hydrothermique sur l'amidon

Ce phénomène correspond à la perte de cristallinité, au gonflement irréversible des grains, et à la solubilisation des molécules d'amidon. La gélatinisation en excès d'eau intervient dans le domaine de température de 52 à 62 °C pour l'amidon de blé. Une première étape de gonflement des grains aboutit, à la température dite de gélatinisation, à la destruction de la structure cristalline de l'amidon. Si la température augmente encore, un second gonflement intervient, conduisant à une exsudation des constituants de plus faible poids moléculaire (amylose en particulier), voire éventuellement à une rupture des grains : c'est l'empesage. L'amidon gélatinisé forme un empois, et se présente comme une dispersion de grains gonflés enrichis en amylopectine dans une phase amorphe d'amylose solubilisée. Le phénomène de gélatinisation correspond à une transition d'un état organisé (solide-cristal) vers un état désorganisé (liquide-amidon solubilisé). En analyse enthalpique différentielle (AED ou DSC), cela se traduit par un endotherme dont les caractéristiques (température de gélatinisation initiale et finale, enthalpie de gélatinisation) dépendent du rapport amidon/eau et de la vitesse de chauffage. L'amidon de blé analysé en excès d'eau par AED présente deux

endothermes dont la température de sommet de pic se situe à environ 60 °C et 95 °C (Figure 1.6).

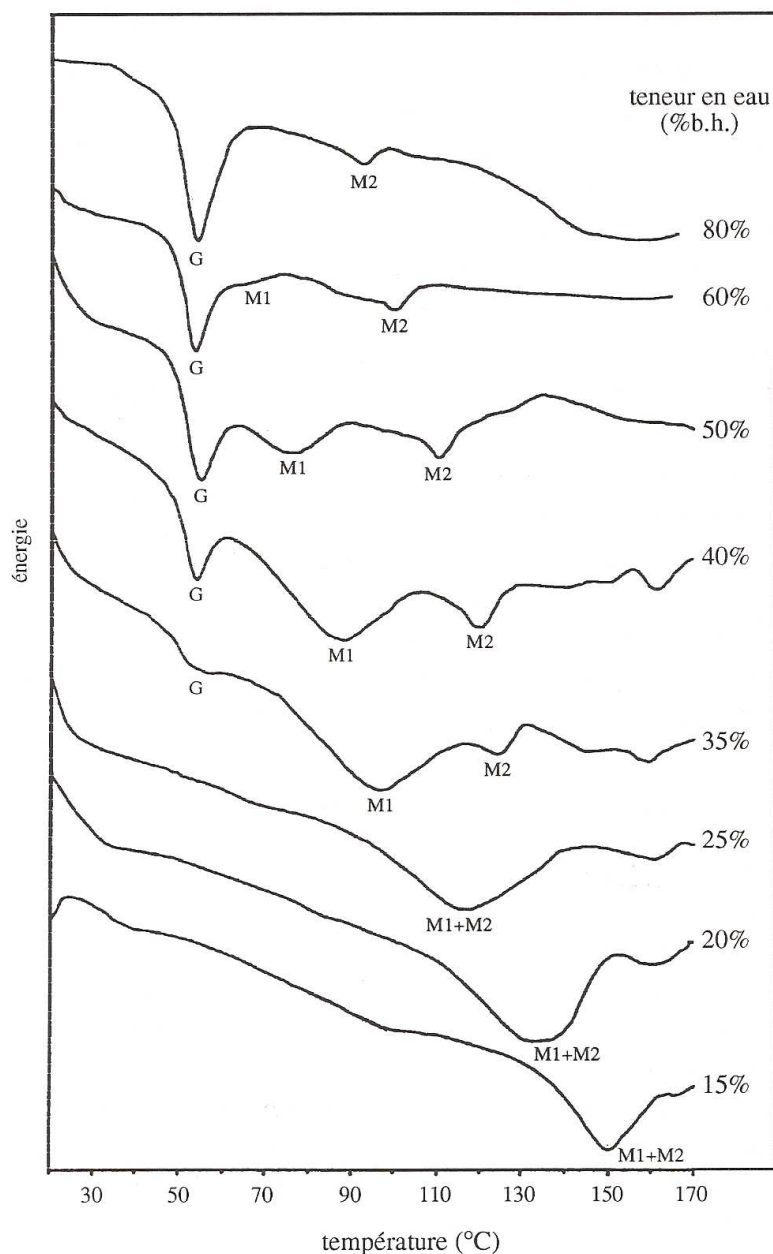


Figure 1.6 : Thermogrammes obtenus en AED pour des amidons de blé à différentes teneurs en eau (Champenois et al., 1995)

Le premier endotherme à 60 °C « G » correspond à la gélatinisation de l'amidon natif. Le second endotherme « M2 » correspond à la fusion des complexes amylose-lipides formés au cours du chauffage par le calorimètre. Si la teneur en eau de l'amidon diminue, plusieurs modifications interviennent (Figure 1.6) : le pic G présente un épaulement vers les hautes

températures; au fur et à mesure de la diminution de la teneur en eau, cet épaulement se transforme en un endotherme appelé M1, qui se déplace de plus en plus vers les hautes températures en même temps que l'enthalpie augmente. L'endotherme G reste fixe en température, mais son intensité diminue jusqu'à disparition. L'endotherme M2, situé à 95 °C en excès d'eau, se déplace vers les hautes températures avec la baisse de la teneur en eau. Pour les très faibles teneurs en eau, les pics M1 et M2 sont confondus. La présence de ces deux endothermes G et M1 est interprétée comme une transition de gélatinisation en excès d'eau et une transition de fusion en milieu peu hydraté (Donovan, 1979).

A température élevée (95 °C), l'intégrité des grains d'amidon est atteinte, et les molécules d'amylose et d'amylopectine sont dispersées à l'extérieur des grains et à l'intérieur des grains (Hug-Iten et al., 1999). Le niveau de gonflement des grains d'amidon et la quantité d'amylose dispersée (Jacobs et al., 1995 ; Lan et al., 2008), ainsi que la rupture des grains (Goesaert et al., 2008) jouent un rôle majeur dans le développement de la viscosité au chauffage (Bloksma, 1990b), qui s'accroît jusqu'à l'infini, reflétant la perte du caractère liquide, contribuant ainsi à la transition de pâte en mie.

1.2.2.2. Rôle en panification

Le rôle de l'amidon dans le procédé de panification est lié à ses interactions préférentielles avec l'eau lorsqu'il est soumis à un traitement thermique. Les phénomènes de gélatinisation (excès d'eau) à température fixe, et de fusion dépendant de la teneur en eau, analogue à celle d'un polymère semi-cristallin, peuvent conduire à la disparition de la cristallinité, l'amidon est alors dit amorphe. Selon sa teneur en eau et sa température T, il sera alors à l'état caoutchoutique ($T > T_g$) ou vitreux ($T < T_g$), T_g étant la température de transition vitreuse qui dépend aussi de la teneur en eau. Des réorganisations structurales peuvent intervenir, telles que la rétrogradation qui conduit à la recristallisation.

L'amidon intervient de différentes manières au cours de la panification. C'est d'abord une source de sucres fermentescibles pour les levures. Pour certains auteurs, l'amidon n'aurait qu'un rôle de remplissage de la matrice protéique pourtant il joue également un rôle essentiel dans l'absorption de l'eau (Wade, 1988) avec 45 % d'absorption de l'eau ajoutée à la farine. Ce rôle est d'autant plus important que la quantité de grains d'amidon endommagés mécaniquement au cours de la mouture est élevée (absorption: 0,5 à 3g H₂O/g amidon endommagé (Kent et Evers, 1994)).

De plus, l'amidon contribue à la formation de la pâte par les interactions qui se créent

avec les protéines. Certains travaux (Eliasson et Svensson, 1995) montrent également que l'aptitude à la panification des amidons de blé serait d'autant meilleure que leur température de gélatinisation est élevée. Ce phénomène est expliqué en supposant que la prise de volume du pain au four s'arrête au moment où l'amidon est gélatinisé et que le pain se développe d'autant plus que la gélatinisation est tardive.

Enfin, après la cuisson, les réorganisations structurales, essentiellement à l'échelle des molécules (rétrogradation en cours de refroidissement) sont à l'origine du rassissement.

1.3. Les protéines

Les protéines sont le second constituant pondéral des farines. Leur répartition est inégale dans le grain. La teneur en matière dépend des conditions de culture mais également des origines variétales. On distingue deux grandes classes de protéines du blé: les protéines de structure et fonctionnelles et les protéines de réserve. La principale difficulté pour la caractérisation de protéines a été le manque de méthode permettant leur solubilisation totale (MacRitchie, 1992). Depuis 1986, une nouvelle nomenclature est fondée sur la masse moléculaire et la composition en acides soufrés (Shewry et al., 1984; Shewry et al., 1986) (Tableau 1.3).

Tableau 1.3 : Classification des principales protéines de blé (Shewry et al., 1986)

Protéines de structure et fonctionnelles	Protéines de réserve <i>Prolamines</i>			
	Protéines monomériques		Protéines polymériques	
	Pauvres en soufre		Riche en soufre	Hauts Poids moléculaires
	ω -gliadines (60 à 80 kDa)**	α , β , γ - gliadines (30 à 40 kDa)**	Gluténines-FPM (30 à 60 kDa)**	Gluténines- HPM (90 à 150 kDa)**
Albumines, Globulines,... 10 à 15 %*	4 – 8 %	45 %	32 – 40 %	8 – 10 %

* % des protéines totales ; **1 kDa = 1kg/mole

1.3.1. Les protéines de réserve: gliadines et gluténines

Les prolamines, caractérisées par leur richesse en prolines et glutamines, constituent le gluten. Les protéines du gluten de blé hydratées ont des propriétés viscoélastiques essentielles pour la panification. Il est généralement admis que les gluténines contribuent à la ténacité et à l'élasticité du gluten alors que les gliadines facilitent son extensibilité.

Les gliadines sont des protéines monomériques, associées par des liaisons hydrogènes et des interactions hydrophobes, ayant une masse moléculaire comprise entre 30 et 80 kiloDalton (kDa). Les gluténines sont des polymères de plusieurs centaines de kDa constitués de sous-unités de faible (SG-FPM) ou haut (SG-HPM) poids moléculaire. L'aptitude des sous-unités gluténines à s'associer par des liaisons disulfures (S-S) est l'un des principaux facteurs du caractère panifiable du blé.

Les structures primaires des sous unités de gluténines sont bien caractérisées mais le schéma des interactions entre ces sous unités demeure un sujet de recherche (Feillet, 2000). Les complexes protéiques polydisperses de hauts poids moléculaires (SG-HPM) ont été étudiés par des méthodes biochimiques (systèmes chromatographique et électrophorétique). La relation structure - fonction des composants de façon individuelle est étudiée par des tests rhéologiques associés à des techniques de microscopie (microscopie électronique à balayage ou à transmission, microscopie confocale à balayage laser). Lindsay et Skerritt, (1999) ont ainsi pu montrer l'organisation des macropolymères de gluténines dans la pâte: les SG-HPM forment des chaînes linéaires regroupées en réseau (possibilité d'oligomères de SG-FPM insérés dans la chaîne), sur lesquelles se branchent sous forme de clusters et d'agrégats les SG-FPM. Les liaisons impliquées dans les regroupements seraient du type liaisons S-S. Les gliadines n'auraient alors qu'un rôle de remplissage des « espaces vides ».

1.3.2. Les protéines de structure: albumines et globulines

Les albumines et globulines (protéines solubles) représentent 10 à 15 % des protéines de la farine. Elles sont caractérisées par leur richesse en cystéine et regroupent un ensemble de protéines aux propriétés fonctionnelles variées (enzymes: α -amylase, β -amylase, protéases, oxydoréductases, inhibiteurs d'enzymes, pouvoir émulsifiant et moussant). Parmi ces protéines de structure, on trouve une classe de protéines amphiphiles (purothionines, CM protéines, ligoline, friabiline, S-protéines, puroindolines), souvent accompagnées de lipides polaires (Zawistowska et al., 1985).

Les friabilines et puroindolines (du grec puros, blé, et richesse en tryptophane (noyau indole)) se présentent à la surface des grains d'amidon et se lient aux lipides polaires du blé, au cours du pétrissage. Le dosage de ces protéines est un moyen indirect de dosage des lipides polaires localisés à la surface des grains (Feillet, 2000).

Les puroindolines sont isolées de la farine par partition de phase en présence d'un détergent non anionique. Ce sont des protéines hydrosolubles de faibles poids moléculaires

(12,759 kDa), localisées dans la couche à aleurone, dont une partie est mélangée à l'albumen au cours de l'extraction des farines. Si leur rôle fonctionnel n'a pas été déterminé précisément, en revanche, leur impact technologique est mieux connu: elles possèdent des propriétés moussantes (Dubreil, 1997) et participeraient aux mécanismes de formation de la structure alvéolaire de la mie en stabilisant les interfaces gaz / liquide constituées de couches monomoléculaires de protéines et de lipides. Dubreil et al., (1998) ont observé qu'une addition de 0,1g pour 100g de farine (ms) de puroindolines dans une farine modifie les propriétés rhéologiques des pâtes, le volume du pain et la structure de la mie dont l'alvéolage devient plus fin et régulier.

1.3.3. Transformation hydrothermique des protéines

Il faut distinguer les deux familles de protéines pour détailler les modifications induites par les traitements thermiques : les protéines globulaires et les protéines du gluten.

- Les premières subissent deux étapes successives: une transconformation réversible de des molécules, puis une association irréversible des molécules entre elles par interactions (hydrophobe, groupement thiol): c'est la coagulation (Mulvihill et Donovan, 1987).
- Les protéines de gluten ne subissent pas la première étape réversible de transconformation : la température induit directement la polymérisation irréversible des protéines (pontage disulfure).

1.3.3.1. Protéines globulaires

La première étape de dénaturation fait évoluer la structure native des protéines vers un état désordonné issu de la rupture des liaisons de faible énergie (liaisons hydrogène) stabilisantes des structures secondaires et tertiaires. Ces changements impliquent aussi une exposition nouvelle de zones hydrophobes de la protéine dépliée et donc de nouvelles interactions, en particulier avec des molécules d'eau. Ce phénomène de transconformation intervient dans une gamme étroite de température (60 à 70 °C) lorsque la teneur en eau est supérieure à 25 %. En deçà de cette valeur, la diminution de la teneur en eau induit une augmentation de la température de dénaturation (Mitchell et al., 1994), ainsi que de la vitesse de dénaturation. La deuxième étape de la dénaturation thermique est un phénomène d'agrégation, favorisé par l'augmentation de la mobilité moléculaire au cours de la transconformation. De nouvelles liaisons sont formées, conduisant à la création d'agrégats solubles puis insolubles. L'agrégation induit d'importantes modifications des propriétés comportementales, insolubilisation en

particulier. Contrairement à la transconformation, phénomène endothermique rapide, l'agrégation est un processus exothermique, sensible à la cinétique de chauffage (Myers, 1990). Plus la solution de protéines est chauffée lentement, plus le processus d'agrégation est important.

1.3.3.2. *Le gluten*

La dénaturation thermique des protéines de gluten (gliadines et gluténines) est différente. Le gluten peut être assimilé à une macromolécule amorphe caractérisée par une température de transition vitreuse, T_g (Kalichevsky et al., 1992), dont la valeur est fonction de la teneur en eau, de l'ordre de 110 °C pour 2 % d'humidité et 25 °C pour 15 % d'eau. Un travail de la pâte à des températures supérieures à T_g permet de favoriser la réactivité chimique et ainsi de passer d'un liquide visqueux à un réseau tridimensionnel solide élastique (de T_g supérieure) qui finalement se vitrifie par limitation de la diffusion des réactifs: on aboutit à un réseau de protéines thermoformées par création de liaisons disulfures. Cette étape de transition est irréversible et correspond à une réticulation des protéines c'est à dire leur agrégation (polymérisation des protéines induites par pontages disulfures intermoléculaires). Ces changements structuraux induisent des modifications des propriétés mécaniques et rhéologiques des constituants du gluten: les films de gliadines présentent une baisse d'extensibilité et un accroissement de la dureté (Schofield et al., 1984), tandis que les gluténines de hauts poids moléculaires forment un réseau plus élastique et plus rigide (Shewry, 1984). L'ensemble de ces modifications a pour conséquence une baisse d'extensibilité et un gain en fermeté et élasticité du réseau de gluten. La température à laquelle commence à se produire ces changements est environ 74 °C dans le pain (Hoseney, 1986) c'est à dire pour des teneurs en eau d'environ 40 à 45 % (bs). Pour des teneurs en eau supérieures (> 65 %), la coagulation a lieu à des températures plus basses pour les gluténines (55 à 75 °C) que pour les α -, β - et γ - gliadines (> 75 °C) alors que les (ω -gliadines ne sont pas polymérisées après un traitement à 100 °C. A l'inverse, pour des teneurs en eau faibles (25 %), l'agrégation des gluténines de haut poids moléculaire commence dès 80 °C tandis que les gluténines de faible poids sont peu affectées et les gliadines restent inchangées (Ablett et al., 1988). En dessous de 21 % d'eau, même les HPM gluténines seraient peu affectées (Weegels et al., 1994). Ces résultats sont cohérents avec l'existence d'un état vitreux, ou une diminution de la mobilité moléculaire induite par une diminution de la teneur en eau diminue fortement la réactivité chimique. Contrairement au

rôle de la température, et en dépit de son intérêt pour le pétrissage, le rôle de l'énergie mécanique, des déformations, sur le réseau de gluten a été assez peu étudié mais il souligne l'importance des propriétés rhéologiques (Dobraszczyk et Morgenstern, 2003).

Au cours de la cuisson de la pâte, l'accroissement de la température, jusqu'environ 60 °C, provoque d'abord une diminution de la viscosité de la pâte (Bloksma, 1990b). Au-dessus de 60 °C, la viscosité augmente à cause de la gélatinisation de l'amidon, mais surtout de la thermoréticulation des gluténines. La transformation de la pâte en mie est alors avérée par un accroissement du module élastique, mesuré en analyse thermomécanique dynamique (ATMD) entre 55 et 70 °C et associée au gonflement des grains d'amidon (Rolée et LeMeste, 1999), à l'ouverture des alvéoles (Singh et Battacharya, 2005), ainsi qu'à la réticulation des gluténines (Stathopoulos et al., 2008 ; Rouillé et al., 2010) .

1.4. Les autres constituants

1.4.1. Les lipides

Les lipides représentent 2,7 % du grain et se répartissent en :

-50 % de lipides apolaires (lipides de réserve du grain) : mono, di et triglycérides, acides gras libres ;

-50 % de lipides polaires (lipides de structure du grain) : phospholipides et glycolipides essentiellement. L'albumen amylicé contient la plus grande part des lipides polaires.

Les lipides endogènes jouent un rôle important sur les propriétés de la pâte, le comportement en cours de cuisson ainsi que le rassissement du pain car leurs propriétés fonctionnelles dépendent de leurs liaisons ou interactions avec les autres constituants de la farine. Au cours du pétrissage, on observe une modification de la composition lipidique : les lipides libres forment des complexes avec les protéines (liaisons hydrogène et interactions hydrophobes). A l'optimum de développement de la pâte, des gouttelettes lipidiques sont uniformément réparties dans la matrice protéique. Deux phénomènes physico-chimiques font intervenir les lipides au cours de la panification :

- l'oxydation des acides gras poly-insaturés, catalysée par la lipoxygénase, qui provoque un réarrangement des liaisons S-S au sein du réseau protéique;
- Des interactions lipides / protéines aux interfaces eau / air, qui interviennent sur la formation et la stabilité des alvéoles de gaz dans la pâte.

Les lipides polaires (phospholipides et glycolipides) jouent un rôle positif sur le volume du

pain de part leur capacité à stabiliser les alvéoles gazeuses en participant au foisonnement de la pâte. Toutefois, ils ne sont pas essentiels à la rétention gazeuse (les protéines et les pentosanes les remplacent dans les farines délipidées) mais ils contribuent à son amélioration (Gan et al., 1995). Au contraire, les lipides apolaires (triglycérides et les acides gras libres) exercent un effet négatif sur le volume des pains (MacRitchie, 1981) et exhibent également des propriétés antimoussantes (MacRitchie et Gras, 1973).

1.4.2. Les fibres et les pentosanes

Les fibres sont composés de chaînes glucidiques (polyosides) de type cellulose, β -glucanes et pentosanes. La cellulose est formée d'un enchaînement de glucose (β D Glucose) associés par des liaisons β 1,4 dont le nombre peut atteindre 10000. Les fibres de cellulose forment entre elles des structures cristallines non solubles, résistantes aux attaques enzymatiques, acides et aux déformations physiques. Les β -glucanes sont des polyholosides constitués de chaînes linéaires de glucose (β D glucopyranose) reliées par des liaisons 1,3 ou 1,4. Les β -glucanes représentent 10 à 15 % des polysaccharides non amylacés et sont non solubles dans l'eau.

Les pentosanes, présents à 70-80 % dans les cellules de l'albumen du grain de blé, sont constitués de polysaccharides non amylacés, formés d'unités d'anhydropentoses (Wade, 1988):

- Les arabinoxylanes constitués d'une chaîne de xyloses (β -D-xylopyranose) associée par liaisons β -(1-4), ramifiée (carbones 2 et 3 des xyloses) par des arabinoses (α -L-arabinofuranose). Certains arabinoxylanes (25 à 50 %) présentant une masse moléculaire (20 000 - 60 000 au lieu de 100 000 - 150 000) et un taux de branchement (nombre d'arabinoses pour 100 molécules de xylose, 0,6 - 0,7 au lieu de 0,7 - 1,1) faibles sont hydrosolubles. L'insolubilité d'une fraction des arabinoxylanes proviendrait de la dimérisation de l'acide férulique, qui constitue un pont entre les molécules.
- Les arabinogalactanes sont constitués d'un squelette ramifié de D-galactoses (β -D-galactopyranose) liés en β -(1-3) et β -(1-6) et sur lesquels sont branchées des unités d' α -L-arabinofuranose. Ils sont très hydrosolubles et forment des complexes avec les protéines de la farine. Ces complexes (0,1 à 0,2 % de la farine) sont riches en acides féruliques et ont une forte aptitude à gélifier. Ils pourraient expliquer partiellement les différences de qualité boulangère observées des farines attribuées aux pentosanes.

Une attention considérable a été portée aux pentosanes en raison de leur influence sur la qualité technologique des farines: en effet les arabinoxylanes sont caractérisés par une forte capacité d'absorption en eau : 10 à 11 fois leur masse pour des arabinoxylanes, moindre dans

la pâte en raison de la compétition pour l'eau par les autres constituants hydratés de la farine (Rouau, 1993). Cette capacité d'absorption en eau influence fortement les caractéristiques rhéologiques des pâtes (Rouau et al., 1994). L'utilisation d'enzymes permettant de solubiliser les pentosanes insolubles ou bien l'incorporation de pentosanes solubles montrent le caractère bénéfique des pentosanes solubles par l'amélioration des caractéristiques de pâte (Rouau, 1993). Les pentosanes insolubles favorisent une prise d'eau hétérogène et trop importante au détriment de la formation du réseau de gluten; tandis que les pentosanes solubles rendent cette prise d'eau homogène et régulée tout au long de la constitution du gluten. Les pentosanes ont également un effet sur la conservation des pains en ralentissant le dessèchement et le rassissement (rétrogradation de l'amidon) (Shelton et D'Appolonia, 1985).

1.5. De la farine au pain

Le procédé de panification peut être simplement divisé en 3 étapes essentielles (Bloksma, 1990b).

- Le pétrissage dont le but est de mélanger de façon homogène du point de vue macroscopique une poudre, la farine, et un liquide, l'eau. Cette étape permet le « développement » de la pâte, c'est-à-dire la mise en place du réseau de gluten par hydratation et pontage des protéines de réserve. Cette étape permet également l'inclusion d'air sous forme de nuclei.
- La fermentation, étape au cours de laquelle les levures (*Saccharomyces cerevisiae*) produisent en anaérobiose du CO₂ et de l'éthanol à partir de glucose. La production de gaz est le moteur de l'expansion des pâtes au cours de cette étape.
- La cuisson: étape au cours de laquelle on a une production de gaz par vaporisation, une gélatinisation de l'amidon et coagulation des protéines. On passe alors d'une structure de mousse liquide à une structure d'éponge solide (alvéoles interconnectées «open gas cells»). Les modifications structurales des constituants et celles macroscopiques de la transition pâte mie restent un sujet de recherche.

1.5.1. Formation de la pâte

1.5.1.1. *Le pétrissage*

Par l'action mécanique, le pétrissage a 3 fonctions (Bloksma, 1990b):

- l'homogénéisation de la pâte, par mélange avec de l'eau qui conduit un milieu divisé (la farine) à un milieu macroscopiquement homogène ;
- le développement de la pâte: les protéines s'associent et forment un réseau, ce qui conduit à des propriétés rhéologiques permettant une bonne rétention gazeuse;
- l'incorporation d'air qui forme les noyaux des cellules gazeuses par brassage de la pâte.

1.5.1.2. *Le mélange des constituants*

L'eau hydrate la farine, donne la cohésion à la pâte et fournit la mobilité nécessaire aux constituants de la farine pour la réalisation des réactions chimiques. Au cours du pétrissage, par la multiplication des contacts, les molécules d'eau diffusent dans les particules de farine, se lient aux divers constituants, et favorisent leurs interactions. Selon les méthodes utilisées,

on aboutit à des valeurs très variables de la répartition de l'eau: ainsi Roman-Gutierrez et al., (2002) estiment la répartition de l'eau à 88 % pour l'amidon, 10 % pour le gluten, et 2 % pour les pentosanes. L'importance de l'amidon endommagé à la mouture influe sur la quantité d'eau captée par l'amidon.

L'hydratation de la farine entraîne la transition vitreuse des protéines de gluten de blé et des zones amorphes de l'amidon (Cuq et al., 2003). A l'échelle moléculaire, la transition vitreuse correspond à une absorption d'énergie qui est liée, pour les composants, au passage de mobilités moléculaires locales de faible amplitude (état vitreux) à des mobilités de grande amplitude impliquant les chaînes macromoléculaires principales (état caoutchoutique). Les valeurs de température de transition vitreuse sont principalement influencées par les teneurs en plastifiants, en particulier la teneur en eau (Figure 1.7). La transition vitreuse des zones amorphes de l'amidon favorise la pénétration d'eau dans les zones cristallines (Zelevnak et Hosenev, 1987). La transition vitreuse des protéines et l'apport d'énergie mécanique pendant le pétrissage permettent le développement d'un réseau viscoélastique continu. Les protéines du gluten de blé sont les principaux composants responsables de la formation de la pâte.

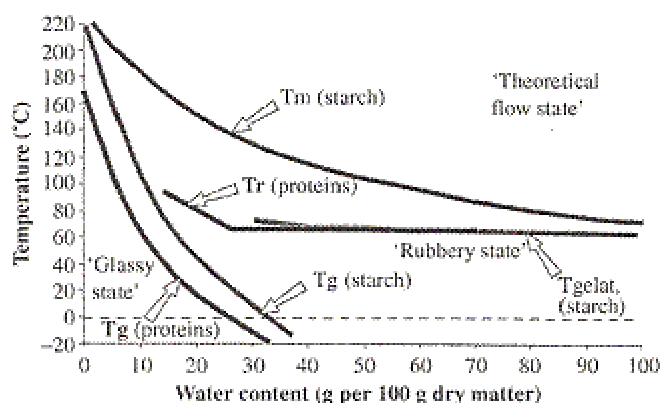


Figure 1.7 : Représentation schématique du diagramme d'état « température-teneur en eau » pour les principaux composants de la farine de blé (amidon et protéines du gluten) (Cuq et al., 2003). Tg est la température de transition vitreuse, Tm est la température de fusion, Tgelat est la température de gélatinisation de l'amidon, et Tr est la température minimale de thermoréticulation des protéines

1.5.1.3. Le développement du réseau glutineux

Les gliadines et les gluténines, les deux fractions protéiques du gluten, possèdent des

caractéristiques différentes : les gliadines contiennent des ponts disulfure intramoléculaires, dont la rupture entraîne le dépliement de la molécule. Les sous-unités constitutives des gluténines sont reliées entre elles par des ponts disulfure en longues chaînes moléculaires linéaires. Contrairement aux gliadines, les ponts disulfure entre les sous-unités de gluténines sont intermoléculaires (Bloksma, 1990a). Les propriétés élastiques de la pâte seraient attribuées aux gluténines tandis que les gliadines seraient responsables de ses propriétés visqueuses (Bloksma, 1990a). Pendant le pétrissage, les molécules protéiques sont étirées en un réseau continu de feuillets, qui enchâssent les grains d'amidon. Les feuillets de protéines peuvent être considérés comme les initiateurs du réseau de gluten, et donc de la matrice de la pâte (Bloksma, 1990a). La formation optimale du gluten au pétrissage est essentielle pour la formation de la structure de la mie (Scanlon et Zghal, 2001). Les grains d'amidon remplissent environ 60% de la matrice viscoélastique de la pâte, c'est-à-dire sa phase non gazeuse ou non aérée (Bloksma, 1990a). Au cours du pétrissage, les protéines, qui se sont liées entre elles, ainsi qu'avec les lipides de la farine et quelques composés glucidiques, forment un réseau viscoélastique encapsulant l'air, les grains d'amidon et d'autres éléments comme des fragments de son. Cette phase protéique continue, viscoélastique et imperméable pourra ainsi se distendre au cours de la fermentation et retenir le CO₂ produit.

1.5.1.4. L'encapsulation d'air

Lors du pétrissage, l'air, présent à l'origine dans la farine ou provenant de l'atmosphère au-dessus du pétrin, est incorporé à la pâte. Une partie se dissout dans la phase liquide de la pâte, l'autre forme des micro-bulles d'air. Ces bulles constituent le noyau des futures alvéoles du pain, où une partie du gaz carbonique produit par les levures va s'accumuler (Gan et al., 1995). En effet, la densité de la matrice viscoélastique, calculée à partir de ses constituants est de l'ordre de 1,2 et sa valeur mesurée après pétrissage plutôt de 1,05 (Bellido et al., 2006).

A l'issue du pétrissage, la pâte contient des micro-alvéoles gazeuses dispersées dans une phase viscoélastique apparemment homogène (Bloksma, 1990a). Au niveau microscopique ($> 0,1 \mu\text{m}$), celle-ci est en fait constituée d'une phase protéique continue dans laquelle les grains d'amidon, les cellules de levures et d'autres constituants insolubles comme les fibres sont dispersés ; l'ensemble est appelé matrice. Au niveau moléculaire ($> 0,1 \text{ nm}$), la phase protéique apparaît également hétérogène : elle est composée d'une grande quantité d'eau avec des composés dissous et en particulier des fibres solubles, d'une variété de protéines dont une partie seulement est soluble, et de lipides adsorbés principalement sur les

protéines insolubles (Blokma, 1990a).

1.5.2. Propriétés rhéologiques

La rhéologie décrit les relations entre les contraintes appliquées à un matériau et les déformations ou vitesses de déformation, en fonction du temps. Elle est essentielle pour définir les relations entre la structure et le comportement d'un milieu en écoulement. La structure de la pâte, c'est-à-dire l'arrangement spatial de ses composants et les forces les reliant, détermine ses propriétés rhéologiques qui elles-mêmes peuvent déterminer sa qualité boulangère (Blokma, 1990a). La pâte est un matériau viscoélastique, c'est-à-dire possédant à la fois les propriétés d'un liquide, visqueux, et celles d'un solide, élastique.

1.5.2.1. Différents tests

Plusieurs tests meuniers, empiriques, sont utilisés pour étudier le comportement de la pâte. Parmi eux, le farinographe Brabender est un pétrin mesureur de couple, qui enregistre la variation de la consistance, c'est-à-dire de la résistance, de la pâte au cours du pétrissage. L'essai permet de déterminer l'hydratation de la farine nécessaire pour atteindre une consistance fixée (500 unités Brabender), le temps de développement pour atteindre cette consistance, la période de stabilité de cette consistance, et l'intensité de l'affaiblissement après 12 minutes de pétrissage (Figure 1.8).

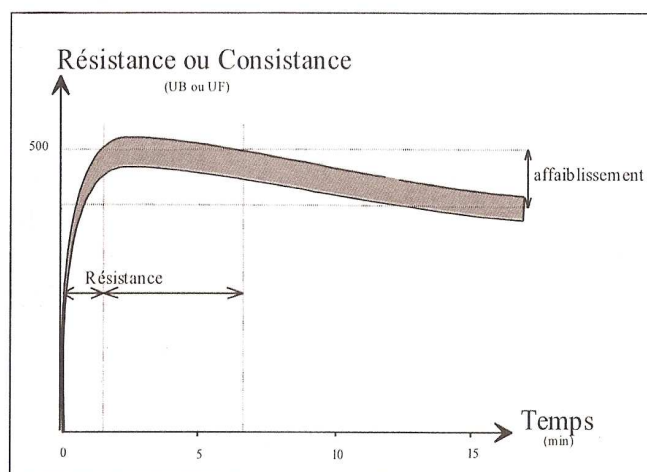


Figure 1.8 : Courbe de consistance obtenue au farinographe

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

Ces différents tests sont très utilisés pour comparer les variétés de blé et déterminer leur « aptitude boulangère ». Ces tests ne mesurent pas les propriétés mécaniques intrinsèques des matériaux, car les modes de déformation qui leur sont associés sont complexes.

1.5.3. Rhéologie fondamentale (faibles et grandes déformations)

La rhéologie est une science qui a pour but de relier les propriétés d'écoulement de matériau aux contraintes qui lui sont imposées. La connaissance de la relation contrainte-déformation (ou vitesse de déformation) permet de mieux appréhender le comportement d'un matériau au cours d'un procédé. Cette science s'est extrêmement développée pour les polymères synthétiques et beaucoup moins pour les biopolymères et les céréales pour différentes raisons: le travail s'effectue sur des matières très variables, évolutives, ayant une composition souvent complexe (amidon, protéines, eau, sucres, lipides) où de nombreuses interactions se développent. De plus les pâtes de farine sont des fluides très sensibles à la teneur en eau et plus généralement à la composition. Ces difficultés d'adaptation ont longtemps été un frein au développement de la rhéologie pour l'étude des produits à base de céréales, au profit de méthodes empiriques. Aujourd'hui pourtant une approche expérimentale plus objective se développe pour étudier les pâtes de farine: l'expression des propriétés mécaniques est indépendante de la taille et de la forme du matériau. Deux approches existent alors selon que l'on s'intéresse à la structure du matériau, ou bien à la définition de courbes d'écoulement ou de lois de comportement :

- une approche par la rhéologie aux faibles déformations s'impose, c'est à dire que l'on cherche à rester dans le domaine de linéarité viscoélastique du matériau (les déformations sont inférieures 0,1 %) ;

- l'obtention de courbes d'écoulement, proches des conditions habituelles du procédé, donc pour des déformations importantes, qui aboutissent dans la plupart des cas à la destructuration du matériau.

L'objectif des deux prochains paragraphes est de présenter les grandeurs et les outils

utilisés pour l'étude rhéologique de pâtes de farine. Le lecteur peut aussi se reporter au Chapitre III (Articles 2 « Rheological properties of wheat flour dough for different mixing conditions »).

1.5.3.1. Rhéologie aux faibles déformations

L'étude en écoulement pour des déformations de très faibles amplitudes permet de caractériser le comportement viscoélastique des pâtes. Des essais utilisent des rhéomètres cône / plan ou bien plan / plan, pièces entre lesquelles l'échantillon de pâte est placé. Ces géométries permettent de contrôler précisément la déformation γ (ou bien la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$) ou la contrainte σ appliquée à l'échantillon. La rhéologie en régime oscillatoire (ou dynamique) se pratique en cisaillement simple. Une déformation γ d'amplitude sinusoïdale dans le temps γ_0 (fréquence f , pulsation $\omega = 2\pi f$) est imposée à l'échantillon. Une contrainte d'amplitude σ_0 en résulte, proportionnelle au couple résultant de la déformation de l'échantillon. Dans le domaine de viscoélasticité linéaire, dont la détermination est le préalable à toute caractérisation rhéologique du matériau, c'est à dire le domaine dans lequel les paramètres viscoélastiques sont indépendants de la déformation appliquée, la contrainte résultante est également sinusoïdale et de même fréquence f , mais avec un décalage de phase δ appelé angle de perte.

$$\gamma = \gamma_0 \times \cos(\omega t) \quad (1.1)$$

$$\sigma = \sigma_0 \times \cos(\omega t + \delta) \quad (1.2)$$

La valeur de δ détermine le comportement du matériau étudié :

- Si $\delta = 0$, le système se comporte comme un solide élastique idéal et la contrainte est à chaque instant proportionnelle à la déformation (loi de Hooke).
- Si $\delta = \pi/2$, le système se comporte comme un liquide purement visqueux (newtonien) et la contrainte est proportionnelle à la vitesse de déformation (loi de Newton).
- Si $0 < \delta < \pi/2$, le système a un comportement viscoélastique. L'expression mathématique de γ et σ par des fonctions complexes permet de calculer plusieurs variables viscoélastiques telles que le module élastique G' (ou de conservation, «storage modulus») et le module visqueux G'' (ou de perte, «loss modulus») :

$$G' = (\sigma_0 / \gamma_0) \cos \delta \quad (1.3)$$

$$G'' = (\sigma_0 / \gamma_0) \sin \delta \quad (1.4)$$

Ces valeurs de modules traduisent le fait qu'au cours d'une sollicitation harmonique, le matériau reçoit de l'énergie dont une partie est emmagasinée G' et l'autre dissipée G'' (essentiellement sous forme de chaleur). Ces modules permettent de définir le rigidité complexe G^* , la tangente de l'angle de déphasage $\tan \delta$ (ou angle de perte) et la viscosité complexe η^* :

$$G^* = G' + iG'' \quad (1.5)$$

$$\tan \delta = G'' / G' \quad (1.6)$$

$$\eta^* = \frac{1}{\omega} \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (1.7)$$

Généralement, un balayage en fréquence est effectué (10^{-1} à 100 rad/s) pour caractériser le matériau dans le domaine linéaire. Pour un polymère fondu viscoélastique, aux basses fréquences (zone terminale), G'' est supérieur à G' et le comportement de liquide visqueux est dominant. Dans cette portion de courbe, la pente théorique est 1 pour G' et 2 pour G'' . Aux fréquences intermédiaires, on observe un croisement des modules qui montrent une évolution vers un comportement de solide élastique. Ensuite on arrive dans la région caoutchoutique où le module de stockage est indépendant de la fréquence. Le comportement vitreux apparaît pour les plus hautes fréquences. Quand la règle de Cox-Merz s'applique (Cox et Merz, 1958), la variation de la viscosité complexe η^* en fonction de la fréquence ω est assimilable à la viscosité apparente η en cisaillement simple (taux de cisaillement $\dot{\gamma}$) mesurée en grandes déformations. Cette règle s'applique difficilement aux matériaux à base de biopolymères (Berland et Launay, 1995), généralement parce que les grandes déformations modifient leur structure. La viscosité complexe permet essentiellement de calculer les paramètres m (indice d'écoulement) et K (indice de consistance) de la loi puissance décrivant le comportement viscoélastique :

$$\eta^* = K \omega^{m-1} \quad (1.8)$$

Pour les pâtes de farine de blé de comportement viscoélastique (Launay et Bure, 1973), une partie de la déformation imposée est recouvrable. Ce comportement est non linéaire (Weipert, 1990): le rapport entre la contrainte et la déformation n'est pas constant et la pâte

apparaît plus consistante à faibles déformations (Bloksma, 1990b). Pour obtenir des informations sur la structure de la pâte, c'est-à-dire sur l'arrangement spatial de ses constituants et les forces les reliant, des mesures rhéologiques en régime harmonique, aux faibles déformations (inférieures à 0,1 %) et donc non destructives de la structure, sont adaptées ; dans ce cas, on cherche à rester dans le domaine de linéarité viscoélastique (le rapport entre la contrainte et la déformation, ou module, demeure constant). Les mesures se pratiquent le plus souvent en cisaillement simple, mais peuvent également être développées en compression, comme c'est le cas pour les tests d'analyse thermomécanique dynamique, où la sollicitation est isochrone et la réponse enregistrée en fonction d'un balayage en température. Malgré de nombreux travaux, aucune corrélation satisfaisante n'a été obtenue entre ces propriétés et le comportement des pâtes au cours du procédé de panification, et plus particulièrement du pétrissage (Dobraszczyk et Morgenstern, 2003).

1.5.3.2. Rhéologie aux grandes déformations

En revanche, pour comprendre et prédire le comportement de la pâte pendant le procédé de transformation, les mesures doivent couvrir la gamme de vitesse et l'étendue de la déformation imposées par les machines (Bloksma, 1990a). Les mesures rhéologiques en grandes déformations cherchent à caractériser le matériau dans des conditions de contrainte ou de déformation les plus proches possible des sollicitations imposées au matériau dans les conditions réelles du procédé de fabrication. La pâte à pain subit un grand nombre de sollicitations depuis le pétrissage, pendant la fermentation, et jusqu'à la cuisson. Des tests prenant en compte la nature des contraintes subies par la pâte au cours de la panification ont été développés (Tableau 1.4).

Tableau 1.4 : Contraintes subies par la pâte au cours de la panification (Dobraszczyk, 1997)

Etapes de panification	Ordre de grandeur de la vitesse de déformation (s⁻¹)	Nature de la contrainte
Pétrissage	70	Cisaillement et extension
Façonnage	30	Cisaillement et extension
Laminage	10	Extension
Fermentation	10 ⁻³ à 10 ⁻⁴	Extension biaxiale
Cuisson	10 ⁻² à 10 ⁻³	Extension biaxiale

Les dispositifs expérimentaux de mesure rhéologique aux grandes déformations cherchent à caractériser le matériau dans ces conditions. Des tests prenant en compte la nature des contraintes subies par la pâte, en cisaillement ou par extension (élongationnel), au cours du procédé ont été développés. Ne seront explicités dans ce paragraphe que deux tests de mesure rhéologique aux grandes déformations: les essais de fluage / recouvrance (creep test) en cisaillement simple et les essais de compression uniaxiale lubrifiée (lubricated squeezing flow» ou LSF) pour le mode bi-extensionnel.

Les essais de fluage-recouvrance, effectués à différentes valeurs de contrainte, permettent de déterminer des points $(\dot{\gamma}, \eta)$ relevés une fois le régime stationnaire atteint. L'ensemble de ces points conduit à une courbe d'écoulement d'un matériau, c'est-à-dire l'expression de sa viscosité en fonction de sa vitesse de déformation. La Figure 1.9 montre bien que la pâte a un comportement Newtonien à des vitesses de déformation faibles, inférieures à 10^{-5} s^{-1} (sa viscosité est indépendante de sa vitesse de déformation), on parle de plateau Newtonien ; puis au delà, elle a un comportement rhéofluidifiant et l'ensemble de la courbe peut être représenté par un modèle de Cross (Rouillé et al., 2005; Lefebvre, 2006). Pour des valeurs élevées du taux de cisaillement, le comportement est comparable à celui au cours du pétrin, tandis que les faibles valeurs reflètent plutôt les vitesses du mouvement ascendant des alvéoles lors de la fermentation.

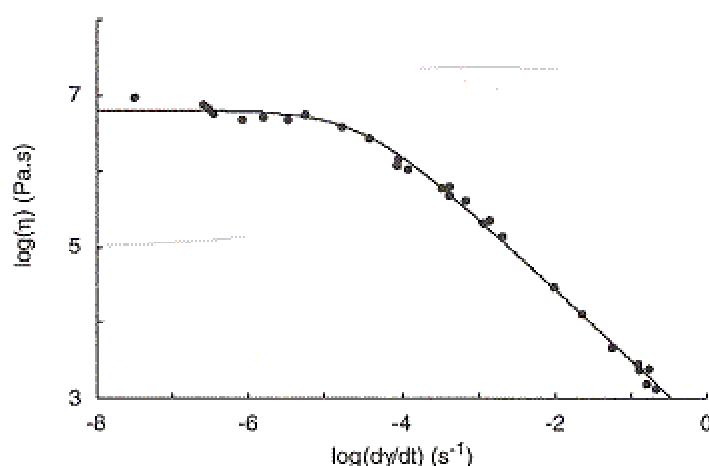


Figure 1.9 : Courbe d'écoulement (viscosité en fonction du taux de cisaillement) de pâte de farine de blé (Lefebvre, 2006)

Pour les déformations élongationnelles, ou en extension, l'essai de LSF consiste en la

compression uniaxiale d'un échantillon cylindrique entre deux plans parfaitement lubrifiés afin d'éviter des problèmes de cisaillement aux parois. L'échantillon subit alors une déformation biaxiale. Le principe de l'essai de LSF est détaillé dans la partie « Materials et Methods ») du chapitre III (article #2 « Rheological properties of wheat flour dough for different mixing conditions »), et les bases méthodologiques ont été bien détaillées par Launay et Michon (2008). Cet essai permet de déterminer deux grandeurs : la viscosité élongationnelle et l'indice de rhéo-durcissement. Le rhéodurcissement est la propriété selon laquelle la contrainte σ s'accroît plus que proportionnellement lorsque la déformation élongationnelle ε , est accrue (Figure 1.10) : le rhéodurcissement se traduit par une augmentation de la pente de la courbe $\sigma = f(\varepsilon)$, avec l'augmentation de la déformation. C'est une caractéristique essentielle à la pâte pendant la fermentation, étape pendant laquelle la pâte est soumise à des déformations élongationnelles. Une pâte présentant de bonnes propriétés de rhéodurcissement aurait des cellules gazeuses plus stables qui atteindraient un plus grand volume (Van Vliet et al., 1992).

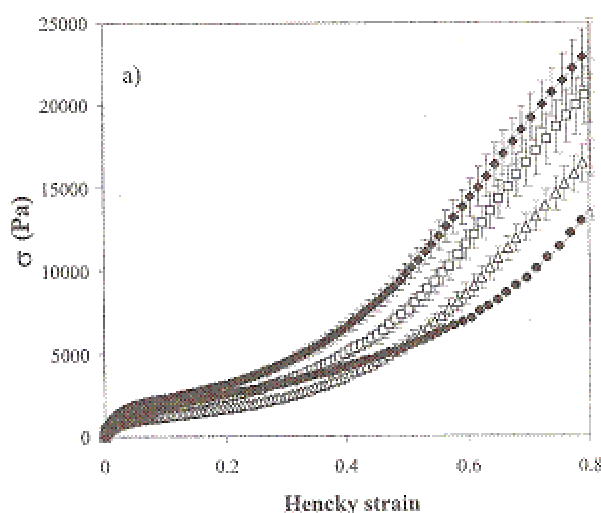


Figure 1.10 : Contrainte (σ) en fonction de la déformation de Hencky, pour une pâte de farine de blé enrichie en son (● 0,0% ; △ 3,3% ; □ 6,6% ; ◆ 9,8%) (Cavella et al., 2008).

1.5.4. Comportement rhéologique et structure de la pâte

La complexité du comportement rhéologique de la pâte est principalement due à sa composante visqueuse (Lefebvre, 2006). La viscosité de la pâte devient dépendante du temps lorsque la déformation atteint la valeur seuil de 5-10 %, ce qui correspond à un changement

majeur de structure de la pâte (Lefebvre, 2006).

Les mesures en cisaillement en régime harmonique ont établi le rôle des protéines de gluten de haut poids moléculaire dans la structure de la pâte. Les protéines du gluten sont connues pour être le principal facteur des propriétés viscoélastiques de la pâte (Faubion et Hoseney, 1989). L'abondance de molécules de gluténines à longues chaînes rend la phase protéique, et donc la pâte, hautement extensible (Bloksma, 1990a). L'eau joue également un rôle dominant comme charge inerte à des taux d'hydratation élevés, entraînant une diminution des propriétés rhéologiques avec l'augmentation du taux d'hydratation, et comme lubrifiant favorisant les phénomènes de relaxation (Masi et al., 1998).

La présence des grains d'amidon dans la pâte est certainement responsable de la faible limite du domaine linéaire ($\approx 0.1\%$), comparée à celle du gluten, si l'on considère que les grains d'amidon jouent le rôle de charge inerte dans le réseau glutineux (Uthayakumaran et al., 2002). Cependant la viscosité Newtonienne du gluten est plus de 10 fois supérieure à celle de la pâte, ce qui laisse penser que, pour la viscosité, l'amidon jouerait un rôle de diluant plutôt que de charge (Lefebvre, 2006). Toutefois, les mélanges de gluten et d'amidon ne peuvent reproduire les propriétés rhéologiques de la pâte, ce qui suggère l'importance du rôle des constituants mineurs (pentosanes, protéines solubles, lipides) dans ces propriétés (Uthayakumaran et al., 2002). En effet, le rôle de lubrifiant interne de la fraction soluble de la pâte a été mis en évidence. L'ajout de la fraction soluble diminue par un facteur 10 les valeurs de viscosité par rapport à une pâte d'amidon et de gluten (Rouillé et al., 2005). La viscosité au plateau Newtonien et l'élasticité globale de la pâte augmentent avec la matière sèche de la pâte (Lefebvre et Mahmoudi, 2007).

Des essais rhéologiques en compression uniaxiale lubrifiée montrent que des farines à bonnes performances de panification ont une plus grande résistance à l'extension, une extensibilité plus élevée et un plus grand rhéodurcissement (Kokelaar et al., 1996). Avec le même type de tests, Rouillé et al., (2005) ont montré que l'indice de rhéodurcissement était relié à la finesse de la mie : le rhéodurcissement limiterait la coalescence des bulles dans la pâte, conduisant à une plus grande proportion de cellules fines (Rouillé et al., 2005).

La pâte doit avoir une viscosité suffisamment élevée pour freiner l'ascension des cellules gazeuses et doit être extensible afin de prévenir une rupture prématurée des parois entre les cellules gazeuses et ce pendant une durée suffisante afin de permettre un développement au four adéquat (Bloksma, 1990a).

1.5.5. Le rôle des fibres

De nombreux résultats, souvent contradictoires, ont été obtenus sur le rôle des fibres ou des pentosanes du blé dans le procédé de panification. La diversité de ces résultats peut être attribuée aux différences de nombreux facteurs : procédés d'obtention, degré de pureté et composition des préparations de pentosanes, niveau d'addition, et procédé de panification utilisé. Toutefois, leurs propriétés de solubilité ou d'insolubilité sont déterminantes, même si elles se réfèrent a priori, à leur méthode d'isolement. Bien que les arabinoxylanes (AX) ne soient pas les seuls composants des fibres du blé, les termes d'AX « non extractibles à l'eau » et « extractibles à l'eau » sont souvent utilisés pour désigner des préparations de fibres diverses et les termes d'AX insolubles (= AXi, WU-AX en anglais) et d'AX solubles (= AXs, WE-AX en anglais) sont utilisés pour les distinguer. Tout au long du procédé de transformation de la pâte, une partie des AXi devient soluble (environ 10% à la fin du pétrissage, 25 % à la fin de la fermentation) (Rouau et al., 1994). Cette solubilisation peut être augmentée par l'ajout d'enzymes.

Les résultats obtenus sur ces propriétés par des tests au farinographe et à l'extensigraphe montrent que l'ajout d'AXs à la pâte augmente sa consistance (Jelaca et Hlynka, 1971) et à consistance égale, augmente l'absorption d'eau et le temps de développement de la pâte (Biliaderis et al., 1995 ; Jelaca et Hlynka, 1971 ainsi que la résistance à l'extension et diminue l'extensibilité (Jelaca et Hlynka, 1972). L'ajout d'AXi augmente la consistance de la pâte, augmente la résistance de la pâte à l'extension (Jelaca et Hlynka, 1972 ; Courtin et Delcour, 1999), et diminue son extensibilité (Jelaca et Hlynka, 1972 ; Gomez et al., 2003 ; Courtin et Delcour, 1999). Selon Courtin et al., (1998), la diminution du temps de pétrissage observée avec l'ajout d'AXs de blé serait due à l'augmentation de viscosité de la phase aqueuse, qui diminuerait l'effet lubrifiant de l'eau, favoriserait l'interaction entre les particules de farine et donc accélérerait la formation de la pâte. L'ajout de pentosanes solubles renforce le réseau de gluten, c'est-à-dire augmente ses propriétés élastiques mesurées par des tests en régime harmonique (Santos et al. 2005), tandis que les AXi, présents sous forme de fragments de parois, les AXi sont des barrières physiques qui introduisent des discontinuités dans le réseau de gluten pendant la formation de la pâte (Courtin et Delcour, 2002 ; Courtin et al., 1999 ; Katina et al., 2006).

Wang et al., (2002, 2003) proposent un mode d'action à la fois « physique » et « chimique » des AX, conduisant à une agglomération partielle des gluténines, et à une taille

de particules de gluténines plus grande. L'effet physique serait lié à la viscosité générée par les AXs, qui limiterait l'agrégation des protéines du gluten. L'interaction covalente, qualifiée de « chimique », des AX avec le gluten par l'intermédiaire de l'acide férulique pourrait moduler la tendance des particules de gluten à s'agréger (Wang et al., 2004). Réconciliant les deux mécanismes, l'étude des propriétés de mélange entre le gluten et les AX par Labat et al. (2002), révèle une réaction entre des esters solubles d'acide férulique et les protéines du gluten, mais sans création d'un complexe covalent entre les AX et les protéines: l'effet des pentosanes solubles serait essentiellement indirect, formant un réseau empêchant l'agrégation des protéines du gluten.

1.6. Formation et croissances des alvéoles dans la pâte

Les alvéoles gazeuses sont présentes dès la formation de la pâte par inclusion de nuclei d'air ($\varnothing$ 10 à 100 μm ,) au cours du pétrissage. Cet air est présent à l'origine dans le volume brut de la farine ou bien provient de l'atmosphère au dessus du pétrin. L'inclusion d'air au pétrissage est primordiale car aucun nucleus n'est généré par la suite. La fraction volumique d'air incluse au pétrissage est variable selon le type de pétrin utilisé et peut atteindre 20% selon les cas (Whitworth et Alava, 1999; Campbell et al., 2001). Un pétrissage sous vide réduit le nombre d'alvéoles mais non leur taille (Campbell et al., 1998). Pour des alvéoles de rayon R , ayant une tension superficielle Γ (en début de fermentation, $\Gamma = 40.10^{-3}$ N/m selon vanVliet et al, 1992), la pression interne p peut être évaluée suivant la loi de Laplace :

$$p = 2\Gamma / R \quad (1.9)$$

Cette relation montre qu'une alvéole ne peut être créée spontanément car pour un rayon R nul, la pression p est infinie. La présence de tensioactifs ou de protéines solubles réduit la valeur de Γ , et diminue ainsi la pression nécessaire à chaque alvéole pour se former.

Le CO_2 est produit par les levures *Saccharomyces cerevisiae* selon l'équation :



Lors de la fermentation, les amylases de la levure transforment une partie de l'amidon en sucres fermentescibles : maltose et glucose. Ceux-ci servent alors de substrat à la levure pour synthétiser l'éthanol et surtout le CO_2 , qui, emprisonné dans le film continu et élastique de gluten, fait lever la pâte. L'oxygène des cellules gazeuses de la pâte est consommé par la respiration des levures (Sluimer, 2005). Le rendement en CO_2 , est de 0,49g produit (276 mL à

30 °C et P= 1 bar) à partir de 1g de glucose. En l'absence de levure, le volume du pain est approximativement celui de la pâte après pétrissage. Au cours du pétrissage et de la fermentation, les gaz produits vont se dissoudre dans la phase-liquide de la pâte (solubilité du CO₂, dans H₂O à 28 °C: 77,3 mL/100 mL eau pure, selon Moore et Hosney, 1985) et être collectées vers les alvéoles sous l'effet d'un gradient de concentration. Arrivé à saturation, le gaz s'évapore ensuite dans les alvéoles, et devient alors le moteur de leur expansion au cours de la fermentation. La densité d'alvéoles dans une pâte à pain après pétrissage est estimée à 10²-10⁵ /mm³ (Bloksma, 1990a).

La stabilité des alvéoles dans la pâte dépend ensuite de la cohésion de la matrice. La vitesse de déplacement d'une alvéole au sein de la pâte vérifie la relation:

$$v = 2gr^2(\rho_2 - \rho_1) / 9\eta \quad (1.10)$$

avec: g, constante gravitationnelle (9,81 m/s²), r, rayon de la alvéole, ρ_1 et ρ_2 , masses volumiques du gaz et de la pâte non aérée, respectivement, η viscosité de la pâte.

Donc les alvéoles ne sont stables que si leur vitesse de déplacement est limitée (faible phénomène de crémage). Un des facteurs de réduction de cette vitesse de déplacement est déductible directement de l'équation 1.10: la viscosité de la pâte doit être suffisamment élevée pour réduire leur migration. Cependant, la viscosité doit être aussi suffisamment faible pour permettre une expansion sans rupture des parois inter-alvéolaires. Cette extensibilité des parois est évaluée par des mesures de viscosité élongationnelles η_E . A l'équilibre dans la pâte, la pression interne p_i est exprimée par:

$$p_i = \eta_E \times \frac{d \ln(r)}{dt} \quad (1.11)$$

Des travaux de l'équipe de van Vliet à l'Université de Wageningen, Pays-Bas, ont montré que cette pression interne p_i était de l'ordre de 1 à 10 kPa (Janssen et al., 1996) pour une hydratation ajustée par rapport au pic de consistance du farinographe Brabender (500 UB) (environ 45% wb).

1.6.1. Fermentation et rétention de gaz

La pâte à pain peut être considérée comme une mousse déformable; la stabilité des bulles de gaz dans la pâte dépend des propriétés rhéologiques de la pâte et de sa phase liquide, l'eau et les composants solubles. La stabilité des alvéoles dans la pâte dépend de la cohésion de la matrice, c'est-à-dire la pâte non aérée. La viscosité de la pâte doit être suffisamment

élevée pour réduire la migration des bulles, mais la pâte doit être suffisamment extensible pour permettre une expansion sans rupture des parois inter-alvéolaires.

Sous l'effet de la pression des gaz dans les alvéoles qui diminuent la densité de la pâte jusque 0,25 environ, la fraction volumique des vides étant de l'ordre de 0,8 en fin de fermentation, la rupture des parois de la matrice entraîne, le début de la coalescence des cellules gazeuses. Ainsi, la structure de la pâte, avec des cellules gazeuses isolées, se transforme en une structure avec des cellules interconnectées. La succession de trois régimes a été observée en microtomographie RX (résolution =15 μ m) au cours de la fermentation (Babin et al., 2006) :

- d'abord, un régime de croissance libre des bulles, où l'épaisseur des parois diminue, gouvernée par le rapport pression interne des gaz (force motrice) sur la viscosité de la matrice (force résistante),

- puis un régime de coexistence entre croissance libre et coalescence durant lequel le volume s'accroît le plus vite,

- enfin un régime de coalescence prédominante est constaté, où l'épaisseur moyenne des parois augmente par disparition des parois de faible épaisseur.

Le maintien des bulles dans la pâte pour des fractions de vide aussi élevées serait lié à la présence de films liquides minces qui les sépareraient, et la coalescence ne serait pas complète.

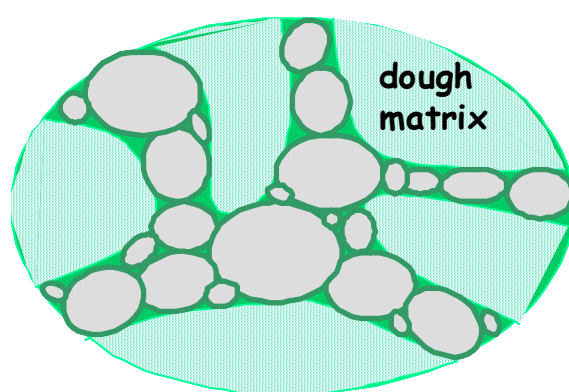


Figure 1.11 : Représentation schématique du film liquide, en vert, entourant les alvéoles gazeuses de la pâte (Babin et al., 2006), d'après Gan et al., 1995

En effet, l'observation microscopique d'une pâte en fin de fermentation révèle l'existence de nombreuses discontinuités dans la matrice amidon-protéines, et montre que cette structure serait incapable de retenir les gaz de la fermentation (Gan et al., 1990). Les auteurs proposent donc l'existence d'un film liquide interfacial, stabilisé par des tensioactifs (protéines solubles, pentosanes, lipides polaires), autour des alvéoles gazeuses (Figure 1.11) (Gan et al., 1995). D'ailleurs la phase hydrosoluble occupe dans la matrice une fraction volumique importante (environ 45 %) qui n'est pas toute absorbée par les macromolécules. Au cours de la fermentation, les alvéoles gazeuses entourées de ce film interfacial, et emprisonné dans la matrice, grandissent et, en se développant, génèrent des discontinuités dans la matrice. Le taux d'apparition de ces discontinuités serait dépendant de l'extensibilité de la matrice amidon-protéines, et donc largement des protéines de gluten. Parallèlement, la surface du film interfacial qui maintient l'intégrité des cellules gazeuses, augmente avec les discontinuités. C'est la rupture de ce film, plutôt que celle de la matrice amidon-protéines, qui entraînerait la perte des gaz moteurs de l'expansion (Gan et al., 1995).

Enfin, les opérations de divisage et façonnage séparent la première fermentation (ou « pointage ») de la seconde, encore appelée « apprêt ». Ces opérations modifient la répartition des alvéoles gazeuses dans la pâte (Tipples, 1975). L'augmentation du temps de fermentation entraîne une augmentation du volume du pâton, une densité de mie plus faible, la formation d'une mie plus grossière avec des alvéoles plus grandes et des parois plus épaisses (Zghal et al., 2001). Ces mêmes auteurs ont montré que l'augmentation de la force de la farine entraînait une augmentation du volume des pâtons, la formation d'une mie plus fine, plus uniforme, plus résistante et plus extensible. Ainsi l'essentiel du développement de la structure alvéolaire du pain a lieu durant la fermentation, par croissance et coalescence des alvéoles gazeuses, les propriétés rhéologiques de la matrice gouvernant la stabilité des bulles ; celle-ci serait peu affectée lors de la cuisson qui conduirait à sa fixation sans modifier l'ordre établi ni accroître le volume de façon aussi importante (Rouillé et al., 2005; Babin et al., 2008).

Seules la différence de densité d'alvéoles entre l'issue du pétrissage ($3.10^8 /m^3$ pour un diamètre moyen entre 3 et 80 μm) et de la cuisson ($10^6 /m^3$ pour un diamètre moyen entre 100 μm et 5 mm) et la prise en compte des volumes relatifs de pâte et de pain (Tableau 1.5) montrent l'importance de la redistribution des alvéoles, conséquence des phénomènes de coalescence (Shimiya et Nakamura, 1997; Whitworth, 2000).

Tableau 1.5 : Evolution du volume relatif (V total/ V pâte) de la pâte au cours des étapes du procédé de panification (van Vliet et al., 1992 ; Rouillé et al., 2005)

A l'issue de l'étape de	Volume relatif
Pétrissage	1,1
1 ^{ère} fermentation et façonnage	2
2 ^{ème} fermentation	5
Cuisson	6

1.6.2. Phénomènes de disproportionnement et de coalescence

Le phénomène de disproportionnement, ou « Ostwald ripening », désigne la diffusion de gaz dans la phase liquide depuis les petites alvéoles vers les grosses alvéoles, et résulte en un grossissement de ces dernières et la disparition des premières. Ainsi au début de la croissance des alvéoles, tant que celles-ci sont de faible dimension ($< 1 \mu\text{m}$), le CO_2 sous forte pression se dissout dans la phase liquide de la pâte, ce qui entraîne la disparition des petites cellules gazeuses (Bloksma, 1990b).

La coalescence de deux alvéoles de gaz est déterminée par les propriétés de la couche adsorbée à l'interface air / liquide ainsi que par les propriétés de la matrice environnante. Les forces répulsives (stériques et électrostatiques) entre les deux interfaces sont équilibrées par les forces d'attraction à faibles distances entre les deux alvéoles d'air. Lorsque, par drainage de la lamelle, les interfaces s'amincissent, les forces d'attraction deviennent dominantes et les alvéoles fusionnent. Durant le procédé de panification, un amincissement des lamelles entre les alvéoles s'opèrent : au delà d'une fraction volumique d'environ 0,74 (vanVliet, 1992), les alvéoles passent d'une structure sphérique à un assemblage polyédrique. Les conditions de stabilité du film en terme de force de surface ont été étudiées par vanVliet, (1992). L'auteur conclut que la stabilité des films interfaciaux n'est possible que pour des épaisseurs de film de moins de $8 \mu\text{m}$. Ceci est à comparer avec le diamètre moyen d'un grain d'amidon ($20 \mu\text{m}$) et l'épaisseur estimée du film de pâte au cours de la cuisson ($200 \mu\text{m}$). La stabilité des films interfaciaux ne serait donc pas atteinte dans la pâte et les phénomènes de coalescence semblent importants au cours du procédé.

1.6.3. Effet des fibres sur l'alvéolation de la pâte

Les fibres solubles pourraient avoir un rôle de stabilisation des alvéoles gazeuses en

augmentant la viscosité de la phase aqueuse de la pâte d'une part, et en accroissant la force mécanique du film liquide interfacial d'autre part (Gan et al., 1995). Ceci favoriserait l'expansion des alvéoles en réduisant le risque de rupture du film. Les fibres insolubles déstabiliseraient la structure de la pâte. Pendant la fermentation, elles peuvent former des intrusions dans les cellules gazeuses et déstabiliser la phase liquide aux interfaces avec les bulles. Ils peuvent aussi absorber une grande quantité d'eau, qui devient indisponible pour la formation du film interfacial (Courtin et Delcour, 2002 ; Courtin et al., 1999).

1.7. L'acquisition de la texture pendant la cuisson

Les changements macroscopiques intervenant au cours de la cuisson sont la transformation de la pâte en une mie élastique et en croûte et, dans une moindre mesure, l'augmentation du volume de la pâte (Bloksma, 1990b). La cuisson fixe la structure alvéolaire acquise au cours de la fermentation, en fixant la structure de mousse devenue ouverte. Ces modifications sont concomitantes à une diminution de la teneur en eau, non uniforme.

1.7.1. L'augmentation du volume de la pâte

Le volume du pain s'accroît dès son introduction dans le four par l'action combinée de plusieurs phénomènes :

- la quantité de CO₂ produite par les levures augmente jusqu'à leur destruction vers 50°C;
- le CO₂, l'éthanol et l'eau de la phase liquide s'évaporent vers les cellules gazeuses ;
- tous les gaz présents dans les alvéoles se dilatent sous l'effet de la température.

1.7.2. La rigidification de la matrice amidon-protéines

Pendant la cuisson, la surface de la pâte, exposée à des températures élevées (au-dessus de 200 °C), subit une forte déshydratation de 40-50 % (bh) à une teneur en eau d'environ 10 % (van Nieuwenhuijzen et al. 2008). L'amidon et les protéines participent aux réactions de dextrinisation, caramélisation et brunissement non enzymatique (réaction de Maillard). Lorsque la température de la croûte atteint 100 °C, la croûte est suffisamment formée pour empêcher la perte d'eau de la pâte (Cuq et al., 2003); les valeurs exactes de la température et de la teneur en eau locales sont encore méconnues et dépendent des conditions de cuisson, mais selon Vanin et al., (2009), la température de surface atteindrait rapidement 130°C et la teneur en eau moins de 20 % en base totale.

La matrice solide de la mie consiste en une phase continue d'amidon gélatinisé et un

réseau de gluten; les grains d'amidon gélatinisés apparaissent gonflés et allongés (Primo-Martin et al., 2006 ; Durrenberger et al., 2001). La gélatinisation de l'amidon dans la mie, évaluée par calorimétrie, est complète (Primo-Martin et al., 2007 ; Patel et al., 2005). Dans la croûte, le réseau continu de gluten englobe des grains non gélatinisés (Primo-Martin et al. 2006 ; 2007). L'évaporation rapide de l'eau de la croûte due à la haute température à la surface du pain empêche la gélatinisation complète de l'amidon dans la croûte ; seuls les cristaux les moins stables fondraient ; la quantité d'amidon non gélatinisé dans la croûte a été évaluée à environ 40 % par diffraction aux rayons X et par calorimétrie (Primo-Martin et al., 2007). Le changement d'état de l'amidon, notamment le gonflement des grains, ainsi que la thermoréticulation des protéines sont responsables de l'accroissement de module élastique observé en DMA, entre 50 et 75 °C, qui traduit une rigidification de la matrice qui peut être associée à la transition pâte/mie (Rouillé et al., 2010).

1.7.3. Le passage à une structure cellulaire ouverte

Le phénomène de coalescence, qui a débuté à la fermentation, est accéléré à la cuisson. De 25 à 50 °C, les alvéoles croissent ; entre 50 et 75 °C, les alvéoles subissent encore quelques modifications mais c'est surtout l'épaisseur des parois qui diminue, traduisant la disparition des parois les plus fines (Babin et al., 2006). Cet intervalle de température (environ 50-75 °C) correspond à celui des modifications structurales observées sur l'amidon et le gluten (Bloksma, 1990b). L'augmentation de viscosité de la pâte au-dessus de 60 °C, qui est liée aux modifications de l'amidon et du gluten, entraîne une élévation de la contrainte de tension dans les parois de la pâte. Ceci peut entraîner la rupture de ces parois (Singh et Battacharya, 2005) et la formation de cavités en leur sein. Les gaz s'échappent alors et l'excès de pression disparaît. Un manque d'extensibilité peut également causer une rupture prématurée des parois entre les cellules gazeuses et donc une perte de gaz (Bloksma, 1990b).

1.7.4. Le refroidissement

Pendant le refroidissement, les molécules d'amidon se réassocient, c'est la rétrogradation. Tout d'abord, l'amidon gélatinisé forme un gel : les grains d'amidon gélatinisés, enrichis en amylopectine, sont enchâssés dans une matrice d'amylose (Miles et al., 1985). La rétrogradation consiste en deux phénomènes séparés : la gélification et la cristallisation de l'amylose, qui ont lieu rapidement, et la recristallisation de l'amylopectine qui intervient plus tard (Miles et al., 1985). L'augmentation de viscosité au cours du refroidissement d'une suspension d'amidon préalablement chauffée est liée à l'interaction

entre les chaînes d'amylose dispersée, à la taille des grains et aux grains gonflés (Jacobs et al., 1995). Des observations microscopiques montrent que dans la mie fraîche, l'amylose et l'amylopectine ne sont pas uniformément réparties à l'intérieur des grains (Hug-Iten et al., 1999) : l'amylose est accumulée au centre des grains tandis que l'amylopectine l'entoure.

Après refroidissement, la teneur en eau dans la croûte (entre 3 et 7 %) est suffisamment faible pour que l'amidon et les protéines passent de l'état caoutchouteux à l'état vitreux (Cuq et al., 2003), changement d'état essentiel pour le caractère croustillant de la croûte. La teneur en eau finale plus élevée de la mie (entre 35 et 40 %), confère une mobilité importante aux chaînes macromoléculaires (état caoutchouteux) caractéristique de la texture moelleuse de la mie (Cuq et al., 2003).

1.8. Vieillessement

Les deux phénomènes intervenant au cours du vieillissement du pain sont le rassissement de la mie et la perte du croustillant de la croûte. Ils s'expliquent par la rétrogradation de l'amidon, et par la redistribution de l'eau dans le pain. En effet, le pain est en état thermodynamique instable à cause de gradients d'activité de l'eau (A_w) entre la croûte sèche et la mie humide (Cuq et al., 2003).

1.8.1. Rassissement de la mie

La rétrogradation de l'amidon, commencée dès le refroidissement du pain, se poursuit pendant son vieillissement. L'amylose et l'amylopectine se réorganisent séparément. L'eau augmente la mobilité des chaînes dans les régions amorphes, et donc favorise la cristallisation. Il y a une accélération de la vitesse de rétrogradation avec l'augmentation de l'hydratation, particulièrement dans les teneurs en eau entre 20 et 45% (Zelevnak et Hosenev, 1986). Cette nouvelle organisation rigidifie la mie et libère de l'eau, qui migre alors vers la croûte, tout en restant dans le pain.

1.8.2. Evolution de la croûte

L'eau migre de la mie vers la croûte, et peut être également captée par le pain dans son environnement (conditions de stockage à humidité relative élevée). Ceci entraîne une hydratation de la croûte, un abaissement de la température de transition vitreuse, et donc une transition des protéines du gluten d'un état vitreux rigide à un état caoutchoutique à température ambiante, responsable du ramollissement de la croûte (Cuq et al., 2003). Ce déplacement d'eau dure jusqu'à l'établissement de l'équilibre thermodynamique (Labuza et

Hyman, 1998). Si la teneur en eau de la croûte est décisive pour le passage de la transition vitreuse de la croûte, la teneur en eau et l'activité de l'eau dans la croûte ont toutes deux un effet sur la perte de croustillance mesurée par des tests acoustiques et mécaniques (Primo-Martin et al., 2008).

Les protéines semblent jouer un rôle dans le croustillant de la croûte (Primo-Martin et al., 2006) : une farine contenant moins de protéines entraîne la formation d'une croûte de pain de plus faible A_w , ce qui améliore le maintien du croustillant dans le temps. De même, un traitement protéolytique sur la croûte entraîne une diminution de la teneur en eau et de l' A_w de la croûte dans les premières heures de stockage (Primo-Martin et al., 2006).

Primo-Martin et al., (2007) ont mesuré, par calorimétrie et rayons X, une augmentation de la cristallinité de la croûte au cours du stockage, qui traduit la recristallisation de la fraction de l'amylopectine qui avait gélatinisé pendant la cuisson. Cependant cette recristallisation a lieu à une vitesse bien inférieure à celle observée dans la mie. Ainsi, la rétrogradation de l'amylopectine ne peut être tenue responsable de la perte de croustillant de la croûte : en effet, la rétrogradation de l'amylopectine ne peut être mesurée qu'au bout de 2 jours de stockage, tandis que la perte du croustillant apparaît dans des délais plus courts (Primo-Martin et al., 2007).

1.8.3. Effet des AX/fibres

Gomez et al., (2003) observent que l'ajout de fibres de blé insolubles à la pâte augmente la fermeté de la mie du pain lorsqu'il est frais, et l'attribuent à l'épaississement des parois entourant les alvéoles gazeuses. Selon ces mêmes auteurs, l'ajout de fibres insolubles retarde le raffermissement de la mie au cours du stockage, par la capacité de rétention d'eau de ces fibres qui empêche la perte d'eau de la mie, et par une possible interaction entre les fibres et l'amidon qui ralentirait la rétrogradation de l'amidon.

Ainsi la pâte subit une succession de modifications biochimiques et physiques tout au long du procédé de panification, depuis le mélange des ingrédients jusqu'au refroidissement après cuisson. Les modifications de structure de la pâte, reflétées par les propriétés rhéologiques conduisent à l'élaboration de la texture finale de la mie et de la croûte du pain. Toute incorporation de nouveaux ingrédients est effectuée lors du pétrissage, et à l'instar des fibres, a un rôle qui va se répercuter tout au long de la chaîne de fabrication. Il est donc important de mettre en place une démarche globale qui, en mettant à profit les nombreux travaux scientifiques, propose des méthodes permettant d'appréhender ces modifications et de

suggérer les adaptations nécessaires du procédé pour atteindre une qualité optimale. Ceci requiert une analyse systémique de la chaîne de fabrication (Figure 1.12), afin de fixer un standard à partir duquel pourront être confectionnés différents produits « modèle ».

1.9. Modélisation des opérations

D'un point de vue technologique, le processus de panification est linéaire et multi-étapes (Ndiaye et al., 2009), il dure entre 4 et 48 heures. Il est composé d'une succession d'opérations unitaires, chacune mettant en œuvre des phénomènes physico-chimiques et microbiologiques différents (Figure 1.12).

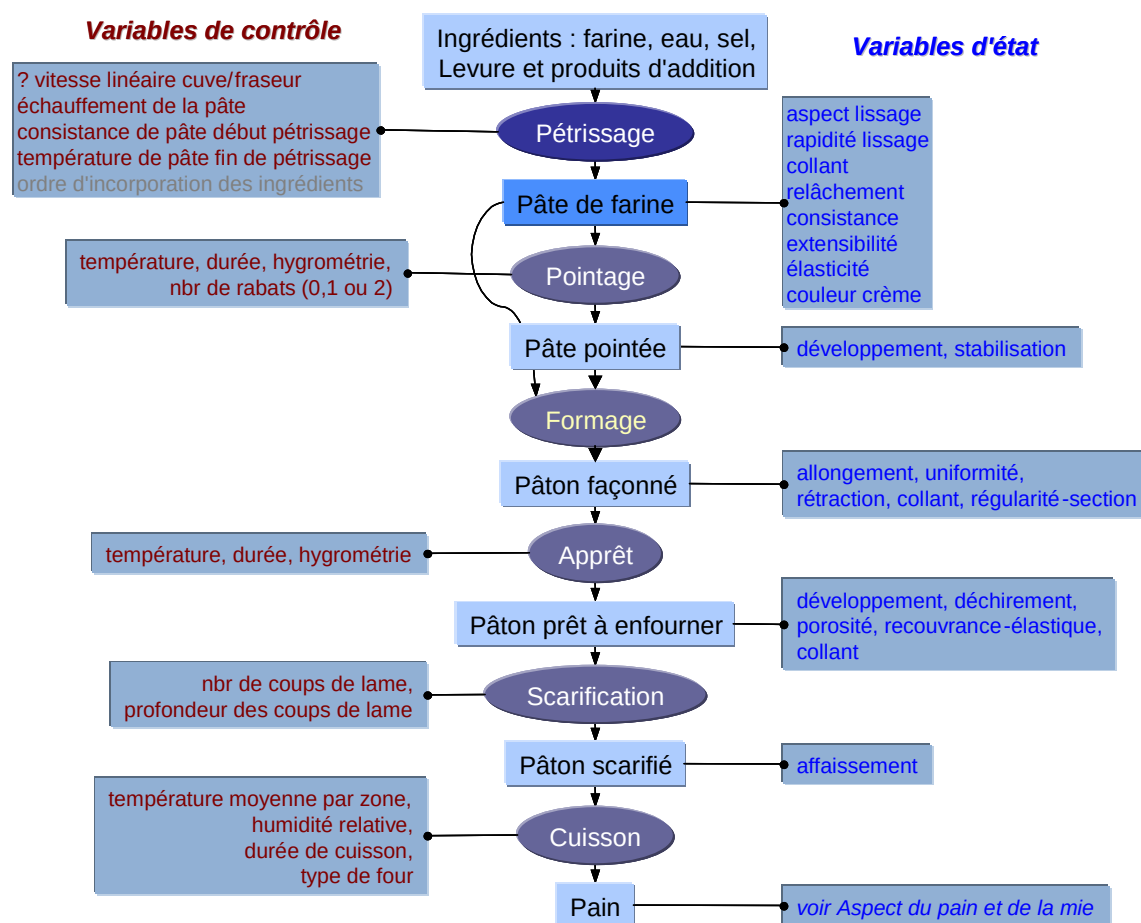


Figure 1.12: Représentation systémique du processus de panification française et de ses variables d'après Roussel et Chiron, 2002 et Ndiaye et al., (2009)

Une opération unitaire correspond à la fois à une étape de transformation des ingrédients ou d'une pâte. Le déroulement d'une opération unitaire est déterminé avant tout

par les caractéristiques et proportions des ingrédients ou par l'état de la pâte avant l'opération et ensuite par la conduite de l'opération intégrant l'atmosphère du fournil. Le procédé de transformation pour une opération unitaire traduit une intervention du boulanger sur les ingrédients ou la pâte. Il s'agit de sollicitations physiques (le bras du pétrin, la mise en forme de la pâte) ou de conditions environnementales (la température et l'humidité de la chambre de fermentation ou du four de cuisson).

L'état de la pâte est décrit par ses propriétés rhéologiques ou organoleptiques, via des variables d'état ; le pilotage d'une opération unitaire est effectué via des variables de contrôle. Les caractéristiques et proportions des ingrédients sont décrites via des variables ingrédient. Une opération unitaire fait intervenir au moins une dizaine de variables en interaction. Les processus de fabrication du pain courant français (PCF) et du pain de tradition française (PTF), les deux familles de pain les plus courantes en France, comportent en général neuf opérations unitaires : pétrissage, pointage, division, boulage, détente, mise en forme, apprêt, scarification, cuisson. Classiquement, on regroupe sous le terme "façonnage" les opérations de division, boulage, détente et mise en forme; à l'inverse le terme "pétrissage" désigne en réalité les opérations de frassage (mélange initial des ingrédients en 2 ou 3 minutes) et de texturation (malaxage de la pâte durant 10 à 20 minutes) servant à constituer le réseau de gluten et à incorporer de l'air dans la pâte. Exception faite des opérations de fermentation, pointage et apprêt, qui en tout durent de une à plusieurs heures, chacune des opérations unitaires est assez brève et dure entre 5 et 30 minutes. Cette caractéristique permet aux experts de prédire l'état d'une pâte obtenue suite à l'exécution d'une opération unitaire, connaissant l'état de la pâte de départ et le procédé de fabrication suivi. Cela révèle une vision déterministe de l'évolution de l'état d'une pâte en panification.

Compte tenu des progrès accomplis dans la modélisation des procédés de transformation des industries agro-alimentaires (Bimbenet et al., 2007), l'élaboration de produits de panification pourrait faire appel à des modèles numériques. Ceux-ci sont actuellement sous-employés, en raison, soit de leur caractère incomplet (ils ne prennent pas en compte toutes les opérations, tous les phénomènes), soit de leur trop grande complexité (formalisme mathématique, taille des calculs), qui les rendent inaccessibles aux utilisateurs potentiels, chercheurs, enseignants ou partenaires industriels. Ces modèles ont le plus souvent été développés pour interpréter des expériences complexes et non pour contribuer à l'aide à la décision. A titre d'exemple, même s'il présente actuellement le caractère générique le plus abouti, le modèle SAFES (« systematic approach to food engineering systems », Segui et al.,

2007), illustre les difficultés précitées en se limitant aux opérations de fermentation et cuisson, puisqu'il ne prend pas en compte les grandes déformations, caractéristiques du pétrissage et du façonnage, et concerne des systèmes aux variables identifiées et aux propriétés connues. Ces difficultés peuvent être contournées en définissant le domaine d'application restreint aux pains français (PCF, PTF), ce qui permet d'éviter les problèmes liés à des pratiques industrielles trop éloignées (pétrissage intense, fermentation courte et cuisson avec couvercle), typiques de celles à l'œuvre dans le monde anglo-saxon.

Le pétrissage, opération la plus complexe, a été modélisé par des approches numériques par éléments finis (FEM, Binding et al., 2003) dans des conditions encore peu réalistes, mais a aussi fait l'objet d'une modélisation qualitative des dires d'expert (Ndiaye et al., 2009). De même la fermentation a également été modélisée en se basant sur des modèles numériques de croissances de bulles (Amon et Denson, 1984 ; FEM-3D par Bikard et al., 2008), alors que des modèles phénoménologiques d'évolution de la porosité (Romano et al., 2007) paraissent plus aisément utilisables. Le même type de relations est utilisable pour le façonnage (Peck et al., 2006). Enfin si la cuisson a également été récemment modélisée par FEM-3D (Purlis et Salvadori, 2009) pour illustrer les performances de four, des modèles plus simples, notamment initiés par de Cindio et Corrêa (1995), sans oublier les travaux en collaboration GENIAL-Cemagref (cf par ex. Zhang et al., 2007), peuvent conduire à la prévision de la densité et sa distribution. Si on se réfère au processus de panification (Figure 1.12), il faudrait que les entrées et sorties de chacun de ces modèles soient précisément définies pour les assembler en une chaîne et pouvoir prédire densité et humidité, et, par suite, la texture des prototypes par des modèles phénoménologiques associant les structures alvéolaires (Gibson et Ashby, 1997) et les propriétés mécaniques intrinsèques, déterminées expérimentalement pour les différents matériaux biopolymères (amidon, protéines,...) (Scanlon et Zghal, 2001).

L'utilisation de ces différents modèles requiert un support informatique unifié. A l'issue du projet CANAL-Salve (2006), avait été élaboré un livre électronique de connaissances interrogeable via Internet (LdC-AsCoSalve), afin de rassembler les résultats du projet sous une forme interactive et fournir des éléments bibliographiques de compréhension aux partenaires (Raboutet et al., 2008). Celui-ci contient actuellement des représentations graphiques, ou modèles, de chaînes d'activité, depuis le pétrissage jusqu'à la conservation, des cartes conceptuelles représentant les connaissances (concepts, méthodes) du générique au spécifique et les ontologies qui les relient et enfin des documents. Il peut être amélioré de façon à héberger les différents modèles numériques pour conduire au développement d'un

outil d'aide à la décision mais, à ce stade, l'analyse et la modélisation du pétrissage sont insuffisamment avancées, et l'utilisation de modèles par réseaux neuronaux proposée par Lamrini et al., (2008) requiert un effort expérimental important auquel le travail présenté ci-après pourra contribuer.

1.10. L'évaluation sensorielle des pâtes et du pain

Au cours de la fabrication du pain, l'évaluation de l'état de la pâte s'effectue après chacune des opérations unitaires. La norme AFNOR (NF V03-716) choisie pour évaluer l'état des pâtes et du pain repose sur un essai de panification en conditions constantes, des analyses sensorielles et une grille de notation. Les tests sont caractérisés par une note spécifique pour chaque critère d'évaluation qui sont des descripteurs sensoriels de l'état de la pâte. Ces notes spécifiques sont pondérées pour calculer une note par opération unitaire et une note globale pour le processus. Les notes reflètent les appréciations sensorielles des boulangers. Les tests sensoriels évaluent des notions très différentes telles que l'aspect de lissage de la pâte, son collant, son extensibilité, son élasticité, sa stabilité, son développement, son uniformité et les aspects de la mie et du pain. La subjectivité du jugement a été limitée au maximum via les précautions suivantes :

- une échelle de notation des observations sensorielles à 7 valeurs,
- des descripteurs sensoriels faisant référence à des propriétés physiques ou rhéologiques.
- des évaluateurs nationaux entraînés et agréés, appelés boulangers d'essai, étalonnent régulièrement leurs sensibilités.

En formalisant un cadre pour l'évaluation d'un état des pâtes et du pain, la grille de notation apparaît comme un support intéressant pour l'expression du savoir en boulangerie et un guide pour évaluer les performances en complétant les mesures qui peuvent être effectuées en laboratoire comme, les mesures rhéologiques. En effet, les descripteurs sensoriels fournissent un cadre normalisé de description de l'état des pâtes et du pain pour les boulangers. Enfin, outre les aspects sensoriels, la texture du pain peut par la suite conditionner le devenir de cet aliment pendant sa digestion.

1.11. Démarche

Les travaux antérieurs montrent que la panification est un processus technologique qui permet de transformer un solide divisé (la farine) en un matériau alvéolé, comparable à une

mousse. Plusieurs étapes sont nécessaires dont en particulier la formation d'un milieu viscoélastique à l'issue de pétrissage : la pâte, qui doit être capable de contenir les alvéoles en croissance tout en n'étant pas un frein à cette croissance. Ses propriétés rhéologiques sont importantes pour leurs effets sur la levée de la pâte et la texture finale du produit. L'étape de pétrissage a été globalement négligée, sans doute en raison de la complexité des mécanismes qui s'y développent.

Ce travail de thèse consiste donc en l'étude du pétrissage de façon plus approfondie et systématique, ainsi que les répercussions de cette opération sur les suivantes, via les propriétés rhéologiques (Figure 1.13). Outre une meilleure compréhension de ces relations, il fournira une base de résultats qui pourra être utilisée à des fins de modélisation. Il se divise comme suit :

Partie 1 : Travaux expérimentaux sur le processus du pétrissage,

Partie 2 : Etude des propriétés rhéologiques de la pâte, et du lien avec les variables de pétrissage

Partie 3 : Mise au point d'un protocole pour étudier la levée de la pâte au cours de fermentation.

Partie 4: Etablissement du lien entre les propriétés rhéologiques et les deux aspects du panification, pétrissage et fermentation.

Partie 5: Fabrications de pains expérimentaux et développement de méthodes de caractérisation de ces pains en utilisant les fibres.

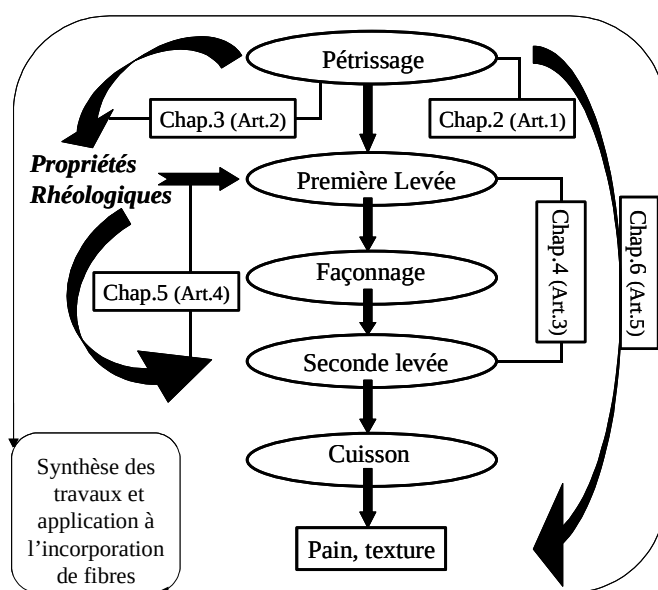


Figure 1.13 : Schéma du processus de panification et plan de la thèse

References

- Ablett, S., D. J. Barnes, A. P. Davies, S. J. Ingman and D. W. Patient. (1988). "¹³C and pulse nuclear magnetic resonance spectroscopy of wheat proteins." Journal of Cereal Science **7**: 11-20.
- Amon, M. and C. D. Denson. (1984). "A study of the dynamics of the growth of closely spaced spherical bubbles." Polymer Engineering and Science **24**: 1026-1034.
- Antoine, C., S. Peyron, V. Lullien-Pellerin, J. Abecassis, and X. Rouau. (2004). "Wheat bran tissue fractionation using biochemical markers." Journal of Cereal Science **39**: 387-393.
- Babin, P., G. Della Valle, H. Chiron, P. Cloetens, J. Hoszowska, P. Pernot, A. L. Réguerre, L. Salvo and R. Dendieval. (2006). "Fast X-ray tomography analysis of bubble growth and foam setting during breadmaking." Journal of Cereal Science **43**(3): 393-397.
- Babin, P., G. Della Valle, H. Chiron, P. Cloetens, J. Hoszowska, P. Pernot, A. L. Réguerre, L. Salvo and R. Dendieval. (2008). "In situ Fast x-ray tomography study of the evolution of cellular structure in bread dough during proving and baking." In: Bubbles in food 2. AACC International, Inc., St. Paul, Minnesota, U.S.A. 265-272.
- Bellido, G. G., M. G. Scanlon, J. H. Page and B. Hallgrimsson. (2006). "The bubble size distribution in wheat flour dough." Food Research International Physical Properties VI **39**(10): 1058-1066.
- Berland, S. and B. Launay. (1995). "Shear softening and thixotropic properties of wheat flour doughs in dynamic testing at high shear strain." Rheologica Acta **34**: 622-625.
- Bikard, J., T. Coupez, G. Della Valle and B. Vergnes. (2008). "Simulation of bread making process using a direct 3D numerical method at microscale. Part I: analysis of foaming phase during proofing." Journal of Food Engineering **85**: 259–267.
- Billiaderis, C. G., M. S. Izydorczyk and O. Rattan. (1995). "Effect of arabinoxylans on bread-making quality of wheat flour dough." Food Chemistry **53**: 165-171.
- Bimbenet, J.J., Schubert, H., Trystram, G. (2007). "Advances in research in food process engineering as presented at ICEF9". Journal of Food Engineering **78**: 390–404.
- Binding D.M., M. A. Couch, K. S. Sujata and M. F. Webster. (2003). "Experimental and numerical simulation of dough mixing in filled geometries." Journal of Food Engineering **58**: 111-123.

- Bloksma, A. H. (1990a). "Dough structure, dough rheology, and baking quality." Cereal Foods World **35**(2): 237-244.
- Bloksma, A. H. (1990b). "Rheology of the breadmaking process." Cereal Foods World **35**(2): 228-236.
- Campbell, G. M., R. HerreroSanchez, R. PayoRodriguez and M. L. Merchan. (2001). "Measurement of dynamic dough density and effect of surfactants and flour type on aeration during mixing and gas retention during proofing." Cereal Chemistry **78**(3): 272-277.
- Campbell, G. M., C. D. Rielly, P. J. Fryer and P. A. Sadd. (1998). "Aeration of bread dough during mixing: effect of mixing dough at reduced pressure." Cereal Foods World **43**: 163-167.
- Cavella, S., A. Romano, T. Giancone and P. Masi. (2008). "The influence of dietary fibres on bubble development during bread making." In: Campbell, G. M., M. G., Scanlon, D. L. Pyle (Eds.), Bubbles in Food 2- Novelty, Health and Luxury. Eagan Press, St Paul, USA, 311-322.
- Champenois, Y., P. Colonna, A. Buléon, G. Della Valle and A. Renault. (1995). "Gélatinisation et rétrogradation de l'amidon dans le pain de mie." Science des Aliments **15**: 593-614.
- Cindio, B. and S. Correa. (1995). "Mathematical modelling of leavened cereal goods." Journal of Food Engineering **24**: 379-403.
- Colonna, P. and C. Mercier. (1984). "Macromolecular structure of wrinkled and smooth pea starch components." Carbohydrate Research **126**: 233-247.
- Courtin, C. M. and J. A. Delcour. (1998). "Physicochemical and bread-making properties of low molecular weight-derived arabinoxylans." Journal of Agricultural and Food Chemistry **46**: 4066-4073.
- Courtin, C. M. and J. A. Delcour. (2002). "Arabinoxylans and endoxylanases in wheat flour bread-making." Journal of Cereal Science **35**: 225-243.
- Courtin, C. M., A. Roelants and J. A. Delcour. (1999). "Fractionation-reconstitution experiments provide insight into the role of endoxylanases in bread-making." Journal of Agricultural and Food Chemistry **47**: 1870-1877.
- Cox, W. P. and E. M. Merz. (1958). "Correlation of dynamic and steady viscosities." Journal of Polymer Science **28**: 619-622.

- Cuq, B., J. Abecassis and S. Guibert. (2003). "State diagrams to help describe wheat bread processing." International Journal of Food Science and Technology **38**: 759-766.
- Dobraszczyk, B. J. (1997). "Development of a new dough inflation system to evaluate doughs." Cereal Foods World **42**(7): 516-519.
- Dobraszczyk, B. J. and M. P. Morgenstern. (2003). "Rheology and the breadmaking process." Journal of Cereal Science **38**(3): 229-245.
- Donovan, J. W. (1979). "Phase transitions of the starch-water system." Biopolymers **18**: 263-275.
- Dreese, P. C., J. M. Faubion, and R. C. Hoseney. (1988). "Dynamic rheological properties of flour, gluten, and gluten-starch doughs. I. Temperature-dependent changes during heating." Cereal Chemistry **65**: 348-353.
- Dubreil, L. (1997). "Recherche de rôle biologique des puroindolines et mise en evidence de leurs potentialités technologiques dans la transformation des céréales." Sciences des Aliments. Nantes, Universite de Nantes: 231.
- Dubreil, L., S. C. Biswas and D. Marion. (2002). "Localization of puroindoline-a and lipids in bread dough using confocal scanning laser microscopy." Journal of Agricultural and Food Chemistry **50**(21): 6078-6085.
- Dubreil, L., S. Meliande, H. Chiron, J. P. Compoint, L. Quillien, G. Branlard and D. Marion. (1998). "Effect of puroindolines on the breadmaking properties of wheat flour." Cereal Chemistry **75**(2): 222-229.
- Durrenberger, M. B., S. Handschin, B. Conde-Petit and F. Escher. (2001). "Visualisation of food structure by confocal laser scanning microscopy (CLSM)." Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie **34**: 11-17.
- Eliasson, A. C. and G. Svensson (1995). "Thermal behaviour of wheat starch in flour-relation to flour quality." Lebensmittel Wissenschaft und Technologie **28**(2): 227-235.
- Faubion, J. and R. C. Hoseney. (1989). "The viscoelastic properties of wheat flour doughs." In: Faubion, H. F. A. J. (Ed.). Dough rheology and baked product texture. Van nostrand reinhold, New York, 29-66.
- Feillet, P. (2000). "Le grain de blé, composition et utilisation." Editions Quae.
- Galliard, T. and P. Bowler. (1987). "Morphology and composition of starch." In: Galliard, T. (Ed.) Starch: properties and potential. Critical reports on applied chemistry. John Wiley and Sons, Chichester, GB, **13**: 55-78.

- Gan, Z., R. E. Angold, M. R. Williams, P. R. Ellis, J. G. Vaughan and T. Galliard. (1990). "The microstructure and gas retention of bread dough." Journal of Cereal Science **12**: 15-24.
- Gan, Z., P. R. Ellis and J. D. Schofield. (1995). "Mini Review: Gas cell stabilisation and gas retention in wheat bread dough." Journal of Cereal Science **21**(3): 215-230.
- Gibson L. J. And M. F. Ashby. (1997). "Cellular solids, structure and properties." Cambridge Press University, 510p.
- Godon, B. (1991). "Biotransformation des produit céréalières." Apria Inra Tec et Doc Lavoisier.
- Goesaert, H., P. Leman and J. A. Delcour. (2008). "Model approach to starch functionality in bread making." Journal of Agricultural and Food Chemistry **56**: 6423-6431.
- Gomez, M., F. Ronda, C. A. Blanco, P. A. Caballero and A. Apesteguia. (2003). "Effect of dietary fibre on dough rheology and bread quality." European Food Research and Technology **216**: 51-56.
- Guilbot, A., and C. Mercier. (1985). "Starch." In : Aspinall, G. O. (Ed.). The polysaccharides. Academic press, New York, USA.
- Hemery, Y., V. Lullien-Pellerin, X. Rouau, J. Abecassis, M. F. Samson, W. von Reding, C. Spoerndli and C. Barron. (2009). "Biochemical markers; efficient tools for the assessment of wheat grain tissue proportions in milling fractions." Journal of Cereal Science **49**: 55-64.
- Hemery, Y., X. Rouau, V. Lullien-Pellerin, C. Barron and J. Abecassis. (2007). "Dry processes to develop wheat fractions and products with enhanced nutritional quality." Journal of Cereal Science **46**: 327-347.
- Hoseney, R. C. (1986). "Component interaction during heating and storage of bread products." Chemistry and physics of baking. T. Galliard. London, GB, The Royal Society of Chemistry: 216-226.
- Hug-Iten, S., S. Handschin, B. Conde-Petit and F. Escher. (1999). "Changes in starch microstructure on baking and staling of wheat bread." Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie 225-260.
- Jacobs, H., R. C. Eerlingen, W. Clauwaert and J. A. Delcour. (1995). "Influence of annealing on the pasting properties of starches from varying botanical sources." Cereal chemistry **72**: 480-487.

- Janssen, A. M., T. vanVliet and J. M. Vereijken. (1996). "Fundamental and empirical rheological behaviour of wheat flour doughs and comparison with bread making performance." Journal of Cereal Science **23**(1): 43-54.
- Jelaca, S. L. and I. Hlynka. (1971). "Water binding capacity of wheat flour crude pentosanes and their relation to mixing characteristics of dough." Cereal Chemistry **48**: 211-222.
- Jelaca, S. L. and I. Hlynka. (1972). "Effect of wheat-flour pentosanes in dough, gluten, and bread." Cereal Chemistry **49**: 489-495.
- Jenkins, P. J., R. E. Cameron, A. M. Donald, W. Bras, G. E. Derbyshire, G. R. Mant and A. J. Ryan. (1994). "In situ simultaneous small and wide-angle X-ray scattering: a new technique to study starch gelatinization." Journal of Polymer Science **32**: 1579-1583.
- Kalichevsky, M. T., E. M. Jaroszkiewicz and J. M. V. Blanchard. (1992). "Glass transition of gluten. 1. Gluten and gluten-sugar mixtures." **14**: 257-266.
- Katina, K., M. Salmenkallio-Marttila, R. Partanen, P. Forssell and K. Autio. (2006). "Effects of sourdough and enzymes on staling of high-fibre wheat bread." Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie **39**: 479-491.
- Kent, N. L. and A. D. Evers (1994). "Chemical components." Technology of Cereal, 4th edition, Pergamon Press: 55-77.
- Kim, S. K. and B. L. D'Appolonia. (1977). "Bread staling studies. III. Effect of pentosanes on dough, bread, and bread staling rate." Cereal Chemistry **54**: 225-229.
- Kokelaar, J. J., T. van Vliet and A. Prins. (1996). "Strain hardening properties and extensibility of flour and gluten doughs in relation to breadmaking performance." Journal of Cereal Science **24**(3): 199-214.
- Labat, E., X. Rouau and M. H. Morel. (2002). "Effect of flour water-extractable pentosanes on molecular association in gluten during mixing." Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie **35**: 185-189.
- Labuza, T. P. and C. R. Hyman. (1998). "Moisture migration and control in multi-domain foods." Trends in Food Science and Technology **9**: 47-55.
- Lamrini, B., G. Trystram, N. Perrot and G. Della Valle. (2008). "Breadmaking modelling with a dynamic approach: application to kneading process." 1st European Food Congress (FEFC 08), 4-9 Novembre, Ljubljana, Slovenia.
- Lan, H., R. Hoover, L. Jayakody, Q. Liu, E. Donner, M. Baga, E. K. Asare, P. Hucl and R. N. Chibbar. (2008). "Impact of annealing on the molecular structure and physicochemical

- properties of normal, waxy and high amylase bread wheat starches." Food chemistry **111**: 663-675.
- Launay, B., and J. Bure. (1973). "Application of a viscometric method to the study of wheat flour doughs." Journal of Texture Studies **4**(1): 82-101.
- Launay, B. and C. Michon (2008). "Biaxial extension of wheat flour dough: lubricated squeezing flow and stress relaxation properties." Journal of Texture Studies. **39**: 496-529.
- Lefebvre, J. (2006). "An outline of the non-linear viscoelastic behaviour of wheat flour dough in shear." Rheologica Acta **45**: 525-538.
- Lefebvre, J. and N. Mahmoudi. (2007). "The pattern of the linear viscoelastic behaviour of wheat flour dough as delineated from the effects of water content and high molecular weight glutenin subunits composition." Journal of Cereal Science **45**(1): 49-58.
- Lindsay, M. P. and J. H. Skerritt. (1999). "The glutenin macropolymer of wheat flour doughs: structure-function perspectives." Trends in Food Science and Technology **10**(8): 247-253.
- Mabille, F. and J. Abécassis (2006). "Fractionnement des matières premières végétales." In: Collona, P., Della Valle, G. (Eds.), Mise en oeuvre des matières agro-alimentaires; tome I. Hermès Lavoisier.
- MacRitchie, F. (1981). "Flour lipids: theoretical aspects and functional properties." Cereal Chemistry **58**(3): 156-158.
- MacRitchie, F. (1992). "Physicochemical Properties of wheat proteins in relation to functionality" Advances in Food and Nutrition Research **36**: 1-87.
- MacRitchie, F. and P. Gras. (1973). "The role of flour lipids in baking." Cereal Chemistry **50**: 292-302.
- Manley, D. J. (1991). "Technology of biscuits, crackers and cookies." 2nd ed. I.D. Morton ed. (Ellis Horwood series in food science and technology, Chichester, GB).
- Masi, P., S. Cavella and M. Sepe. (1998). "Characterization of dynamic viscoelastic behaviour of wheat flour doughs at different moisture contents." Cereal Chemistry **75**: 428-432.
- Miles, M. J., V. J. Morris, P. D. Orford and S. G. Ring. (1985). "Recent observations on starch retrogradation." In : Hill, R. D., Munch, L. (Eds.), New approaches to research on cereal carbohydrates. Elsevier Science Amsterdam, 109-115.

- Mitchell, J. R., J. A. G. Area and S. Rasul. (1994). "Modifications chimiques et texturation des protéines à faibles teneurs en eau." La cuisson-extrusion. P. Colonna and G. Della Valle. Paris, Tec and Doc Lavoisier: 87-105.
- Moore, W. R. and R. C. Hosney. (1985). "The Leavening of Bread Dough." Cereal Foods World **30**(11): 791-792.
- Mulvihill, D. M. and M. Donovan. (1987). "Whey proteins and their thermal denaturation-a review." Irish Journal of Food Science and Technology **11**: 43-75.
- Myers, C. D. (1990). "Study of thermodynamics and kinetics of protein stability by thermal analysis." Thermal Analysis of Food. V. R. Harwalkar and C. Y. Ma. London, Elsevier Appl. Sci. Pub: 16-50.
- Ndiaye, A., G. Della Valle and P. Roussel. (2009). "Qualitative modelling of a multi-step process: the case of French breadmaking." Expert Systems with Applications, **39**(2): 1020-1038.
- Patel, B. K., R. D. Waniska and K. Seetharaman. (2005). "Impact of different baking processes on bread firmness and starch properties in bread crumb." Journal of Cereal Science **42**: 173-184.
- Peck, M. C., S. L. Rough, J. Barnes, and D. I. Wilson. (2006). "Roller extrusion of biscuit doughs." Journal of Food Engineering **74**: 431-450.
- Primo-Martin, C., H. de Beukelaer, R. J. Hamer and T. van Vliet. (2008). "Fracture behaviour of bread crust: effect of ingredient modification." Journal of Cereal Science. **48**: 604-612.
- Primo-Martin, C., A. van de Pijpekamp, T. van Vliet, H. H. J. de Jongh, J. J. Plitjter and R. J. Hamer. (2006). "The role of the gluten network in the crispness of bread crust." Journal of Cereal Science. **43**: 342-352.
- Primo-Martin, C., N. H. van Nieuwenhuijzen, R. J. Hamer and T. van Vliet. (2007). "Crystallinity changes in wheat starch during the bread-making process: starch crystallinity in the bread crust." Journal of Cereal Science. **45**: 219-226.
- Purlis, E. and V. O. Salvadori. (2009). "Bread baking as a moving boundary problem. Part 2: model validation and numerical simulation." Journal of Food Engineering **91**: 434-442.
- Raboutet, C., Ch. Fernandez, B. LeBlanc, G. Della Valle and A. Ndiaye. (2008). "A knowledge base on cereal food foams processing and behaviour." In "Bubbles in Food II", (Eds.) Campbell et al., Eagan Press, St. Paul, USA, 381-388.

- Roger, P. and P. Colonna. (1992). "The influence of chain length on the hydrodynamic behaviour of amylose." Carbohydrate Research **227**: 73-83.
- Rolée, A. and M. LeMeste. (1999). "Effect of moisture content on thermomechanical behaviour of concentrated wheat-starch-water preparations." Cereal Chemistry **76**: 452-458.
- Romano, A., G. Toraldo, S. Cavella, and P. Masi. (2007). "Description of leavening of bread dough with mathematical modelling." Journal of Food Engineering **83**: 142-148.
- Roman-Gutierrez, A. D., S. Guilbert and B. Cuq. (2002). "Distribution of water between wheat flour components: a dynamic water vapour adsorption study." Journal of Cereal Science **36**: 347-355.
- Rouau, X. (1993). "Investigations into the effects of an enzyme preparation for baking on wheat flour dough pentosans." Journal of Cereal Science **18**(2): 145-157.
- Rouau, X., M. L. El-Hayek and D. Moreau. (1994). "Effect of an enzyme preparation containing pentosanases on the bread-making quality of flours in relation to changes in pentosan properties." Journal of Cereal Science **19**(3): 259-272.
- Rouillé, J., G. Della Valle, J. Lefebvre, E. Sliwinski, T. van Vliet. (2005). "Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components." Journal of Cereal Science **42**(1): 45-57.
- Rouillé, J., H. Chiron, P. Colonna, G. Della Valle and D. Lourdin. (2010). "Dough/crumb transition during French bread baking." Journal of Cereal Science, In Press. doi.org/10.1016/j.jcs.2010.04.008
- Roussel, P. et H. Chiron. (2002). "Les pains français. Evolution, qualité, production." Maé Erti Editeurs: Vesoul, France. 433p.
- Roussel, P. and L. Lesage (1998). "Modalités d'amélioration des farines de la campagne 1998." Industries des Céréales **110**: 21-33.
- Santos, D. M. J., S. R. Monteiro and J. A. Lopes da Silva. (2005). "Small strain viscoelastic behaviour of wheat gluten-pentosan mixtures." European Food Research and Technology **221**: 398-405.
- Scanlon, M. G. and M. C. Zghal. (2001). "Bread properties and crumb structure." Food Research International **34**(10): 841-864.
- Schofield, J. D., R. A. Bottomley, G. A. Legrys, M. F. Timms and M. R. Booth. (1984). "Effect of heat in wheat gluten." Gluten proteins. A. Graveland and J. H. E. Moonen. Wageningen, Pays-Bas: 81-90.

- Segui, L., C. Barrera, L. Oliver and P. Fito. (2007). "Practical application of the SAFES (systematic approach to food engineering systems) methodology to the breadmaking process." Journal of Food Engineering **83**: 219–228.
- Shelton, D. R. and B. L. D'Appolonia. (1985). "Carbohydrate functionality in the baking process." Cereal Foods World **30**(7): 437-442.
- Shewry, P. R., A. S. Tatham, J. Forde, M. Kreiss and B. J. Mifflin. (1986). "The classification and nomenclature of wheat gluten proteins: a reassessment." Journal of Cereal Science **4**: 97-106.
- Shewry, P. R., A. S. Tatham, J. Forde, B. J. Mifflin and D. D. Kasarda. (1984). Gluten Proteins.
- Shimiya, Y. and K. Nakamura. (1997). "Changes in size of gas cells in dough and bread during breadmaking and calculation of critical size of gas cells that expand." Journal of Texture Studies **28**(3): 273-288.
- Singh, A. P., M. Battacharya. (2005). "Development of dynamic modulus and cell opening of dough during baking." Journal of Texture Studies **36**: 44-67.
- Sluimer, P. (2005). "Principles of breadmaking; Functionality of raw materials and process steps." American Association of Cereal Chemists, Inc., St Paul, Minnesota, USA.
- Stathopoulos, C. E., A. A. Tsiami, J. D. Schofield and B. J. Dobraszczyk. (2008). "Effect of heat on rheology, surface hydrophobicity and molecular weight distribution of glutes extracted from flours with different bread-making quality." Journal of Cereal Science **47**: 134-143.
- Surget, A. and C. Barron. (2005). "Histologie du grain de blé." Industries des céréales **145**: 3-7.
- Tipples, K. H. (1975). "Bread making technology Grains and oil seeds: handling, marketing, processing." Canadian International Grains Institute, Winnipeg, 497-540.
- Turnbull, K. M., T. Gaborit, D. Marion and S. Rahman (2000). "Variation in puroindoline polypeptides in Australian wheat cultivars in relation to grain hardness." Australian Journal of Plant Physiology **27**: 153-158.
- Uthayakumaran, S., M. Newberry, N. Phan-Thien and R. Tanner. (2002). "Small and large strain rheology of wheat gluten." Rheologica Acta **41**(1-2): 162-172.
- Vanin, F.M., T. Lucas and G. Trystram. (2009). "Crust formation and its role during bread baking." Trends in Food Science & Technology **20**(8): 333-343.

- van Nieuwenhuijzen, N. H., C. Primo-Martin, M. B. J. Meinders, R. H. Tromp, R. J. Hamer and T. van Vliet. (2008). "Water content or water activity : what rules crispy behaviour in bread crust?" Journal of Agricultural and Food Chemistry **56**: 6432-6438.
- van Vliet, T., A. M. Janssen, A. H. Bloksma and P. Walstra. (1992). "Strain hardening of dough as a requirement for gas retention." Journal of Texture Studies **23**(4): 439-460.
- Wade, P. (1988). Biscuits, Cookies and Crakers (vol 1: the Principles of the Craft).
- Wang, M., R. J. Hamer, T. van Vliet, H. Gruppen, H. Marseill and P. L. Weegels. (2003). "Effect of water unextractable solids on gluten formation and properties: mechanistic considerations." Journal of Cereal Science **37**: 55-64.
- Wang, M., R. J. Hamer, T. van Vliet and G. Oudgenoeg. (2002). "Interaction of water extractable pentosanes with gluten protein: effect on dough properties and gluten quality." Journal of Cereal Science **36**: 25-37.
- Wang, M., T. van Vliet and R. J. Hamer. (2004). "Evidence that pentosanes and xylanase affect the re-agglomeration of the gluten network." Journal of Cereal Science **39**: 341-349.
- Weegels, P. L., J. A. Verhoek, A. M. G. de Groot and R. J. Hamer. (1994). "Effects on gluten of heating at different moisture contents." I. Changes in functional properties." Journal of Cereal Science **19**(1): 31-38.
- Weipert, D. (1990). "The benefits of basic rheometry in studying dough rheology." Cereal Chemistry **67**(4): 311-317.
- Whitworth, M. (2000). "Taking a look inside." European Baker. May/june: 26-30.
- Whitworth, M. and J. M. Alava. (1999). "The imaging and measurement of bubbles in bread doughs." Bubbles in Food. G. M. Campbell, C. Webb, S. S. Pandiell and K. Niranjana. St Paul, Minnesota, USA, Eagan Press: 221-231.
- Zawistowska, U., F. Bekes and W. Bushuk. (1985). "Gluten proteins with high affinity to flour lipids." Cereal Chemistry **62**: 284-289.
- Zelevnak, K. J. and R. C. Hoseney. (1986). "The role of water in the retrogradation of wheat-starch gels and bread crumb." Cereal Chemistry **63**: 407-411.
- Zelevnak, K. J. and R. C. Hoseney. (1987). "The glass transition in starch." Cereal Chemistry **64**: 121-124.
- Zghal, M. C., M. G. Scanlon and H. D. Sapirstein (2001). "Effects of flour strength, baking absorption, and processing conditions on the structure and mechanical properties of bread crumb." Cereal Chemistry **78**: 1-7.

- Zhang, D. and J. R. Moore. (1997). "Effect of wheat bran particles size on dough rheological properties." Journal of Science of Food and Agriculture **74**: 490-496.
- Zhang, L., T. Lucas, C. Doursat, D. Flick and M. Wagner. (2007). "Effects of crust constraints on bread expansion and CO₂ release." Journal of Food Engineering **80**(4): 1302-1311.

2. Chapitre. II

Domaine de variation de l'opération de pétrissage, bilan d'énergie et approche rhéologique

Article. 1

Energetical and rheological approaches of wheat flour dough mixing with a spiral mixer

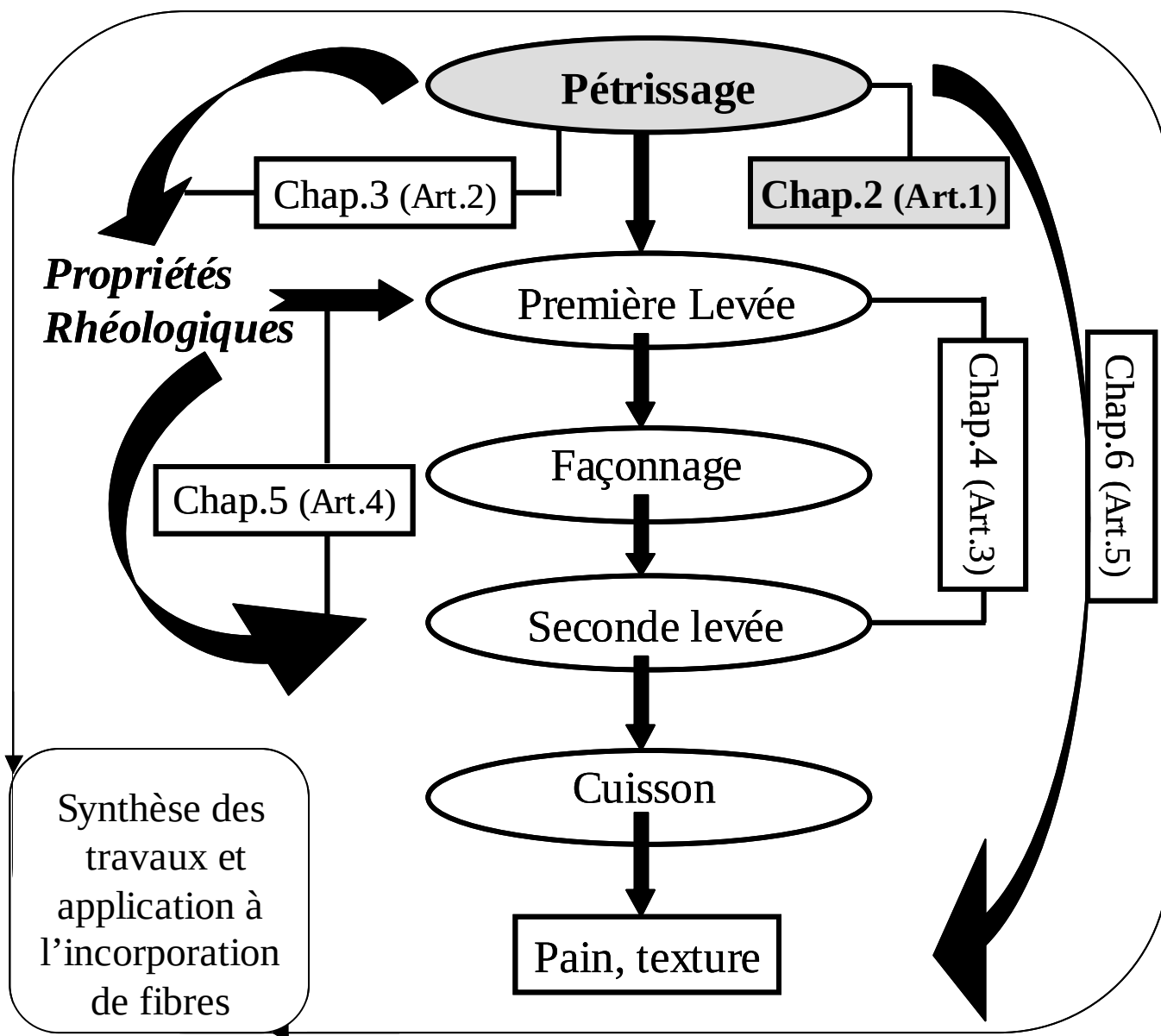


Schéma du processus de panification et plan de la thèse

Afin d'étudier le rôle du pétrissage sur les opérations suivantes du procédé de panification, un pétrin à spirale a été sélectionné en raison de sa souplesse et des possibilités qu'offre ce matériel pour faire varier puissance et température. En outre, il offre un compromis, en termes d'intensité de cisaillement, entre le pétrin oblique traditionnel (Mahot) et les équipements (Farinograph Brabender, Mixograph...) fréquemment mentionnés dans la bibliographie, mais moins adaptés au processus de panification française.

Sur cet équipement, la température de la pâte T_d et la puissance électrique fournie ont donc été mesurées en continu, avec une erreur relative faible ($\leq 5\%$ si on inclut la répétabilité). Le traitement du signal de puissance permet de déduire l'énergie mécanique spécifique, E_s , pour différentes conditions de pétrissage. La composition de la pâte de farine de blé a été maintenue constante, les températures initiales des ingrédients (farine et eau) modifiées dans un intervalle $[3, 22\text{ °C}]$, la vitesse de rotation de la spirale $[80, 320\text{ rpm}]$, pour une période pouvant varier de 7 à 15 min. Cette période dite de texturation, suit une phase de pré-mélange, dite de frasage, dont les conditions sont maintenues constantes (100 rpm durant 240 s).

Des valeurs de E_s variant de 7 à 82 kJ/kg et T_d variant de 13,5 à 36 °C ont ainsi été obtenues. Bien que E_s et T_d soient fortement corrélées, les variations de la température initiale des ingrédients ont permis de découpler ces variables dans l'intervalle (21, 28 °C) et (20 - 60 kJ/kg). Un bilan énergétique simplifié du procédé a été établi grâce à un modèle simple de transfert de chaleur qui relie puissance mécanique volumique et accroissement de température, en supposant constant le coefficient d'échange entre la pâte et son environnement ($h = 100\text{ W.m}^{-2}.\text{ °C}^{-1}$). L'importance de la dissipation visqueuse dans la pâte et des pertes thermiques ont ainsi été soulignées. La viscosité en cisaillement de la pâte a été évaluée en corrélant la puissance volumique à la vitesse angulaire ($5 - 40\text{ s}^{-1}$) par une relation puissance; sa comparaison avec une courbe d'écoulement typique de la pâte, précédemment déterminée par des essais de fluage/recouvrance permet de déterminer une constante caractéristique pour ce type de pétrin $K_s \approx 1,55$. Cette comparaison suggère d'appliquer cette démarche pour caractériser d'autres équipements de géométrie différente, notamment pour évaluer le type de déformation mis en œuvre. Enfin, l'ensemble de ces conditions a conduit à des pâtes ayant des comportements très différents, selon une évaluation sensorielle, et donc probablement des propriétés rhéologiques différents, dont l'étude sera abordée par la suite. Il constitue donc le domaine de définition de ce travail.

Energetical and rheological approaches of wheat flour dough mixing with a spiral mixer

A. Shehzad, H. Chiron, G. Della Valle, B. Lamrini

Corresponding author. Mail address : dellaval@nantes.inra.fr

Tel: 33 (0)2 40 67 50 00 fax: 33 (0)2 40 67 50 43

INRA, UR 1268 Biopolymères Interactions & Assemblages (BIA), BP 71627, 44316

Nantes Cedex 3, France

2.1. Abstract

The effects of different mixing conditions on the mechanical power supplied and the temperature of the dough T_d were continuously measured on a spiral mixer, which allowed to derive the specific mechanical energy, E_s . Composition was kept constant and the ingredients having different initial temperature (flour, 3 °C; water, 22 °C) were mixed at a speed ranging from 80 to 320 rpm, for a period of 7 to 15 min, which led to values of E_s varying from 7 to 82 kJ/kg and 13.5 to 36 °C. Although E_s and T_d were strongly correlated, the variations of initial temperature of ingredients allowed to decouple these variables. The energy balance during mixing process was set through a simple model assuming constant heat transfer ($h = 100 \text{ W/m}^2/\text{°C}^1$) which underlined the significance of heat dissipation in the dough and losses. The shear viscosity of the dough was assessed by correlating volumic power to angular speed; comparison with typical dough flow curve allowed to derive a constant characteristic of the mixer geometry.

Keywords: Specific mechanical energy; Dough temperature; Energy balance; Dough viscosity

2.2. Introduction

Mixing is a crucial first step in breadmaking for baking process and performs three basic functions (Bloksma, 1990). Mixing of flour, water and other ingredients, mainly salt, yeast and ascorbic acid, results in the conversion of flour into baked dough products like artisan bread, pan

bread, and flat breads (Miller, 2003). Firstly, mixing homogenises the ingredients, which is achieved during the initial stage of mixing process. After this phase called homogenisation, mixing causes the mechanical development of dough proteins, which results in the creation of a gluten network contributing to the rheological properties of dough, for subsequent gas retention and gas cell stabilization. This phase may be called texturization. Dough development results from hydration of flour components and structural changes induced due to mechanical mixing (Belton, 2005). Finally, during texturization, mixing also causes aeration of the dough, which creates bubbles nuclei leading to final bread crumb cells. Homogenization refers to the complete distribution of water within the flour and other ingredients (Anderssen, 2007). During texturization, the creation of a gluten network results from the input of specific mechanical energy (SME), needed for optimum dough development. In addition to geometry of mixers well underlined by Peighambardoust et al., (2006), the operating conditions of mixing (speed, time, bowl volume...) are essential for determining this mechanical input.

As reported by Dobraszczyk and Morgenstern (2003), the relationship between different mixing conditions and dough rheological properties has been studied in combination with their effects on gluten network and the quality of final product. Mani et al., (1992) explained the relationship between rheological properties and breadmaking quality of wheat flour doughs by using different mixers and showed that the dough becomes more elastic upon resting. The storage modulus associated with the optimum quality of the finished product was constant and did not depend on mixing equipment. Angioloni and Dalla Rosa, (2005) showed that dough processed in strong mixing conditions (high mixing speed and energy) becomes more elastic, cohesive and difficult to process.

Some other workers have tried to study the influence of mixing conditions on aeration of bread dough and their relationship with viscoelastic and functional properties of dough. (Peighambardoust et al., 2010 ; Haraszi, et al., 2008). Peighambardoust et al., 2010 have shown that the steady shearing in a concentric Couette device gives similar aeration to Z-blade mixing and higher rotational speeds reduce the gas retaining ability of sheared dough during proofing and baking. Haraszi et al., (2008) compared Z-arm mixers and pin mixers and underlined that pin mixing imply more energy to the dough than Z-arm mixing while Z-arm mixing gives a larger quantity of polymeric protein content in the dough relative to pin mixing. The Z-arm mixers are different than the spiral mixers and can result in differences in dough behaviour after mixing.

Furthermore, these authors have not compared the mechanical energy to temperature increase during mixing.

Besides mechanical energy input, energy balance during dough mixing is achieved due to the differences in temperature between the dough and environment. For a semi-sweet biscuit recipe and using a mixer with temperature controlled bowl, Charun et al., (2000) have evidenced the respective roles of mechanical energy and temperature on rheological behaviour of biscuit dough. Conversely, a systemic analysis of dough mixing based on experts' knowledge of French breadmaking process has underlined at least three important variables that baking experts use for the control of the texturization phase: dough temperature, dough consistency, velocity difference between bowl and mixing arm (Ndiaye et al., 2009). The first one is measured whereas the two other ones, related to mechanical input, are assessed sensorially, by the baking expert.

These works have underlined the necessity for an accurate knowledge of mechanical input and type of strain, and dough temperature, which requires the modelling of heat and mass transfer in the dough during mixing. In spite of the importance of the area and the huge body of works on the modelling of fluid mixing, modelling of dough mixing has not been much developed because of its complexity mainly referring to mixer geometry and the continuous change of dough rheological behaviour.

Campbell and Shah, (1999) have suggested a mass balance model and an experimental technique for finding the dough mixing aeration parameters. Chin et al., (2004) used this model to determine the rate of turnover of gas during mixing. Similarly, Martin et al., (2004) presented a population balance model for gas disentrainment and found this suitable for modelling dough voidage response. Assuming dough as a shear-thinning fluid in a filled vessel, Binding et al., (2003) have modelled mixing by finite element method (FEM) and compared numerical results with experimental ones. They concluded that the outer part of the mixing arm led to the largest shear rates and energy input, which is in qualitative agreement with the variables selected in the systemic analysis done by Ndiaye et al., (2009). Using same approach, but in 2D geometry, Connelly and Kokini, (2004) have confirmed this trend for fluids having different rheological behaviors. An alternative to numerical methods may be to use analytical models developed by Delaplace et al., (2006), to predict the power consumption during mixing of shear-thinning fluids for specific geometries. But the energy balance and heat losses contributing to dough mixing have not been studied by modelling, yet. So, the link between energy input and rheological

behavior of wheat flour dough during mixing has still to be determined experimentally, by applying different mixing conditions.

The objective of this study was to evaluate the effects of different operating conditions of a spiral mixer on the thermomechanical behaviour of the dough. In this regard, it is intended to examine the effect of mixing conditions (time, speed) in a large range of variation on mixing energy and dough end temperature. Ingredients (flour, water) were incorporated at different temperatures in order to decouple these variables. This will allow to set the energy balance, including heat losses, and assess simply the viscous behaviour of wheat flour dough.

2.3. Material and methods

2.3.1. Materials

The dough was obtained by mixing flour (T55 having 11 % protein and 14 % water contents and was provided by Minoterie Giraudineau, 44310 - Saint Colombran, France) with other ingredients like water and salt of standard commercial grade by applying different mixing conditions, in the same standard recipe, i.e., 2 kg wheat flour, 62 % water, 2.5% fresh yeast, 2 % salt and 40 ppm ascorbic acid were mixed for the fabrication of 3 kg of dough.

2.3.2. Mixing equipment

A spiral mixer (Diosna SP12, from Dierks & Söhne GmbH, Osnabrück, Germany) allows continuous monitoring of mechanical power supplied and measurement of the temperature kinetic of the dough. It is composed of a rotating bowl made up of stainless steel and a spiral stirrer as mixing arm in which is inserted the temperature sensor mounted flush, a few mm (2 mm) above bowl bottom surface. The main dimensions of the mixer are in height (21.2 cm) with internal bowl diameter of 37.4 cm and it may contain a maximum of 12 kg of dough. The spiral is connected with a computer for controlling different operations. It is covered with a lid for security reasons. The power is supplied through a DC motor and measured by transducers from current intensity, whilst controlling the rotation speed of the spiral (80 – 320 rpm). All measurements (temperature, power consumption) are recorded on a PC computer.

2.3.3. Pre-mixing and texturization stage

Mixing involves two stages: premixing, i.e. homogenization and texturization. The monitoring and control of these two steps ensures the success of later stages of bread making. According to French breadmaking process (Roussel and Chiron, 2002), during pre-mixing, the ingredients are mixed at relatively slow speed (100 rpm for 240 s). After this, texturization stage is performed by increasing mixing speed, for different periods of time. In our experiments the mixing speed varied from 80 to 320 rpm for time duration ranging between 180 to 660 s, as represented in Table 2.1 (with extreme values marked in bold letters).

Table 2.1: Formulations and different conditions used during mixing process

Parameters	Total mass	Temperature						Speed	Time	E_s^{**}	Dough mixing
		Flour	Water	Environment	T_{fp}^*	T_d	$T_{d,cal}^{***}$				
Sample/Units	Kg	°C	°C	°C	°C	°C	°C	rpm	sec	kJ/kg	score
A	3	17.5	5	22	16	23	26.9	200	420	24.4	23.5
B	3	15	5	22	16.5	19	22.3	80	420	5.1	13.1
C	3	14	5	20	14.5	28.5	34.8	320	420	56	8
D	3	15	6	19.5	15	28	30.4	200	660	47.4	14.3
E	3	15.5	6	21	15	19	20.5	200	180	9.9	19
F	3	14.5	6	21	16	32	38.1	284	590	70.2	6.5
G	3	15	5	22	14	19	21.5	116	250	7.1	19
H	3	15	5	21.5	15	23	25.9	284	250	22.9	22
I	3	14.5	5	20.5	15.5	21.5	24.3	116	590	18	20.5
J	5	17	4	19	14	20	22.3	140	600	18.3	-
K	5	19	19	19.5	22	26	25.1	140	600	17.8	-
L	3	15	3	22	16	29.5	33.6	200	660	49.4	-
M	3	4	2.5	17	9.5	22	28.4	284	450	47.8	-
N	3	6	10	20	14.5	24	27.4	200	500	32.7	-
O	5	4.5	21	21	19	25	25.9	140	600	20	-
P	3	7	1.5	18	11	24.5	29.2	200	660	46.3	-
Q	10	17.5	7.5	20	16.5	33	37.7	320	610	63.8	15.4
R	10	18	7	21	16.5	19	20.5	80	610	7.2	17.5
S	3	3	3	14	10.5	13.5	15.1	80	450	8	17.5
T	3	3	3	14	11	26	28	320	450	55.4	23.5
U	3	11	19	19	20.5	22.5	21.1	80	610	8.8	10.9
V	3	11	19	19	21	35	40.1	320	610	81	8
W	3	19	19	19	21	23	20.7	80	610	8.7	17.5
X	3	19	19	19	22	36	40.3	320	610	82.4	2.9

* T_{fp} : Temperature at end of pre-mixing stage

** $T_{d,cal}$: Temperature of dough calculated from model by taking value of $h \sim 100$

*** E_s : Specific energy. We consider E_s for texturation stage

2.3.4. Determination of different variables

The monitoring of dough temperature T_d and power evolution, from which the specific energy E_s delivered to the dough is determined, is illustrated in Figure 2.1. Power recording P_{mes} corresponds to electric power of mixer and not the power delivered to dough P_{cor} , obtained by subtracting the void power P_0 , determined by rotating the empty mixer at given speed:

$$P_{cor} = P_{mes} - P_0 \quad (2.1)$$

By doing so, the electric losses of the motor are no more taken into account and variations of electric power may be considered as the torque of the mixing arm. The frequency of acquisition, about 1Hz, leads to a jagged power signal. It increases sharply after 240 s marking the difference between two stages of dough mixing, speed being increased at 200 rpm in this case. Thus, signal was smoothed by taking mobile average of power over ten measurements and noted P_{smt} .

The energy delivered to dough was calculated from the value of power (P_{cor}) obtained after applying correction (2.2):

$$E = P_{cor} * \Delta t \quad (2.2)$$

The sum of the energy at each measurement gives total energy delivered to dough during mixing. Subsequently, we can define specific energy (2.3) by taking into account total mass of the dough (M_d),

$$E_s = \frac{E}{M_d} \quad (2.3)$$

The results of the two variables during mixing, P_{smt} and E_s , were later used for measurements and data treatment of our experiments.

Dough temperature T_d was measured with an accuracy of 0.5 °C and the value obtained at the end of mixing was checked with repeated measurements on the dough mass with a needle thermocouple. Repetition of mixing experiments led to an error of 1 to 2 kJ/kg for E_s and 1 °C for T_d which gives a relative uncertainty of about 5 %. For good repeatability of results, the ingredients have been mixed immediately after weighing, thus avoiding the heat losses.

2.3.5. Energy Balance and heat losses

Initial temperature of ingredients (flour, water) and environment (pilot bakery) were varied in order to analyze their effect on dough mixing behavior. When repeating the

experiments, there was uncertainty of only ± 0.5 °C in the results on dough end temperature, thanks to the short time taken for introducing all the ingredients.

During an interval time Δt of texturization, heat stored by the dough can be expressed by:

$$E_{therm} = (T_d(t + \Delta t) - T_i(t)) * M_d * C_p \quad (2.4)$$

Where $T_d(t)$ corresponds to dough temperature at time t of texturization stage; M_d is the mass of dough (kg) and C_p its specific heat, taken constant and equal to 2.725 kJ/kg/°C, from an additive rule with water and dry flour ($C_p = 1.44$ kJ/kg/°C at 20 °C, according to Andrieu and Gonnet, 1989).

In the same time interval, heat losses with environment can be expressed by:

$$E_{loss} = h * S * (T_d(t) - T_{env}) * \Delta t \quad (2.5)$$

Where h (W/m²/°C) is a global coefficient of heat exchange accounting for exchanges from dough across the bowl and from its upper surface; S (m²) corresponds to the area of heat exchange surface of the dough:

$$S = \pi * r_{mixer}^2 + 2 * \pi * H_d * r_{mixer} \quad (2.6)$$

r_{mixer} is the internal radius of mixer bowl (= 0.19 m) and H_d the height of dough in mixer given by:

$$H_d = \frac{M_d * 1}{\rho_d * \pi * r_{mixer}^2} \quad (2.7)$$

The density of dough (ρ_d) is taken equal to 1 kg/L, in agreement with the average value of preceding measurements (Shehzad et al., 2010).

For this time interval, the energy balance during mixing can be written:

$$E_{therm} = E - E_{loss} \quad (2.8)$$

E , being the mechanical energy input computed by the power recorded at time t . Thus, starting at $t = 0$, end of pre-mixing and beginning of texturization, and initiating computation

with the measured temperature T_{fp} at this time, eqs. 2.4 to 2.8 allow to determine the evolution of dough temperature $T_{dcal}(t)$ during texturization step.

The heat exchange coefficient greatly depends on the gap between arm and bowl, which is not constant for all mixers, and on the local viscosity of the dough; therefore, its value will be varied between 1 and 100 $W/m^2/^\circ C$, to compute T_d in a first approach.

2.3.6. Experimental plan

Overall 24 experiments were achieved, regardless of the repeatability trials achieved for A. We applied three different experimental plans during our study by changing temperatures of ingredients and environment, total mass of dough, rotation speed and mixing duration as detailed in Table 2.1. The first one, from A to I, is designed to define the rotational speed and time conditions of the spiral mixer that result in the same dough properties and bread as with the standard French bread making with an oblique axis mixer (Mahot), as discussed by Chiron et al., (2008). The second one, from J to P, included modifications of dough mass, ingredient and environment temperatures as an attempt to decouple dough final temperature and specific energy (Della Valle et al., 2009). The last set of experimental points, from Q to X, was aimed to complete the preceding ones with extreme experimental conditions, regardless of the breadmaking performance, for providing experimental points for the learning phase of a neural network model of dough mixing (Lamrini et al., 2009).

Finally, the dough state conditions were assessed sensorially by the breadmaking expert (H. Chiron) according to the test baking procedure defined by AFNOR, (2002) norm V03-716, in order to assess the breadmaking performances of the mixing process. The dough was evaluated according to six different criteria namely, smoothness, stickiness, consistency, extensibility, elasticity and dough slackening. The maximum possible score for dough (24 points) was calculated by multiplying the total score for each criterion with a factor of 0.5 and the results are represented in Table 2.1.

2.4. Results and discussion

Figure 2.1 shows typical results for evolution of power, energy and temperature with respect to time obtained at three different speeds (80, 200 and 320 rpm) for samples B, A and C, respectively. The dough mixing curve is similar during pre-mixing stage (240 s) for all samples tested, while the differences appear only during the later stage of texturization because different speeds are applied and also because the dough displays a significant consistency, after homogenization. The rapid increase in power signal at the end of pre-mixing is due to the greater amount of energy provided for optimum dough development. Considering the similar evolution of power during pre-mixing, the results obtained during the texturization stage were used for comparison.

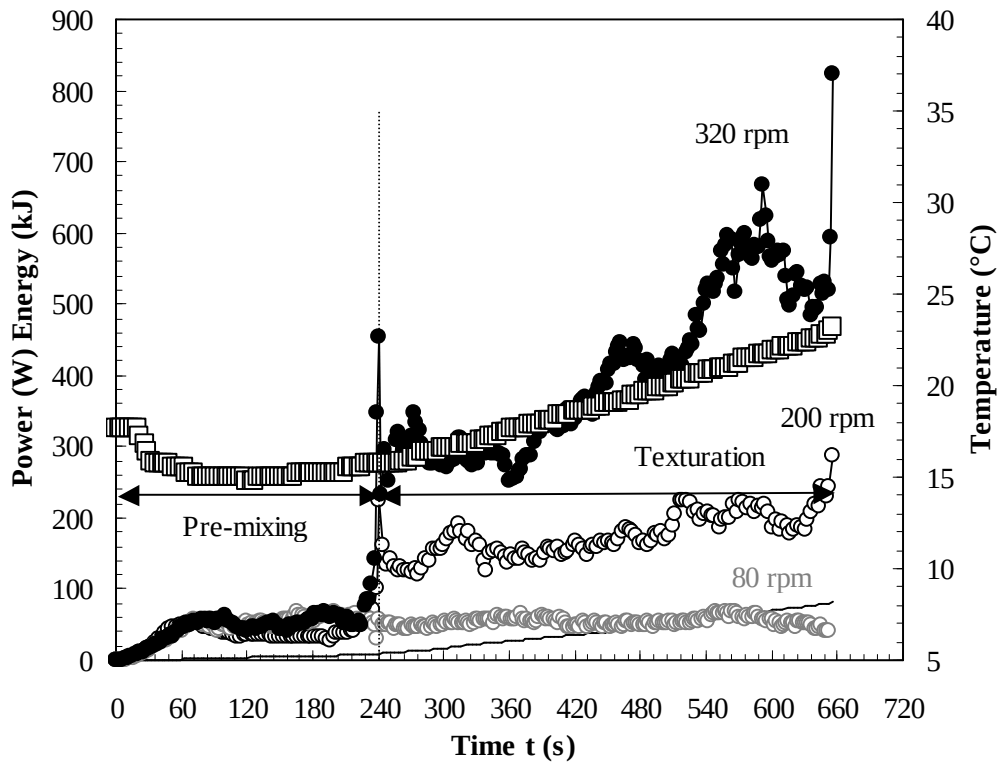


Figure 2.1: Evolution of power for sample A (O), B (O) and C (●) during mixing. The variation of energy (—) and temperature (□) is also shown for sample A

For this stage, the continuous increase of the mixing curve is different compared to the torque curve of mixing arm or stirrer for other dough mixers, such as Mixograph and Z-blade (Haraszi et al., 2008), or planetary mixer (Auger et al., 2008). The two first ones result in a curve displaying a maximum torque and a signal with large bandwidth, which detailed characteristics do not bring much information on dough mixing, whereas planetary mixer curve displays a lag phase before a rapid increase to optimum peak development. In addition to the power curve, monotonous temperature and energy curves are also observed (sample A), hence the total specific energy during texturization and the dough temperature at the end are used as characteristics of dough development under the different conditions of mixing.

The differences in dough behaviour, due to different conditions applied, are also apparent from the sensory assessment of dough, reported by dough score column (Table 2.1), which provides an overview of visual differences, thus underlining the effect of mixing conditions on breadmaking performances. This also suggests that doughs prepared under different mixing conditions will show differences in rheological properties.

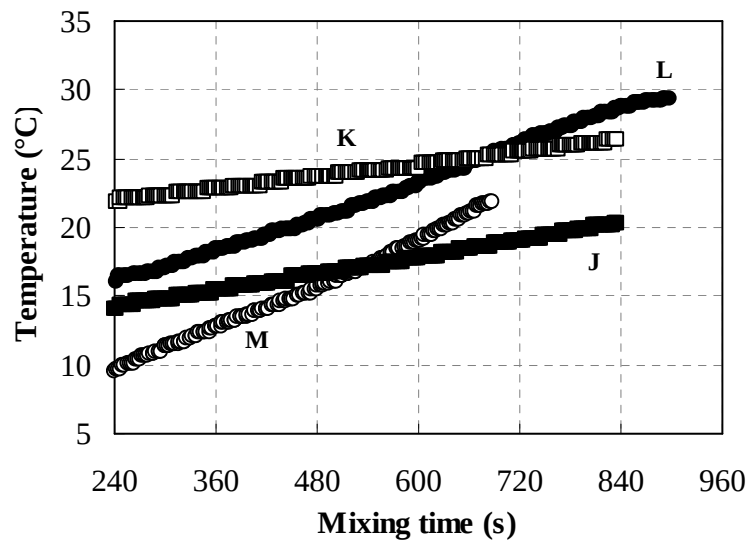


Figure 2.2: Differences in temperature rise due to different amount of energy inputs for samples J (■), K (□), L (●) and M (○)

The values of E_s and dough final temperature (T_d) obtained from these mixing curves varied from 13.5 (S) to 36 °C (X) and 5.1 (B) to 82.4 kJ/kg (X), respectively, as reported in Table

2.1. Values of specific energy have the same order of magnitude as those obtained for other mixers, whereas, the increase of dough temperature during mixing is reported here for the first time, up to our knowledge. As expected, the higher values of dough temperature and energy are due to the greater amount of power supplied for longer mixing times. Except when changing ingredient temperature, the temperature at end of pre mixing was 15 ± 1 °C. The increase in temperature (Figure 2.2) is mostly dependant on energy input during texturization stage, which is largely influenced by speed of mixing. Indeed, increasing speed during mixing increases power, as it has already been noticed for the Farinograph by Zounis and Quail (1997) with similar orders of magnitude of energy inputs; this result is expected to be due to the dissipation of heat in a viscous fluid, but it may also encompass an increase of consistency of the dough due the creation of the gluten network. For the same time of mixing, the increase of mixing speed increases energy and dough final temperature. It results in a good correlation between specific energy during texturization step and dough end temperature (T_d) ($r^2 = 0.79$). The slight scattering is mainly due to the points K and M performed at different temperature of ingredients (flour, water) in order to decouple E_s and T_d , leading respectively to high temperature for low energy (K) and high energy for low temperature (M), than the general trend. The resulting mixing curves and dough temperature are displayed in Figure 2.3, where the variations were also represented for the complementary points J and L. These figures show that for low energy ($E_s \approx 20$ kJ/kg) the change of temperature between J and K does not modify significantly mixing curves; conversely, the increase T_d for larger energy inputs (50 kJ/kg), and therefore of heat dissipation, reduces the difference of initial dough temperature, i.e. at the end of homogenization, due to difference of flour temperature, between M and L. Indeed the temperature rise (ΔT_d) is well correlated with respect to specific energy during texturization E_s ($r^2 = 0.80$); by including the (A) point, this correlation confirms that the power accurately reflects the mechanical input from the spiral torque. Moreover, the decrease of T_d when increasing energy beyond 70 kJ/kg suggests either over mixing or an increase of thermal losses due to the heat exchange between dough and environment during mixing. Finally, comparison between points C and Q shows that the increase of dough mass only induced a slight increase of E_s and dough final temperature T_d , both by a factor of 10 %, likely due to the longer mixing time and the reduction of heat losses.

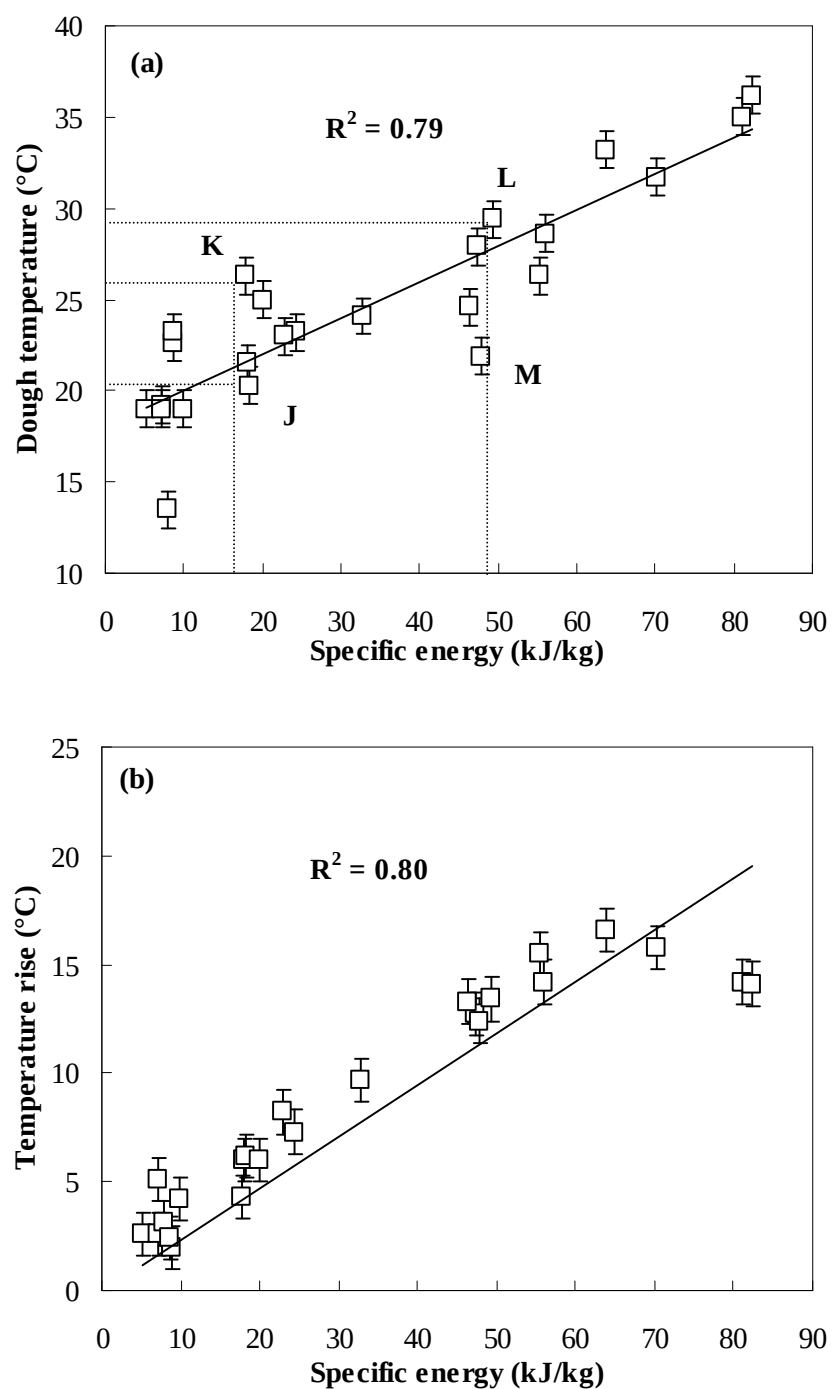
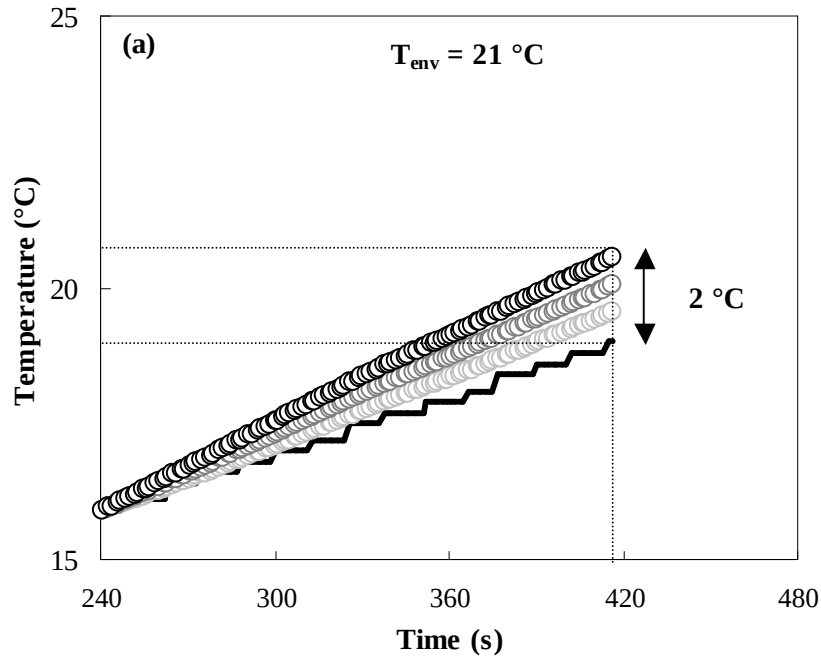


Figure 2.3: Variations of dough end temperature (a) and (b) temperature increase during texturization with respect to specific energy

2.4.1. Energy Balance and heat losses

The specific mechanical energy E_s dissipated in the dough is not being totally converted in the temperature increase, the heat losses during mixing must be taken into account. However, measuring the heat exchanges of the dough with its environment in detail is a difficult task, because dough is in contact with stainless steel wall of the bowl and atmosphere on its upper side. So we assumed that, in a first approach they could be related to convection and represented by an overall heat exchange coefficient as suggested in eq. (2.5) between the dough and its environment. As we have not observed reliable information in literature describing heat exchange coefficient of dough during mixing, we have examined the sensitivity of its value ($1 < h < 100 \text{ W/m}^2/\text{°C}$) on the evolution of computed dough temperature for three typical cases according to the value of the temperature of environment T_{env} relative to experimental values of dough temperature at the end of homogenization, T_{fp} , taken as initial value for computed T_{d} , and



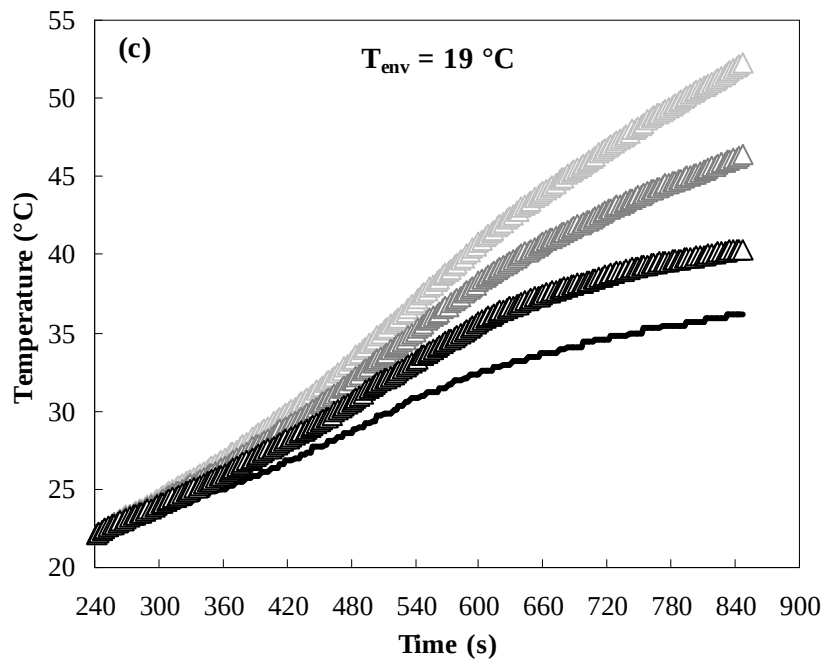
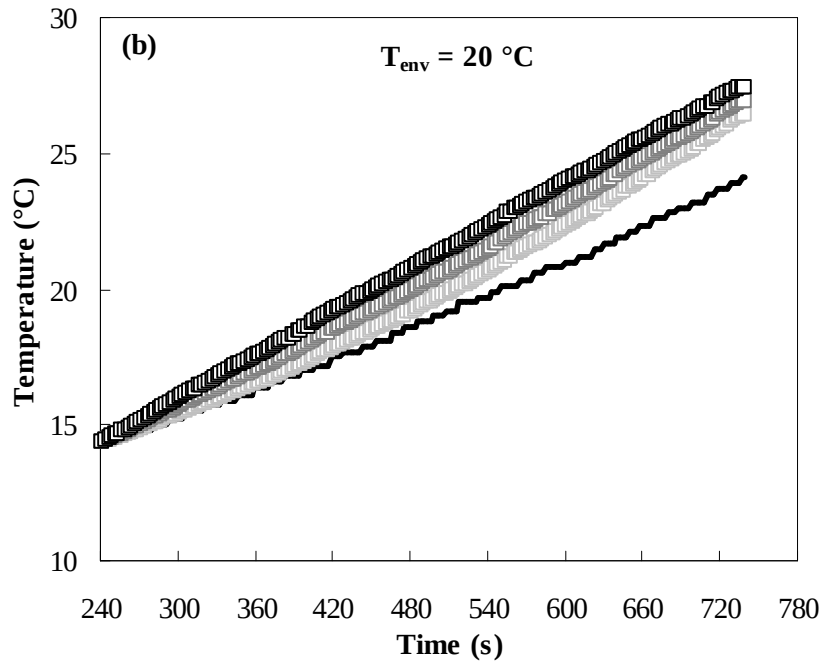


Figure 2.4: Experimental (—) and calculated temperature for different values of heat transfer coefficients h (a) $=1$ (b) 50 and (c) $100\text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}$ for samples E (O), N (□) and X (Δ) corresponding to low, medium and high dough end temperatures, respectively

T_d value: (a) $T_{fp} < T_d < T_{env}$, (b) $T_{fp} < T_{env} < T_d$ and (c) $T_{env} < T_{fp} < T_d$. Computation of T_d evolution was performed for points E, N, X, respectively, and three values of $h = 1, 50, 100$ $W/m^2/^\circ C$.

As a result, Figure 2.4 shows the comparison of the results of these computations, noted T_{dcal} , with the experimental evolution of T_d . Significant differences between the experimental and calculated temperature only appear at the end of texturization, giving a maximum difference of 2 $^\circ C$ in case (a) (point E, Figure 2.4 a); the difference between final temperature is slightly reduced when decreasing the value of the coefficient of heat exchange equivalent from 100 to 1 $W/m^2/^\circ C$. In case (b), difference between calculated and measured temperature becomes significant around 500 s, when $T_{dcal} > T_{env}$, but, again, it is not very sensitive for the values of h (Figure 2.4 b). The differences between experimental and computed temperature curves are more clearly observed for dough sample X (Figure 2.4 c), mixed at higher speed. Clearly, in this case, taking $h = 100$ $W/m^2/^\circ C$ allows to obtain a temperature curve closer to the experimental one, likely because it allows to take fairly heat losses into account.

To check the relevance of this value, in the absence of real information about heat exchange coefficient under such conditions, we chose to apply the relation obtained experimentally by Todd (1988), for twin screw extrusion of synthetic polymers, which is another case of assessing heat transfer at the wall of stirring highly viscous medium:

$$h = 0.69 \times \frac{k}{R_e} \left[\frac{R_e^2 N \rho_d}{\eta} \right]^{0.28} \left[\frac{C_p^2 \eta}{k} \right]^{0.33} \left[\frac{\eta}{\eta_p} \right]^{0.14} \quad (2.9)$$

Where k is the thermal conductivity, N is the angular speed, η the mean viscosity, η_p the viscosity estimated at the wall of the mixing bowl and R_e corresponds to the height of dough ($H_d \approx 0.026$ m). The thermal conductivity was 0.35 $W/m^2/^\circ C$ and the gap between mixing bowl and arm was taken equal to 2 mm. Mean viscosity was computed from flow curves determined under shear by Rouillé et al., (2005), taking extreme values of angular speed as values of shear rate, about 8 to 32 rd/s , the extreme values experimented here; it was assumed to be reduced by a factor of 50 at the wall gap, both assumptions allowing to account for the highly shear-thinning behaviour of wheat flour dough. After applying eq. (2.9), the heat exchange coefficient took a

minimum value ($h \approx 30 \text{ W/m}^2/\text{°C}$) at lower angular speed and a maximum one ($h \approx 90 \text{ W/m}^2/\text{°C}$) at 30 rad/s.

So, given the preceding results of sensitivity, it seems sensible to use the value of $h = 100 \text{ W/m}^2/\text{°C}$ for computing T_d and compare results with the experimental temperature and their values are reported in Table 2.1. The minimum (15 °C) and maximum (40 °C) temperatures calculated from the model are close to the experimental ones. The comparison between dough end temperature (T_d) and temperature calculated from the energy balance (eqs. 2.4 to 2.8), with $h = 100 \text{ W/m}^2/\text{°C}$, shows a good agreement ($r^2 = 0.90$), whatever the level of specific energy may be, as illustrated by Figure 2.5.

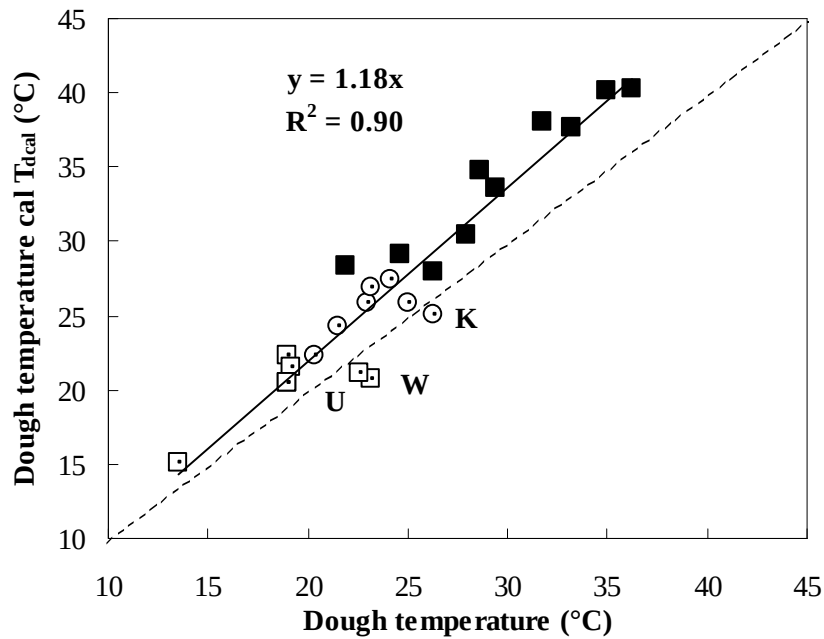


Figure 2.5: Comparison of measured dough end temperature and temperature calculated from model ($h = 100 \text{ W/m}^2/\text{°C}$) at low (□), medium (○) and high (■) values of specific energy during texturization

The main lack of fit results from points for which $T_d > T_{dcal}$, i.e. K, W and U. Those experiments were characterized by low mixing speed ($N \leq 140 \text{ rpm}$) and large temperature at the end of homogenization ($T_{fp} \geq 20 \text{ °C}$), due to high temperature of water ($T \geq 19 \text{ °C}$). All these

conditions should lead to limited heat losses and maybe the value of heat transfer is too high in this case. Indeed, T_{dcal} takes values about 10 % larger than T_d , since coefficient of regression is 1.18. This slight discrepancy is significant, since it is larger than the experimental uncertainty and it maybe due to, either an underestimation of the heat losses, or an internal consumption of energy through the structural modifications of dough. However, this last interpretation is difficult to ascertain since the creation of gluten network results from a continuous succession of rupture of bonds (endothermic) and creation of cross-linkages (exothermic).

2.4.2. Assessing dough rheology during mixing

The energy balance shows that mechanical energy input produces heat by viscous dissipation. This phenomenon can be classically expressed by:

$$\rho_d \cdot E_s = K \cdot N^{n+1} \cdot \Delta t \quad (2.10)$$

where ρ_d is the density of dough, N the angular speed (rad/s) and E_s is the average specific mechanical energy during the time interval of texturization Δt , K is a constant depending on mixer geometry and wheat flour dough rheology, whereas n is the flow index of wheat flour dough. The volumic power can be derived from this equation (2.10) and is given by:

$$P_v = \rho_d \cdot E_s / \Delta t = K \cdot N^{n+1} \quad (2.11)$$

To check the validity of eq. 2.11, the variations of P_v with N are represented for different values of time during the second stage of mixing, let us say after 180, 300, 420 and 600 sec of texturization (Figure 2.6). As found in first results (Figure 2.1) there is an increase in volumic power on increasing the angular speed for different samples. From these curves, it is possible to identify the values of K and n after fitting by a power function. A very good agreement with high correlation coefficients is found ($r^2 \approx 0.97$). The lack of fit and discrepancy of experimental points may be due to the rise in temperature especially at higher work inputs, since dough rheological properties may be affected by temperature. Indeed, the temperature varies from 12 to 27 °C after 180 sec of texturization and between 19 and 36 °C, for samples texturized for 600 sec but no simple trend is found for temperature influence at given values of velocity and texturization time.

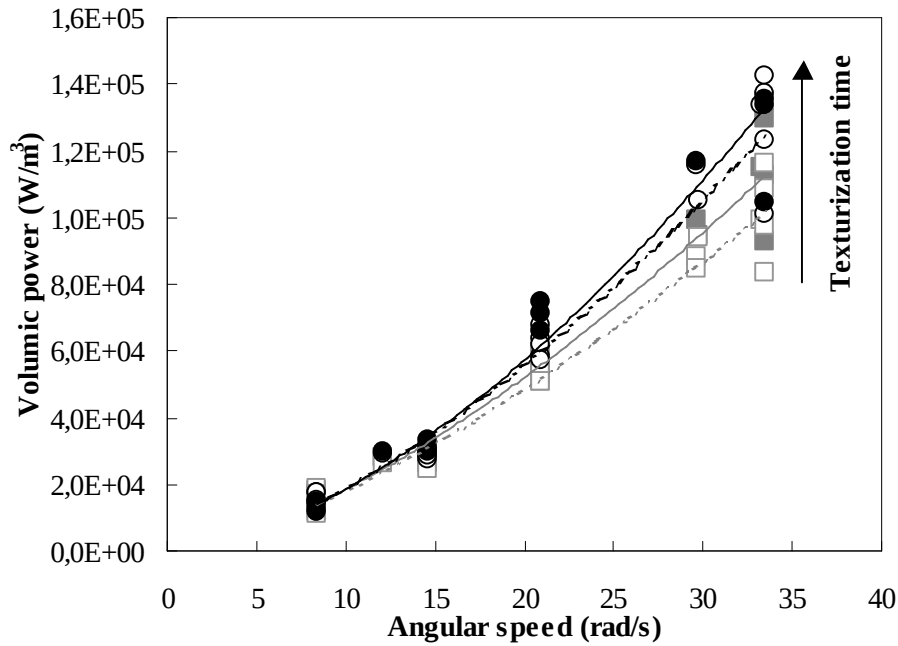


Figure 2.6: Variation of volumic power with angular speed after different texturization time 180 ($\square$), 300 ($\blacksquare$), 420 (O) and 600 s ($\bullet$) fitted according to eq.(11)

In spite of this uncertainty, it can clearly be seen that the values of n increase from 0.44 to 0.63 with increasing texturization time, while K shows opposite trend from 657 to 427 Pa.s ^{n} by increasing texturization duration. These variations may reflect structural changes in the wheat flour dough. Indeed, the velocity increase results in development of the gluten network, responsible for viscoelastic properties of dough. At the end of pre-mixing, dough can be broken easily and only the consistency of dough is observed, like for highly concentrated suspension, giving large K values. After texturization, the elasticity of the network is increased due to the creation of intermolecular bonds. This interpretation would be in line with the observations of Auger et al., (2008) who found that the texturization phase consisted of the development of gluten strands starting at the end of a lag phase which could be considered as the homogenization phase here, and the increase of coefficient n might reflect the alignment of these strands.

Table 2.2: Values of n and K in eq. 2.11 obtained from volumic power measured at different times of texturization

Variables	n	K	r ²
Texturization time (s)		Pa.s ⁿ	
180	0.44	657	0.969
300	0.5	590	0.974
420	0.56	514	0.974
600	0.63	427	0.977

For a non Newtonian viscous fluid, the viscosity of which is given by the classical power law $\eta = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$, $\dot{\gamma}$ being the average shear rate, the volumic power dissipated is defined by:

$$P_v = \eta \dot{\gamma}^2 = K \cdot \dot{\gamma}^{n+1} \quad (2.12)$$

Assuming there is a linear relationship between the average shear rate and the angular velocity of mixing equipment, as for instance done by Maingonnat et al., (2008) for shear-thinning fluid, according to the principle of Metzner and Otto, (1957):

$$\dot{\gamma} = K_s \cdot N \quad (2.13)$$

Where K_s is a characteristic of each mixer kinematics. The extended analysis of the spiral mixer using Newtonian fluid of similar viscosity value is out of the scope of the study but, at least, by comparison of eqs. (2.11) and (2.12), assuming that n takes the same value, we can write:

$$P_v / N^2 = \eta \cdot K_s^2 = K \cdot N^{n-1} \quad (2.14)$$

So, using this last equation and the values obtained in Table 2.2, values of P_v/N^2 can be plotted against N. The results can be compared to the classical shear flow curve $\eta(\dot{\gamma})$ determined by Bonnand-Ducasse et al. (2010) determined on dough for the same wheat flour, by creep/recovery rheological tests (Figure 2.7). This flow curve, fitted by Cross equation,

approaches a Newtonian plateau at low shear rate and exhibits shear thinning behaviour at higher shear rates. The curves obtained with eq. (2.14) for dough mixed at different texturization times fall close to the master curve $\eta(\dot{\gamma})$ in the range, 5 to 40 s^{-1} . By projection of these data on the master curve, we can deduce, using eq. (2.14), that $K_s \approx 1.55$; this value can provide an indication on the shear effect of the mixer on the dough, and the same approach for other mixers may lead to comparison according to shear and elongational effects.

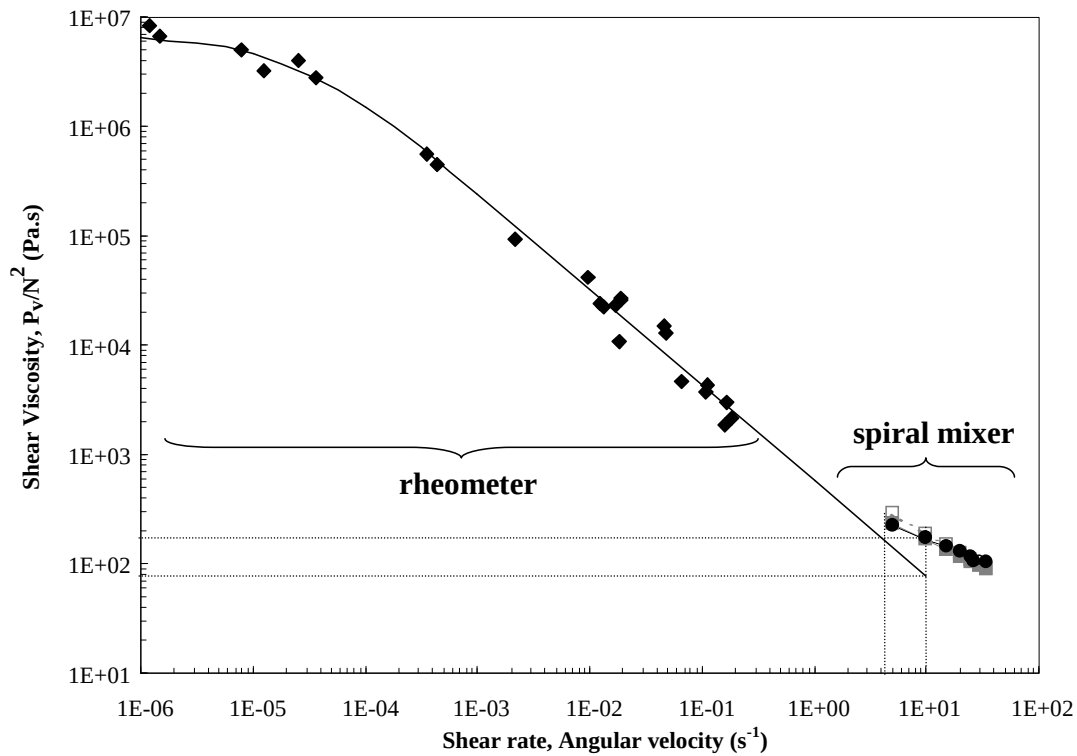


Figure 2.7: Viscosity versus shear rate variations derived from power (speed) results obtained for dough mixed for 180 ($\square$), 300 ($\blacksquare$), 420 (O) and 600 ($\bullet$) seconds of texturation, compared with control dough and experimental data ($\blacklozenge$) fitted to cross model from Bonnand-Ducasse et al.,(2010)

2.5. Conclusion

Varying different parameters of mixing with a spiral mixer, like mixing speed, time results in significant changes of energy input and temperature in wheat flour dough during this first breadmaking step. As expected, the greater the mixing speed, the higher the energy input and the final dough temperature confirming the importance of viscous dissipation. However, it was possible to decouple mechanical energy and temperature by modifying the temperature of ingredients. The heat exchanges between dough and environment are significant, as shown by a simple energy balance of the texturization phase, which led to a good agreement between measured temperatures and computed using a global heat coefficient of $100 \text{ W/m}^2/\text{°C}$. These data can be used to assess the viscous behaviour of wheat flour dough and the comparison of the flow curves obtained for different times of texturization shows shear thinning behaviour and agree with typical flow curve for higher shear rates. This comparison allows to determine a constant of the spiral mixer that could be compared to other geometries in order to determine those which favour shear or elongationnal flow. These results will be used in further studies on dough rheology and proofing.

Acknowledgements

The authors highly acknowledge the Higher Education Commission of Pakistan and CEPIA-INRA for financial support to this work developed in the frame of ANR-Incalin project managed by N. Perrot (INRA-GMPA). The authors also thank L. Morel-Fatio, D. Rabouin and F. Lopez-Romero for their technical contribution to this work during their training period at BIA.

References

- AFNOR. (2002). "BIPEA, standard method for French breadmaking." V03-716 .
- Anderssen, R. S. (2007). "Wheat-flour dough rheology." In: Belton, P. (Ed.), The Chemical Physics of Food. Blackwell Publishing, Oxford.
- Andrieu, J. and E. Gonnet. (1989). "Thermal conductivity and diffusivity of extruded durum wheat pasta." Lebensmittel - Wissenschaft + Technologie **22**: 6-10.
- Angioloni, A. and M. Dalla Rosa. (2005). "Dough thermo-mechanical properties: influence of sodium chloride, mixing time and equipment." Journal of Cereal Science **41**(3): 327-331.
- Auger, F., M. H. Morel, J. Lefebvre, M. Dewilde and A. Redl. (2008). "A parametric and microstructural study of the formation of gluten network in mixed flour-water batter." Journal of Cereal Science **48**: 349-358.
- Belton, P. S. (2005). "New approaches to study the molecular basis of the mechanical properties of gluten." Journal of Cereal Science **41**(2): 203-211.
- Binding, D.M., M. A. Couch, K. S. Sujata and M. F. Webster. (2003). "Experimental and numerical simulation of dough mixing in filled geometries." Journal of Food Engineering **58**: 111-123.
- Bloksma, A. H. (1990). "Rheology of the breadmaking process." Cereal Foods World **35**: 228-236.
- Bonnand-Ducasse, M., G. Della Valle, J. Lefebvre and L. Saulnier. (2010). "Effect of wheat dietary fibres on bread dough development and rheological properties." Journal of Cereal Science **52**(2): 200-206.
- Campbell, G. M. and P. Shah. (1999). "Entrainment and disentrainment of air during dough mixing, and their effect on scale-up of dough mixers." Bubbles in Food, American Association of Cereal Chemists, St Paul, Minnesota, USA.
- Charun, E., J. Abecassis, A. S. Contamine, B. Vergnes and M. H. Morel. (2000). "Effects of temperature and mechanical input on semisweet biscuit (cookie) quality and dough characteristics." Cereal Chemistry **77**: 265-271.
- Chin, N. L., P. J. Martin and G. M. Campbell. (2004). "Aeration during bread dough mixing: I. Effect of direction and size of a pressure step-change during mixing on the turnover of Gas." Food and Bioproducts Processing **82**(4): 261-267.

- Chiron, H., P. Courcoux, G. Della Valle and L. Morel-Fatio. (2008). "Conduit de pétrissage: du bras oblique à la spirale et bilan énergétique". Industries des Céréales **159**: 32-33.
- Connelly, R. K. and J. L. Kokini. (2004). "The effect of shear thinning and differential viscoelasticity on mixing in a model 2D mixer as determined using FEM with particle tracking." Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics **123**(1): 1-17.
- Delaplace, G., R. Guerin, J. C. Leuliet and R. P. Chhabra. (2006). "An analytical model for the prediction of power consumption for shear-thinning fluids with helical ribbon and helical screw ribbon impellers." Chemical Engineering Science **61**(10): 3250-3259.
- Della Valle, G., H. Chiron, F. L. Romero and A. Shehzad. (2009). "Bilan d'énergie du pétrissage". Industries des Céréales **164**: 28-29.
- Dobraszczyk, B. J. and M. P. Morgenstern. (2003). "Rheology and the breadmaking process." Journal of Cereal Science **38**(3): 229-245.
- Haraszi, R., O. R. Larroque, B. J. Butow, K. R. Gale and F. Bekes. (2008). "Differential mixing action effects on functional properties and polymeric protein size distribution of wheat dough." Journal of Cereal Science **47**(1): 41-51.
- Lamrini, B., G. Trystram, G. Della Valle, H. Chiron, C. Trelea and N. Perrot. (2009). "A dynamic artificial neural network based model to describe bread dough proofing." Poster. EFFoST annual meeting, Budapest, Nov. 11-13th, 2009.
- Maingonnat, J. F., J. L. Doublier, J. Lefebvre and G. Delaplace. (2008). "Power consumption of a double ribbon impeller with newtonian and shear thinning fluids and during the gelation of a iota-carrageenan solution." Journal of Food Engineering **87**(1): 82-90.
- Mani, K., A. C. Eliasson, L. Lindahl and C. Tragardh. (1992). "Rheological properties and breadmaking quality of wheat flour doughs made with different dough mixers." Cereal Chemistry **69**(2): 222-225.
- Martin, P. J., N. L. Chin and G. M. Campbell. (2004). "Aeration During Bread Dough Mixing: II. A Population Balance Model of Aeration." Food and Bioproducts Processing **82**(4): 268-281.
- Metzner, A. B. and R. E. Otto (1957). "Agitation of non-Newtonian fluids." AIChE Journal **3**(1): 3-10.
- Miller, S. (2003). "Controlling dough development." In: Cauvain, S.P. (Ed.), Breadmaking: Improving Quality. Woodhead Publishing Ltd., UK: 401-421.

- Ndiaye, A., G. Della Valle and P. Roussel. (2009). "Qualitative modelling of a multi-step process: The case of French breadmaking." Expert Systems with Applications **39**(2): 1020-1038.
- Peighambardoust, S. H., E. Fallah, R. J. Hamer and A. J. van der Goot. (2010). "Aeration of bread dough influenced by different way of processing." Journal of Cereal Science **51**(1): 89-95.
- Peighambardoust, S. H., A. J. van der Goot, R. M. Boom and R. J. Hammer. (2006). "Mixing behaviour of a zero-developed dough compared to a flour-water mixture." Journal of Cereal Science **44**(1): 12-20.
- Rouillé, J., G. Della Valle, J. Lefebvre, E. Sliwinski and T. van Vliet. (2005). "Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components." Journal of Cereal Science **42**(1): 45-57.
- Roussel, P. and H. Chiron. (2002). "Les pains français. Evolution, qualité, production." Mae Erti Ed. Vesoul, France. 433p.
- Shehzad, A., H. Chiron, G. Della Valle, K. Kansou, A. Ndiaye and A. L. Réguerre. (2010). "Porosity and stability of bread dough during proofing determined by video image analysis for different compositions and mixing conditions." Food Research International **43**(8): 1999-2005. Thèse doctorat. Université de Nantes, France. Détermination par d'analyse d'images vidéo de la porosité et la stabilité de la pâte à pain durant la fermentation pour différentes compositions et conditions de pétrissage, Chapter IV.
- Todd, D. B. (1988). "Extruder dynamics for reactive processing." SPE ANTEC Technical Papers **34**: 54.
- Zounis, S. and K. J. Quail (1997). "Predicting test bakery requirements from laboratory mixing process." Journal of Cereal Science **25**: 185-196.

3. Chapitre. III

Propriétés rhéologiques de pâtes de farine de blé pour différentes conditions de pétrissage

Article. 2

Rheological properties of wheat flour dough for different mixing conditions

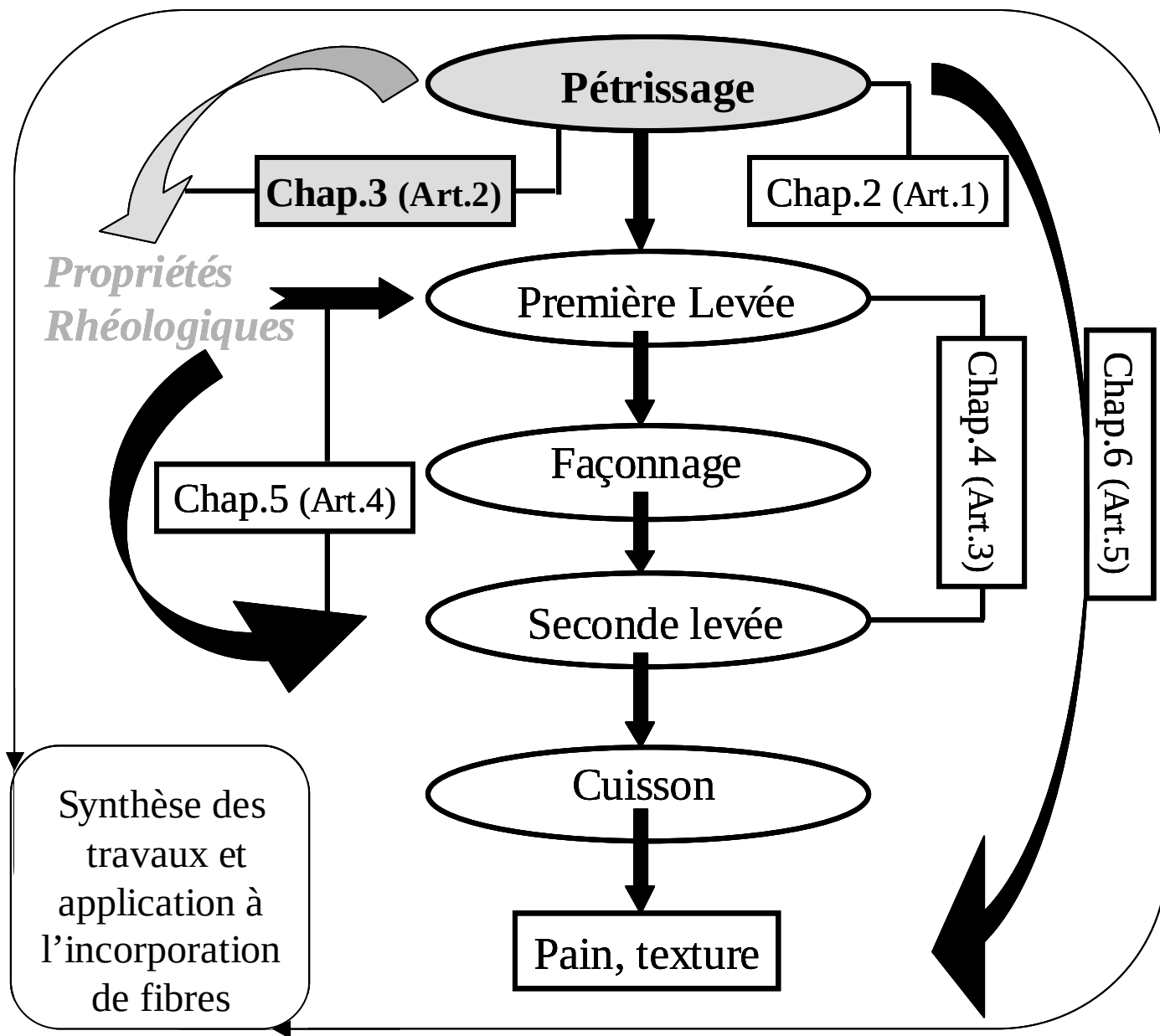


Schéma du processus de panification et plan de la thèse

Le pétrissage a un rôle déterminant, mais relativement méconnu sur le développement du réseau de gluten, responsable des propriétés viscoélastiques de la pâte. En effet, à ce jour, aucune relation pertinente n'a été établie entre les conditions de mélange et les propriétés rhéologiques de la pâte, alors que les pratiques de pétrissage sont très diverses ne serait-ce qu'en termes de cinématique. Dans ce chapitre, les propriétés rhéologiques ont été mesurées en faibles et grandes déformations pour des pâtes pétries selon des conditions définies au chapitre précédent (Chapitre II), pour différents niveaux d'énergie spécifique E_s .

Pour chaque condition, le comportement thermo-viscoélastique des pâtes non fermentées a été déterminé par analyse thermomécanique dynamique (DMA), pour deux périodes de repos de la pâte après pétrissage. Les propriétés bi-extensionnelles (viscosité, indice de rhéo-durcissement SHI) ont été mesurées par le test de compression uniaxial en conditions lubrifiées (LSF, « Lubricated Squeezing Flow »). Ces deux tests ont été choisis pour leur aptitude à prévoir le comportement de la pâte pendant la cuisson (DMA) et la fermentation (LSF).

Les thermogrammes acquis en DMA ont montré une augmentation du module de stockage entre 55 et 70 °C, caractéristique de la réticulation du gluten, et du gonflement des grains d'amidon. Cette augmentation peut être évaluée par le rapport entre module maximum ($T \approx 75$ °C) et minimum ($T \approx 50$ °C) ; ce rapport des modules dépend peu du temps de repos, et tend à décroître en fonction de E_s (10 - 80 kJ/ kg). Ce résultat suggère que le réseau des protéines a été renforcé à l'issue du pétrissage pour des niveaux de l'énergie élevés, limitant ainsi les effets de la thermoréticulation ou du gonflement des grains d'amidon pendant le chauffage. En revanche, les propriétés mesurées en grandes déformations varient dans une moindre mesure en fonction des conditions de pétrissage. Si les variations de viscosité élongationnelles peuvent être prises en compte par une loi de puissance du type $\eta = K \dot{\epsilon}^{n-1}$, l'influence des variables du pétrissage, et en particulier de E_s , est moins nette. En effet, outre un accroissement en fonction de E_s , l'indice de consistance ($K = 3500-9400 \text{ Pa.s}^{0,35}$, pour une déformation biaxiale $\epsilon_b = 0,75$) est également affecté par la durée du pétrissage. L'indice de rhéodurcissement SHI varie trop peu (1,2 - 2,0) pour qu'une tendance nette puisse être décelée. Ces résultats suggèrent néanmoins que la structure du réseau de gluten est modifiée à la fois par le niveau d'énergie et l'intensité du traitement pendant le mélange. Ils pourront être utilisés afin de déterminer leur impact sur les comportements ultérieurs de la pâte au processus de panification, notamment pendant la fermentation.

Rheological properties of wheat flour dough for different mixing conditions

A. Shehzad, L. Chaunier, H. Chiron, G. Della Valle^{*}, D. Lourdin

Corresponding author. Mail address : dellaval@nantes.inra.fr

Tel: 33 (0)2 40 67 50 00 fax: 33 (0)2 40 67 50 43

INRA, UR 1268 Biopolymères Interactions & Assemblages (BIA), BP 71627, 44316

Nantes Cedex 3, France

3.1. Abstract

Mixing has a well-known role in the development of the gluten network, responsible for the viscoelastic properties of dough that will affect bread properties. However, the relations between mixing conditions and dough rheological properties are still unclear. During this study, small and large deformation rheological properties were measured at different energy levels during mixing in order to determine their impact on subsequent behaviour in breadmaking process. Initially, the specific energy dissipated during mixing (SME) was assessed by measuring the power consumed (torque). This quantity was uncoupled from the final temperature of the dough (13 – 36 °C) with the help of an experimental plan involving mass of dough (3 – 4.95 kg), the rotational speed of spiral (80 – 320 rpm), temperature of ingredients (3 – 22 °C) and mixing time (7 – 15min). For each condition, the thermo-viscoelastic behaviour of non yeasted doughs was determined by DMA, for two rest times, and bi-extensional properties (viscosity, strain hardening index SHI) were measured by lubricated squeezing flow (LSF). The thermograms showed an increase in storage modulus between 55 and 70 °C, characteristic of the cross linking of gluten, and swelling of starch granules. This increase is a decreasing function of SME (10 – 80 kJ/kg). This result suggests that protein aggregation may have been initiated at the end of mixing for higher energy levels and may hinder further cross-linking of gluten and starch granules swelling upon heating. For large elongational deformation the changes in elongational viscosity can be taken into account by a power law but the influence of mixing variables is less clear. Nevertheless, mixing duration has a significant influence on the consistency index ($K = 3500 - 9400 \text{ Pa.s}^{0.35}$ for biaxial deformation, $\epsilon_b = 0.75$) and SHI (1.2 – 2.0). These results suggest that the structure of gluten network is modified both by energy level and intensity of treatment during mixing.

Keywords: Dough mixing; Dough rheology; Specific mechanical energy; Storage modulus; Elongational viscosity; Strain hardening index

3.2. Introduction

The rheological properties of wheat flour dough are important during different stages of baking because they contribute to the performance of breadmaking process and, consequently, the quality of bread obtained (Bloksma, 1990). These properties depend on the structure and arrangement of constituents as a result of mixing process. The mixing has an important role in the construction of the gluten network, responsible for the viscoelastic properties of dough. While a huge body of scientific results is available concerning the rheological properties of wheat flour dough, mainly to elucidate its structure (Dobraszczyk and Morgenstern, 2003), few of them deal with their relation to mixing. Indeed, the geometry and operation of mixer will develop dough texture, aeration and rheology to different extents (Campbell and Shah, 1999). Different attempts have been made to study the effect of mixing conditions like speed, energy, time and temperature in order to relate the mechanical dough development during mixing to rheological properties. Basaran and Göçmen (2003) have shown that the energy values of dough samples mixed at low temperature were higher than those mixed at higher temperature and that maximum resistance to extension increases with decreasing dough temperature.

Actually, the gluten network is mechanically developed through the extension and shear actions of mixing arm, a rotating part which may be a blade, a spiral, a cylinder. The work input of dough mixing involves a combination of different shear and elongational deformations (Jongen et al., 2003). Both, the shear and extensional properties contribute to the resistance of dough to deformation (Zheng et al., 2000) but the type of deformation applied during mixing is of crucial importance for the development of dough and the structure of the gluten network (Peighambaroust et al., 2006). The rheological properties of dough at small deformations (dynamic measurements) have been extensively studied by Dynamic Thermo-Mechanical Analysis (DMA) and recently related to its behaviour during baking (Rouillé et al., 2010). DMA can be used to continuously monitor the time and temperature dependent behaviour of dough and interpret it by changes in polymer structure (Weipert, 1997). By studying the influences of mixing and rest time on physicochemical properties of wheat flour dough by small deformation dynamic tests, Kim et al., (2008) found a decrease in storage modulus (G') for underdeveloped dough, during the initial resting period, whereas over mixed

dough showed opposite trends. G' values did not vary for optimally mixed dough, during the resting period investigated. By increasing mixing time, Mani et al., (1992) found a decrease in storage modulus whereas Zheng et al. (2000) reported an increase. Rao et al., (2000) found that stress relaxation behavior of all doughs was positively correlated with mixograph mixing time. Connelly and McIntier (2008) showed that along with the mixing duration and resting time, mixing speed and type of mixers are also important for results obtained from small-amplitude oscillatory rheological tests made on fully developed nonyeasted and inactivated yeast dough formulations mixed at various speeds using the Brabender Farinograph and the Bohlin ReoMixer. They showed that small-amplitude oscillatory strain did not show differences due to mixing speed, although they found differences between the yeasted and non yeasted formulations, particularly for yeasted doughs, mixed in two different mixers. To characterize the stress relaxation modulus of the doughs, small amplitude oscillatory tests were performed by Ng et al., (2006) on different samples mixed in a mixograph. The rheological experiments were performed on the Filament Stretching Rheometer (FISER) and the Sentmanat Extensional Rheometer (SER) over a large range of strain rates in order to extract parameters relevant to bread making process. The constitutive equation showing linear viscoelastic response of wheat flour dough was capable of describing large deformations in shear and elongation.

For large strain measurements, Uthayakumaran et al., (2002) showed that gluten dough possessed greater shear and elongational viscosities than flour dough and these differences were larger at lower shear and elongation rates. The extensional rheological properties and the strain hardening index of wheat flour dough are commonly determined by compression under lubricated conditions, known as "Lubricated squeezing flow (LSF)". It is believed that good breadmaking wheat varieties show greater strain hardening and extensional viscosity (Dobraszczyk and Roberts, 1994; Wikström and Bohlin, 1999a; Wikström and Bohlin, 1999b). Dobraszczyk and Morgenstern (2003) stated that strain hardening index (SHI) is a sensitive indicator of entanglements and long chain branching of HMW gluten polymers. Numerous approaches to analyse squeeze flow behaviour of wheat flour doughs, involving complex flow behaviour, have been previously described (Launay and Michon, 2008) and the results of these studies show their influence on loaf volume and cell creation (Kokelaar et al., 1996; Rouillé et al., 2005). Kouassi-Kofi et al., (2010) discussed the roles of viscoelasticity and lubricant thinning and compared the results of LSF test performed at constant plate speed and constant extension rates; they found that an increase in consistency index with extension may be associated to a strain-hardening phenomenon.

But still, no attempt has been made to relate these properties to mixing conditions. Besides the continuously evolving structure of gluten network, one of the difficulties in performing such experiments is the difference in strain and strain rate imposed by the processes on one hand and by rheometers on the other hand. More intensive and systematic monitoring of the mixing process is needed, and experiments should also be designed to study the combined effect of mixing parameters on rheological behaviour both at small and large deformations. The approach applied in this paper focuses on the relationship between mixing and rheological properties determined at low strain with DMA and large strain using LSF. The aim of this work is to measure these rheological properties for different conditions of mixing, in order to determine their impact on dough behaviour in the later operations of the process of baking.

3.3. Materials and methods

3.3.1. Ingredients

Flour with 11 % protein and 14 % water contents, was a commercial grade flour provided by Minoterie Giraudineau, France. Other ingredients used for dough preparation were water (62 %), table salt (2 %) and ascorbic acid (40 ppm) as detailed in Table 2.1 of Chapter II (Article 1). No yeast was added. All these ingredients were standard commercial grade and doughs were prepared by applying different mixing conditions.

3.3.2. Preparation of doughs

Doughs were mixed with a spiral mixer (Diosna, Osnabrück, Germany) equipped with a software for monitoring of electric power and dough temperature (T_d), as described in our preceding work (Chapter II, Article 1). During pre-mixing stage ingredients were mixed at a speed of 100 rpm for initial 4 min for all dough compositions. The differences in mixing conditions appear during second stage of mixing i.e. texturation stage, where different mixing speeds ranging from 80 to 320 rpm, were applied. The ingredients were mixed for a total duration of 4 to 15 min. The temperature of ingredients varied from 3 to 22 °C. The mixer records the power and dough temperature during mixing. This allows the calculation of specific energy (E_s), which is required together with final dough temperature T_d to characterize mixing of dough samples for further comparison. These values are reported in Table 2.1 (Chapter II, Article 1).

At the end of mixing, two small dough pieces were taken, one for immediate rheological measurement, at t_0 (≈ 30 min) and another at $t_1 = t_0 + 90$ min rest at 25 °C. Given the amount of water added for mixing, the water content of the dough pieces, on a total basis, was = 47 % (twb).

3.3.3. Rheological properties

The rheological tests were performed at small deformations by conducting dynamic measurements by thermo-mechanical analyses whereas properties at large deformations were determined by biaxial extension measurements. Details of the rheological measurements are given below.

3.3.3.1. *Dynamic thermomechanical analysis (DMA)*

The dynamic experiments were performed on a controlled strain dynamic mechanical analyser (DMA MK 3E, Rheometric Scientific, USA). The DMA was used in compression mode at a frequency of 1Hz with deformation amplitude of 0.1 %. The plate-plate geometry was used for the measurements, having a diameter of 17 mm and the gap between these plates was set to 3.2 mm. Small cylindrical samples of unyeasted doughs (≈ 0.9 g) were loaded between the plates after 30 min of dough rest time (t_0) at ambient temperature (25 °C). A second test was performed after 90 min of dough rest time (t_0). The extra portions of dough were trimmed off and drying out of the test piece was prevented by applying silicon grease (SuperLube, Bohemia, NY, USA) around the dough.

After loading, samples were rested for 5 min prior to testing. To maintain contact between plates and sample during temperature sweep, a constant static force (1.10^{-2} N), supposed to be negligible compared to moduli values, was applied. Temperature was increased from 22 °C to 120 °C at 3 °C/min. Dough portions were removed from the rheometer after measurement, and the plate surfaces were thoroughly cleaned with acetone to remove excess residue. The dynamic properties like E' , E'' and $\tan \delta = E''/E'$ were calculated through the data obtained by means of software RSI Orchestrator provided by Rheometric Scientific, USA. Here E' is the storage or elastic modulus and E'' the dissipative or viscous modulus.

3.3.3.2. *Lubricated squeezing flow (LSF)*

For the mode of extensional deformation (large deformation), the dough pieces were divided into 5 g samples, and then placed in Teflon cylinders lubricated with paraffin oil (viscosity ≈ 110 -230 mPa.s) and left for 1 hour at 25 °C. The samples were removed from the moulds of homogeneous cylinders ($h = 14$ mm) and placed between two parallel plates, made up of Teflon, lubricated with paraffin oil. The lubrication of plates avoids shear at wall during deformation and ensures consequently that deformation is essentially biaxial extension. Furthermore, it helps to avoid drying out of the dough during measurements.

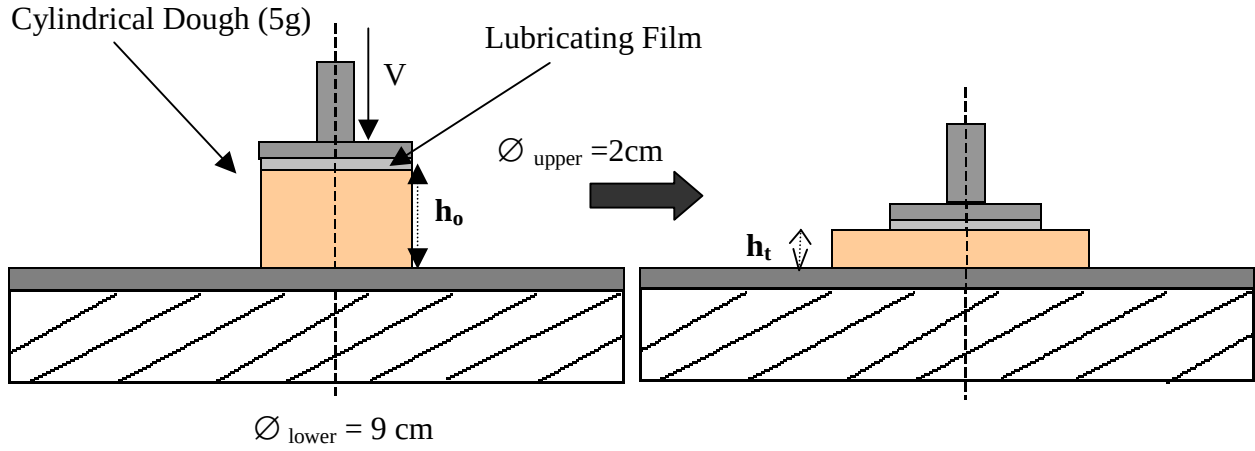


Figure 3.1: Biaxial extension of a dough cylinder by lubricated squeezing flow at h_0 and h_t indicating the diameters of upper and lower plates

The test was performed on variable volume basis during which the upper compression disk ($\varnothing_{\text{upper}} = 20 \text{ mm}$, area A_c) and the sample have the same diameter, but the lower plate was much larger ($\varnothing_{\text{lower}} = 90 \text{ mm}$), as shown in Figure 3.1. This procedure is suitable for high moisture doughs ($\text{MC} = 47 \%$) in French breadmaking. The upper plate was connected to the mobile crosshead through a compression machine (INSTRON 1122, Instron Inc., Canton, MA) equipped with a force captor covering a range of $0 - 100 \text{ N}$. The cylindrical shaped dough samples were compressed to a final height of 1 mm at a constant speed ($V = 5, 10$ and 100 mm / min), as represented in Figure 3.2 a. The measurements were repeated 4 times. The applied force $F \text{ (N)}$ is directly converted to stress $\sigma \text{ (Pa)} = F/A_c$. The biaxial deformation during compression is calculated by the method used by van Vliet et al.,(1992):

$$\varepsilon_b = -\frac{1}{2} \ln \frac{h(t)}{h_0} \quad (3.1)$$

h_0 and $h(t)$ correspond to the initial height and the height during testing at time t , respectively.

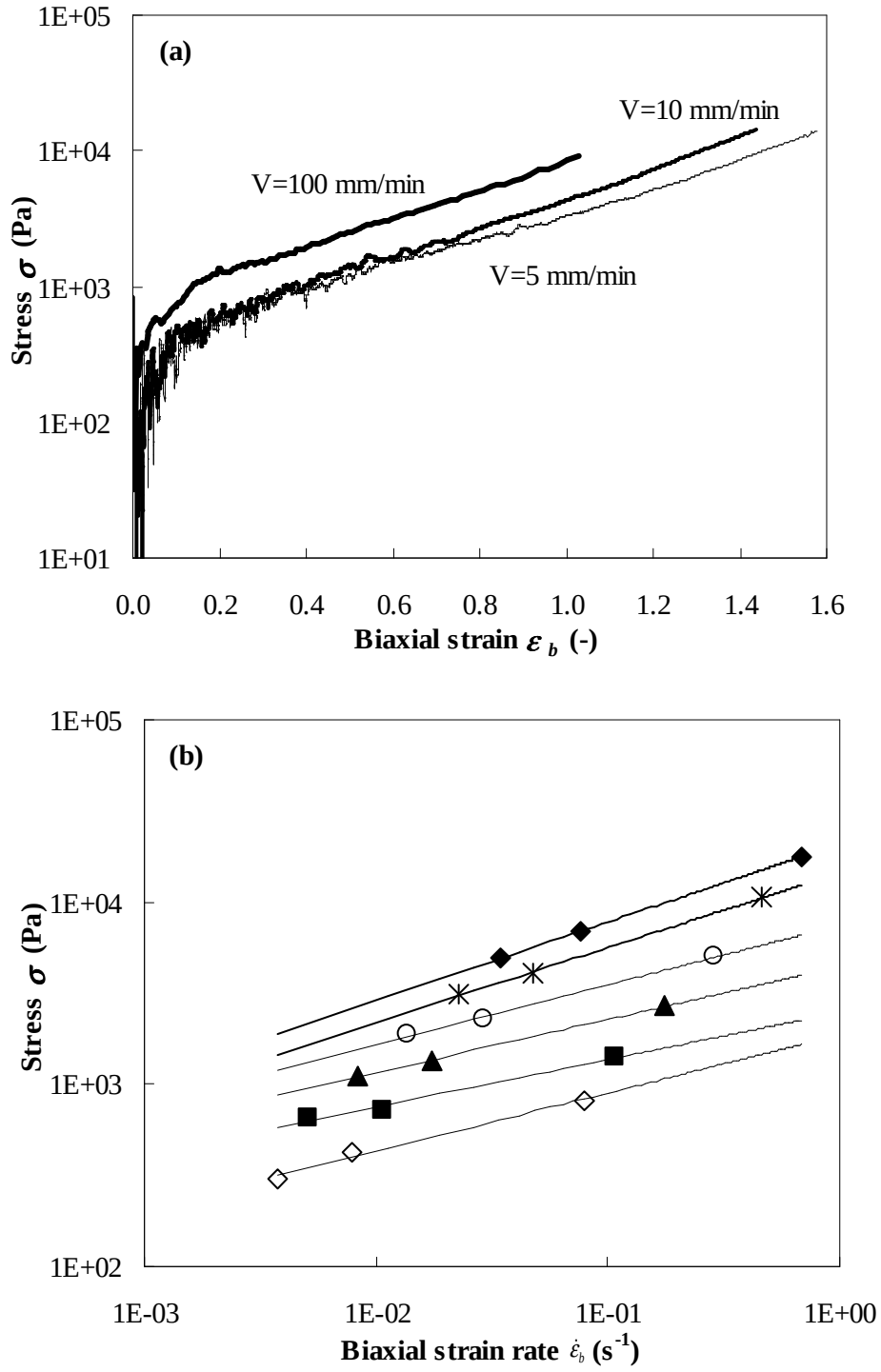


Figure 3.2: Variations of stress with respect to (a) deformation (σ vs. ϵ_b), for three different compression speeds during LSF tests (dough A), (b) the strain rate (σ vs. $\dot{\epsilon}_b$) for different deformations, increasing from bottom to top. $\epsilon_b = 0.1$ ($\diamond$), 0.25 ($\blacksquare$), 0.50 ($\blacktriangle$), 0.75 ($\circ$), 1.0 ($*$), 1.25 ($\blacklozenge$)

The stress is obtained as a function of biaxial strain (ε_b) and, for a given strain ($\varepsilon_b = 0.1, 0.25, 0.5, 0.75, 1.0$) can be represented according to the biaxial strain rate (Figure 3.2 b):

$$\dot{\varepsilon}_b = -\frac{V}{2h(t)} \quad (3.2)$$

In logarithmic coordinates, the slope of these curves $\sigma(\dot{\varepsilon}_b)$ defines the flow index n . Then we can compute the elongationnal viscosity (η) from the values of stress and strain rate ($\dot{\varepsilon}_b$) for each biaxial strain (ε_b).

$$\eta = K(\dot{\varepsilon}_b)^{n-1} \quad (3.3)$$

Here, K is the consistency and n the flow indexes, respectively.

The dough has an elastic component and a viscous component, the stress required to deform the sample depends on the strain and strain rate. Thus, for a constant biaxial strain rate $\dot{\varepsilon}_b = 0.01 \text{ s}^{-1}$, quite close to the values encountered during fermentation (Bloksma, 1990), the curve $\ln(\sigma) = f(\varepsilon_b)$ is plotted and its slope $\left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \varepsilon_b}\right)_{\dot{\varepsilon}_b = \text{cst}}$ defines the strain hardening index (SHI). Strain hardening is the property according to which stress increases more than the proportional increase of elongational deformation or strain.

3.4. Results and discussion

3.4.1. Dough mixing

The differences of power evolution for samples mixed at different speeds have been shown in Chapter II (Article 1). They contribute to the differences in overall behaviour of dough at the end of mixing process. The premixing stage where ingredients are mixed together is discarded and in the following, power and energy values will refer only to the texturization stage, for which time and spiral speed have been varied (Table 3.1). The results obtained from dough mixing curves are used for calculation of specific energy. Similar evolution of temperature and energy is also observed. Table 2.1 (Chapter II, Article 1) shows the values of specific energy (E_s) and dough final temperature (T_d) determined from these mixing curves, varying from 13.5 (S) to 36 °C (X) and 5 to 82 kJ/kg, respectively. Greater variations (12 -135 W/kg) were observed in values of specific power (P_s).

Table 3.1: Mixing conditions along with the values of $E'_{\max}/E'_{\min}$, SHI, K and n

Parameters	Time	Speed	Power	$E'_{\max}/E'_{\min}$	SHI	K (0.75)	n
Samples/Units	sec	rpm	W/kg			Pa.s ⁿ	
A	420	200	58	16	1.57	7455	0.33
B	420	80	12.1	12.7	1.69	8343	0.38
C	420	320	133.3	11.8	1.38	9452	0.38
D	660	200	71.8	15.5	2.02	7183	0.37
E	180	200	55.1	19.7	1.23	3952	0.23
G	250	116	28.5	18.4	1.83	5391	0.26
H	250	284	91.7	20.1	1.44	6102	0.28
I	590	116	30.4	21.8	1.74	4357	0.33
J	600	140	30.5	22.1	1.44	5548	0.34
K	600	140	29.6	22.6	1.49	5658	0.31
L	660	200	74.9	21.2	1.53	5252	0.30
M	450	284	106.2	10.3	1.62	6362	0.30
S	450	80	17.9	18.5	0.95	5339	0.31
U	610	80	14.4	33.7	1.62	3545	0.30
W	610	80	14	26	1.25	4966	0.36
X	610	320	135	17	1.96	7502	0.29

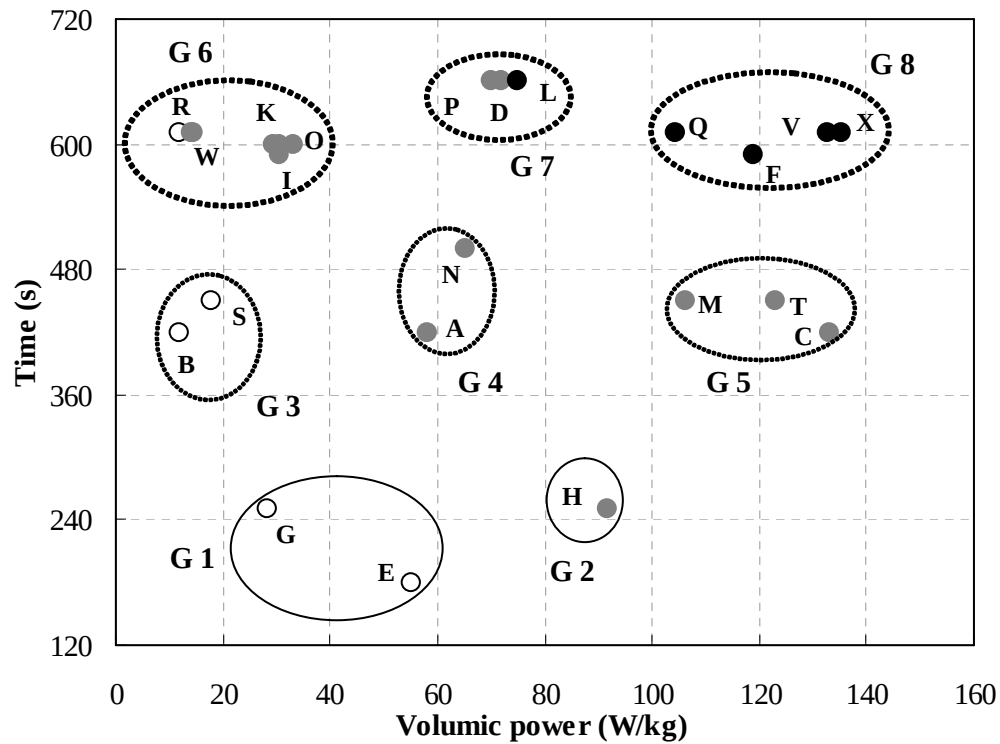


Figure 3.3: Representation of all experimental points at low, (O, 13.5-19 °C), medium (◐, 20-28.5 °C) and high (●, 29-36 °C) dough temperatures (T_d). Different groups are identified for selection of points during rheological fermentation studies

Figure 3.3 represents different experimental points at low, (13.5 - 19 °C), medium (20 - 28.5 °C) and high (29 - 36 °C) dough temperatures (T_d). Eight different groups are identified depending upon their position in graph due to differences in mixing duration and power value from Groupe 1 (G1) representing the points mixed for shorter duration of time with lower dough temperature to G8 mixed for longer duration at higher power values. The selection of experimental points was made, at least one sample from each group, in order to cover a domain of mixing conditions as large as possible whilst keeping samples which give reliable results in terms of repeatability, minimizing influence of t_0 and t_1 and for which fermentation trials could be achieved satisfactorily afterwards (Chapter V). It gives us 16 distinct experimental conditions, reported in Table 3.1, which will be used here during rheological studies and next to evaluate the relation between rheology and fermentation.

3.4.2. Small deformation

Figure 3.4 illustrates the thermo-viscoelastic behavior of dough determined by DMA for the two different times of rest, t_0 and t_1 ($= t_0 + 90$ min). It appears that samples exhibit similar characteristics, after both rest periods, by showing a decrease in elastic modulus to a temperature of 55 °C before a sharp increase between 55 and 70 °C. Then, the modulus decreases with temperature increase, showing a maximum value at 75 °C. The minimum (≈ 50 °C) and maximum (≈ 75 °C) values of modulus are related to the modulus obtained in the initial equilibrium ≈ 30 °C. The ratio of modulus $E'_{\min} / E'_0$ and $E'_{\max} / E'_0$ vary from 0.68 to 1.51 and 8 to 27, with average values of 0.83 and 16, respectively.

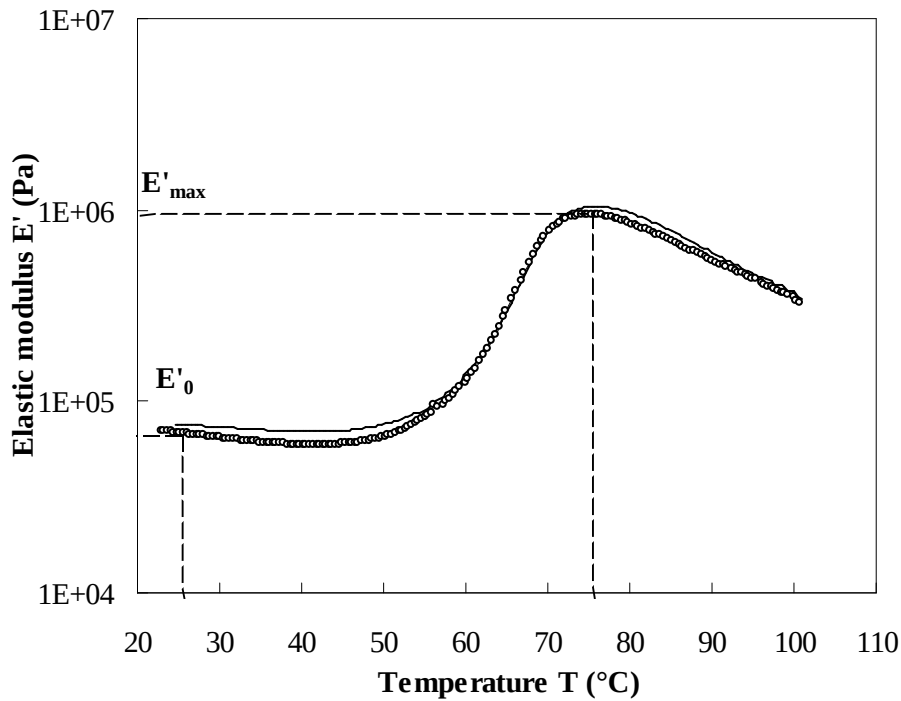


Figure 3.4: DMA thermograms for two rest times after mixing. A (t_0 O t_1 —)

The decrease up to 55 °C is due to the increased mobility of gluten (Bloksma, 1990), whereas the sharp increase between 55 and 70 °C is characteristic of gluten cross linking and swelling of starch granules (Rouillé et al., 2010). This increase reflects a substantial increase in dough rigidity, which agrees with the results reported by Attenburrow et al., (1990), who found that the dynamic storage modulus of flour dough began to increase at 60 °C. Rouillé et al., (2010) found that it could be better explained by dough stiffening due to gluten aggregation rather than by the swelling of starch granules.

To assess the influence of mixing on dough behavior, the ratio ($E'_{\max} / E'_{\min}$) of the maximum value of storage module ($E'_{\max}$) to minimum value ($E'_{\min}$) obtained at 50 °C is calculated. Correlation between values of modulus ratio at time t_0 and t_1 ($r^2 \approx 0.86$) suggests that dough rest time does not change significantly this ratio (Figure 3.5), or at least, that rest time has much less significant influence on thermorheological properties than mixing conditions.

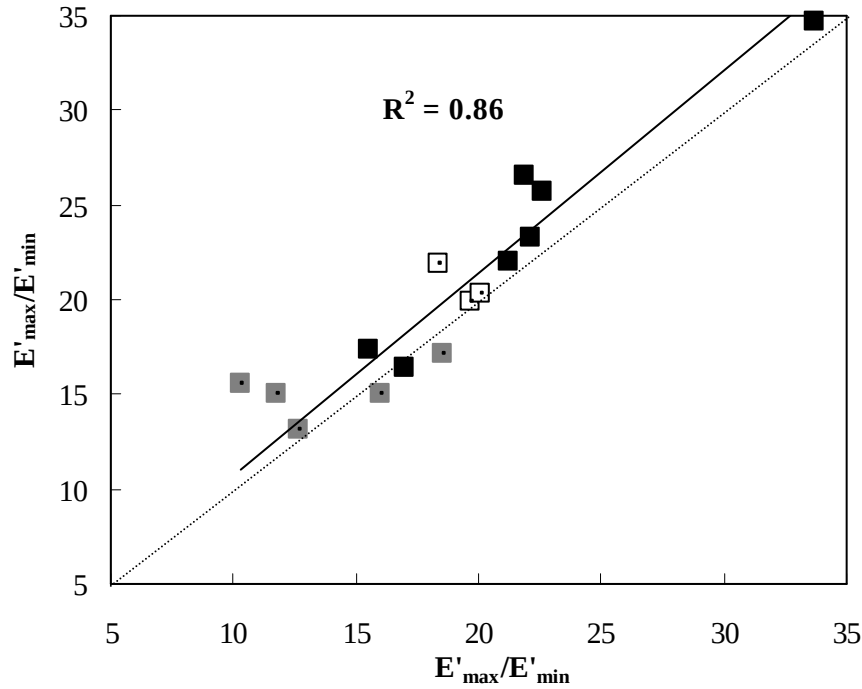


Figure 3.5: Comparison of values of ($E'_{\max} / E'_{\min}$) measured by DMA at t_0 and $t_0+90\text{min}$ for doughs mixed for shorter ($\square$, 180-250 sec), medium ($\blacksquare$, 420-450 sec) and longer ($\blacksquare$, 590-660 sec) duration of texturization

The dough samples mixed for medium duration (optimally mixed doughs, 420 – 450 sec) show lower values of storage modulus, while, with few exceptions, the overmixed doughs (590 – 660 sec) show opposite trends. The undermixed doughs (180 – 250 sec) show intermediate results. The results are different to those obtained by Kim et al., (2008), who showed a decrease in storage modulus for undermixed doughs, whereas overmixed doughs showed opposite results, during the initial resting period. The optimally mixed dough did not vary at all during the resting period investigated. These differences between our results and theirs might be due to different conditions of mixing applied in our study. There might be the influence of specific energy, as in our case, the storage modulus ratio varies inversely with energy, showing maximum values at lower energy values. Taking this result into account, the

variations of modulus ratio will be examined in the following only for rest time t_0 as storage modulus is not sufficiently modified during dough rest.

Indeed, both, the specific energy and mixing duration affect the modulus ratio (Figure 3.6). Figure 3.6 a illustrates the effect of specific energy on the modulus ratio for three different groups of samples mixed at low (180 – 250 sec), medium (420 – 450 sec) and higher (590 – 660 sec) time durations. There is a general trend showing that the modulus ratio decreases but the results are more significant for the doughs mixed for longer duration ($t \geq 10$ min), for which this decrease follows a power law of exponent -0.25 ($r^2 = 0.74$). For samples mixed for average duration ($t \approx 6 - 7$ min), there is still a decreasing trend, whereas for the lower mixing durations ($t < 5$ min) there is no clear dependence of modulus ratio on specific energy during mixing. The marked decrease observed for larger mixing times has never been observed before, up to our knowledge. It suggests that higher values of specific energy favor the stiffening of the dough. Thus, according to the preceding hypotheses for this stiffening, the decrease of modulus ratio shows that either starch granules swelling is reduced or thermal reticulation of gluten network is less sensitive, upon heating. Whatever the explanation may be, both phenomena may be due to the formation of a stronger network after mixing at higher energy: a stronger gluten network limits starch granules swelling and/or it is also less modified during heating. This is in agreement with Auger et al., (2008), underlining the effect that higher energy input was needed for the development of stronger gluten network. Along with energy, mixing speed is also important as lower values of storage modulus were observed for higher speed values, thus showing an inverse relation with mixing speed. The importance of mixing speed was also shown by Connelly and McIntier (2008), who showed that optimum development of dough is observed at higher mixing speeds.

But these results also show that the network structure is also affected by mixing duration specially for lower energy values ($E_s \leq 20$ kJ/kg) as illustrated by Figure 3.6 b and the quadratic correlation ($r^2 = 0.65$). For these low levels of energy, the gluten network is underdeveloped and heating will likely induce intramolecular cross-linking and creation of aggregates because proteins have not been unfolded sufficiently; the resulting stiffening upon heating will thus be less significant, unless sufficient time (≥ 10 min) has been spent during mixing.

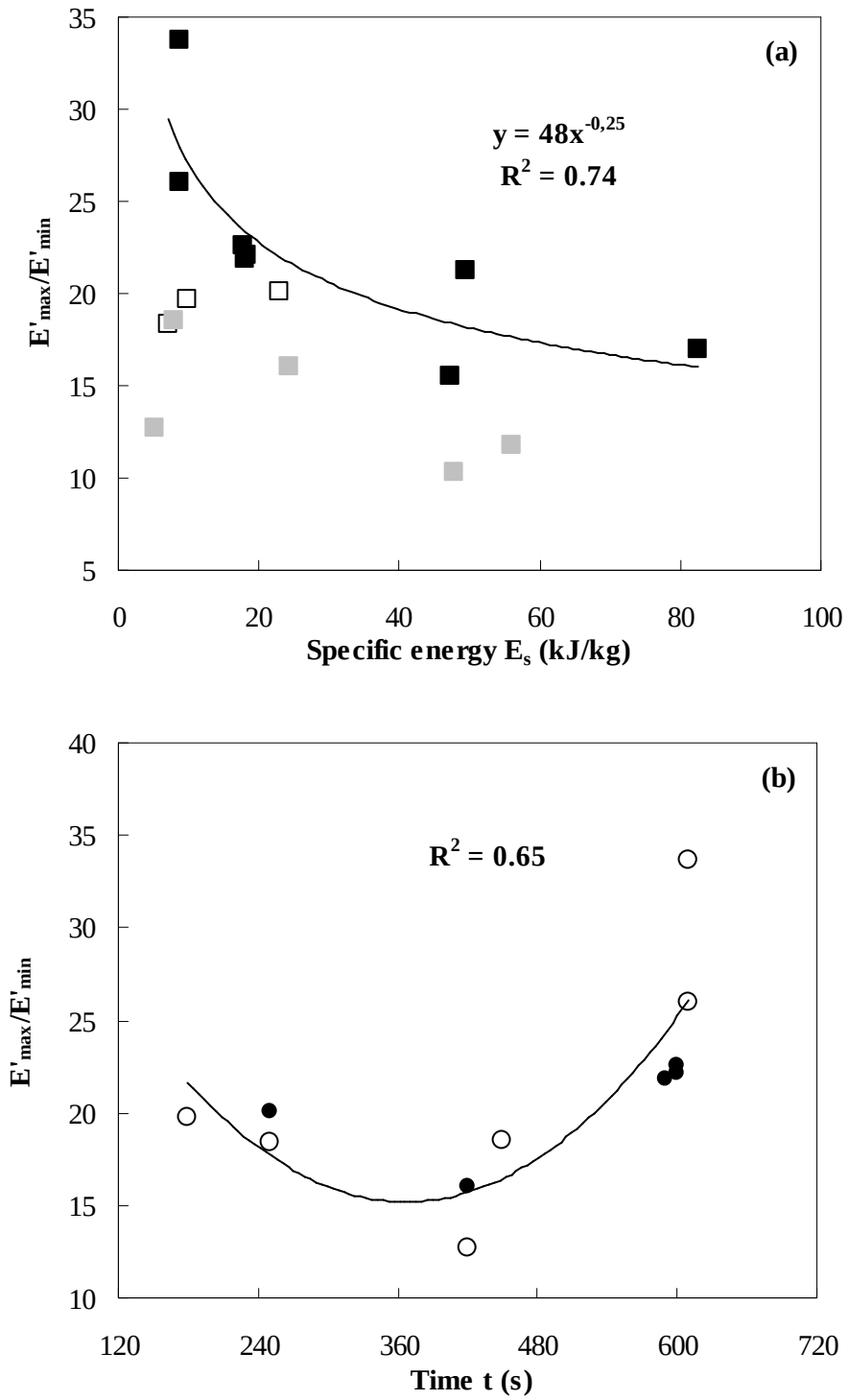


Figure 3.6: Variations of the elastic module $E'_{\max}/E'_{\min}$ as a function of (a) specific energy at low ($\square$, 180-250 sec), medium ($\blacksquare$, 420-450 sec), and higher ($\blacksquare$, 590-660 sec) time values and (b) time for $E_s \leq 20$ kJ/kg. 10 (O) and 20 (●) kJ/kg

This result suggests that, at least for this type of mixer, 10 min and 20 kJ/kg are threshold values for the creation of gluten network that allow processability through breadmaking.

Actually, mixing for longer duration of time at higher energy inputs contributes to the development of gluten network due to aggregation of proteins and glutenins entanglement. This network is responsible for viscoelastic behavior of dough or in other words low deformation properties. Bache and Donald, (1988) upon studying the structure of gluten network in dough by using environmental scanning electron microscopy showed that the gluten network is not observed for shorter mixing duration (30 s to 5 min). However, prolonged mixing at higher energy values contributes to development of gluten network, promoting viscoelastic properties at small deformation.

3.4.3. Large deformation

Measurements performed by LSF, for different deformation values $0.1 < \varepsilon_b < 1.25$, showed good repeatability for 4 replicates. Biaxial viscosity η is calculated from stress value and biaxial deformation rate $\dot{\varepsilon}_b$, for each value of ε_b , and it was represented in Figure 3.7, for $\varepsilon_b = 0.75$, which shows that wheat dough has strain rate thinning properties. It covers rather a narrow range (10^{-2} - 1 s^{-1}) depending on the strain value, in agreement with Janssen et al., (1996) and Rouillé et al., (2005).

The bi-extensional flow behavior of doughs prepared under different mixing conditions can be illustrated by the comparison of flow curves, for the same value of biaxial strain $\varepsilon_b = 0.75$; they all exhibit similar behavior (Figure 3.7 a). Dough X mixed under highest specific energy and for a longer duration has higher elongational viscosity value compared to other doughs, mainly at lower strain rates. Conversely, dough E, mixed under lower specific energy and for shorter duration clearly has lower (about twice lower than X) viscosity values. Comparatively, sample K, mixed at low energy but for long time display viscosity values that increase for larger strains. Similar trend is observed for sample C mixed at high energy but shorter time, when compared to X.

As the dough behavior is characterized by a power law (eq. 3.3), the consistency index (K) and flow index (n) were calculated for each strain value, and the results are reported in Table 3.1 for a constant strain $\varepsilon_b = 0.75$. The values of n vary in a narrow interval (0.23 - 0.38), whereas those of K vary in a larger extent (3545 - 9450 Pa.sⁿ), with mean values of 0.32 and 6025 Pa.sⁿ, respectively.

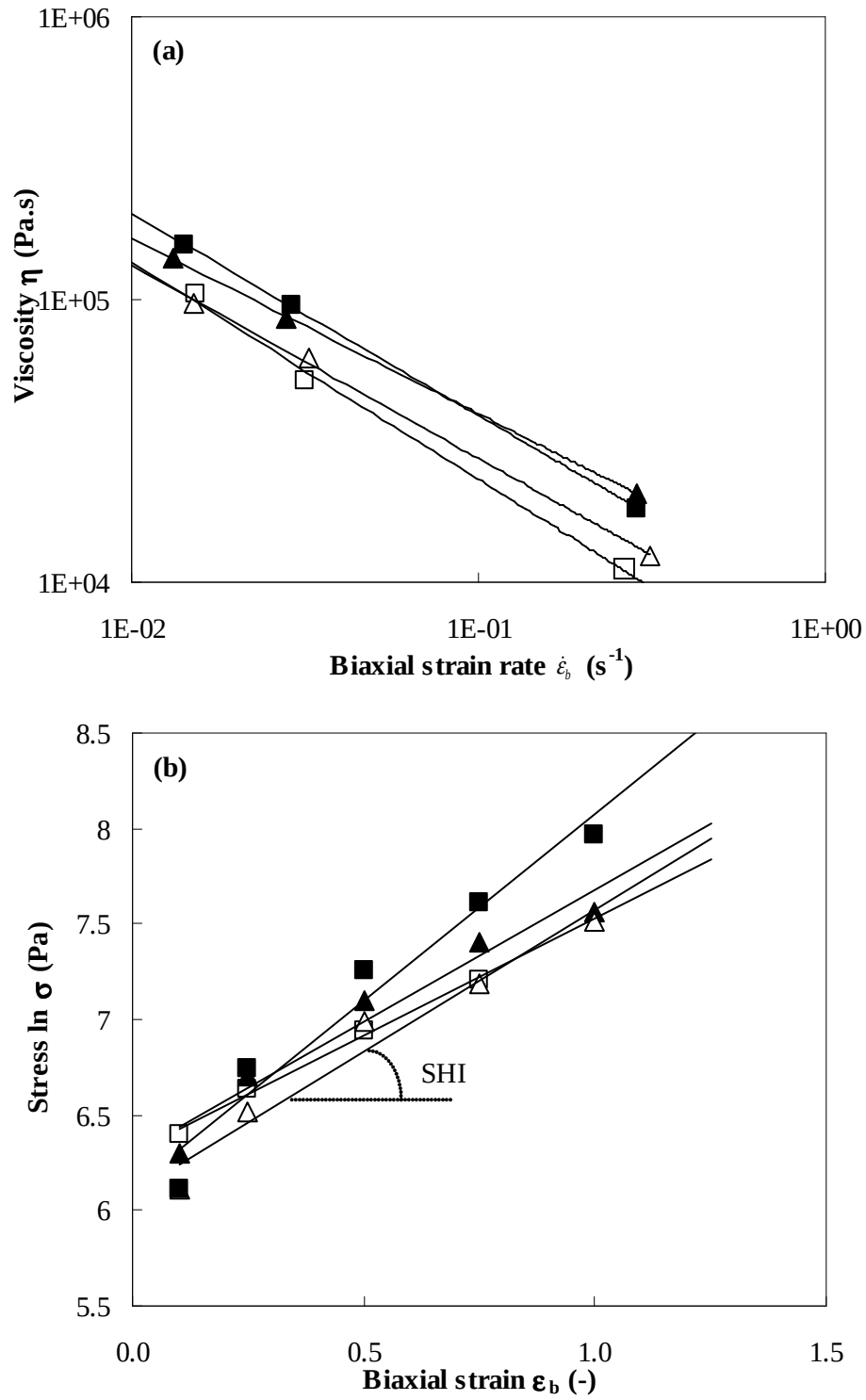


Figure 3.7: (a) Examples of results obtained for flow curves: η vs. $\dot{\epsilon}_b$ for $\epsilon_b = 0.75$. C ($\blacktriangle$), E ($\square$), K ($\triangle$), X ($\blacksquare$) and (b) Determination of strain hardening index, SHI, $\dot{\epsilon}_b = 0.01 s^{-1}$

These orders of magnitude for n are in agreement with the range of value encountered in preceding studies recalled by Launay and Michon (2008), who also confirmed that this value could be considered as independent from strain ε_b in a large range (0.1 to 1.0). More recently, Kouassi-Koffi et al., (2010) found the mean values of $n = 0.28 \pm 0.03$, while studying lubricated squeezing flow of wheat flour dough in constant plate speed mode. Conversely, there are fewer results concerning the values of K ; these values are found to increase with ε_b , in agreement with the trend generally encountered in the same range of strain. The average value (≈ 6 kPa.s) is very close to the one measured for a sample of flour dough mixed on a Mixograph at MC = 45% (twb) (Rouillé et al., 2005).

Figure 3.7 b shows the variations of stress with strain for a constant biaxial strain rate. The constant value of strain rate ($= 0.01 \text{ s}^{-1}$) is chosen since it is the closest value within experimental reach that is representative of the strain rate experienced by dough during proofing. The slope of the variations of stress $\ln(\sigma)$ as a function of biaxial strain (ε_b) gives the strain hardening index, SHI. All the SHI values, reported in Table 3.1, are larger than 1, except sample S, which shows that dough samples have strain hardening properties. According to Figure 3.7 b, again, sample mixed under higher specific energy (X) has a large value of SHI whereas sample E has a lower one, but for intermediate values, this trend is less clear, and mixing duration is likely important since sample K has a larger SHI value than sample C. The values of SHI vary from 0.95 to 2.02 with an average value of 1.55. The low value of SHI observed for sample S might be due to low specific energy ($= 8 \text{ kJ/kg}$) but also unusually low dough temperature (13.5°C) at the end of mixing.

These values are relatively higher than those (1 – 1.5) encountered by Rouillé et al., (2005), but rather lower than those found by Kokelaar et al., (1996) for gluten dough; they are in the same range as the values reported by van Vliet (2008), although protein content is lower in our case. High strain hardening and elongational properties are believed to contribute to the good baking quality (van Vliet et al., 1992) and some correlations are found with bread quality (Dobraszczyk and Morgenstern, 2003), so it is tempting to examine whether this property could be monitored by mixing operation.

Figure 3.8 a shows the consistency index K with respect to specific energy (E_s). The dough samples mixed for low (180 – 250 sec) and medium (420 – 450 sec) duration of time do not show any correlation.

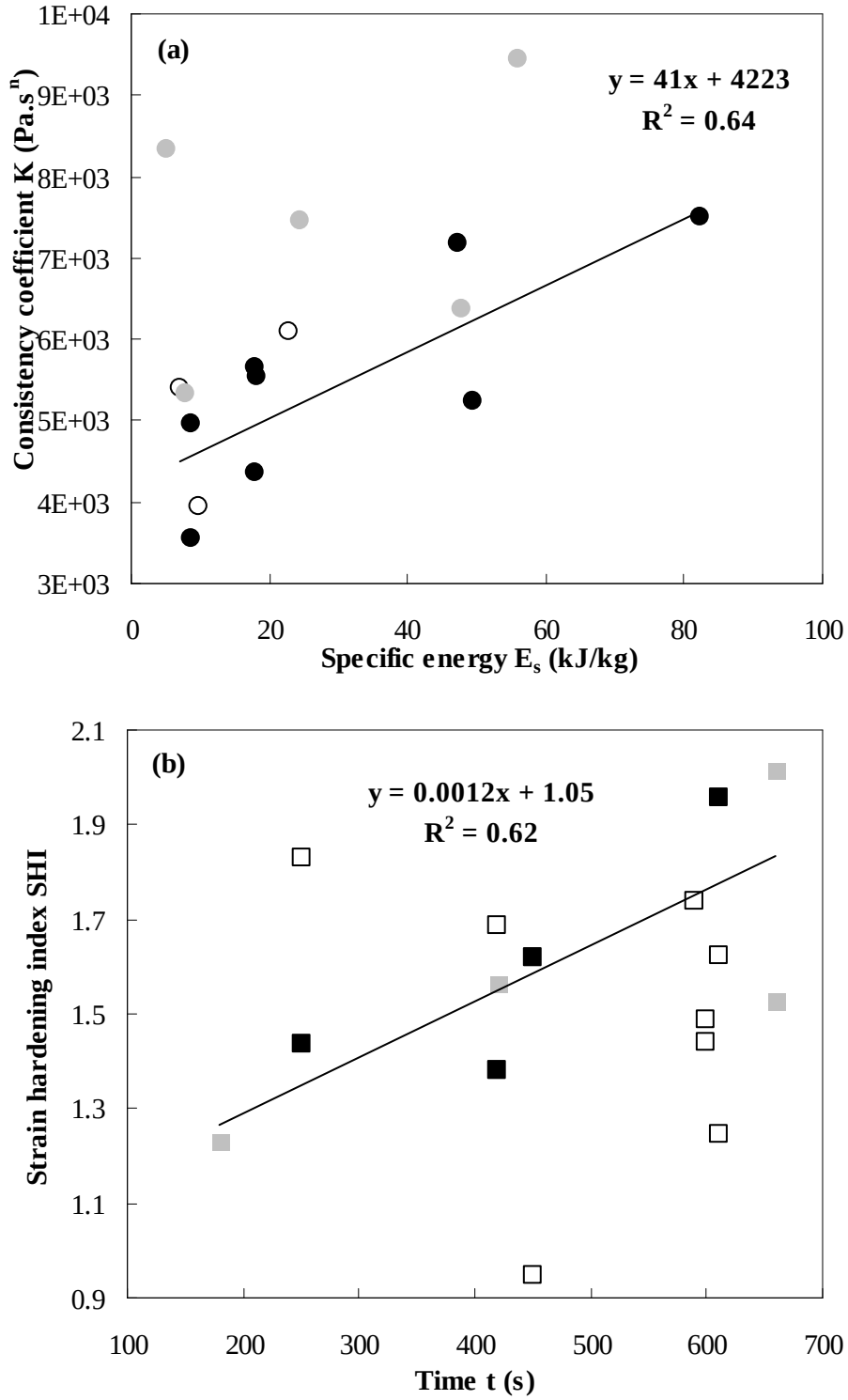


Figure 3.8: Variations of (a) consistency index K with specific energy at low (○), medium (●) and higher values (●) of mixing time and of strain hardening index SHI with respect to mixing time at low (□, 12-30 W/kg), medium (■, 31-90 W/kg) and higher (■, 91-135 W/kg) values of power. Correlation is shown only for higher and medium values of power. Correlation is shown only for higher values of (a) mixing time and (b) higher and medium values of power

For the samples mixed for longer duration (590 – 660 sec), an increase in specific energy results in an increase in consistency with a fair correlation coefficient ($r^2 = 0.64$). This trend may be interpreted in the same way as the one observed between the modulus ratio with specific energy.

Conversely, the SHI is mostly affected by mixing duration at different values of power, as represented by Figure 3.8 b. The dough samples mixed under lower (12 – 30 W/kg), medium (31 – 90 W/kg) and higher (91 – 135 W/kg) power values show scattered results while increasing mixing duration. However, the combined effect of increasing time on SHI, for medium and higher power values ($P \geq 50$ W/kg), shows a fair correlation between SHI and mixing time values ($r^2 = 0.62$).

Although this result is not easily interpretable by changes in network structure of gluten, it suggests that differences in behavior may be expected during baking processes, especially because of the importance of strain-hardening on the cell creation (Singh and Battacharya, 2005). From a practical standpoint, it highlights the possible implications of different methods of mixing, and specially mixer geometries, the essential difference between industrial processes which may be very intensive ($E_s > 100$ kJ/kg) and those developed at craft scales, for French breadmaking for instance, for which $E_s \approx 30$ kJ/kg (Roussel and Chiron, 2002).

3.5. Conclusion

By measuring rheological properties at low and high deformations with dynamic mechanical analysis and lubricated squeezing flow, respectively, of wheat flour dough mixed under various conditions of time and power, this study has delineated the extent of influence of mixing conditions on rheological properties and its possible consequences on bread making performances. For a sufficient mixing time, the results show that the specific energy and mixing duration has a significant influence on the thermal variations of the storage modulus and thus the structure of the gluten network. Higher values of specific energy would favor the densification of the gluten network. Bi-extensional measurements evidence a strain rate thinning and strain hardening behaviors. The influence of mixing conditions is less direct on elongational properties, but stresses the importance of the intensity of this operation. Indeed, the consistency index would be favoured by denser gluten network but mixing duration is also of importance since SHI increases with mixing time for larger specific power values. This is

important since this property is thought to be responsible for the ability of dough to expand and retain the gas involved during fermentation and baking.

Lubricating squeezing flow is a useful technique that can be used to characterize the properties of wheat flour dough. However, the trends found here should be confirmed for dough mixed under different geometry that may affect the gluten structuring differently. Moreover, the technological impact of the dough properties must also be studied by evaluating their behavior during further operations of bread making, including fermentation.

Acknowledgements

We acknowledge the financial help offered by HEC (Higher Education Commission, Pakistan) and contribution from CEPIA-INRA for conducting this research work. The contribution from Marc Lacroix, licence student, is highly appreciated.

.

References

- Attenburrow, G., D. J. Barnes, A. P. Davies and S. J. Ingman. (1990). "Rheological properties of wheat gluten." Journal of Cereal Science **12**(1): 1-14.
- Auger F., M. H. Morel, J. Lefebvre, M. Dewilde and A. Redl. (2008). "A parametric and microstructural study of the formation of gluten network in mixed flour-water batter." Journal of Cereal Science **48**: 349-358.
- Bache, I. C. and A. M. Donald. (1998). "The structure of the gluten network in dough: a study using environmental scanning electron microscopy." Journal of Cereal Science **28**: 127-133.
- Basaran, A. and D. Göçmen (2003). "The effects of low mixing temperature on dough rheology and bread properties." European Food Research and Technology **217**(2): 138-142.
- Bloksma, A. H. (1990). "Rheology of the breadmaking process." Cereal Foods World **35**(2): 228-236.
- Campbell, G. M. and P. Shah (1999). "Entrainment and disentrainment of air during bread dough mixing, and their effect on scale-up of dough mixers." In G. M. Campbell, C. Webb, S. S. Panddiella and K. Niranjan (Eds.), Bubbles in Food. American Association of Cereal Chemists, St Paul, Minnesota, USA.
- Connelly, R. K. and R. L. McIntier. (2008). "Rheological properties of yeasted and nonyeasted wheat doughs developed under different mixing conditions." Journal of the Science of Food and Agriculture **88**(13): 2309-2323.
- Dobraszczyk, B. J. and C. A. Roberts (1994). "Strain hardening and dough gas cell-wall failure in biaxial extension." Journal of Cereal Science **20**(3): 265-274.
- Dobraszczyk, B. J. and M. P. Morgenstern (2003). "Review: Rheology and the breadmaking process." Journal of Cereal Science **38**(3): 229-245.
- Janssen, A. M., T. van Vliet and J. M. Vereijken. (1996). "Rheological behaviour of wheat gluteins at small and large deformations. Comparison of two gluteins differing in bread making potential." Journal of Cereal Science **23**: 19-31.
- Jongen, T. R. G., M. V. Bruschke, and J. G. Dekker. (2003). "Analysis of dough kneaders using numerical flow simulations." Cereal Chemistry **80**(4): 383-389.

- Kim, Y. R., P. Cornillon, O. H. Campanella, R. L. Stroshine, S. Lee and J. Y. Shim. (2008). "Small and large deformation rheology for hard wheat flour dough as influenced by mixing and resting." Journal of Food Science **73**(1): E1-E8.
- Kokelaar, J. J., T. van Vliet and A. Prins. (1996). "Strain hardening properties and extensibility of flour and gluten doughs in relation to breadmaking performance." Journal of Cereal Science **24**(3): 199-214.
- Kouassi-Koffi, J. D., B. Launay, S. Davidou, L. P. Kouame and C. Michon. (2010). "Lubricated squeezing flow of thin slabs of wheat flour dough: comparison of results at constant plate speed and constant extension rates." Rheologica Acta **49**(3): 275-283.
- Launay, B. and C. Michon (2008). "Biaxial extension of wheat flour dough: lubricated squeezing flow and stress relaxation properties." Journal of Texture Studies **39**: 496-529.
- Mani, K., A. C. Eliasson, L. Lindahl and C. Tragardh. (1992). "Rheological properties and breadmaking quality of wheat flour doughs made with different dough mixers." Cereal Chemistry **69**(2): 222-225.
- Ng, T. S. K., G. H. McKinley and M. Padmanabhan. (2006). "Linear to non-linear rheology of wheat flour dough." Applied Rheology **16**(5): 265-274.
- Peighambaroust, S. H., A. J. van der Goot, T. van Vliet, R. J. Hamer and R. M. Boom. (2006). "Microstructure formation and rheological behaviour of dough under simple shear flow." Journal of Cereal Science **43**(2): 183-197.
- Rao, V. K., S. J. Mulvaney and J. E. Dexter. (2000). "Rheological characterisation of long- and short-mixing flours based on stress-relaxation." Journal of Cereal Science **31**(2): 159-171.
- Rouillé, J., G. Della Valle, J. Lefebvre, E. Sliwinski and T. van Vliet. (2005). "Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components." Journal of Cereal Science **42**(1): 45-57.
- Rouillé, J., H. Chiron, P. Colonna, G. Della Valle and D. Lourdin. (2010). "Dough/crumb transition during French bread baking." Journal of Cereal Science, In Press doi.org/10.1016/j.jcs.2010.04.008.
- Roussel, P. and H. Chiron. (2002). "Les pains français. Evolution, qualité, production." Mae Erti Ed., Vesoul, France. 433p.
- Singh, A. P. and M. Battacharya. (2005). "Development of dynamic modulus and cell opening of dough during baking." Journal of Texture Studies **36** : 44-67.

- Uthayakumaran, S., M. Newberry, N. Phan-Thien and R. Tanner. (2002). "Small and large strain rheology of wheat gluten." Rheologica Acta **41**(1-2): 162-172.
- van Vliet, T. (2008). "Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion." Journal of Cereal Science **48**(1): 1-9.
- van Vliet, T., A. M. Janssen, A. H. Bloksama and P. Walstra. (1992). "Strain hardening of dough as a requirement for gas retention." Journal of Texture Studies **23**(4): 439-460.
- Weipert, D. (1997). "Determining rheological properties of cereal products using dynamic mechanical analysis in compression mode." Cereal Foods World **42**(3): 132-137.
- Wikström, K. and L. Bohlin. (1999a). "Extensional flow studies of wheat flour dough. I. Experimental method for measurements in contraction flow geometry and application to flours varying in breadmaking performance." Journal of Cereal Science **29**(3): 217-226.
- Wikström, K. and L. Bohlin. (1999b). "Extensional flow studies of wheat flour dough. II. Experimental method for measurements in contraction flow geometry and application to flours varying in breadmaking performance." Journal of Cereal Science **29**(3): 227-234.
- Zheng, H., M. P. Morgenstern, O. H. Campanella and N. G. Larsen. (2000). "Rheological properties of dough during mechanical dough development." Journal of Cereal Science **32**(3): 293-306.

4. Chapitre. IV

Détermination par analyse d'images vidéo de la porosité et la stabilité de la pâte à pain durant la fermentation pour différentes compositions et conditions de pétrissage

Article. 3

Porosity and stability of bread dough during proofing determined by video image analysis for different compositions and mixing conditions

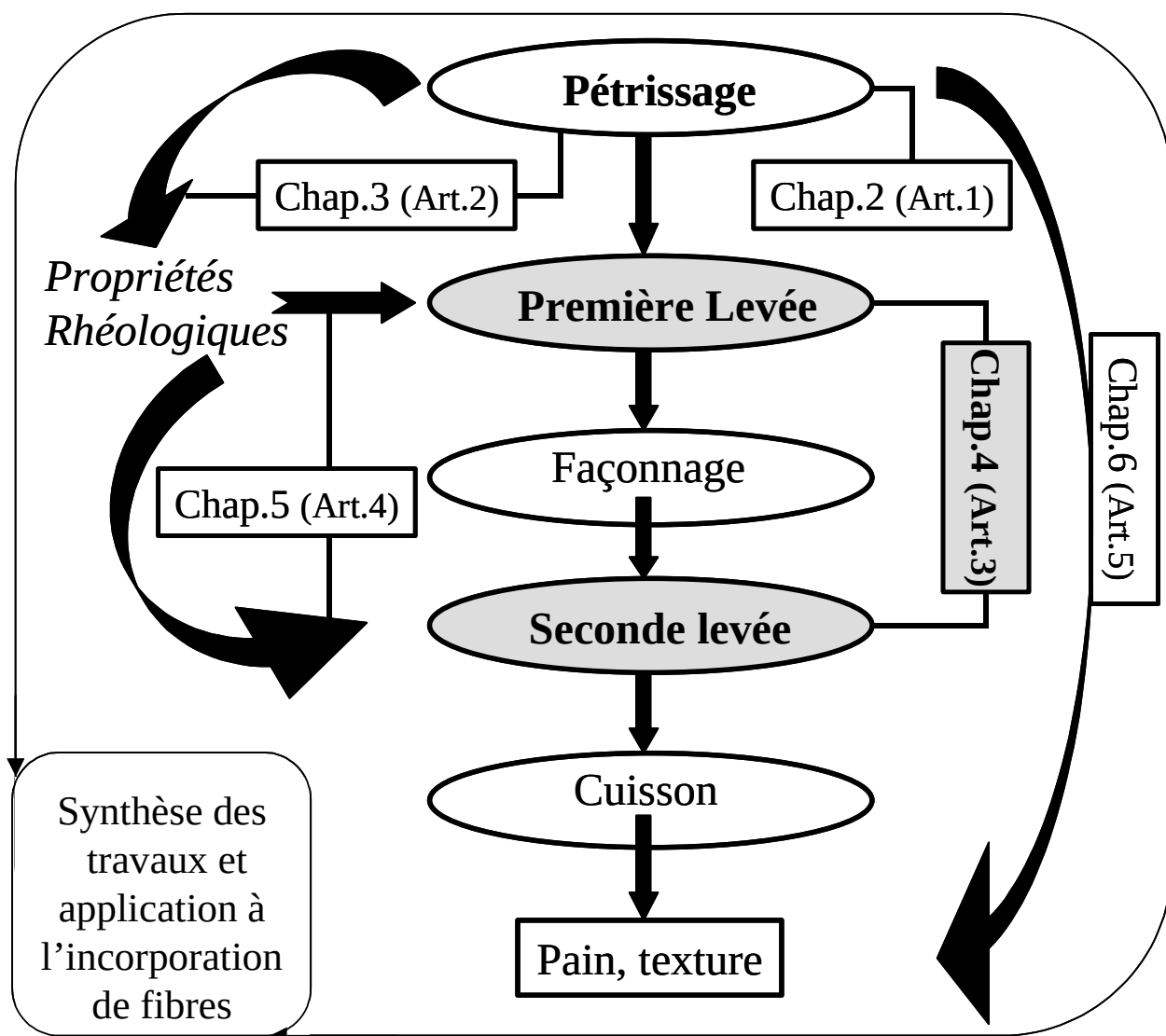


Schéma du processus de panification et plan de la thèse

Une méthode a été développée pour étudier le suivi d'un pâton de farine de blé durant le processus de fermentation à l'aide d'une caméra numérique. En supposant une géométrie cylindrique, l'analyse des images permet de déterminer l'évolution du volume et de la forme du pâton, par le rapport hauteur / largeur maximale. Les résultats ont ensuite été analysés en termes de porosité, à l'instar des travaux de Romano et al., (2007), et de stabilité, souvent qualifiée par les professionnels de « force » de la pâte, et ici définie par le rapport de forme.

Quatre compositions de pâte ont été testées dans un but ultérieur de comparaison avec des résultats précédemment acquis en micro-tomographie RX (XRT) (Babin et al., 2008), et quatre conditions de mélange, déterminées au chapitre II, ont été mises en œuvre pour examiner l'influence respective de l'énergie spécifique de pétrissage (20 – 60 kJ/kg) et de la température de pâte (20 – 28 °C). La répétabilité des expérimentations conduit à une erreur relative de 5 et 15 %, respectivement pour la porosité et la stabilité, et les cinétiques des deux variables ont été ajustées par des modèles mathématiques simples.

L'évolution de la porosité est bien influencée par la composition de la pâte et les résultats sont en très bon accord avec ceux obtenus par XRT, tant pour les valeurs de porosité que pour les paramètres des modèles ; outre une première validation de cette méthode, ce résultat suggère que les cinétiques ainsi déterminées à l'échelle macroscopique peuvent être interprétées en termes de croissance et coalescence d'alvéoles gazeuses; en revanche les conditions de pétrissage affectent peu la porosité, seule la température accélérant l'accroissement de volume; ce résultat peut être interprété par un accroissement initial de la production gazeuse par l'activation des levures sous l'effet de la chaleur. Inversement, la stabilité est favorisée par de plus hauts niveaux d'énergie spécifique de pétrissage; ce résultat souligne le rôle des propriétés rhéologiques, soit par un accroissement de la viscosité élongationnelle, qui maintient la consistance de la pâte, soit par le rhéo-durcissement qui limiterait la coalescence des alvéoles; ces deux propriétés attestent du renforcement du réseau de gluten et limitent l'effondrement de la pâte. Quelqu'en soit l'interprétation, ces résultats suggèrent d'appliquer plus systématiquement cette méthode, ainsi validée, à des pâtes issues de conditions de pétrissage plus variées, telles que celles préparées et analysées aux chapitres II et III, respectivement.



Contents lists available at ScienceDirect

Food Research International

journal homepage: www.elsevier.com/locate/foodres

Porosity and stability of bread dough during proofing determined by video image analysis for different compositions and mixing conditions

A. Shehzad^a, H. Chiron^a, G. Della Valle^{a,*}, K. Kansou^{a,b}, A. Ndiaye^b, A.L. Réguerre^a

^a INRA, UR 1268 Biopolymères Interactions & Assemblages (BIA), BP 71627, 44316 Nantes Cedex 3, France

^b INRA, UMR927 Sciences du Bois et des Biopolymères, CNRS, INRA, Université Bordeaux 1, 33405 Talence, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 19 February 2010

Accepted 30 May 2010

Keywords:

Mixing energy

Bubble growth

Fermentation

Porosity

ABSTRACT

A method was developed to study the modifications of volume and shape of wheat flour dough during fermentation process by digital camera. Various compositions and mixing conditions were implemented in order to prepare dough pieces with different rheological properties. Results were analyzed in terms of porosity and stability, defined as the shape ratio of the dough. The kinetics of the two variables, were fitted by simple mathematical models. Porosity evolution was a lot influenced by the composition of the dough and results were found in agreement with those obtained by X-Ray Microtomography, but less by the mixing conditions. Conversely, the stability was favoured by larger levels of specific mixing energy, in the range (20, 60 kJ/kg). The interpretation of these results suggested that gas production is the main variable governing expansion kinetics whereas rheological properties, mainly strain hardening, has the most significant role on stability.

© 2010 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Dough structure is difficult to explain, especially the initiation of cellular structure during mixing and the subsequent evolution of porosity during fermentation. The cellular structural changes result from dough mixing and yeast action during fermentation. Up to now, a great deal of work has been carried out in order to understand the bread making process with particular attention given to understanding the development of dough molecular structure and rheology (Gujral & Singh, 1999; Peighambardoust, van der Goot, van Vliet, Hamer, & Boom, 2006). However, fewer works have been done on understanding the evolution of porosity (Bloksma, 1990) and dough stability, which reflect dough development during fermentation and contribute to bread final quality. Indeed, fermentation has recently shown to be an essential step for bread cellular structure and crispness (Primo-Martin et al., 2010).

Dough development results from hydration of flour components and structural changes induced due to mechanical mixing (Belton, 2005). Mixing is a key step in bread making because the success of later steps of fermentation and baking depends on homogenized distribution of flour constituents, on the creation of intermolecular associations between gluten proteins and air entrapping. In addition to the type of mixers, mixing conditions play an important role for dough development during proofing. During proofing, the stability of gas cells, which is crucial for the volume of the bread, is influenced by the composition and rheological properties of the viscoelastic matrix.

During fermentation, dough expansion results from yeast action; it is responsible for the increase of porosity and the change of stability of the alveolar structure. CO₂, produced as a result of yeast action, first dissolves in the liquid phase and then fills cells created during mixing. When solution saturation is reached, the carbon dioxide evaporates into the gas cells, causing them to expand. Dough stability is defined as the capacity of rounded dough to keep its shape during proofing. It reflects the ability of gas cells to maintain their shape and volume during expansion in order to avoid collapse and rupture of dough structure. An increased dough stability contributes to dough strength, it helps to avoid collapse during proofing, shaping or baking. In spite of its significant importance in practice for operators and bakers, the stability of fermented dough has scarcely been scientifically studied.

Better knowledge of the phenomena governing the development and settling of gas cells in bread dough requires accurate mapping of its cellular structure and a deeper insight into bubble growth in this opaque medium. Most of the work describes the fermentation process on two different levels, micro- and macro-scale. Different techniques, like MRI (magnetic resonance imaging) have been developed to assess the fermentation of dough during expansion at a microscopic level. By applying this technique to the follow-up of dough pieces containing different levels of soluble components, Rouillé, Bonny, Della Valle, Devaux, and Renou (2005) underlined the link between dough extensional properties with the fineness of the cellular structure and the rate of dough development. More recently, X-ray microtomography (XRT) has been applied to the processing of bakery products and provided quantitative information on the 3D cellular structure of bread (Falcone et al., 2005), on bubble size distribution in dough after mixing (Bellido, Scanlon, Page, & Hallgrímsson, 2006), and its evolution during

* Corresponding author. Tel.: +33 2 40 67 50 00; fax: +33 2 40 67 50 43.

E-mail address: dellaval@nantes.inra.fr (G. Della Valle).

the fermentation and baking (Babin et al., 2006, 2008). It is found that the void fraction F_v , or porosity, increases from about 0.1 to 0.7 during dough fermentation and becomes equal to 0.8 during baking when the internal temperature reaches 100 °C; the porosity evolution includes a critical time that reflects the beginning of interactions of the bubbles (coalescence), suggesting that the dough structure is maintained by thin films of the soluble phase of dough. After setting up a procedure for image acquisition at the macroscopic scale, Romano, Toraldo, Cavella, and Masi (2007) also found that the porosity evolution of a rounded dough followed a sigmoidal curve; for various yeast contents, they fitted it with a mathematical model, namely a Gompertz function. In the same order of idea, Bellido, Scanlon, and Page (2009) and Penner, Hailemariam, Okos, and Campanella (2009) evaluated the expansion of dough disks for various contents of leavening powders and water content or different levels of environmental pressure, respectively. Although meaningful, the results obtained with this last technique appear less complete and accurate than those obtained with the former, i.e. Romano's. Moreover, its principle allows to assess the dough stability along with the porosity evolution. Indeed, dough stability, assessed by the baker, refers to the capacity of rounded dough to keep its shape during proofing; this property plays an important role in bread making, and specially in French breadmaking because no pan is used and proofing times may be larger (>1 h) (Roussel & Chiron, 2002). The comparison of results obtained by such macroscopic observations to those from sophisticated methods, such as XRT, has shown to be relevant in the case of bread crumb structure (Lassoued, Babin, Della Valle, Devaux, & Réguerre, 2007); so it is also tempting to apply the same approach to the follow-up of dough proofing. Finally, despite the importance of mixing in dough processing, either for its influence in dough rheology or gas cells distribution, there are no results on the impact of this operation on the behaviour of dough during proofing, particularly on dough stability.

Therefore, the purpose of this work was three fold: (1) to extend the method developed by Romano et al. (2007) for determining dough porosity during fermentation to its stability, (2) to compare the results to those obtained at microscopic scale by XRT and (3) to determine the influence of mixing conditions on dough development. Thus, a video camera was also used to analyse the data in terms of shape ratio, for different recipes among those studied by Babin (2005) by XRT and for different conditions of mixing in terms of specific energy and temperature.

2. Materials and methods

2.1. Dough preparation and density measurements

We studied four different compositions of dough (A1, A2, A3 and A4) detailed in Table 1. They were chosen to be identical to those selected to study dough proofing by X-ray microtomography (Babin, 2005). Flour of baking quality T55 having 11% protein and 14% water contents was provided by Minoterie Giraudineau (F 44). It was mixed with standard commercial grade ingredients like sugar, rapeseed oil, fresh yeast and salt under same mixing conditions. A fifth one (B) was used to study the influence of mixing conditions as detailed in Table 2.

Table 1
Compositions in g for 100 g of flour ($\rho_f = 1500 \text{ kg/m}^3$) in VMI oblique axis mixer) and density values used to calculate ρ_s Eq. (1).

Sample	Water	Sugar	Oil	Yeast	Salt
A1	60	2	2	3	2.2
A2	60	2	2	1.5	2.2
A3	65	2	2	3	2
A4	65	10	10	3	2
$\rho_i \text{ (g/cm}^3\text{)}$	1	1.5	0.9	^a	^a

^a Yeast and salt contents were discarded when computing ρ_s .

Table 2
Compositions and experimental conditions of DIOSNA spiral mixer.

Parameters	B1	B2	B3	B4
Mass (kg)				
Flour	3	3	1.8	1.8
Water	1.88	1.88	1.116	1.116
Temperature of ingredients (°C)				
Flour	16.2	18.8	15	3
Water	6	19.8	5	3.5
Ambiance	24	19.5	22	16
Texturation				
Time (s)	600	600	660	450
Speed (rpm)	140	140	200	284
Es ^a (kJ/kg)	21.3	21	51.4	53.4
T dough (°C)	21	28.3	28.2	21.1

^a Es: Specific energy.

Two different types of mixers were used, a conventional mixer with oblique axis (Mahot brand, provided by VMI, 85-Montaigu, France) for the dough of varying compositions (A) and a spiral mixer from DIOSNA (Dierks & Söhne GmbH, Osnabrück, Germany), monitored with a software for electric power and dough temperature, for dough B. Flour (2000 g), water, fresh yeast, rapeseed oil, sugar and salt were mixed in the conventional mixer. Salt was added 5 min before the end of mixing in case of conventional mixer. All the ingredients were mixed at a speed of 40 rpm for the first 4 min, and 80 rpm for the remaining 15 min. When using spiral mixer, the mixing speed was 100 rpm for the initial 4 min, called pre-mixing stage, and varied between 140 and 284 rpm for the remaining time during texturation stage, as detailed in Table 2. The continuous recording of the power allowed to define, by integration, the specific energy (Es) delivered by the mixer to the dough.

The temperature of the dough at the end of mixing was $T_d = 25 \text{ °C} \pm 1$ for the conventional mixer, i.e. plan A. For plan B, using spiral mixer, the conditions are reported in Table 2; they were selected through various experimental plans taking dough mass, rotational speed and ingredients temperature as parameters as detailed by Chiron, Chaunier, Della Valle, and Morel-Fatio (2008); they have allowed to define four target experimental points, with large and low values of Es (21, 53 kJ/kg) and T_d (21, 28 °C).

Density measurements based on water displacement were carried out immediately after dough mixing by weighing a dough sub-sample of 25 g, which was accurately weighed using a scale precise to $\pm 0.0001 \text{ g}$ (Bellido et al., 2006). The sub-sample was placed in a $209 \pm 0.2 \text{ mL}$ specific gravity bottle previously filled with deionised water, and density was calculated from the weight of water displaced; the average value of three different dough samples was used to determine density. The density of the gas-free dough ρ_s was calculated in relation to the mass fraction X_i of ingredients i ($\sum X_i = 1$), and their density ρ_i given in Table 1:

$$1/\rho_s = \sum X_i/\rho_i \quad (1)$$

At the same time, a dough sub-sample was cut, weighed and used for image acquisition.

2.2. Image acquisition during proofing and analysis

The specific amount of dough sub-sample from the same dough batch was cut into pieces of mass M ($\approx 30 \text{ g}$), gently rounded by hand and placed on non adhesive surface on a support tripod inside a chamber under controlled conditions of temperature and humidity ($T = 27 \text{ °C}$, $HR = 70\%$ for 180 min); its images were acquired through digital camera for a specific period of time (Fig. 1a). The whole arrangement (chamber and camera) was covered in order to avoid the light to affect the image acquisition. The initial diameter of dough samples was measured with the help of vernier callipers in order to serve as reference during image analysis.

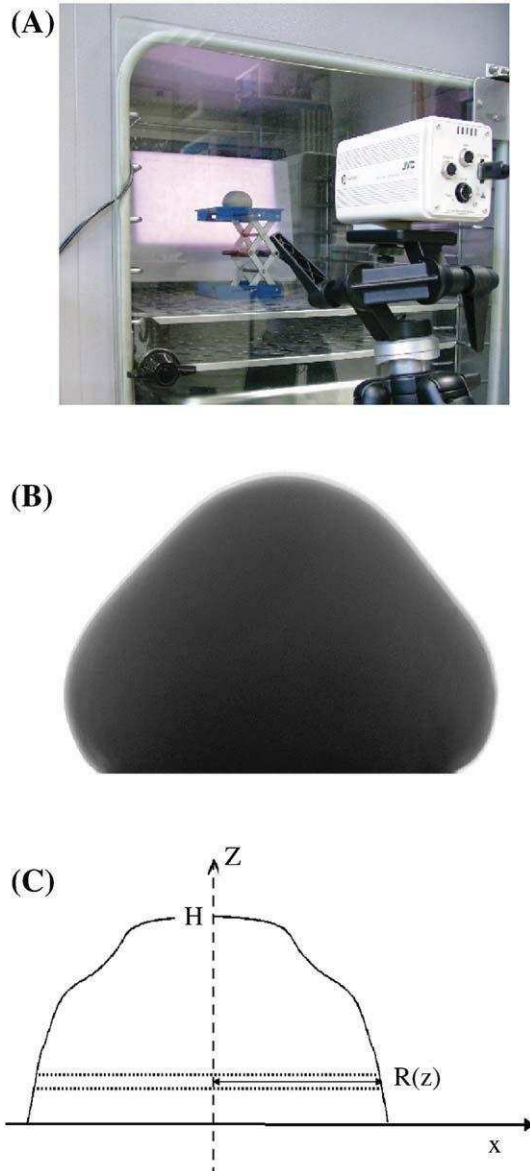


Fig. 1. (A) Dough sample placed in a chamber in front of camera (B), the 1st image after application of Matlab (C) principle of image analysis.

The images of different dough samples were taken during fermentation process each 5 min, during 180 min, in accordance with the normal fermentation process duration commonly practiced, in order to get a total of 36 images. All measurements were triplicated. In a preceding study (Shehzad, Chiron, Della Valle, Novales, & Réguerre, 2008), another protocol was also tested: the dough was introduced into a cylindrical tube ($\varnothing \approx 5$ cm) until it came in contact with the tube walls; this protocol was discarded because, besides the possible artefact due to dough setting in the tube, it resulted in less repeatable results and did not allow to assess the stability.

As proposed by Romano et al. (2007), the principle of image analysis is based on the hypothesis that the sample has an axial symmetry according to the vertical axis and keeps this symmetry during the fermentation process (Fig. 1c). The volume V of the sample then can be calculated as the sum of the volumes of the disks composing it, according to the vertical axis (2):

$$V = \sum_{z=0}^H \pi r(z)^2 dz \text{ and } dz = 1 \text{ pixel} \quad (2)$$

The image analysis and the calculations were programmed on MATLAB in order to obtain the values of volume for different dough samples for a specific period of time. The coloured images were first converted to grey levels, where each pixel corresponded to a code value comprising between 0 and 255. The first step involved the image processing in order to determine the resolution of the initial pictures (Fig. 1b); the number of pixels (417) was determined by using the values of length of the support ($=9.95$ cm). The initial diameter of dough pieces was measured to avoid errors in calculating the values of pixels. This step allowed cropping of all the images manually, according to a selected framework, avoiding the support elevator and rest of the image and to draw the histograms of grey levels for all the images cropped, in order to obtain the value of segmentation threshold. This threshold value was applied to the cropped image. The contour of the dough piece, determined from the resulting binary image, was used to calculate the volume and dimensions of dough. The volumes $V(t)$ determined were treated to obtain porosity curves with respect to time, $P(t)$:

$$P = 1 - \rho_p / \rho_s \text{ and the dough density } \rho_p = M / V \quad (3)$$

The dough shape ratio, the indicator of dough stability, was determined by:

$$\text{Shape ratio } R(t) = H / L_{\max} \quad (4)$$

where H and $L_{\max}$ represent respectively the height and the maximum width of the dough image at a specific time interval.

3. Results and discussion

3.1. Initial porosity

When measured by water displacement, the density of dough at the end of mixing ranged between 0.95 and 1.01 g cm^{-3} and 1.01 to 1.10 g cm^{-3} for samples from plans A and B respectively. When measured by image analysis, it was between 1.01 to 1.02 g cm^{-3} and 0.99 to 1.06 for samples from plans A and plan B, respectively (Table 3). Only small differences ($\leq 5\%$) were observed between the values of densities measured either through water displacement or from image analysis. In the following, the value of density measured by image analysis will be kept to calculate the porosity according to Eq. (3). Using Eq. (1), the density of the gas-free dough ρ_s , required for calculating porosity, was found equal to 1.22 g cm^{-3} for plan A, except the sample A3 (1.21 g cm^{-3}), and it was constant (1.25 g cm^{-3}) for plan B. Thus, using Eq. (3), the initial porosity of the dough was computed, giving values $P_i \approx 0.165$, for plan A, and ranging from 0.15 to 0.21 for plan B, considering that experimental error due to repeatability was $\pm 5\%$. These values were significantly different from those found by Bellido et al. (2006) who measured an initial porosity of about 0.076 and 0.1 with an uncertainty varying between 1% and 9% , according to dough formulation, when comparing water displacement and image analysis from microtomography methods. Besides the difference of method, the

Table 3

Values of density (g cm^{-3}) and porosity (P) of dough ρ_p at start (i) and end of fermentation (f).

Samples	ρ_s	ρ_p (H ₂ O)	ρ_{pi} UC	ρ_{pf} UC	P_i
A1	1.22	1.01	1.02	0.30	0.16
A2	1.22	0.99	1.01	0.25	0.17
A3	1.21	0.97	1.02	0.22	0.16
A4	1.22	0.95	1.01	0.23	0.17
B1	1.25	1.02	1.01	0.3	0.19
B2	1.25	1.10	1.03	0.33	0.18
B3	1.25	1.04	1.06	0.30	0.15
B4	1.25	1.01	0.99	0.27	0.21

difference of porosity may likely be explained because different mixers entrain different amounts of air, thereby altering the void fraction in the dough, as much as from 4 to over 20%, as shown by [Cauvain, Whitworth, and Alava \(1999\)](#).

3.2. Dough proofing behaviour and model fitting

Each experiment was repeated three times and the relative error due to the variability between replicates in the results of porosity was less than 5% for sample A whereas it was close to 15% for dough shape ratio. The evolution curves of porosity and dough shape ratio ($R = H/L_{\max}$) are shown in [Fig. 2](#). These curves represent the average of three different experiments and include error bars; they indicate the values of characteristic points at critical time values.

The porosity curve had a classical sigmoid shape: the evolution of porosity is slow initially, becomes fast at intermediate stages and stabilizes at the end of fermentation. It can be modelled using a Gompertz function (5), as proposed by [Romano et al. \(2007\)](#) performing the same type of experiments:

$$P(t) = a \times \exp\left(-\exp\left(-\frac{b \times e}{a}(t-c)\right)\right) + d \quad (5)$$

Compared to Romano's Gompertz fit, the initial value of porosity is not null which leads to a four parameters function. As illustrated in [Fig. 2](#), parameter a is an approximation of the final volume increase from the initial value, b is the maximum volume expansion growth rate i.e. slope at inflection point, c is the time for inflection point, d is such as $a + d = P(t \rightarrow +\infty)$ with $d < a$, and e is the Neper number (≈ 2.718), t being the time of dough leavening.

The evolution of dough shape ratio displayed a continuous decrease reflecting a loss of stability, followed by a partial recovery of shape shown by the slight increase for larger time values. Up to our knowledge, such phenomena, likely governed by the rheological properties of the dough, have never been studied before. When $t < 90$ min, the curve $R(t)$ could be fitted by an exponential decay function (6):

$$R(t) = \frac{H}{L_{\max}}(t) = a' \times \exp\left(-\frac{t}{b'}\right) + c' \quad (6)$$

Here $a' = R(t=0) - R(t \rightarrow +\infty)$, i.e. the loss of dough shape, and c' is equivalent to asymptotic value $R(t \rightarrow +\infty)$. To avoid any bias possibly due to hand rounding of the dough prior to measurement, all curves were homothetically shifted to the same value of $R(t=0)$,

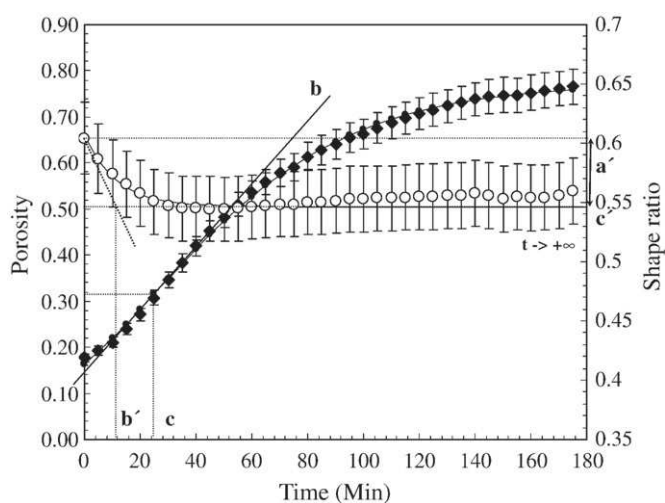


Fig. 2. Porosity evolution $P(t)$ ($\blacklozenge$) and $R(t)$ ($\circ$) with characteristic points, including Gompertz's and exponential decay fittings (—), for sample A1, and definition of the parameters of these models.

meaning that only a' is to be considered since $(a' + c') = R(0)$ remained constant; applying this treatment to all data $H/L_{\max}(t)$ allowed to reduce experimental error to less than 5%. As indicated in [Fig. 2](#), b' is the starting time of the stationary phase, this parameter is obtained by the interception between the asymptote at $R(t \rightarrow +\infty)$ and the tangent at $R(t=0)$. Although Eq. (6) may not be valid for longer proofing times, we prefer to keep this simple function since this time interval (90 min) is large enough in breadmaking practice.

Under these conditions, all the models were computed using WinCurveFit software; they fitted well with the experimental results ($r^2 > 0.99$); this result allowed an unambiguous determination of the critical values of the evolution of porosity and stability, by the parameters of the models. Examples of fitting were also drawn in [Fig. 2](#) for dough sample A1 including the definition of the parameters (a, b, c, a', b' and c').

3.3. Effect of dough composition

Although the general behaviour of porosity evolution was the same for the different dough compositions ([Fig. 3a](#)), some differences were more clearly observed in terms of inflection points: the later the critical time, the lower the final porosity. Inflection point was reached at time value = 26 min for dough A1, 58 min for A2, 18 min for A3 and 50 min for A4, as determined from c values after fitting by Eq. (5). Meanwhile, volume expansion was highest in case of A3 and lowest

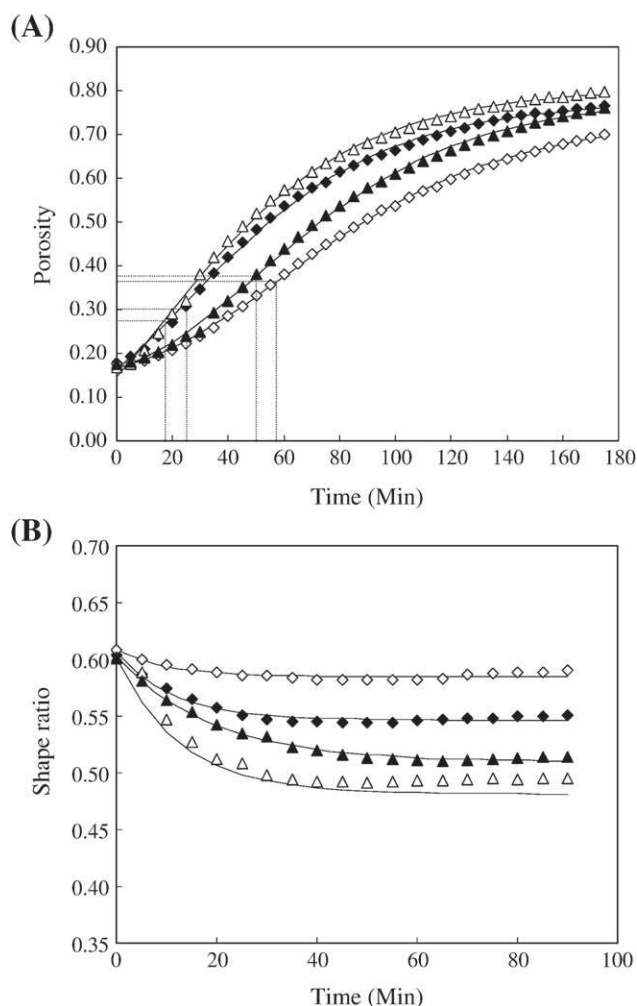


Fig. 3. Evolution curves for dough samples of various compositions (A) for porosity and Gompertz's fittings and (B) dough shape ratio during fermentation including exponential decay fitting, at macroscopic scale for A1 ($\blacklozenge$), A2 ($\diamond$), A3 (Δ), A4 ($\blacktriangle$).

Table 4

Summary of parameter values for porosity Eq. (5) and stability models Eq. (6), determined by experiments at macro (video camera) and micro scales (XRT), for plan A (various compositions) and plan B (influence of mixing conditions).

Parameter	Unit	Macro-scale (plan A)				Micro-scale (planA)				Macro-scale (plan B)			
		A1	A2	A3	A4	A1'	A2'	A3'	A4'	B1	B2	B3	B4
Porosity													
a	$\times (-10^{-3}) \text{ min}^{-1}$	0.723	0.6	0.834	0.648	0.792	0.682	0.811	0.769	0.593	0.725	0.683	0.64
b		6.65	4.61	7.84	5.56	9.14	5.08	9.63	6.85	6.53	7.47	7.59	6.03
c	min	25.6	57.9	17.6	50.4	23.1	56.8	13	44.9	51.2	24.1	20.2	44
$a + d$		0.777	0.745	0.806	0.788	0.776	0.718	0.752	0.777	0.768	0.782	0.728	0.804
r^2		0.999	0.999	0.998	0.999	0.999	0.999	0.999	0.998	0.999	0.996	0.998	0.999
Stability													
a'		0.06	0.024	0.119	0.093	–	–	–	–	0.17	0.174	0.083	0.114
b'	min	11.5	10.2	12.9	18.8	–	–	–	–	23.5	22.6	19.6	27.3
c'		0.536	0.545	0.431	0.39	–	–	–	–	0.464	0.488	0.509	0.454
r^2		0.97	0.84	0.97	0.99	–	–	–	–	0.995	0.998	0.998	0.998

for A2, whereas the other two samples showed intermediate results, with A1 being very close to A3. All parameter values have been summarized in Table 4. In comparison to A1, the slowest evolution of porosity in case of A2 was due to the lower yeast content, in relation to CO_2 production during fermentation process. The ratio of critical time values was of the same order as the ratio of yeast content, and this result is in complete agreement with those from Romano et al. (2007). The slight increase of sugar and water may explain the swifter evolution of porosity for sample A3 because both components may have increased CO_2 production. Meanwhile, the large increase of oil and sugar (+10 g/100 g flour when compared to A1) seems to have the opposed effect by slowing down porosity evolution in the case of A4. In this case, not only the CO_2 production could be inferred but also the dough development, because it has been shown that the increase of sugar, and likely of oil, increases the time necessary for reaching optimum consistency (Calderón-Domínguez, Farrera-Rebollo, Arana-Erassquin, & Mora-Escobedo, 2005). In our case, the mixing time was kept constant for samples A and it is possible that the gluten network was not developed enough to ensure good properties of gas retention. The increase of sugar was also shown to increase the fermentation time, although for larger quantities of sugar (Calderón-Domínguez et al., 2005). To determine the real contribution of dough rheology and gas production to these phenomena, it is interesting to examine the evolution of the stability, assessed by the dough shape ratio. Indeed, this variable is likely more linked to the rheological properties of the dough rather than on gas production.

The curves of dough shape ratio showed significant differences and did not rank in the same way as those of porosity (Fig. 3b). Values of the starting time of the stationary phase, computed from b' by fitting to the exponential decay Eq. (6), all varied in the interval [10, 18 min] and were not correlated to time values for inflection point of porosity. Conversely, the loss of stability indicated by the value of parameter a' rank from 0.02 (A2) to 0.12 (A3): the faster the dough had expanded, the most it lost its initial round shape. Samples A3 and A4 lost more of their initial shape, likely because they contain more liquid and thus, have a lower viscosity. Conversely, for sample A1, which contains less liquid components, R decreased less because it had a larger viscosity. Finally sample A2, which has nearly the same composition as A1, R remained nearly constant during the whole time interval; this may be due to a higher viscosity, likely because it was subject to a lower strain rate during fermentation, since the porosity increase was slower. The interpretation of these results is not straightforward since the stability of the dough is governed by two opposed forces applied to the gas-free dough. First, the shear viscosity would tend to decrease R since it resists to the vertical motion of the bubbles (Bloksma, 1990). Secondly, the elongational viscosity, and also opposes to dough weight, rather tends to increase R , since it increases gas retention (Dobraszczyk & Morgenstern, 2003; van Vliet, 2008; van Vliet, Janssen, Bloksma, & Walstra, 1992) and the overall resistance to extension of the dough films contributes to

maintain dough shape. However, the determination of these rheological properties for the different dough pieces under the conditions of proofing was beyond the scope of this paper.

3.4. Comparison with results of X-ray microtomography

For the same dough compositions, the results of porosity measured at micro-scale by XRT (Babin, 2005) have been reported in Fig. 4. These curves also displayed a sigmoidal shape, as already noticed in Babin et al. (2006) similar to those found at macro-scale. Although the initial porosity value was lower, close to 0.1, the values reached at longer times were very close to those found at micro-scale (≈ 0.7). This finding is important since results at micro-scale come from an accurate analysis of well contrasted images. For both scales, these curves ranked in the same way according to the composition of dough pieces, i.e. $A3 > A1 > A4 > A2$; moreover, time value at inflection point, as determined from c values after fitting by Eq. (5), = 23 min for dough A1, 57 min for A2, 13 min for A3 and 45 min for A4, were found very close to those determined from macro-scale experiments. For better comparison, porosity results from experiments at both scales were represented for same time value, after shifting for same initial porosity value of same composition (Fig. 5a). All curves were very close to each other and there was a very good agreement ($r^2 = 0.98$), thus confirming the accordance between measurements of porosity performed at micro and macro-scales. The only slight difference comes from the lower values obtained at macro-scale, since $P(\text{macro}) = 0.83 \times P(\text{micro})$ as shown by the linear regression. This difference may be explained by edge effects, i.e. limited

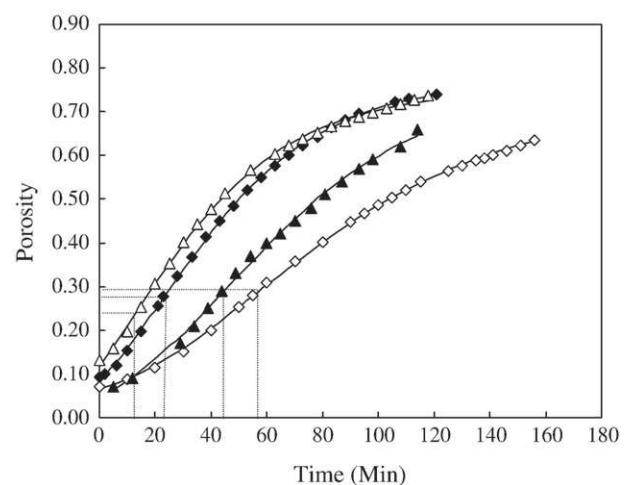


Fig. 4. Porosity evolution curves of dough samples of various compositions at micro-scale (X-Ray Tomography) from Babin (2005) and Gompertz's fittings (—) for A1 (◆), A2 (◇), A3 (△), A4 (▲).

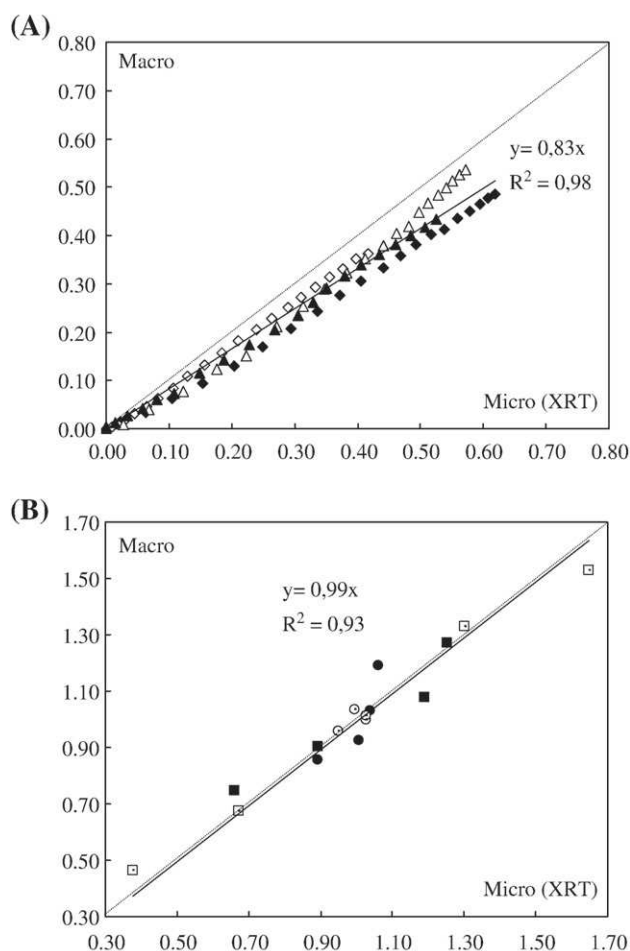


Fig. 5. Comparison of porosity determined at macro and micro (XRT) scales (A) at same values of time A1 (◆), A2 (◇), A3 (△), A4 (▲) and (B) for normalized values of model parameters a (●), b (■), c (□), a + d (○).

growth of the bubbles close to the edge whereas at micro-scale, XRT focused on the core of the dough mass where bubbles could grow more freely. To complete the comparison at both scales, the values of parameters computed by fitting data with Eq. (5) were also compared (Table 4), after normalization to their average value to ease graphical representation (Fig. 5b). The result ($r^2 = 0.93$) confirms the agreement between both scales for the fitting performed through Eq. (5). The evolution of dough porosity has been interpreted at micro-scale through successive phenomena of free bubbles growth, bubbles interaction and coalescence in viscoelastic gas-free dough matrix (Babin et al., 2006, 2008). So this agreement is important because it means that same interpretation may be performed on the porosity curves at macro scale, which are, of course, much easier to obtain than using XRT. In particular, the inflection point indicates the time when interaction and coalescence of bubbles start, leading to the development of the cellular structure of the dough; for longer proofing times, this cellular structure would be characterized by a continuous phase of deformed gas bubbles stabilized by liquid film walls. In the case of these formulations, the presence of larger bubbles observed at micro-scale for samples A3 and A4, according to Babin (2005), could also explain the rapid loss of stability observed at macro-scale.

3.5. Influence of mixing conditions

The curves of porosity evolution for dough samples mixed under various conditions (plan B) showed the same sigmoidal shape as those

observed for dough samples having different compositions (plan A) (Fig. 6a). However, they showed much less difference between these conditions and the differences of porosity values for longer times (>90 min) were within experimental error. For lower time values ($t < 90$ min), the samples with a higher temperature at the end of mixing showed swifter evolution of the curve and higher porosity for the same proofing time. This is illustrated by the time value at inflection point, determined from c values after fitting by Eq. (5) = 51 min for B1 and 44 min for B4, i.e. for lower temperature ($\approx 21^\circ\text{C}$), whereas at higher dough temperature ($\approx 28^\circ\text{C}$), we found 24 and 23 min for B2 and B3 respectively. This difference can be attributed to the increased activity of yeast with a larger production of CO_2 for dough having higher temperature (Chiotellis & Campbell 2003), at least for lower time values; conversely, at longer proofing times, dough temperature has equilibrated with the one of proofing cabinet (27°C) and the curves become very close to each other, whatever the initial dough temperature.

More prominent differences were obtained for the evolution of dough shape ratio (Fig. 6b). The values of critical time b' determined through Eq. (5) were 23, 23, 20 and 27 min for dough B1, B2, B3 and B4, respectively. Once again, they were not correlated to those determined for porosity. Conversely, they displayed significant

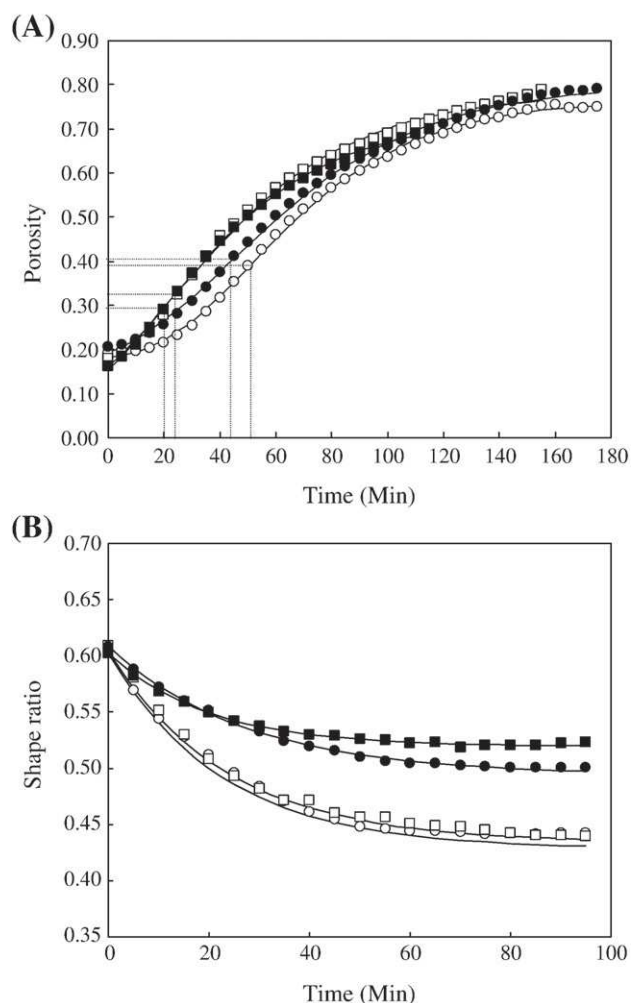


Fig. 6. Evolution curves for dough samples mixed under different conditions (A) for porosity and Gompertz's fittings and (B) dough shape ratio during fermentation including exponential decay fitting, at macroscopic scale for B1 (○), B2 (□), B3 (■), B4 (●) (void symbols = lower mechanical energy, square = higher temperature).

difference of stability loss a' , 0.17 for samples prepared at lower mixing energy levels (B1,B2) and 0.1 ± 0.02 for larger energy values (B3, B4). Indeed, the dough structure is stretched in order to respond to increasing pressure developed through gas cells produced during fermentation; if not sufficiently strong, it may collapse, which decreases dough shape ratios. So, in line with the preceding interpretation on the loss of stability, this result suggests that samples B3 and B4 have a larger elongational viscosity or a lower shear viscosity. The influence of both properties may be taken into account by the Trouton ratio (Dealy & Wissbrun, 1990) or by the Strain Hardening Index (SHI, van Vliet et al., 1992; Dobraszczyk & Morgenstern, 2003; van Vliet, 2008). Although the determination of these properties is out of the scope of the present study, it may be suggested that the larger energy of mixing ($E_s \approx 60$ kJ/kg) might have favoured the creation of a stronger gluten network, which would have exhibited larger strain hardening properties than for the dough mixed at only 20 kJ/kg. This interpretation is in line with the results of Chin and Campbell (2005) who found an increase of SHI values in the same range of E_s values.

4. Conclusion

The video imaging method developed by Romano et al. (2007) for determining dough porosity during fermentation has also been shown reliable to study its stability, assessed by a shape ratio. Both variables can be fitted precisely by simple mathematical models, which allow to determine precisely the main characteristics of dough expansion during proofing. By applying it to dough samples with various compositions, the results of this method could be successfully compared to those obtained at microscopic scale by X-ray microtomography, which allowed to link the measured properties to bubbles growth mechanisms. It has also shown that the porosity evolution first depended on the production of carbon dioxide by yeast. Conversely, the stability was shown to be more dependant on mechanical energy during mixing, which underlined the influence of rheological behaviour, likely extensional properties, on this property. Thus, this method could provide very useful information on dough development during fermentation. Due to its possible effects on final crumb texture and its links with rheological properties, it could also be useful in practice for bread making. Future works will be devoted to experiments on viscoelastic and elongational properties of dough prepared at the same conditions, in order to ascertain its relations with its behaviour during proofing, and specially stability.

Acknowledgements

We are thankful to Minoterie Giraudineau for providing flour for conducting this research work. We pay our gratitude to P. Babin et al. for giving us the possibility to compare our results with theirs obtained by X-ray microtomography.

References

- Babin P. (2005). Matériaux alvéolaires à base de biopolymères: Structure et propriétés mécaniques. PhD Thesis. INP Grenoble, France.
- Babin, P., Della Valle, G., Chiron, H., Cloetens, P., Hoszowska, J., Pernot, P., et al. (2006). Fast x-ray tomography analysis of bubble growth and foam settling during bread making. *Journal of Cereal Science*, 43, 393–397.
- Babin, P., Della Valle, G., Chiron, H., Cloetens, P., Hoszowska, J., Pernot, P., et al. (2008). In situ fast x-ray tomography study of the evolution of cellular structure in bread dough during proving and baking. In G. M. Campbell, M. G. Scanlon, & D. L. Pyle (Eds.), *Bubbles in Food 2* (pp. 265–272). St. Paul, Minnesota, U.S.A: AACC International, Inc.
- Bellido, G. G., Scanlon, M. G., Page, J. H., & Hallgrímsson, B. (2006). The bubble size distribution in wheat flour dough. *Food Research International*, 39, 1058–1066.
- Bellido, G. G., Scanlon, M. G., & Page, J. H. (2009). Measurement of dough specific volume in chemically leavened dough systems. *Journal of Cereal Science*, 49, 212–218.
- Belton, P. S. (2005). New approaches to study the molecular basis of the mechanical properties of gluten. *Journal of Cereal Science*, 41, 203–211.
- Bloksma, A. H. (1990). Dough structure, dough rheology and baking quality. *Cereal Foods World*, 35, 237–244.
- Calderón-Domínguez, G., Farrera-Rebollo, R., Arana-Erassquin, R., & Mora-Escobedo, R. (2005). The effect of varying the mixing formula on the quality of a yeast sweet bread and also on the process conditions, as studied by surface response methodology. *International Journal of Food Science & Technology*, 40, 157–164.
- Cauvain, S. P., Whitworth, M. B., & Alava, J. M. (1999). The evolution of bubble structure in bread doughs and its effect on bread structure. In G. M. Campbell, C. Webb, S. S. Pandiella, & K. Niranjan (Eds.), *Bubbles in food* (pp. 85–88). St. Paul, Minnesota, U.S.A: AACC International, Inc.
- Chin, N. L., & Campbell, G. M. (2005). Dough aeration and rheology: Part 2. Effects of flour type, mixing speed and total work input on aeration and rheology of bread dough. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85, 2194–2202.
- Chiotellis, E., & Campbell, G. M. (2003). Proving of bread dough I: Modelling the evolution of the bubble size distribution. *Food and Bioprocess Technology*, 8, 194–206.
- Chiron, H., Chaunier, L., Della Valle, G., & Morel-Fatio, L. (2008). Mixing behaviour: Energy balance for oblique axis to spiral mixer. *Industries des Céréales*, 159, 32–33.
- Dealy, J. M., & Wissbrun, K. F. (1990). Melt rheology and its role in plastics processing. New York: Van Nostrand Reinhold.
- Dobraszczyk, B. J., & Morgenstern, M. P. (2003). Review: Rheology and the breadmaking process. *Journal of Cereal Science*, 38, 229–245.
- Falcone, P. M., Baiano, A., Zanini, F., Mancini, L., Tromba, G., Dreossi, D., et al. (2005). 3D quantitative analysis of bread crumb by X-ray tomography. *Journal of Food Science*, 70, 265–272.
- Gujral, H. S., & Singh, N. (1999). Effect of additives on dough development, gaseous release and bread making properties. *Food Research International*, 32, 691–697.
- Lassoued, N., Babin, P., Della Valle, G., Devaux, M. -F., & Réguerre, A. -L. (2007). Granulometry of bread crumb grain: Contributions of 2D and 3D image analysis at different scale. *Food Research International*, 40, 1087–1097.
- Peighambaridoust, S. H., van der Goot, A. J., van Vliet, T., Hamer, R. J., & Boom, R. M. (2006). Microstructure formation and rheological behaviour of dough under simple shear flow. *Journal of Cereal Science*, 43, 183–197.
- Penner, A., Hailemariam, L., Okos, M., & Campanella, O. (2009). Lateral growth of a wheat dough disk under various growth conditions. *Journal of Cereal Science*, 49, 65–72.
- Primo-Martin, C., van Dalen, G., Meinders, M. B. J., Don, A., Hamer, R. H., & van Vliet, T. (2010). Bread crispness and morphology can be controlled by proving conditions. *Food Research International*, 43, 207–217.
- Romano, A., Toraldo, G., Cavella, S., & Masi, P. (2007). Description of leavening of bread dough with mathematical modelling. *Journal of Food Engineering*, 83, 142–148.
- Rouillé, J., Bonny, J. -M., Della Valle, G., Devaux, M. F., & Renou, J. P. (2005). Effect of flour minor components on bubble growth in bread dough during proofing assessed by magnetic resonance imaging. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, 3986–3994.
- Roussel, P., & Chiron, H. (2002). Les pains français. Evolution, qualité, production. Paris: Erti Editeurs. Vesoul, France. 433 pp.
- Shehzad, A., Chiron, H., Della Valle, G., Novales, B., & Réguerre, A. L. (2008). Cell creation during bread making. *Journée des Jeunes Rhéologues*, 11–12 Mars 2008, Rennes, France.
- van Vliet, T., Janssen, A. M., Bloksma, A. H., & Walstra, P. (1992). Strain hardening of dough as a requirement for gas retention. *Journal of Texture Studies*, 23, 439–460.
- van Vliet, T. (2008). Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion. *Journal of Cereal Science*, 48, 1–9.

5. Chapitre. V

**Comment le comportement de la pâte en cours de
fermentation est-il affecté par ses propriétés
rhéologiques ?**

Article. 4

**The impact of wheat flour dough rheological properties on
its proofing behavior**

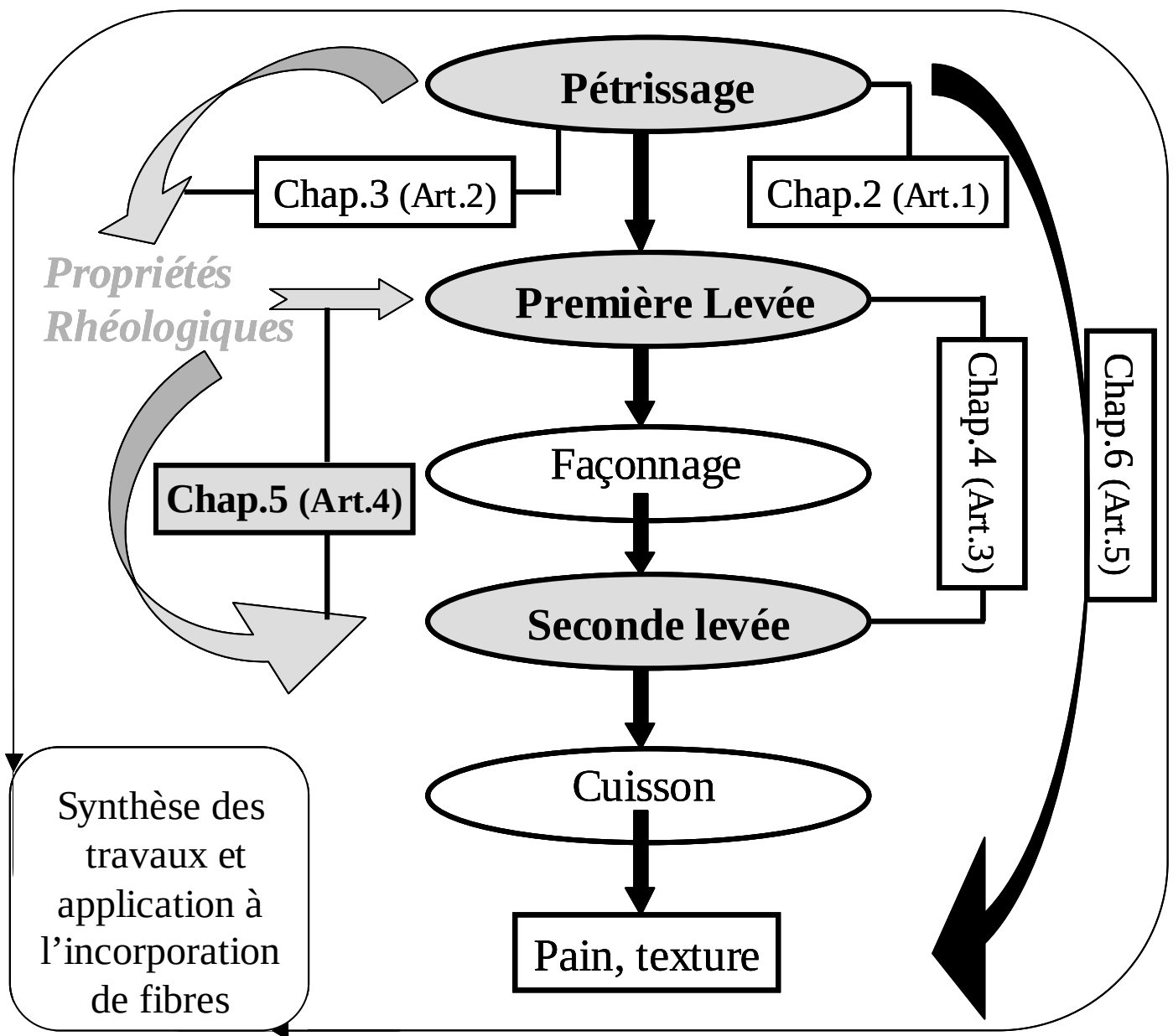


Schéma du processus de panification et plan de la thèse

La méthode développée pour déterminer les cinétiques de porosité et de stabilité de la pâte en cours de fermentation (chapitre IV) a été appliquée systématiquement aux pâtes préparées dans les conditions de pétrissage bien quantifiées (chapitre II) et aux propriétés rhéologiques caractérisées en grandes déformations élongationnelles (chapitre III). Les modèles ont pu être appliqués de façon très satisfaisante ($r^2 \geq 0,99$) et leurs paramètres déterminés de manière non ambiguë : a expansion maximale, b vitesse d'accroissement volumique de la pâte et c , temps caractéristique d'expansion, a' affaissement du pâton et b' temps caractéristique de stabilisation.

Une analyse en composantes principales (ACP) révèle que la température de pâte en fin de pétrissage T_d et les propriétés rhéologiques expliquent environ 2/3 des variations de ces paramètres ; elle distingue bien l'influence des propriétés rhéologiques de celles de T_d , et permet de montrer que les paramètres définissant la porosité sont corrélés à T_d ($r^2 \approx 0,74$) alors que ceux définissant la stabilité sont plutôt corrélés aux propriétés élongationnelles. Plus la température de pâte en fin de pétrissage est élevée plus la porosité finale, après 3h de fermentation est élevée, et plus cette croissance est rapide comme le montrent les variations de temps caractéristiques entre 20 et 54 min. Ces résultats confirment les tendances entrevues dans le chapitre précédent et soulignent le rôle de l'activation thermique des levures. Concernant la stabilité, l'indice de consistance (K , Pa.sⁿ) de la pâte est inversement corrélé à l'affaissement du pâton de 10 à 25 % ($r^2 = 0,62$) alors que le temps de stabilisation, entre 19 et 35 min, est plutôt corrélé à l'indice de rhéo-durcissement (SHI), mais ces corrélations dépendent également de T_d . En dépit de cette incertitude, ces résultats soulignent le rôle, entrevu au chapitre IV, des propriétés rhéologiques élongationnelles lors de la fermentation qui limitent et ralentissent l'effondrement de la pâte, à la fois en réduisant la croissance (K) et la coalescence des alvéoles (SHI), ce qui favoriserait l'obtention d'une structure alvéolaire fine et homogène, à l'instar des pratiques industrielles du pétrissage.

Outre le lien avec l'interprétation de la structure du réseau de gluten (Chapitre III), la connaissance de ces propriétés, associée à la température de fin de pétrissage mesurable en cours d'opération (Chapitre II), fournit un moyen de prévoir la texture de la mie de pain, dont l'évaluation instrumentale est l'objet du Chapitre VI.

5.1. Rheology and dough proofing

Keeping in view the expansion of dough due to gas production, by yeast action, and its role in development of final volume of bread, dough proofing is considered as an important step of bread making. Besides expansion, as shown in preceding Chapter IV (Article 3), the phenomenon of stability is likely governed by the rheological properties of the dough. Up to our knowledge, it has never been studied before, at least for the influence of mixing conditions. Therefore, this chapter examines the possible links between the rheological properties of wheat flour dough, determined in Chapter III (Article 2), and its behavior during proofing. Our preceding results have shown that the porosity evolution of wheat flour dough prepared under four different mixing conditions would depend mainly on dough temperature at the end of mixing. Conversely, the stability is more linked to the specific energy delivered during mixing, which is of great importance for the rheological properties. Moreover, it is well known that dough proofing is based on bubble growth in the dough matrix (Bloksma, 1990), a phenomenon on which the elongational properties (viscosity, strain hardening) are known to play an important part (van Vliet et al., 1992).

Therefore, the objective of this work is to study more systematically the fermentation behavior of dough prepared under different mixing conditions in order to ascertain the possible role of the rheological properties on this operation during breadmaking.

5.2. Materials and methods

Twenty four different experimental points have been performed during the study on mixing (Chapter II, Article 1), and the resulting data are detailed in Table 2.1. These experimental points were obtained through performing various experiments by changing mixing time, rotational speed and ingredients temperature as detailed in Chapter II. The density of the gas-free dough ρ_s in relation to the density ρ_i and mass fraction of ingredients X_i , based on water displacement, were carried out immediately after dough mixing by the method described by Bellido et al., (2006) and also discussed by Shehzad et al., (2010). The rheological measurements at small and large deformations (modulus ratio in DMA, elongational properties) and the assessment of dough behavior during fermentation (porosity and stability kinetics) were carried out by the methods described in details in Material and Methods part of Chapter III (Articles 2) and Chapter IV (Article 3), respectively.

5.3. Results and discussion

Table 5.1 shows the values of initial porosity (P_i) and density of dough measured by water displacement and imaging. The initial porosity of the dough varies from 0.06 to 0.24 with an average value of 0.16. The density at the end of mixing ranges from 0.95 to 1.17 g.cm⁻³, when determined through water displacement and ranging between 0.98 to 1.06 g.cm⁻³ when measured by image analysis. The average values of density were 1.06 g.cm⁻³ and 1.02 g.cm⁻³ either measured through water displacement or image analysis, respectively. Larger variations were observed in the values of density (0.25 - 0.41 g.cm⁻³) at the end of fermentation, which is a first indication for the importance of the influence of mixing conditions. As described previously, the density of the gas-free dough ρ_s , required for calculating porosity, was constant and equal to 1.25 g.cm⁻³.

These results of initial porosity and density, measured through water displacement or image analysis, are close to our previous findings (Shehzad et al., 2010), as discussed in Chapter IV.

Table 5.1: Values of porosity and density of dough for different experimental points at start (i) and end (f) of fermentation

Variables	P _i	ρ_p (H ₂ O)	ρ_{pi}	ρ_{pf}
Units		g.cm^{-3}	g.cm^{-3}	g.cm^{-3}
A	0.13	1.09	1.01	0.34
B	0.07	1.17	1.01	0.35
C	0.17	1.04	0.99	0.31
D	0.16	1.06	1.01	0.33
E	0.14	1.07	1.03	0.33
F	0.20	1.01	1.03	0.34
G	0.07	1.16	1.04	0.37
H	0.16	1.05	1.02	0.37
I	0.13	1.09	0.98	0.32
J	0.19	1.02	1.01	0.33
K	0.12	1.10	1.03	0.32
L	0.17	1.04	1.06	0.30
M	0.19	1.01	0.99	0.25
N	0.20	1.00	1.00	0.30
O	0.15	1.06	1.02	0.31
P	0.22	0.98	1.01	0.28
Q	0.24	0.95	1.06	0.34
R	0.06	1.17	1.00	0.41
S	0.11	1.11	1.06	0.40
T	0.18	1.03	0.98	0.30
U	0.10	1.13	1.00	0.40
V	0.20	1.00	1.01	0.30
W	0.16	1.05	1.03	0.40
X	0.24	0.95	1.03	0.33

Figure 5.1 shows the comparison of the values of densities obtained through water displacement and image analysis. The results are compared by taking into account dough final temperature (13.5 – 36 °C). It is observed that the dough samples with higher end temperature showed lower values of density, both in case of water displacement and image analysis. The experimental error in results of density measured through image analysis was 1 % whereas it was close to 5 % in case of measurements performed through water displacement. However, these experimental errors, due to repeatability of the measurements, cannot be inferred to explain the discrepancy of the results between the two methods. Moreover, Figure 5.1 suggests that density measured by image analysis is higher than the one measured by water displacement for higher dough temperature, whereas the opposite trend is observed for lower dough temperature. The possible explanation could be the rapidity of the procedures, as higher temperature results in rapid volume expansion within short period of time, resulting in

higher values of density for image analysis. Likely, the thermal equilibrium between dough and its ambience has a significant influence.

These results show the importance of dough final temperature for differences in density values, contributing to experimental errors in the results.

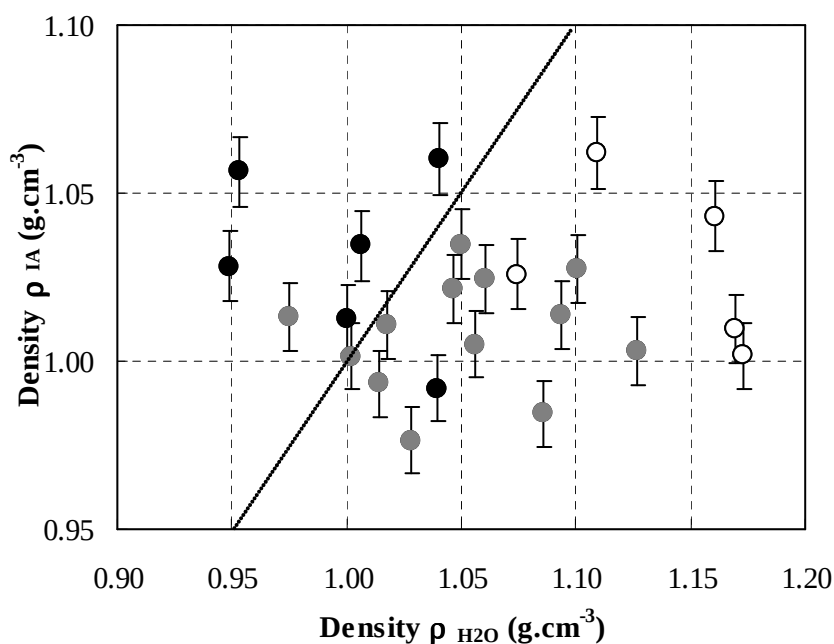


Figure 5.1: Comparison of the values of densities determined through water displacement and image analysis for dough mixed under conditions leading to lower (O), medium (●) and high temperature (●) (temperature ranges between 13.5 to 36 °C)

5.3.1. Evolution of porosity and stability

Typical images of dough during proofing experiments are presented in Figure 5.2, for samples S and X, which are the samples prepared under most different conditions of mixing. Not only the volume difference may be seen for same proofing time, but also the difference of shape as dough S clearly collapses and spreads on the plate whereas dough X better keeps its shape whilst expanding. These variations in volume and shape at different time intervals suggest that the differences appear due to possible effects of dough rheological behavior during proofing. So, at the end of fermentation process (180 min), clear differences are

observed between dimensions of sample S ($L_{\max} = 1.55$ cm, $H = 0.7$ cm) and X ($L_{\max} = 1.7$ cm, $H = 1.05$ cm).

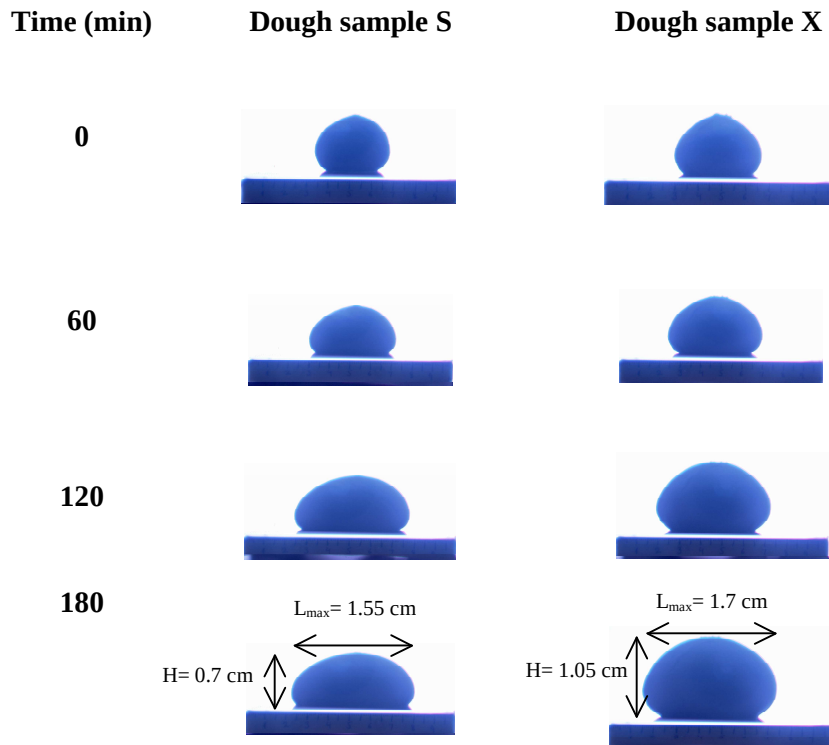
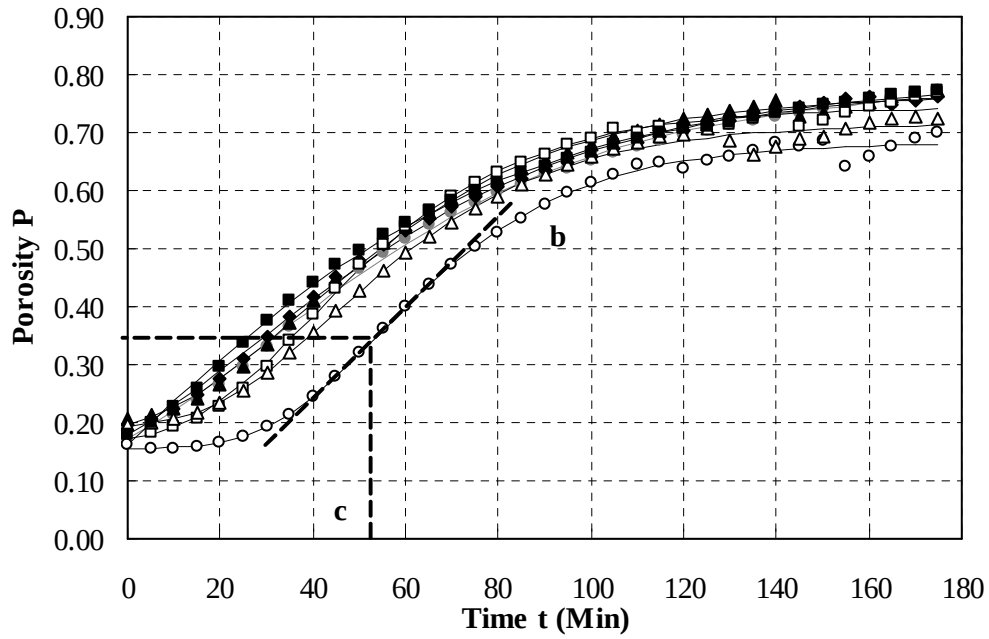


Figure 5.2: Images of dough samples during fermentation mixed under different mixing conditions (low/large temperature and energy)

Figure 5.3 shows the results of the evolutions of porosity (P) and dough shape ratio (R) for seven different samples mixed under varying mixing conditions. The choice of these samples was made by taking into account mixing duration, specific energy during texturization stage and dough end temperature. These samples were chosen due to maximum variations in the values of these three variables. The results of porosity evolution (Figure 5.3 a) show similar evolution as observed in our previous study (Shehzad et al., 2009; Shehzad et al., 2010). The curves showed sigmoidal evolution with low increase during early stages of fermentation, rapid increase at intermediate points and a slowed increase in porosity values towards the end of fermentation process, thus exhibiting an inflection point. The increase in porosity is linked to the temperature of the dough at the end of mixing, as the one having higher temperature at end of mixing (X, $T_d = 36$ °C) showed swifter evolution of the curve and higher porosity for the same proofing time.

(a)



(b)

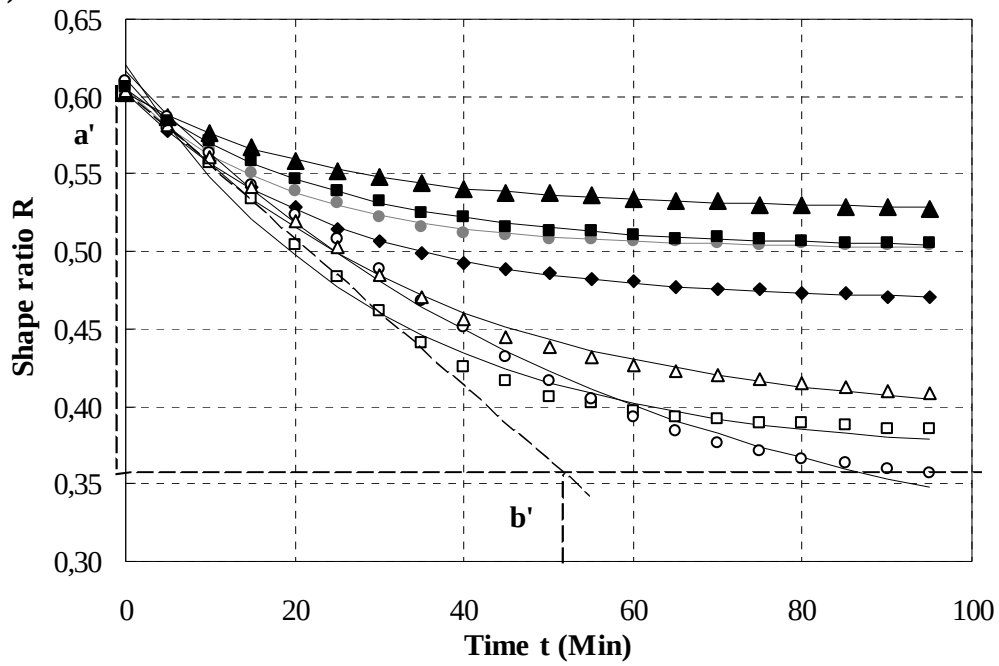


Figure 5.3: Evolution of porosity (a) and stability (b) curves for different mixing conditions, including Gompertz and exponential decay fittings (—). A (●), C (▲), D (◆), E (□), S (○), U (Δ), X (■)

On the other hand, the porosity evolution of the dough sample with lowest dough temperature (S, $T_d = 13^\circ\text{C}$) shows a slower increase.

The dependence of this variation of porosity evolution on temperature is likely due to the boost of yeast activity with temperature. The differences between volume rise of dough sample S ($T_d \sim 13.5\text{ }^{\circ}\text{C}$) and X ($T_d \sim 36\text{ }^{\circ}\text{C}$) are more clearly observed by considering Figure 5.2, showing images during fermentation at 0, 60, 120 and 180 minutes. The other samples show intermediate results and the curves are very close to each other, likely because their temperature ($19 \leq T_d \leq 29\text{ }^{\circ}\text{C}$) is not much different from the one of fermentation chamber ($27\text{ }^{\circ}\text{C}$), and the equilibrium of doughs may have established rapidly. Although very close to each other, for most of them, the curves do not really cross over.

Figure 5.3 b shows the evolution of dough shape ratio for four different times, where more prominent differences are observed among samples mixed under different conditions. Besides temperature T_d , they seem more affected by amount of energy supplied during mixing E_s . Indeed, the samples E, S and U which display significant stability loss, as shown by the strong and rapid decrease of R , were prepared at lower mixing energy levels ($E_s \sim 10\text{ kJ/kg}$) whereas samples A, C, D and X, prepared at medium and larger energy values ($E_s \sim 30 - 80\text{ kJ/kg}$) seem more stable; as shown by the moderate decrease of $R(t)$. The loss of shape ratio, or of stability, can be explained in the way that the dough structure mixed at low energy would be less cohesive or more extensible and may collapse if not sufficiently strong in order to retain the gas produced during fermentation. Conversely, samples mixed under larger energy conditions, like A, C, D and X may have a larger elongational viscosity (Bloksma, 1990; Dobraszczyk and Morgenstern, 2003) or strain hardening index (SHI, van Vliet et al., 1992; van Vliet, 2008). As seen from the values of these properties measured in the preceding Chapter (III) recalled in Table 5.2, the samples showing greater stability (A, C, D and X) have higher values of SHI and K compared to those (E, S and U) having less stability during fermentation. This needs further verification by comparing results of stability parameters with elongational properties for a more accurate analysis of these relationships. The values in bold letters will be kept for comparison with variables of rheology. The choice of these samples was made by considering mixing duration, power applied during texturization and dough end temperature as shown by the graph in Figure 3.4 of Chapter (III).

Table 5.2: Values of dough end temperature, SHI, K and n

No. PCA	Variables	Variable 1	Variable 2	Variable 3	Variable 4
		T _d	SHI	K (0.75)	n
	Units	°C		Pa.s ⁿ	
1	A	23	1.57	7455	0.33
2	B	18	1.69	8343	0.38
3	C	29	1.38	9452	0.38
4	D	28	2.02	7183	0.37
5	E	19	1.23	3952	0.23
6	F	32	1.61	4491	0.27
7	G	19	1.83	5391	0.26
8	H	23	1.44	6102	0.28
9	I	21.5	1.74	4357	0.33
10	J	20	1.44	5548	0.34
11	K	26	1.49	5658	0.31
12	L	29	1.53	5252	0.30
13	M	22	1.62	6362	0.30
14	N	24	1.81	5085	0.28
15	O	25	1.53	3870	0.30
16	P	24.5	2.05	6204	0.31
17	Q	33	1.70	6003	0.29
18	R	19	1.63	4331	0.35
19	S	13.5	0.95	5339	0.31
20	T	26	1.62	5826	0.28
21	U	22.5	1.61	3445	0.30
22	V	35	1.62	6653	0.31
23	W	23	1.25	4966	0.36
24	X	36	1.96	7502	0.29

5.3.2. Variables of porosity and stability

The variables of porosity (a , b , c and d) were determined by the method explained in previous chapter (Article 3, chapter 4). Romano et al., (2007) determined a quadratic relationship between amount of yeast and different parameters of Gompertz model:

$$P(t) = a \times \exp\left(-\exp\left(-\frac{b \times e}{a}(t - c)\right)\right) + d \quad (5.1)$$

Where, a is the maximum volume expansion, b is the slope at inflection point (maximum volume expansion growth rate), c corresponds to characteristic time for inflection point, d is

Table 5.3: Parameter values of porosity obtained through Gompertz fittings

No. PCA	Variables	Variable 5	Variable 6	Variable 7	Variable 8	r^2
		a	b	c	a+d	
		Units	$\times(-10^{-3}) \text{ min}^{-1}$	min		
1	A	0.702	6.07	30.3	0.783	0.998
2	B	0.534	6.81	47.4	0.721	0.997
3	C	0.592	6.85	38	0.766	0.998
4	D	0.691	6.22	28.5	0.779	0.998
5	E	0.577	8.19	39.2	0.743	0.998
7	G	0.534	8.09	45.6	0.697	0.998
8	H	0.569	7.30	37.9	0.732	0.998
9	I	0.676	5.92	38.1	0.812	0.997
10	J	0.593	6.53	51.2	0.768	0.999
11	K	0.725	7.47	24.1	0.782	0.996
12	L	0.683	7.59	20.2	0.728	0.999
13	M	0.640	6.03	44	0.804	0.999
19	S	0.527	8.03	53.9	0.683	0.998
21	U	0.525	7.18	44.3	0.716	0.997
23	W	0.555	7.58	36.5	0.711	0.992
24	X	0.993	7.48	0.35	0.792	0.999

Table 5.4: Parameter values of stability determined by applying exponential decay fittings

No. PCA	Variables	Variable 9	Variable 10	Variable 11	r^2
		a'	b'	c'	
		Units	min		
1	A	0.102	19.1	0.502	0.996
2	B	0.168	32.5	0.45	0.988
3	C	0.074	23.2	0.528	0.998
4	D	0.134	24.4	0.468	0.999
5	E	0.252	30	0.368	0.991
7	G	0.220	35	0.395	0.994
8	H	0.162	27	0.446	0.998
9	I	0.204	29.6	0.403	0.999
10	J	0.169	23.1	0.435	0.995
11	K	0.174	22.7	0.438	0.998
12	L	0.082	19.3	0.52	0.997
13	M	0.114	26.9	0.494	0.997
19	S	0.331	56.9	0.286	0.995
21	U	0.221	35	0.39	0.995
23	W	0.224	31.4	0.392	0.997
24	X	0.103	23.6	0.503	0.999

such as $a+d = P(t \rightarrow +\infty)$ with $d \ll a$, and $e (\approx 2.718)$ is the Neper number. The parameters were determined by fitting using WinCurveFit, and are reported in Table 5.3, including the coefficient of determination ($r^2 \geq 0.99$). The values of variable (c), the characteristic time of porosity, ranges between 0.35 (dough X) and 54 min (dough S) with an average value of 36 min. It is higher (varies in the interval of 39 - 53 min) for lower temperature ($\approx 13 - 22^\circ\text{C}$) samples (E, S and U), whereas at higher dough temperature ($\approx 23 - 36^\circ\text{C}$), it ranges from 0.35 - 38 min for samples A, C, D and X). The values of a (variable 5), indicating the overall porosity increase, are in the range of 0.525 - 0.993. Although variable 6 (b), slope at inflection point indicating maximum volume expansion rate, and variable 8 ($a+d$), reflecting maximum porosity, do not show large variations, we keep them for complete analysis of results.

For dough shape ratio R , transformation of results was done before any fitting. To avoid any bias related to hand rounding dough, the values of R were translated to get an initial value of 0.60 for all dough samples. The evolution of dough shape ratio (Figure 5.3 b) displays a continuous decrease reflecting a continuous loss of stability which can then be fitted by an exponential decay for time values $t < 90$ min, as explained previously (chap. IV):

$$R(t) = \frac{H}{L_{\max}}(t) = a' \times \exp\left(-\frac{t}{b'}\right) + c' \quad (5.2)$$

Here a' corresponds to loss of dough shape, b' is the starting time of the stationary phase, obtained by the interception between the asymptote at $R(t \rightarrow +\infty)$ and the tangent at $R(t = 0)$ and c' is equivalent to asymptotic value $R(t \rightarrow +\infty)$. By fitting dough shape ratio (R) the stability parameters are determined and reported in Table 5.4 ($r^2 > 0.99$).

Due to translation treatment, we will not consider variable 11 (c') for principal component analysis as $(a' + c') = R(0)$ constant. The loss in stability (a' , variable 9) varies between 0.07 (sample C) and 0.33 (sample S) and its average value is 0.17; it is confirmed that it is less for samples with higher values of E_s (A, C, D, X), while samples (E, S, U) show opposite results. The variable 10 (b'), defined as the starting time of the stationary phase, varies from 19 to 57 min (samples A and S resp.) with an average value of 29 min.

Principal Component Analysis (Figure 5.4) is then performed in order to outline the main correlations between the parameters of the models of porosity and stability and rheological properties. Here, we explain the results of 16 different conditions, already discussed in Chapter III (Article 2) while the results of all 24 mixing conditions are attached as annexe 2 and 3. The Principal Component Analysis also helps in selection of these

experimental points as this selection results from a compromise between the reliability of the measurements (rheology, proofing) and the need to keep sufficient large number of samples to determine relationships.

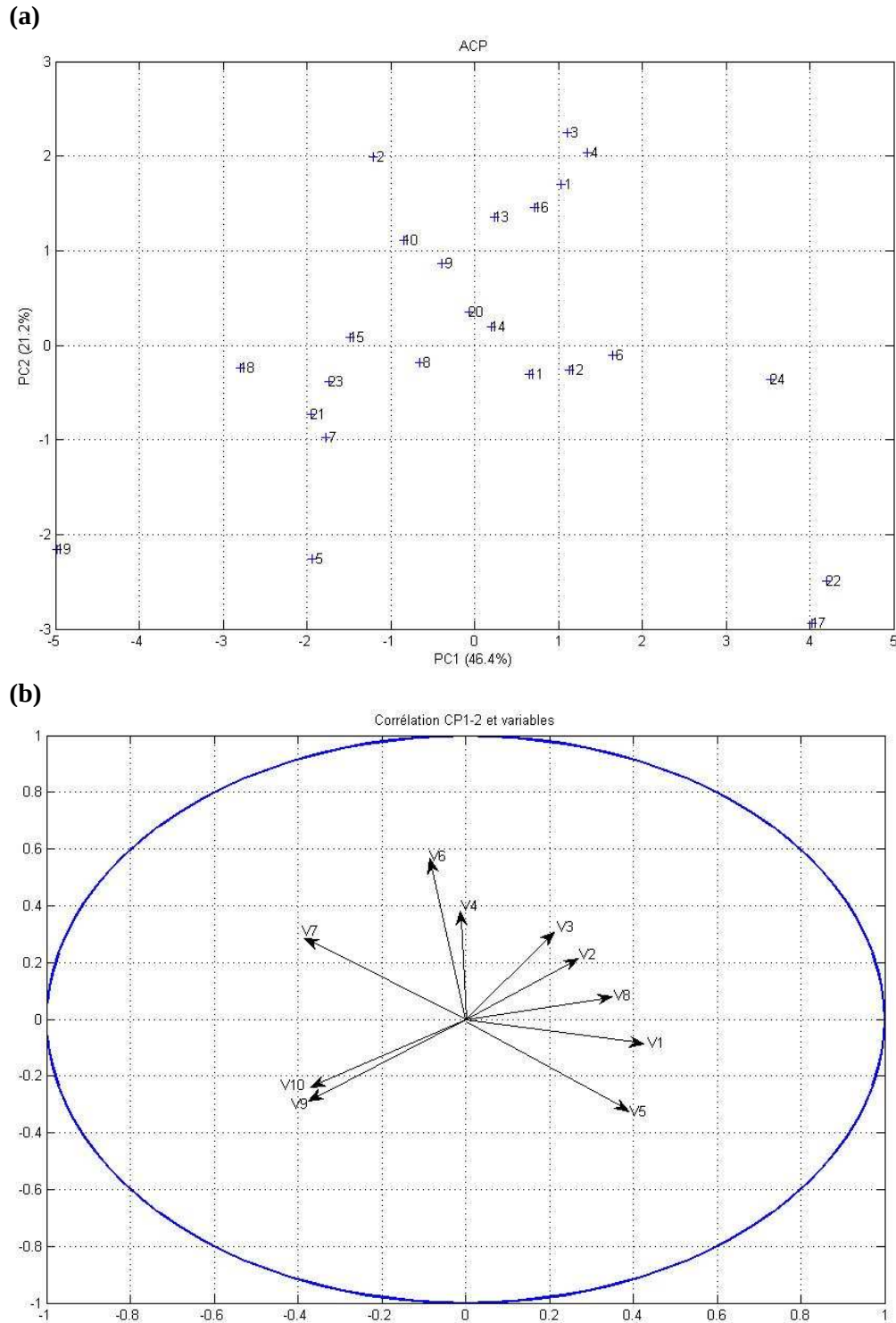


Figure 5.4 : (a) Principal component analysis of 24 dough samples indicating (b) correlation of different variables of mixing, rheology and fermentation

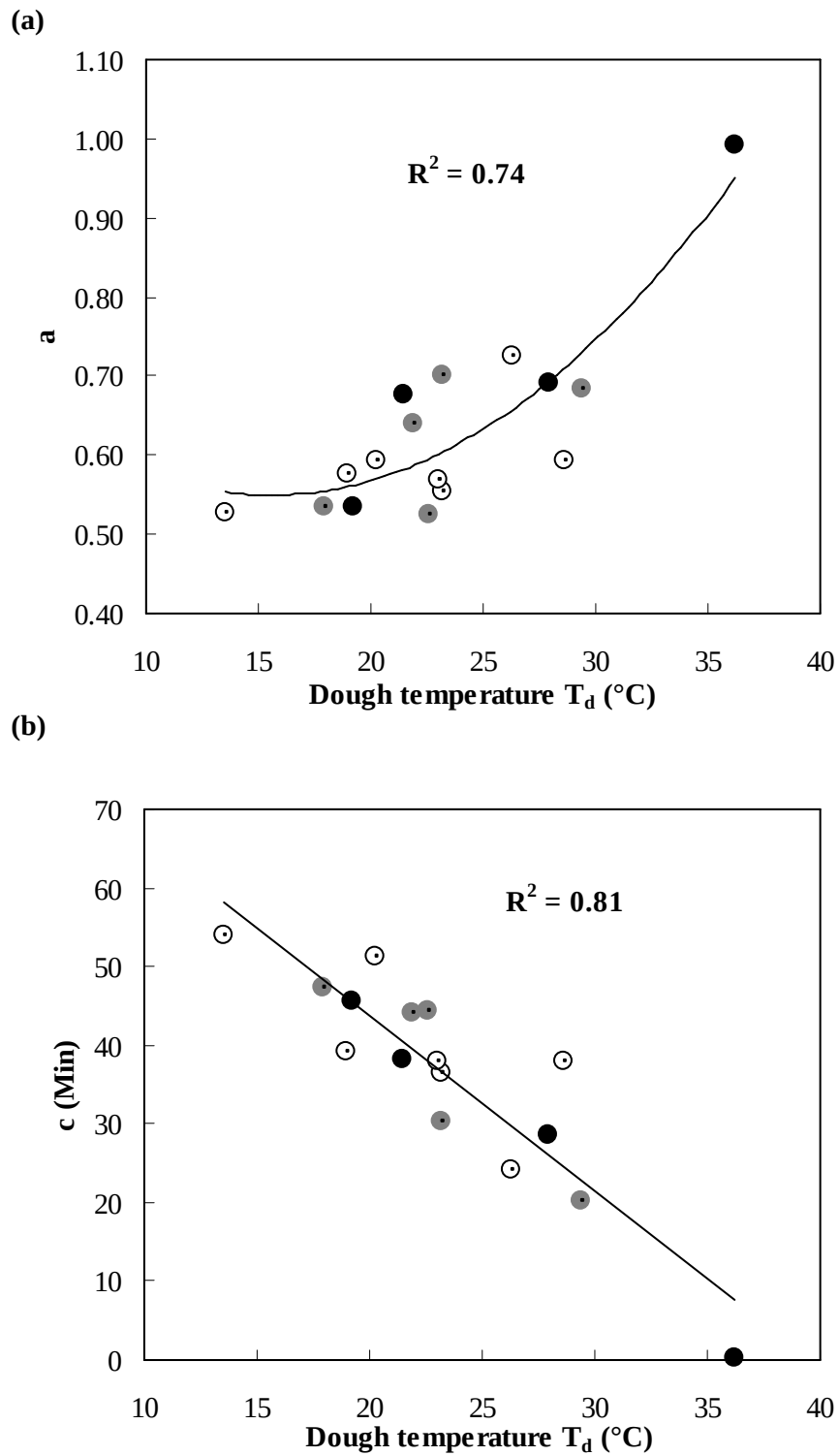


Figure 5.5: Variation of porosity variables (a) a and (b) c with temperature of dough at lower (O), medium (●) and higher (●) values of SHI. The SHI values range between 0.95 and 2.05

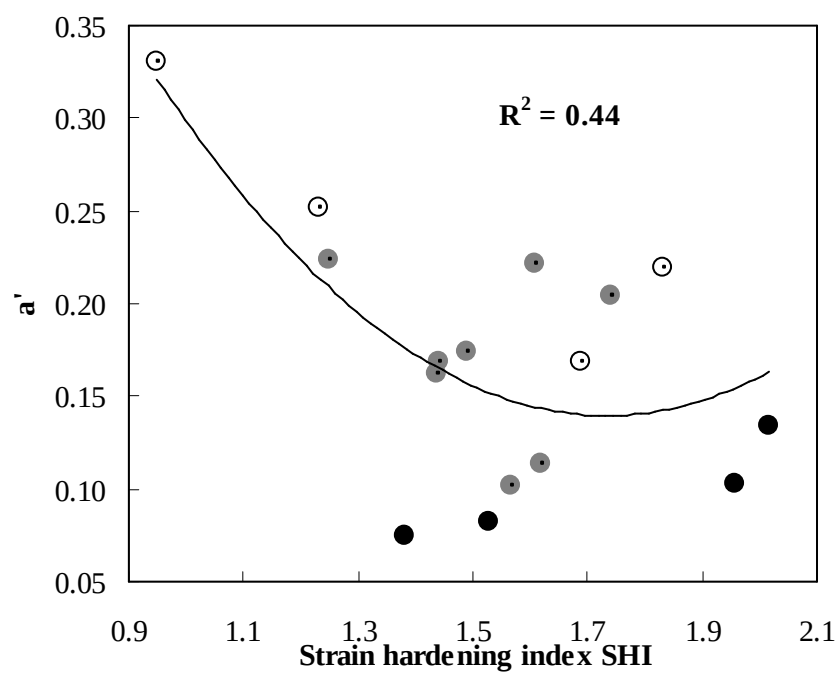
5.3.3. Effect of rheology on dough behavior

Figure 5.4 shows the results of principal component analysis (PCA). The first two principal components describe 46 (Figure 5.4 a) and 21 %, that is 67 % of the total variance. In spite of the uncertainty left because of the unexplained variance, the correlation (Figure 5.4 b) of different variables of mixing, rheology and fermentation shows that the rheological variables SHI and K (variables 2 and 3) are rather correlated with the stability variables a' and b' (variables 9 and 10). Conversely dough end temperature T_d (variable 1) shows some relation with variables 5 (a) and 7 (c), determined by Gompertz function. It confirms that the results of stability are more correlated with elongational properties whereas porosity evolution is more related to dough temperature.

Keeping in view the correlation of PCA, the variations of different parameters for porosity and stability are compared more in detail with elongational properties for better explanation of results. Figure 5.5 shows the variation of a and c with respect to dough temperature, also considering SHI, to determine the effect of rheological variable. The variations of a and c with temperature for low, medium and higher values of SHI (Figure 5.5 a, b) show a good correlation with dough temperature ($r^2 = 0.74$ and 0.81 resp.), with no significant effect of changing SHI values (SHI, 0.95 – 2.05). This result shows that larger the temperature of the dough at the end of mixing, the sooner (parameter c) and the more (parameter a) it will expand. It suggests that the whole kinetics is governed by the yeast activity boosted at the end of mixing, independently of the elongational properties of the dough. The first part of this statement is in full agreement with the results of Romano et al., (2007) who modified the porosity kinetics by varying the yeast concentration. The second part is surprising since elongational properties of the dough are often inferred for gas retention during proofing (van Vliet et al., 1992; Dobraszczyk and Morgenstern, 2003).

Figure 5.6 shows the variation of stability parameter a' (stability loss) with respect to SHI and consistency index K. Although both properties should not obey the same structural mechanisms regarding gluten network (see Chap. III), they seem to be correlated in our experimental domain (Figure 5.4). The results show a broad trend of lower values of a' for higher values of SHI, but the correlation is not satisfactory ($r^2 = 0.44$), and it also seems to be qualified by the influence of dough temperature, larger value of T_d leading to larger values of a' (Figure 5.6 a).

(a)



(b)

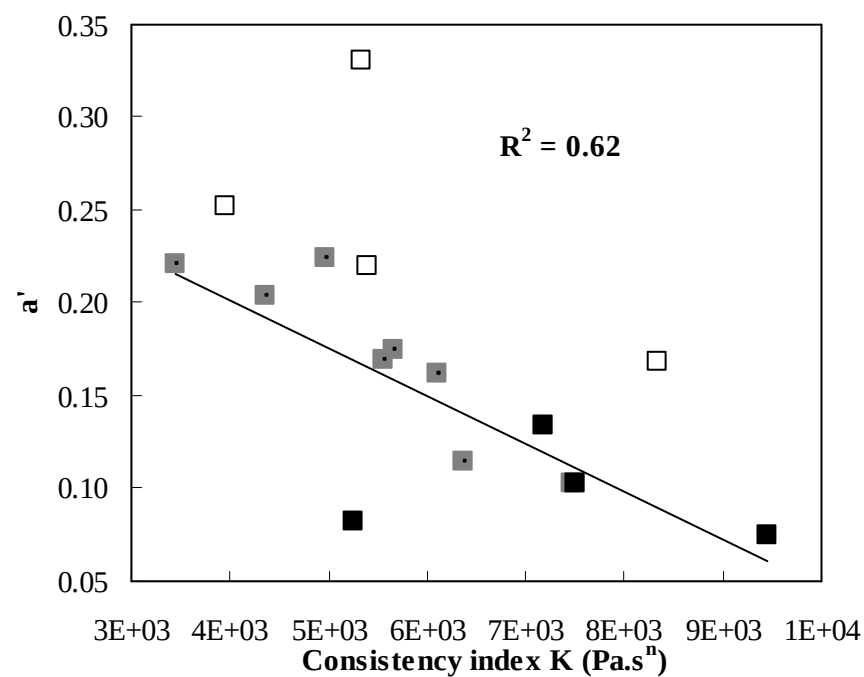
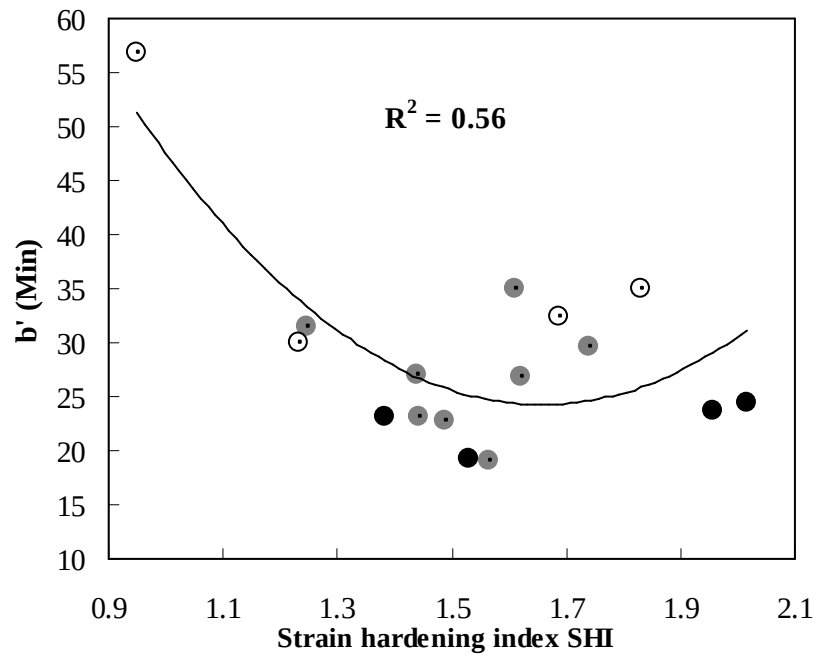


Figure 5.6: Relationship of a' , stability loss, with (a) SHI and (b) K at lower (O,□), medium (●,■) and higher (●,■) values of dough temperature (SHI = 0.95- 2.05)

(a)



(b)

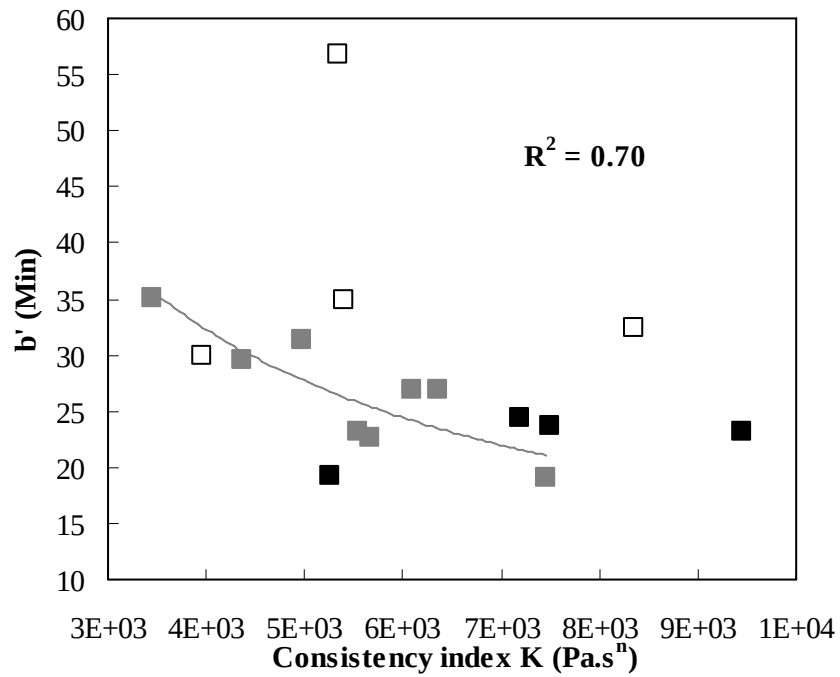


Figure 5.7: Variation of stability time b' with (a) SHI and (b) consistency K for dough samples with low (O), medium (●) and high end temperatures (●)

Conversely, the variation of stability loss shows a fair correlation ($r^2 = 0.62$) with consistency index K , and it would be improved if discarding points obtained for lower values of dough temperature. The variable b' (time before stability) does not show correlation with

strain hardening index (Figure 5.7), since r^2 value (= 0.56) is mainly due to the presence of point S ($b' \approx 57$).

Conversely, if, again, experimental points of lower T_d values are discarded, there is a significant correlation between this parameter and the consistency index ($r^2 = 0.7$). So taking into account the fact that the role of dough temperature should not be discarded, these results on stability, which have been established for the first time, show that doughs with larger consistency index, i.e., larger elongational viscosity, are more stable. Again, these results appear in fair agreement with previous findings. Actually, it is admitted that the stability of the dough is governed by two opposed forces applied to the gas free dough. The shear viscosity which resists to the vertical motion of the bubbles (Bloksma, 1990) and tends to decrease the shape ratio R and the elongational viscosity, which increases gas retention (van Vliet et al., 1992; Dobraszczyk and Morgenstern, 2003) and also opposes to dough weight, results in an increase in value of R , since the overall resistance to extension of the dough films contributes to maintain dough shape. The loss of stability could also be attributed to the coalescence of the gas bubbles, which would have been limited by strain hardening properties (Rouillé et al., 2005; van Vliet, 2008). Likely these mechanisms occur at a different scale from the global one observed here for dough stability.

5.4. Conclusion

By applying the models proposed previously for dough porosity and stability during proofing, the influence of mixing conditions and elongational properties on these characteristics could be studied unambiguously. The results confirmed that the kinetics and amplitude of dough expansion, or porosity increase mainly depended on dough temperature at the end of mixing, with hardly any influence of rheological property. The porosity evolution is swifter at higher temperatures due to higher amount of gas production by yeast action. Conversely, the stability was shown more dependant on rheological properties, like the consistency index K , defined by the power law of elongational viscosity, rather than the strain hardening index SHI . The doughs with higher values of K are more stable. Since the role of SHI is not highlighted in spite of many preceding works, it is suggested that the evolution of the dough piece during proofing does not depend on the internal mechanisms of bubble growth. This hypothesis has to be checked on final texture of bread.

Acknowledgements

We acknowledge the financial help offered by HEC (Higher Education Commission, Pakistan) and contribution from CEPIA-INRA for conducting this research work.

References

- Bellido, G. G., M. G. Scanlon, J. H. Page and B. Hallgrimsson. (2006). "The bubble size distribution in wheat flour dough." Food Research International **39**(10): 1058-1066.
- Bloksma, A. H. (1990). "Dough structure, dough rheology, and baking quality." Cereal Foods World **35**(2): 237-244.
- Dealy, J. M. and K. F. Wissbrun. (1990). "Melt rheology and its role in plastics processing." New York: Van Nostrand Reinhold.
- Dobraszczyk, B. J. and M. P. Morgenstern. (2003). "Review: rheology and the breadmaking process". Journal of Cereal Science **38**: 229-245.
- Romano, A., G. Toraldo, S. Cavella and P. Masi. (2007). "Description of leavening of bread dough with mathematical modelling." Journal of Food Engineering **83**(2): 142-148.
- Rouillé, J., G. Della Valle, J. Lefebvre, E. Sliwinski, T. van Vliet. (2005). "Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components." Journal of Cereal Science **42**(1): 45-57.
- Shehzad, A., H. Chiron, G. Della Valle, K. Kansou, A. Ndiaye and A. L. Réguerre. (2010). "Porosity and stability of bread dough during proofing determined by video image analysis for different compositions and mixing conditions." Food Research International **43**(8): 1999-2005. Thèse doctorat. Université de Nantes, France. Détermination par d'analyse d'images vidéo de la porosité et la stabilité de la pâte à pain durant la fermentation pour différentes compositions et conditions de pétrissage, Chapter IV.
- Shehzad, A., H. Chiron, G. Della Valle and A. L. Réguerre. (2009). "Suivi de la porosité en cours de fermentation et comparaison avec une approche microscopique." Industries des Céréales **164**: 30-31.
- van Vliet, T., A. M. Janssen, A. H. Bloksma and P. Walstra. (1992). "Strain hardening of dough as a requirement for gas retention." Journal of Texture Studies **23**: 439-460.
- van Vliet, T. (2008). "Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion." Journal of Cereal Science **48**(1): 1-9.

6. Chapitre. VI

Evaluation de la texture contrastée de pains de différents formats, préparés selon différentes conditions de pétrissage

Article. 5

Assessment of the texture contrast of bread of different sizes, prepared under different conditions of mixing

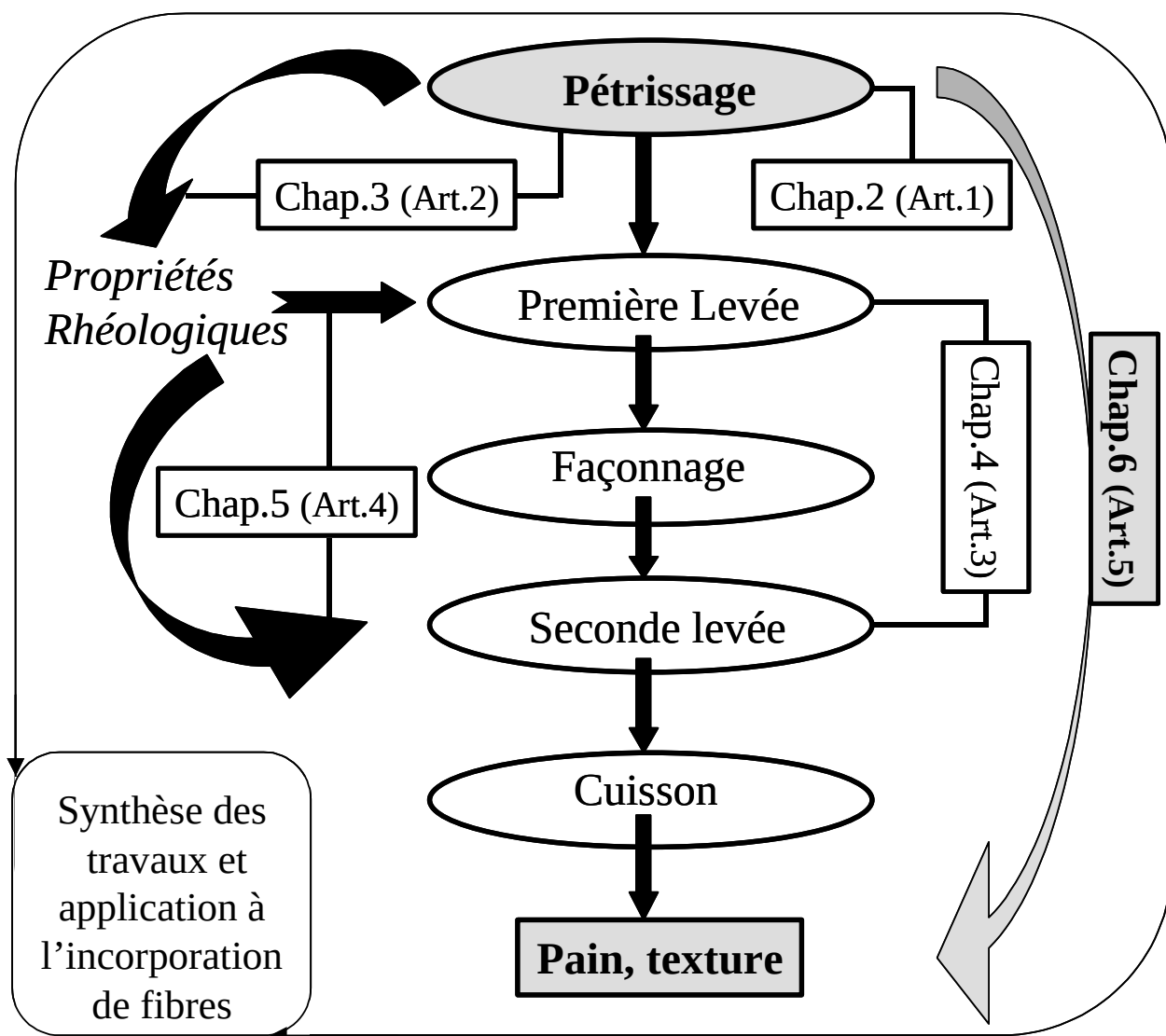


Schéma du processus de panification et plan de la thèse

Les propriétés mécaniques de la mie de pain sont déterminées traditionnellement par un test de compression, dont les caractéristiques (module apparent, contrainte au plateau, limite de déformation au plateau) sont souvent reliées à des attributs sensoriels. Dans le cas de pain français, nous avons développé un test dit de multi-indentation pour déterminer la résistance de la croûte et la fermeté de la mie en mode compression-relaxation. Ce test consiste en l'application d'un ensemble de tiges cylindriques à embouts coniques ajusté à la surface irrégulière du pain et enfoncé à vitesse constante dans l'échantillon; il permet de déterminer un profil de texture d'où sont extraits, en valeurs apparentes : le module initial E_{pain} , la contrainte maximale σ_m , la contrainte pour une déformation de 2/3 ($\sigma_{2/3}$), ainsi que la contrainte résiduelle après relaxation σ_r .

Afin de bien prendre en compte le comportement mécanique fragile de la croûte du pain, ce test est d'abord mis au point sur des échantillons de différents formats : pain bâtard (300g), baguette (250g) et petits pains (50g); il est ensuite appliqué à des pains préparés à partir de différentes conditions de pétrissage, essentiellement issues du plan découplant énergie et température (Chapitre II). La densité des pains est un facteur important, comme pour tout matériau dont on souhaite déterminer les propriétés mécaniques. Bien que des valeurs proches de densité soient obtenues, les propriétés mécaniques des petits pains prennent des valeurs plus élevées. En dépit de ces faibles écarts, des différences significatives de propriétés mécaniques sont obtenues, que l'on peut interpréter comme des différences de structure alvéolaire, déterminées par analyses d'images. Celles-ci résultent des différences de conditions de pétrissage.

Une analyse en composantes principales des profils de texture, et des valeurs caractéristiques, a suggéré que, dans le cas des petits pains, E_{pain} et σ_m reflètent la résistance de la croûte tandis que σ_r et $\sigma_{2/3}$ peuvent être attribuées au comportement mécanique de la mie. Alors que les pains préparés dans des conditions de pétrissage à énergie faible ont des valeurs caractéristiques plus élevées que celles des pains préparés dans des conditions de pétrissage à énergie élevée, cette tendance est inversée pour les petits pains; les baguettes ont un comportement intermédiaire. Ces résultats montrent que le contraste de texture croûte /mie est logiquement affecté par le format du pain. Ils suggèrent que le test peut être appliqué à des pains enrichis en fibres pour évaluer l'impact de cette modification sur leur texture.

6.1. Study of mechanical behaviour of crust and crumb

The mechanical properties of bread crumb are generally determined by studying compression-relaxation of bread through compression machine and in turn, the output characteristics may be related to some sensory attributes, like firmness, for instance (Attenburrow et al., 1989; Scanlon and Zghal, 2001). Moreover, this type of testing allows to identify the main structural contributions to these properties and underline the importance of cellular structure (Zghal et al., 2002; Babin et al., 2005). However, this method is not sufficient to assess the texture of French bread which is characterized by a crusty envelop, which is a fragile material. Defining precisely crust is difficult because it differs from the crumb by many aspects: moisture, colour, density, it contains granular starch, and has very different mechanical property. All these changes occur continuously within the loaf and not exactly at the same location. Therefore, it is difficult to remove crust from bread and study separately its mechanical properties.

Taking these various aspects into consideration, Chaunier et al., (2008) have developed a multi-indentation test, which may be envisioned as a hybrid test derived from simple compression, penetrometry and Kramer shear cell. The raw experimental result is a texture profile, from which different variables may be derived, apparent modulus and stress, each one characterizing either crust or crumb, according to the stage of compression. By the application of this method, the resistance of crust and firmness of crumb against compression has been determined for small breads of various fibre contents, allowing to define a texture contrast. Unfortunately, it has been unable to assess the texture contrast of baguettes and to determine if the addition of fibres had any effect on this property (Bonnand-Ducasse, 2009). This result is likely due to shape constraints which result in a more uniform texture profile and characteristic variables which are all correlated. So, the purpose of this work is two fold:

- (1) determine the format of the loaves (standard, small, baguette) which yields more differentiated texture profiles in terms of crust and crumb,
- (2) determine, if any, the effect of mixing conditions, as studied in the preceding chapters, on the texture properties of different bread samples.

6.2. Methods

6.2.1. Breads preparation

The mixing operation for breadmaking was performed by using the procedure detailed in Chapter II (Article 1: Energetical and rheological approaches of wheat flour dough mixing). The conditions under which the selected samples were mixed were reported in Table 2.1 of Chapter II. The experimental points were selected according to two main criteria:

(1) to obtain an acceptable bread according to processability and sensory evaluations performed by the baking expert,

(2) due to the importance of specific mixing energy E_s on dough rheological properties (chapter III) and of dough temperature at the end of mixing on proofing behaviour T_d , various textures were expected from the conditions varying in the range (20 – 60 kJ/kg; 20 – 28 °C).

Therefore the points J to P were selected and their mixing conditions (dough temperature and specific energy) reported in Table 6.1.

Table 6.1: The values of dough temperature and specific energy for selected experimental points

Variables	T_d	E_s
Sample/Unit	°C	kJ/kg
J	20.3	18.3
K	26.3	17.8
L	29.4	49.4
M	21.9	47.8
N	24.1	32.7
O	25	20
P	24.6	46.3

Breads were prepared according to standard operating procedures defined according to the standard BIPEA (AFNOR V03 - 716, 2002), with varying baking time according to loaf size and shape (bread (300g), baguettes (250g) and mini-breads or rolls (50g)): 27 min for bâtard, 24 min for baguette, and 15 min for small bread. Then these breads were subjected to

multi-indentation tests, after two hours of cooling. For each sample, 3 breads, or pieces of breads, were tested. Their density was previously evaluated through the method of rapeseeds displacement (AFNOR, 2002), and the relative error, mainly due to repeatability, is lower than 3 %.

6.2.2. Texture evaluation: multi-indentation test

The principle of multi-indentation is based on measuring resistance of crust and crumb against compression applied through a universal machine INSTRON. Before data acquisition, INSTRON is calibrated by adjusting and verifying the zero in the way that it corresponds to the zero value of software. The device consists of a fix plate and a crosshead on which different attachments can be mounted depending on the type of the product to be tested. This machine is provided with a 5 kN force sensor, here the force applied was in the range of (0 - 100 N). The force acquisition is carried out at a frequency of 20 Hz. The results obtained are then exploited by a software LabVIEW.

The samples are analysed mechanically with a special compression arrangement consisting of different indents (conical iron made pins, Ø 3 mm and tip angle of 40°). The number of indents depends on the type of bread or baguette, varying from 10 (= 2 x 5) to 20 (= 2 x 10) indents for mini-breads and traditional French breads or baguettes, respectively. The bread is placed horizontally so that the indents touch the middle part of the upper bread surface (Figure 6.1 a, b, c).

For geometrical constraints, it can be seen that the indents are oriented axially for the small bread and baguette, whereas they are oriented orthogonally to bread main axis.

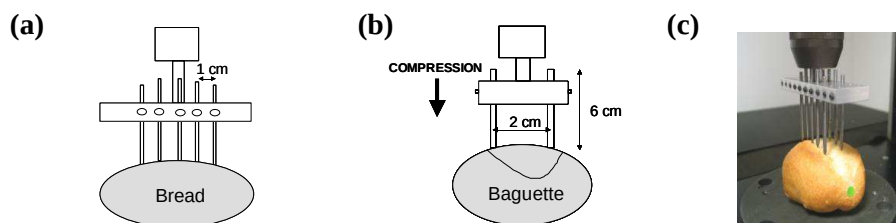


Figure 6.1: (a) Bread (b) baguette and (c) mini bread samples during compression in multi-indentation

The samples of 12 cm length are cut for 2 x 10 indents in case of traditional French breads and baguettes. Maximum average height (h_0) is measured with vernier callipers, by

taking six different values from three different bread samples of the same dough batch. The position of the indents is adjusted so that they come in contact with the crust surface of the bread. The speed of cross head in compression is 50 mm/min. The cross head is stopped when it has moved down to a distance equal to $2/3^{\text{rd}}$ of maximum average height (h_0). After compression the bread is allowed to relax for 120 sec (time equal to 3 times the time of compression) and data is taken for first sample.

The results obtained from INSTRON are subjected to different calculations in order to obtain the values of the apparent stress and strain.

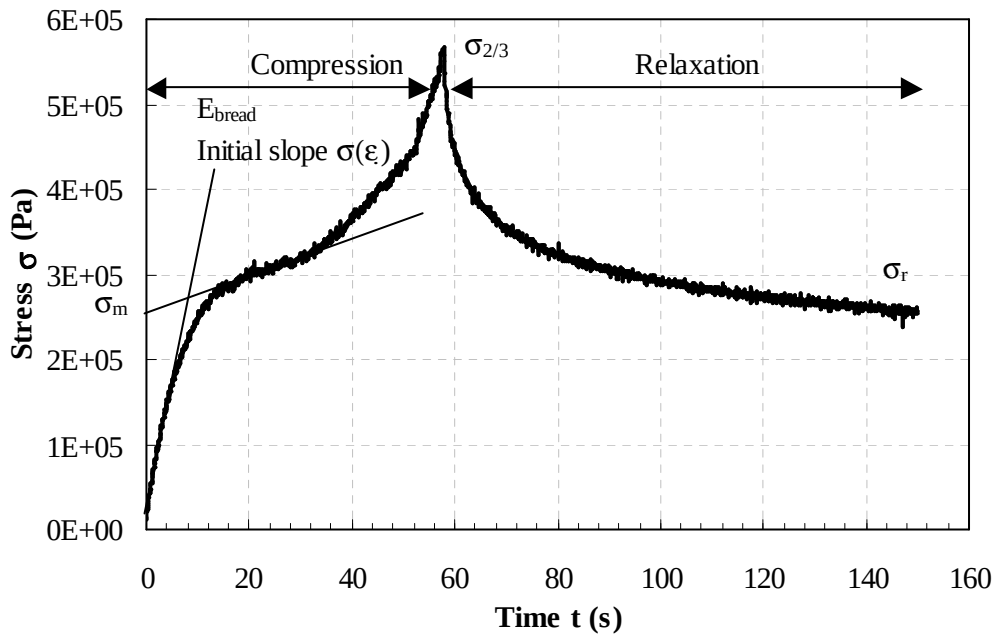


Figure 6.2: Example of texture profile for compression-relaxation during multi-indentation showing different variables calculated from the curve

The values of the apparent stress (σ) are obtained through dividing the force value by the total area of the tips of the indents. Different variables describing mechanical behaviour are shown in (Figure 6.2). E_{bread} , related to the stiffness of crust, is obtained by computing the initial slope of the stress-strain curve. The stress at the first shoulder on the same curve leads to the maximum stress (σ_m) which explains the maximum of resistance shown by the crust at the beginning of the compression.

The compression stops after a certain limit (where the value of the stress is namely “ $\sigma_{2/3}$ ”), fixed by a crosshead displacement equals to $2/3^{\text{rd}}$ of the average initial height of the

bread (h_0). We can also calculate the energy (W (J), mainly linked to crust breaking) from the values obtained by computing the area under Force-displacement curves (F (d), [N.m]) from the beginning of the compression to the end of the crosshead displacement. Finally, the residual stress (σ_r) is obtained at the end of the relaxation step and is mainly impacted by crumb firmness.

The calculations of the results obtained are later performed with Matlab software (Mathworks Inc. Natick, MA, US) in order to obtain the curves of average profile for different samples, their resemblance graph and the end principal component analysis is carried out to explain the mechanical behaviour of the whole different breads (crust and crumb).

6.2.3. Crumb image acquisition and analysis

The image acquisition was carried out on different bread samples twenty four hours after fabrication in order to determine the effect of mixing conditions on crumb texture. Three breads from same dough batch were selected for each type of sample and were cut manually into 12 different slices, making a total of 36 bread slices. The thickness of these slices was ~ 15 mm. Each slice was positioned at the centre of a scanner (Epson Perfection V100) and covered with a black box. Colour images were captured using Epson Scan software acquisition under an improved resolution of 800 dpi (1 pixel = $(32)^2 \mu\text{m}^2$) as compared to Lassoued et al., (2007) and Rouillé et al., (2005). The resolution reached by Lassoued et al., (2007) and Rouillé et al., (2005) was 300 dpi (1 pixel = $(85)^2 \mu\text{m}^2$) and 150 dpi (1 pixel = $(177)^2 \mu\text{m}^2$), respectively. Analysis was performed according to the procedure explained by Lassoued et al., (2007) and also described by Rouillé et al., (2005) for bread crumb. Bread crumb have been characterised within the region of interest by gray level granulometry based on the mathematical morphology. In this analysis, coloured images are converted into monochromatic images with gray levels ranging from 0 (black) to 255 (white). Gray level histograms of all scanned slices were examined altogether and gray level threshold of 60 was chosen to distinct the slice from background. The mask of the slice was eroded in order to covert the crumb without the crust into a region of interest.

This method uses gray level erosion and dilation steps, which are morphological operations. The transformations are applied to the image through a structuring element of given size and shape, usually a square of size $(2n+1) \times (2n+1)$ pixels with a reference pixel at the centre, n being the step or size of the transformation. Erosion and dilation transformations consist of moving the structuring element through all image pixels. In case of erosion, the

reference pixel is given the minimum value met by the structuring element, as shown in (Figure 6.3 c, at two different levels (10, 60) of erosion). This transformation makes cell-walls smaller than the structuring element disappears and the sum of gray levels decreases. Dilation is the dual operation, where the reference pixel at centre gets the maximal value of gray level. It makes cell disappearing and the sum of gray level increasing (Figure 6.3 b).

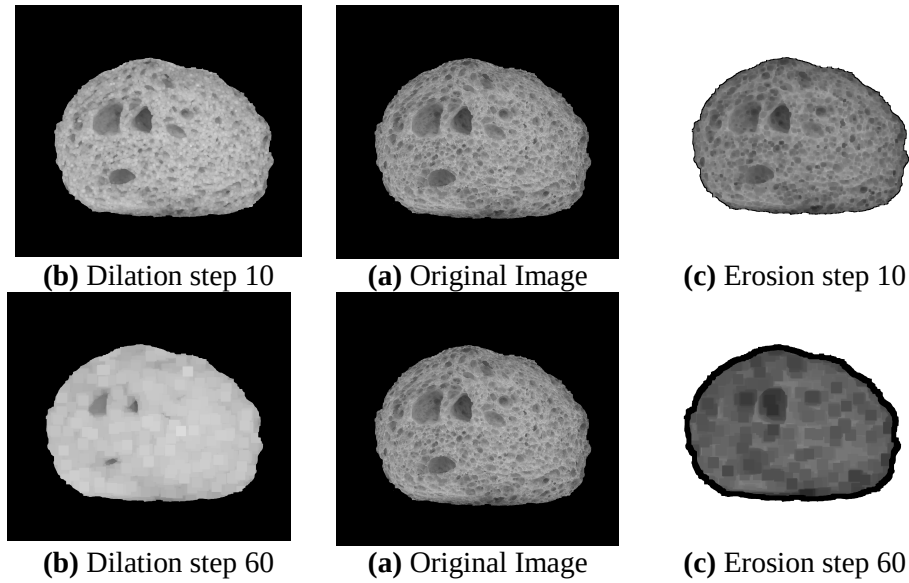


Figure 6.3: Illustration of erosion and dilation treatments of an image of bread sample K at two different levels, 10 and 60

A granulometric characterization of cell-wall texture is obtained by successively applying erosion steps of increasing size and measuring the resulting gray level evolution and characterization of cells is obtained with successive dilations. The sum of gray level values of the image, called volume of the image (V) for dilation or erosion of size (i) depends on number of objects, their dimension and their gray levels. The evolution of V_i for dilations or erosions of increasing sizes is characteristic of size distribution and gray levels of the image. This sum continuously decreases from the last dilation step to the original image and from the original image to the last erosion step (Figure 6.4). This decrease will depend on the amount of the walls and cells modified at each step. A granulometric curve is obtained by normalizing the sum of gray level, separately for dilations and erosions according to the volume of initial image (V_i).

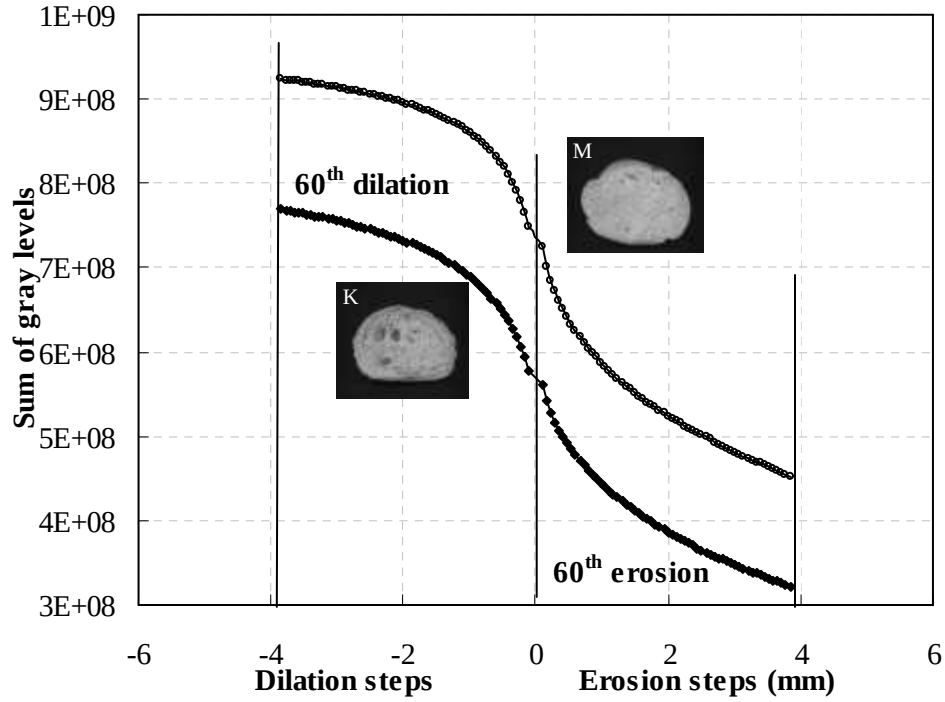


Figure 6.4: Erosion-dilation curves. K (◆) and M (O)

According to the size of the biggest cells, 60 dilation steps and 60 erosion steps were applied on the pre-treated image. In this way, the volumes of the 60 images of erosion, as well as the volumes of the 60 images of dilation were normalised according to the volume of initial image. If (f) step of erosion or dilation is realized, the value of step 'i' will be calculated by,

$$G_{(i)} = (V_{(i)} - V_{(f)}) / (V_{(0)} - V_{(f)}) \quad (6.1)$$

Where $V_{(0)}$ and $V_{(f)}$ are the volumes of gray levels for the original image and after the last dilation or erosion step, respectively. Erosion-dilation curves are expressed in relative percentage of variations of image intensity observed between initial image and maximum erosion or dilation steps (Figure 6.5).

These curves are characteristics of the texture of the initial image; left side (dilation) gives information on cell size, whereas right side (erosion) explains cell wall thickness. Erosion-dilation curves are later analysed by Principal Component Analysis (PCA).

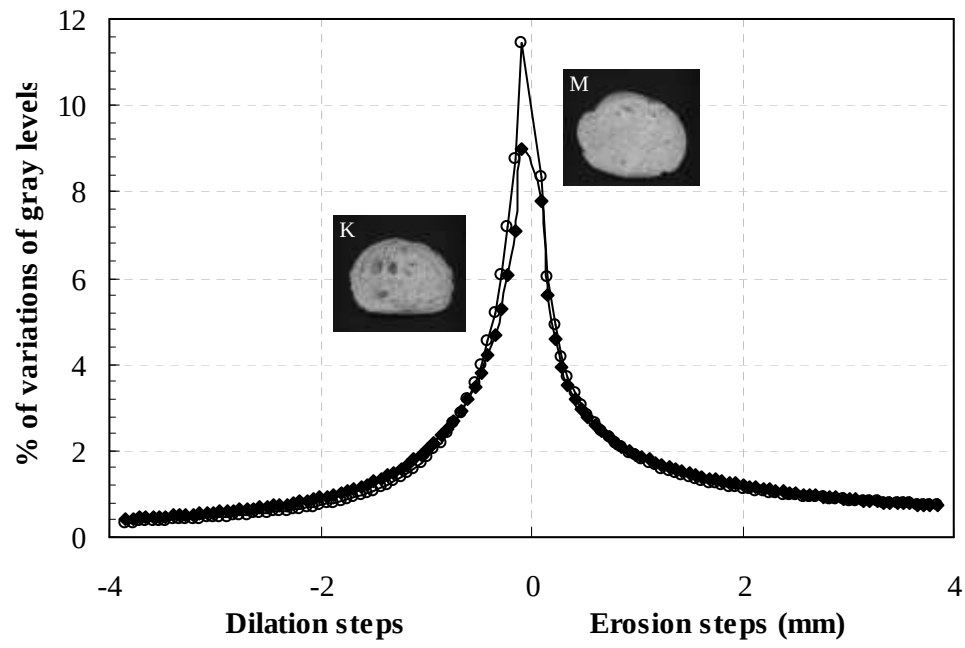


Figure 6.5: Granulometric curves of sample K (◆) and M (O) for erosion- dilation steps

6.3. Results and discussion

6.3.1. Multi-indentation of crust and crumb

The results of average profiles obtained for breads of different shapes and mixing conditions are shown in (Figure 6.6). On observing the results for bread samples we find some difference in their mechanical behavior but all breads show similar texture profiles. These profiles display three different sequences (Figure 6.6 a):

- a steep increase in stress to a certain value, probably corresponding to piercing of the crust,
- a prolonged increase of stress to a maximum corresponding to the densification of crumb till the compression stops,
- a decrease in stress during relaxation of the crumb and becomes stable at the end.

The profiles for baguettes (Figure 6.6 b) are similar to those observed for breads, with an initial increase in stress, and after some shoulder an increase to a maximum before relaxation where it becomes stable towards the end. The profile obtained for mini-breads are different from those obtained for breads and baguettes, they show four different sequences (Figure 6.6 c): a steep initial increase to a characteristic value with subsequent decrease, likely corresponding to piercing of crust, then another increase reflecting the compression of crumb. At the end, the curves show a decrease in profile before becoming stable due to decrease in stress during relaxation of the crumb. This difference, mainly due to the very strong initial increase illustrates the important contribution of the crust to the profile in case of small bread for which all the crust reacts to the compression, whereas for other formats only the area in contact with the indents offers resistance.

Figure 6.7 shows the variation of residual stress with apparent modulus. The bread and baguettes show similar results while mini breads are quite different than former two formats. Whatever the bread format, the variations in profiles between samples suggest that there might be differences in mechanical behaviour of samples due to different conditions of mixing, but before analyzing these differences, it is necessary to examine the experimental uncertainty linked to this test. Therefore, the resulting profiles for bread, baguette and mini-bread are compared in order to observe the repeatability of the experiments, performed on 3 bread pieces, by using these three different protocols (Figure 6.8).

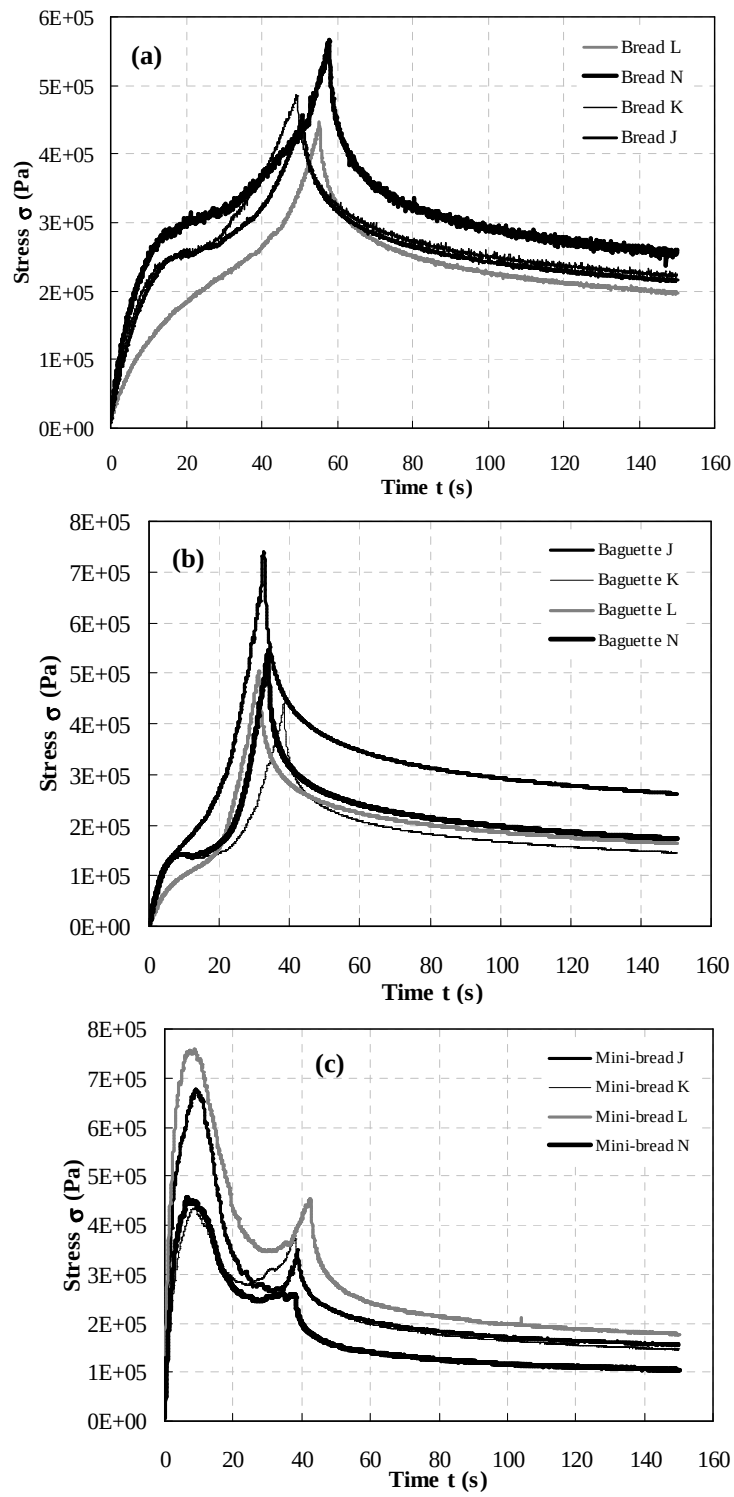


Figure 6.6: Average profiles of texture for (a) breads (b) baguettes and (c) mini-breads obtained by multi-indentation

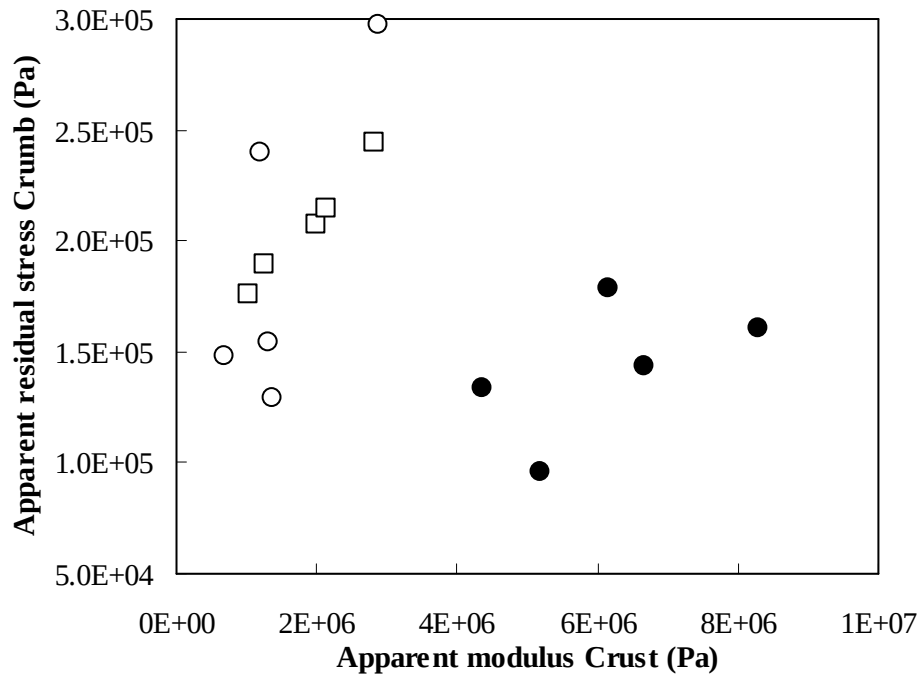


Figure 6.7: Variations of residual stress (crumb) and apparent modulus (crust) for the three different formats bread (□) , baguette (O), minibread (●)

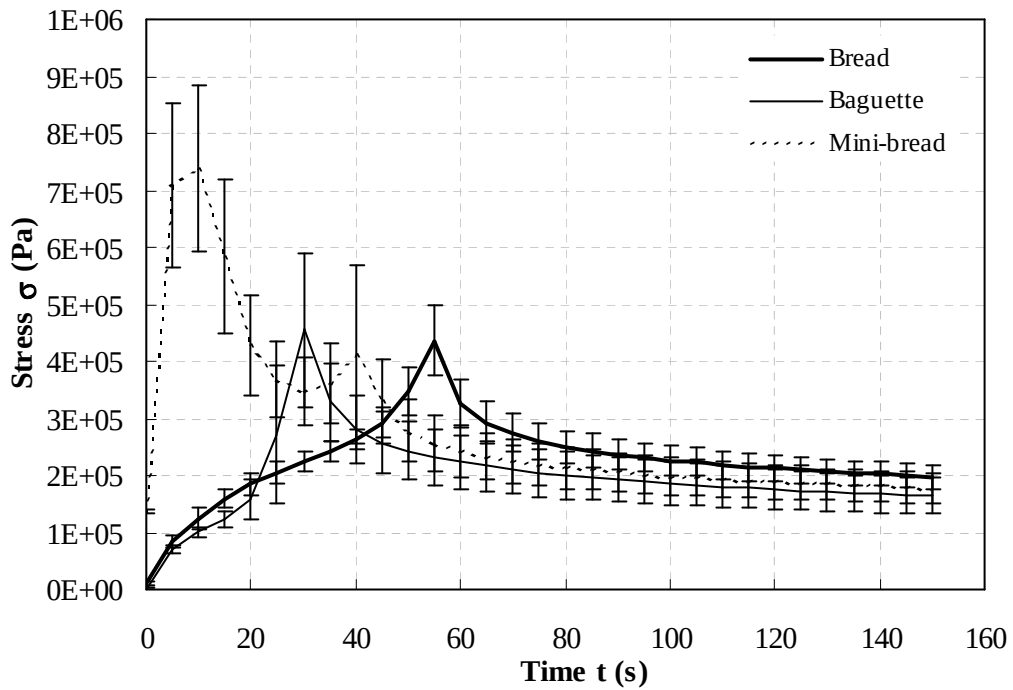


Figure 6.8 : Comparison of average profiles (sample L) of texture for bread, baguette and mini-bread

If we report the error bars magnitude, to a characteristic value of the stress, in order to compute a relative error of the measurement δ , we find that δ (bread) $\leq \delta$ (mini) $\leq \delta$ (baguette). Therefore, the characteristic values obtained from the average profile curves for bread will be used to study the effect of various processing conditions during mixing. Another reason for selecting bread is that the texture analysis (image) is more adapted to this format.

Different characteristics like E_{bread} , σ_m , σ_r and $\sigma_{2/3}$, reflecting the resistance of crust and crumb are determined from these curves. Due to the complexity of the shape of the curves, principal component analysis is performed on the whole profile in order to highlight the differences in mechanical behaviour of breads studied.

So, for each mixing condition, seven samples were tested by multi-indentation and the profiles were processed by principal components analysis (PCA), which allowed to explain about 94 % of total variance from the two first principal components. In the corresponding similarity map (Figure 6.9) the samples coming from the same kind of bread (same mixing condition) are clustered together, leading to an ellipse, the area of which reflect the uncertainty of the measurement: two close points on this graph correspond to the profiles obtained for two samples showing close mechanical behaviour. Furthermore, the principal component 1 reflects first the stiffness of the bread crust and to a less extent firmness of crumb, whereas principal component 2 mostly reveals differences between samples depending upon crumb firmness (Figure 6.10). The results shown that L (#3) is quite different from other samples, since its ellipse is located on the negative side according to principal component 1. It reflects low stress values in the first part of texture profiles, attributed to crust. Conversely, other samples K (2), M (4), N (5) and (P) are rather located towards the positive side of the map, suggesting larger crust resistance (higher values of stress). The larger PC2 values for sample L balance the negative ones concerning crumb. Finally the bread samples O (6) and J (1) show intermediate results.

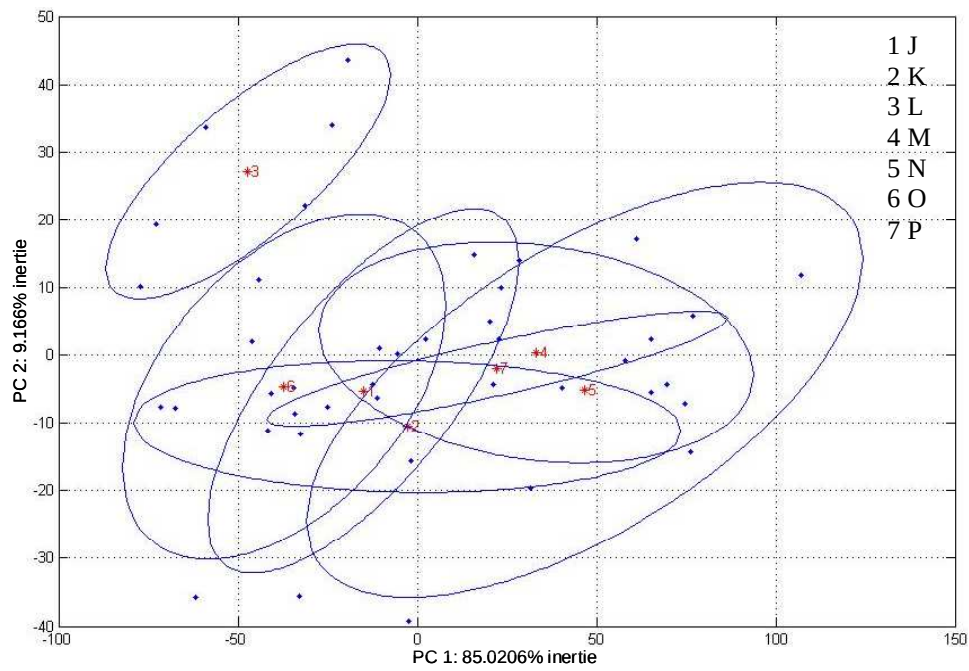


Figure 6.9: Similarity map from principal component analysis of the compression-relaxation curves showing 94 % of total variance

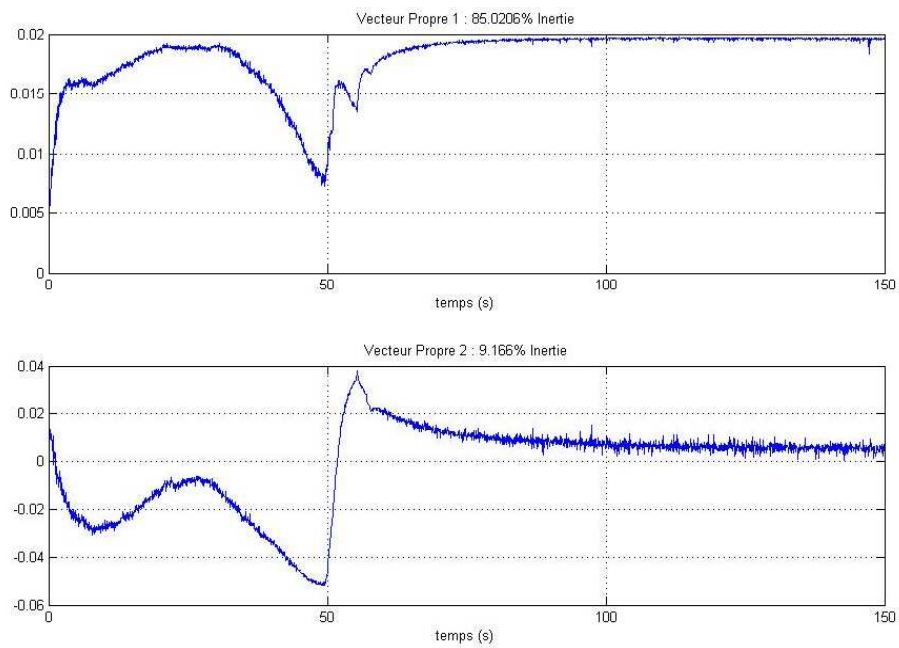


Figure 6.10: First two principal component curves showing 94 % of total variance. PC1, representing x-axis shows 85 % of variance and PC2, y-axis, showing 9 % of variation

Table 6.2: Values of density and characteristic mechanical profiles for different breads

No. PCA	Variable 1 Variable 2 Variable 3 Variable 4 Variable 5 Variable 6						
	Variables	Density	E_{bread}	σ_m	$\sigma_{2/3}$	σ_r	W
	Units	g.cm^{-3}	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	J
1	J	0.18	20	2.59	4.47	2.07	0.79
2	K	0.22	21.4	2.35	4.76	2.15	0.81
3	L	0.18	12.5	1.94	4.29	1.90	0.71
4	M	0.19	20.2	2.81	5.18	2.37	1.01
5	N	0.18	28.1	2.73	5.50	2.44	1.10
6	O	0.21	15.7	1.93	3.97	1.95	0.71
7	P	0.17	17.8	2.83	4.50	2.38	0.97

The different variables describing mechanical behaviour are shown in Table 6.1. The values of density varied from 0.17 to 0.22, and this variation is significant regarding relative error (5 %). The larger density values ($> 0.2 \text{ g.cm}^{-3}$) were obtained for samples K and O which were mixed at low specific energy ($\approx 20 \text{ kJ/kg}$) but higher temperature at end of mixing ($\geq 25^\circ\text{C}$). These conditions might have favoured a loss of stability during the end proofing (see Chapter V), and consequently a lower oven expansion during the beginning of baking. Overall, the maximum resistance, as indicated by E_{bread} , was shown by bread N and was minimum for L, while others showing intermediate results.

A correlation can be established between the results of PCA and these six variables (Figure 6.11). It shows that all the variables responsible for variations in mechanical response are correlated except density (variable 1). In particular the variables n° 2 and 3 (E_{bread} , σ_m) considered as characteristics of crust rigidity, and variables 4 and 5, characteristics of crumb firmness, are strongly correlated to axis 1 of PCA and this appears in contradiction with the results obtained by Chaunier et al., (2008) with mini-breads.

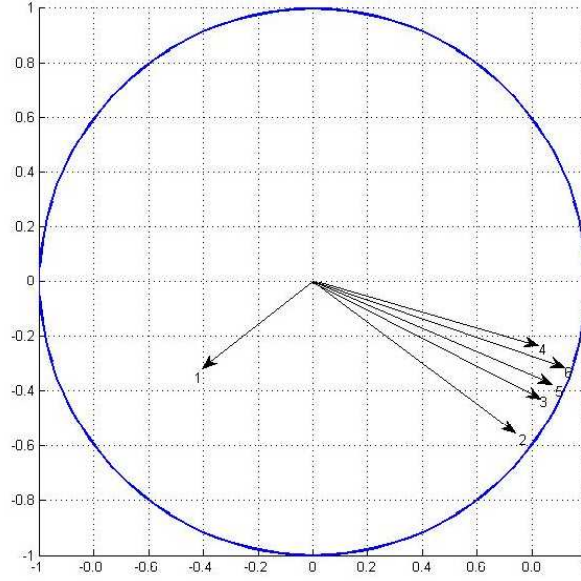


Figure 6.11: Circle showing correlation of six different variables extracted from multi-indentation profile

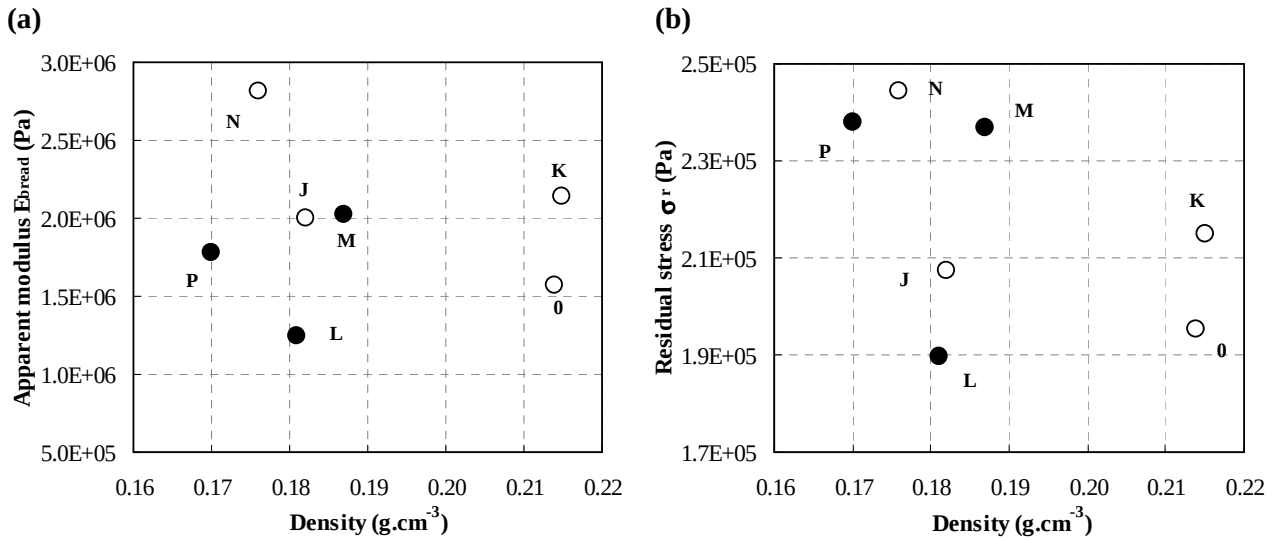


Figure 6.12: Variation of density with (a) apparent modulus and (b) residual stress of normal bread at low/medium (O) and higher (●) values of mixing specific energy

This correlation circle also suggests that density has no significant effect on mechanical properties, and this is confirmed by Figure 6.12, which represents the variations of E_{bread} and residual stress as function of density.

This absence of correlation is surprising in the case of residual stress, if we consider that this variable is representative of the mechanical properties of the crumb and given the results obtained on pan bread, leading to the application of the Gibson-Ashby's model (Zghal et al., 2002). This result suggests that the measured properties are all related to crust characteristics rather than to the crumb, and that these differences reflect structural aspects of the crust that would need deeper attention as shown by the results of Primo-Martin et al., (2006, 2007, 2010). Whatever their structural basis, it seems that these properties are affected by dough mixing conditions. For a constant value of density (J, L and N), the bread sample mixed for an average specific energy and medium dough end temperature (N), shows higher values of apparent modulus and residual stress, suggesting local influences of cellular structure. It is also noteworthy that these conditions are the closest to the one employed for current French bread (Chiron et al., 2007). Conversely, larger energy and dough temperature (L) are more in line with industrial process for pan breadmaking, for which crust is not really significant.

Table 6.1: Values of density and characteristic mechanical profiles for mini-breads

Variables	Variable 1	Variable 2	Variable 3	Variable 4	Variable 5	Variable 6
	Density	E_{bread}	σ_m	$\sigma_{2/3}$	σ_r	W
Units	g.cm^{-3}	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	J
J	0.20	67	6.97	3.41	1.43	0.92
K	0.21	43.6	4.56	3.70	1.34	0.72
L	0.22	82.8	8.00	3.92	1.61	1.23
N	0.18	51.9	4.82	2.60	9.56	0.63
Z	0.25	61.5	5.80	4.95	1.79	0.92

To check the relevance of the method (multi-indentation), we have also extracted the same variables from the multi-indentation profiles obtained from mini-bread testing. The results are reported in Table 6.2 including one sample to which fibres were added in order to extend the domain of variation. Since could not make enough experimental trials, we did not perform any PCA treatment, but merely represented their variations with density (Figure 6.13).

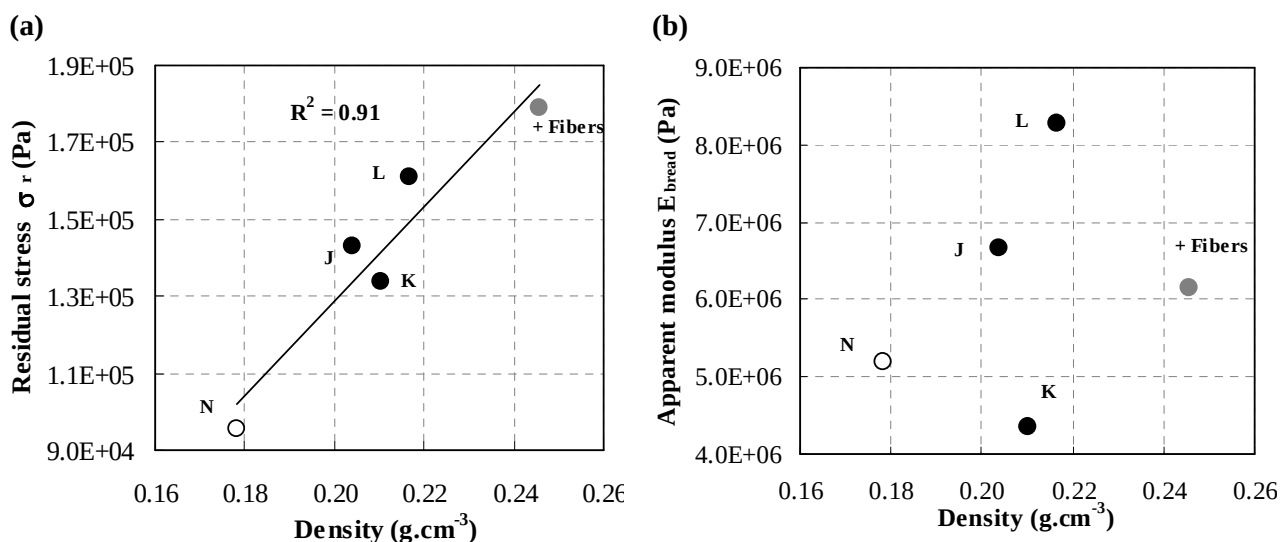


Figure 6.13: Variation of (a) residual stress and (b) apparent modulus with density for mini-breads at low/medium (O) and higher (●) values of mixing specific energy

Not surprisingly we found that residual stress, and also the stress at the end of compression ($\sigma_{2/3}$) were well correlated with density confirming that they were representative of the crumb mechanical properties (Figure 6.13). Conversely, these variables were neither correlated with apparent modulus, nor with maximum stress σ_m and compression energy W . These results, in line with those of Chaunier et al., (2008) confirm that this last set of variables characterize crust. The mini-breads showed opposite trend where maximum resistance was showed by L and was minimum for N, whereas the baguettes showed intermediate results. These apparent discrepancies underline the importance of the baking process which may develop in a different way according to the size and shape of the bread.

6.3.2. Description of crumb cellular structure

The cellular structure of crumb is described because it is an important feature that may be affected by the mixing procedure, but it may also help to explain some differences encountered in the preceding results on texture. Indeed, the breads show variations in structure of crumb due to presence of small or large cells and differences in cell walls thickness. Thirty six images have been acquired in total for each tested bread sample and their erosion–dilation curves were processed by principal component analysis (PCA). The results of PCA performed on bread crumb slices are represented by the resemblance graph in Figure 6.14. The similarity map shows the samples clustered according to the kind of bread they were issued. Two close points on this graph correspond to the curves obtained by two images

having close cellular structures. This method provides a synthetic comparison of the images by taking into account all erosion and dilation steps.

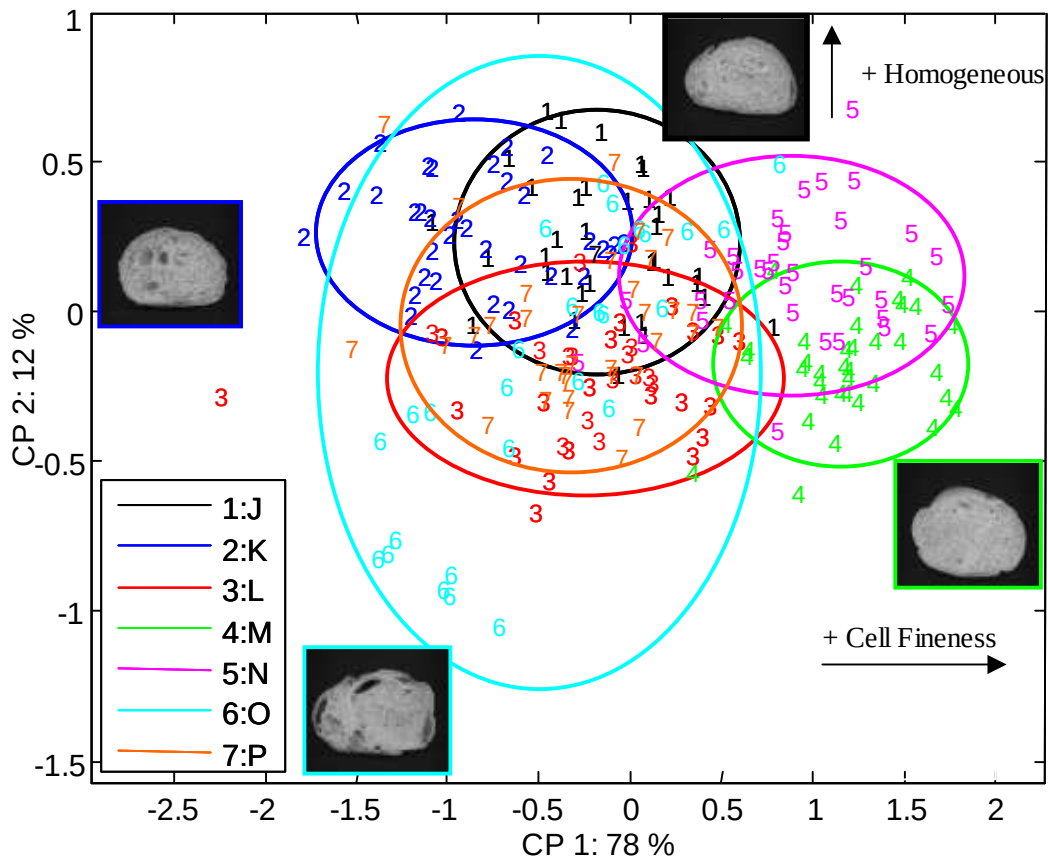


Figure 6.14: Resemblance graphs from principal component analysis of the bread slices showing 90 % of total variance

The first two principal components (PC1 and 2) describe 78% (Figure 6.15 a) and 12 % (Figure 6.15 b), that is 90 % of total variance. PC 1 shows the presence of smaller cells between 0 and –2 mm dilation steps, the cell wall thickness is less affected for same levels of erosion steps. In addition, these curves also take into account cell walls. Looking at PC1 provides a sample classification based on the fineness of cells, whereas PC 2 revealed differences between homogeneity of the cells and cell wall thickness. The right part (erosion) of the component 2 (Figure 6.15 b), suggests that crumbs with positive 2nd component contained more thin cell walls and vice versa. These interpretations are favored by the representation of typical images on the similarity map.

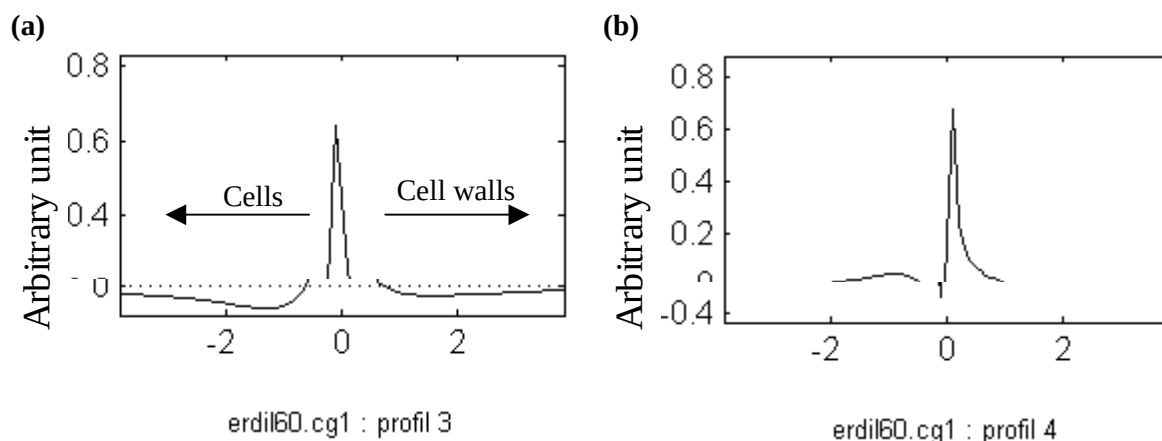


Figure 6.15: First two principal component curves showing 90 % of total variance. PC1 (a), representing x-axis shows 78 % of variance and PC2 (b), y-axis, showing 12 % of variation

Breads slices M and N are found on the positive side of PC 1, suggesting a finer cellular structure while crumb K is more located towards the negative side, showing coarser cell structure with larger cells; crumbs J, L, O and P have intermediate cellular structures in terms of cell size. Due to cluster overlap, there is little difference in terms of homogeneity of the cellular structure between the crumbs prepared from breads mixed under different conditions. It just confirms that small cells together with thicker cell walls were observed for M and N, whereas thinner walls and larger cells were observed for samples K. The other samples, J, L and P showed variable cell sizes.

These results reflect the variety of cellular structures obtained through the change of mixing conditions. Indeed, the cellular structures of samples M and N are more regular and have more smaller cells, whereas cellular structures from samples J, O and K have more larger cells and more irregular crumb. The cellular structures L and P are more intermediate. The crumbs (M and N) were fabricated from dough mixed at lower values of temperature at end ($T_d \leq 25^\circ\text{C}$) and larger level of specific energy ($E_s \geq 30 \text{ kJ/kg}$), while samples J, O and K, were prepared under lower energy inputs ($E_s \leq 20 \text{ kJ/kg}$), whatever the temperature. A complete interpretation of these relationships would require a full interpretation of the breadmaking process including dough rheological properties and proofing behaviour, as performed in chapters III and V, but at least this result shows the importance of the mixing conditions on the resulting cellular structure of bread.

In complement, the differences of cellular structure may also explain why the bread samples with similar densities (J, L and N) showed different results for their mechanical properties modules, in line with the numerical simulations performed by Babin et al., (2005) on crumb samples imaged by X-ray tomography.

6.4. Conclusion

This work has shown that the texture of bread, evaluated by its resistance to compression is affected by different mixing conditions. The results of multi-indentation have confirmed that for mini-breads, apparent modulus of bread (E_{bread}) and maximum stress (σ_m) reflect the resistance of crust while the other variables like residual stress (σ_r) and $\sigma_{2/3}$ correspond to the properties of bread crumb, as shown by previous work (Chaunier et al., 2008). However, the same measurements applied to bread rather assessed the overall resistance of bread to compression, mainly involving its crust, but fails to distinguish the crust and crumb contributions for this format. The bread samples fabricated from doughs mixed for an average value of specific energy ($E_s \approx 30$ kJ/kg) and temperature ($T_d \approx 24$ °C) show higher resistance to compression, which can also be associated with its finer cellular structure as revealed by digital image analysis of the crumb slices. Deeper analysis is necessary to fully elucidate the causal chain from mixing condition to bread texture and that may require to perform more experiments on different forms of bread (normal bread, mini bread and baguettes) fabricated by applying various mixing conditions experimented during our study. These tests can also be applied to different bread samples enriched in fibers for evaluating the effect of this specific component on final bread texture.

Acknowledgements

We acknowledge the financial help offered by HEC (Higher Education Commission, Pakistan) and contribution from CEPIA-INRA for conducting this research work.

References

- AFNOR. (2002). "BIPEA, standard method for French breadmaking." V03 716 .
- Attenburrow, G. E., R. M. Goodb, J. L. Taylor and P. J. Lillford. (1989). "Structure, mechanics and texture of a food sponge." Journal of Cereal Science **9**: 61-70.
- Babin P., G. Della Valle, R. Dendievel, N. Lassoued and L. Salvo. (2005). "Mechanical properties of bread crumbs from tomography based Finite Element simulations." Journal of Material Science **40**: 5867-5873.
- Bonnand-Ducasse, M. (2009). "Action des fibres alimentaires de blé sur le développement de la texture du pain: application à des pains de qualité nutritionnelle améliorée." Thèse doctorat. Université de Nantes, France. 244p.
- Chaunier, L., H. Chiron, G. Della Valle and L. Saulnier. (2008). "Evaluation instrumentale de la texture contrastée croûte/mie de pains miniaturisés des teneurs en fibres variées." Industries des céréales **160**: 02-08.
- Chiron, H., P. Courcoux, G. Della Valle, L. Morel-Fatio. (2008). "Conduite de pétrissage : du bras oblique à la spirale et bilan énergétique." Industries des céréales **159**: 32-33.
- Lassoued, N., P. Babin, G. Della Valle, M-F, Devaux and A. L. Réguerre. (2007). "Granulometry of bread crumb grain: Contributions of 2D and 3D image analysis at different scale." Food Research International **40**(8): 1087-1097.
- Primo-Martin, C., G. van Dalen, M. B. J. Meinders, A. Don, R. H. Hamer and T. van Vliet. (2010). "Bread crispness and morphology can be controlled by proving conditions." Food Research International **43**: 207-217.
- Primo-Martin, C., A. van de Pijpekamp, T. van Vliet, H. H. J. de Jongh, J. J. Plitjter and R. J. Hamer. (2006). "The role of the gluten network in the crispness of bread crust." Journal of Cereal Science. **43**: 342-352.
- Primo-Martin, C., N. H. van Nieuwenhuijzen, R. J. Hamer and T. van Vliet. (2007). "Crystallinity changes in wheat starch during the bread-making process: starch crystallinity in the bread crust." Journal of Cereal Science. **45**: 219-226.
- Rouillé, J., G. Della Valle, M-F, Devaux, D. Marion and L. Dubriel. (2005). "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.
- Scanlon, M. G. and M. C. Zghal. (2001). "Bread properties and crumb structure." Food Research International **34**: 841-864.

Zghal M. C., M. G. Scanlon, and H. D. Sapirstein. (2002). "Cellular structure of bread crumbs and its influence on mechanical properties." Journal of Cereal Science **36**: 167-176.

7. Chapitre. VII

Synthèse des travaux : application à l'incorporation de fibres

7.1. Rôle des fibres

L'intérêt pour l'incorporation de fibres de blé dans la farine relève à la fois d'une réponse aux recommandations nutritionnelles (Plan National Nutrition Santé) et à l'idée de mieux exploiter les différentes fractions du blé issues de la mouture. Ces fibres ont un rôle important tout au long du procédé de panification qui conduit aussi à des modifications de texture (pain plus dense, croûte moins croustillante, couleur trop foncée...) qui peuvent diminuer l'acceptabilité par le consommateur, en dépit des propriétés nutritionnelles améliorées. Les travaux de Bonnand-Ducasse, (2009) réalisés dans le cadre du programme AQuaNuP montrent que l'ajout de fibres insolubles accroît la viscosité en cisaillement de la pâte, augmente la densité et les propriétés mécaniques des pains, diminue la susceptibilité enzymatique de l'amidon (et l'index glycémique des pains), quelque'un soient le procédé de fabrication (pain courant ou pain de tradition) et la farine utilisée. Afin de mieux expliquer ces résultats, l'impact de l'addition de fibres insolubles aux différentes étapes de panification (Figure 7.1) a été examiné à l'aide des méthodes mises au point au cours de ce travail, et détaillées dans les chapitres précédents.

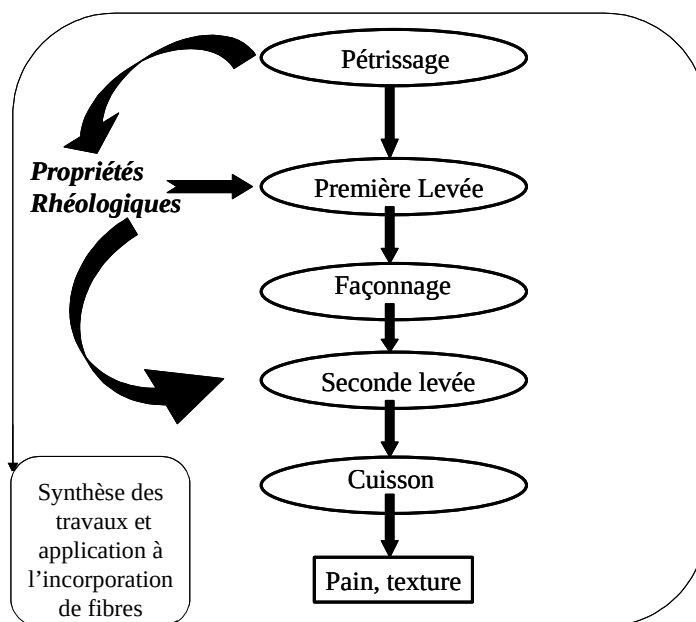


Figure 7.1: Schéma du processus de panification Français

7.2. Comportement au pétrissage

Le pétrissage est une étape clé dans la fabrication du pain parce que le succès des étapes ultérieures de fermentation et de cuisson dépend de la répartition homogène des constituants de la farine et aussi sur la création du réseau de gluten. Pour étudier l'effet de l'incorporation de fibres, nous avons utilisé le protocole détaillé dans la partie « Matériel et méthodes » du Chapitre II (Article # 1 : Energetical and rheological approaches of wheat flour dough mixing). Une fraction des fibres insolubles issues de sons de blé (7,5 % de la masse de farine) a été ajoutée dans la formulation A (64 %d'eau), représentée au tableau 2.1 (Article 1).

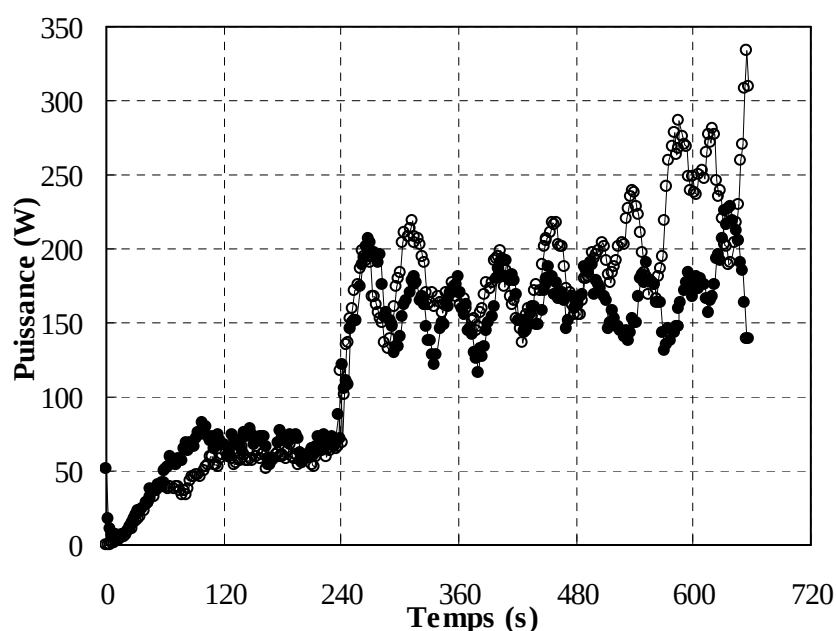


Figure 7.2: Puissance nécessaire au pétrissage de pâte avec fibres (●) et sans fibres (○)

La puissance nécessaire au pétrissage d'une pâte témoin et d'une pâte enrichie en fibres, enregistrée en fonction du temps, est représentée sur la Figure 7.2.

Pendant la phase de frassage (4 première minutes), puis pendant les 4 premières minutes de la phase de texturation, la puissance ne montre pas de différence significative entre les deux compositions. Au-delà de 8 minutes de pétrissage, le pétrissage de la pâte avec fibres

demande moins de puissance que la pâte témoin, ce qui peut témoigner de la constitution d'un réseau de gluten moins résistant, en raison de la moindre quantité d'eau disponible pour le constituer, celle-ci ayant été retenue par les fibres. Il n'y a pas de différences significatives des valeurs de la température finale de la pâte ($T_d = 24$ et $23,5$ °C) et les énergies spécifiques ($E_s = 30$ et 28 kJ/kg) pour les deux pâtes. Les pâtes ne montrent pas les différences au cours du pétrissage, ce qui suggère qu'il n'y aura pas beaucoup de différence pour le comportement rhéologique des deux pâtes.

7.3. Propriétés rhéologiques

L'effet des fibres sur la viscosité en cisaillement a été étudié par Bonnand-Ducasse et al., (2010). La Figure 7.3 montre la viscosité en fonction de taux de cisaillement pour les pâtes témoins et enrichis en fibres (9 %). Les courbes d'écoulement des deux pâtes ont la même allure. Elles présentent un comportement newtonien caractéristique aux faibles taux de cisaillement, et un comportement rhéofluidifiant lorsque la taux de cisaillement augmente. Les données de deux régimes d'écoulement se placent sur la même courbe dans la gamme de vitesse [10^{-6} , 1 s $^{-1}$] et les courbes peuvent être ajustées à l'aide de l'équation de Cross simplifiée (Rouillé et al., 2005).

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + (\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0)^n} \quad (7.1)$$

Les valeurs caractéristiques du comportement visqueux de la pâte sont plus élevées lorsque des fibres sont ajoutées. Pour des taux de cisaillement comprises entre 10^{-3} et 10^{-5} s $^{-1}$, proches de celles subies par la pâte au cours de la fermentation (Bloksma, 1990), la viscosité de la pâte enrichie en fibres est 3 fois plus élevée que celle de la pâte témoin. Ce comportement pourrait être lié à la réduction de la lubrification de l'eau ou à un effet de charges des fibres (Bonnand-Ducasse et al., 2010). Ces résultats peuvent également aider à expliquer le comportement de pâtes lors de leur mise en œuvre notamment pendant le pétrissage ($\dot{\gamma} \sim 10$ - 10^2 s $^{-1}$). En effet, pour des valeurs de cisaillement caractéristiques de celles au cours du pétrissage (>10 s $^{-1}$, cf. Chapitre II), la différence entre les deux courbes d'écoulement devient très faible, ce qui expliquerait le faible écart entre les courbes de puissance : l'effet de charges par les fibres compense le réseau de gluten plus lâche. En effet, les fibres sont présentes sous forme de fragments de parois, et considérées comme les

barrières physiques qui introduisent des discontinuités dans le réseau de gluten pendant la formation de la pâte (Courtin et Delcour, 2002 ; Courtin et al., 1999 ; Katina et al., 2006).

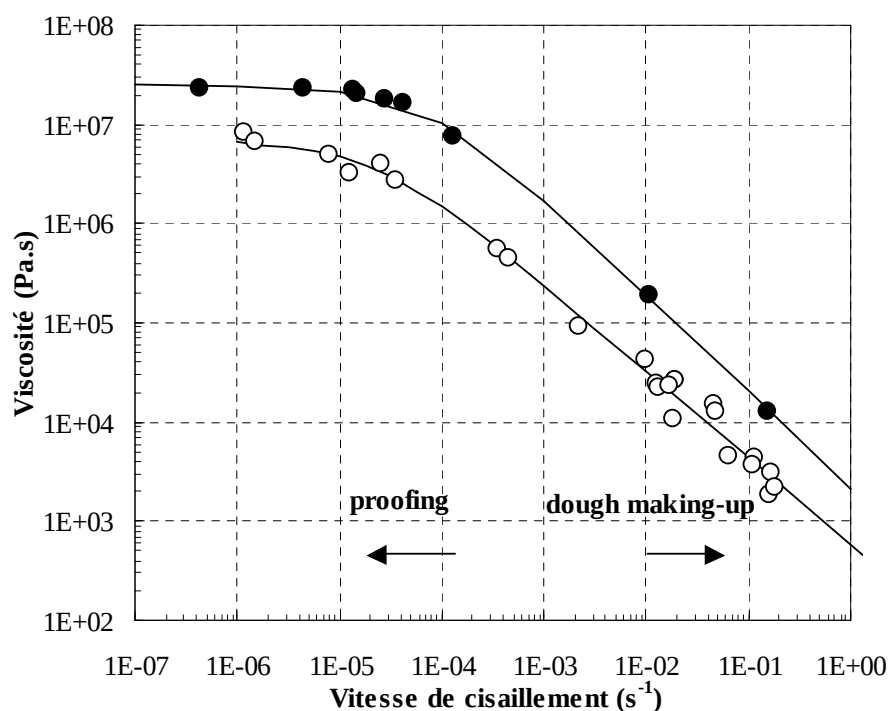


Figure 7.3: Viscosité en fonction de taux de cisaillement pour les pâtes avec (●) et sans fibres (O). Les données expérimentaux sont ajustées avec le modèle de Cross

Nous avons complété cette étude rhéologique sur l'effet des fibres sur le comportement de la pâte par des mesures aux faibles et grandes déformations réalisées par DMA et LSF, respectivement. Ces mesures ont été réalisées en utilisant les méthodes détaillées dans la partie « Matériel et méthodes » du Chapitre III (Article # 2 : Rheological properties of wheat flour dough for different mixing conditions).

Les variations du module de stockage E' en fonction de la température obtenues en DMA pour les pâtes témoin et enrichie en 7,5 % de fibres sont présentées sur la Figure 7.4. Comme déjà observé (Chapitre III), E' diminue jusqu'à un minimum lorsque la température augmente de 20 à 55 °C, puis augmente fortement dans l'intervalle de température 55 - 75 °C jusqu'à un maximum pour les deux temps de repos des pâtes. Les valeurs caractéristiques E'_0 (à ≈ 30 °C), $E'_{\min}$ (à ≈ 45 °C) et $E'_{\max}$ (à ≈ 75 °C) sont extraites des données. La pâte enrichie en fibres et le témoin présentent le même profil avec peu de différences sur ces valeurs

caractéristiques. Cependant, les rapports $E'_{\max}/E'_{\min}$ pour les deux pâtes, présentés dans le tableau 7.1, sont sensiblement différents, plus faibles pour les pâtes contenant des fibres et augmentant avec le temps de repos alors que celui du témoin diminue.

Tableau 7.1: Les valeurs du module $E'_{\max}/E'_{\min}$, SHI, K et n pour les pâtes témoins et enrichies en fibres

Variables	$E'_{\max}/E'_{\min}$	$E'_{\max}/E'_{\min}$	SHI	K (0,75)	n
	t_0	t_1			
Unité	Min	Min		Pa.s ⁿ	
Sans Fibres	16	15	1,57	7450	0,33
Avec Fibres	11,5	13,7	1,54	9600	0,27

Lorsque la température de la pâte augmente jusqu'à environ 50 - 55 °C, la diminution de E' reflète un assouplissement de la pâte, attribuée à une mobilité accrue du gluten (Bloksma, 1990). L'augmentation rapide des modules au-delà de cette température représente une rigidification de la pâte, qui peut être due au gonflement des grains d'amidon (Dreese et al., 1988) et à la thermoréticulation de gluten (Rouillé et al., 2010). L'augmentation de E' diminue avec la quantité des fibres réellement ajouté.

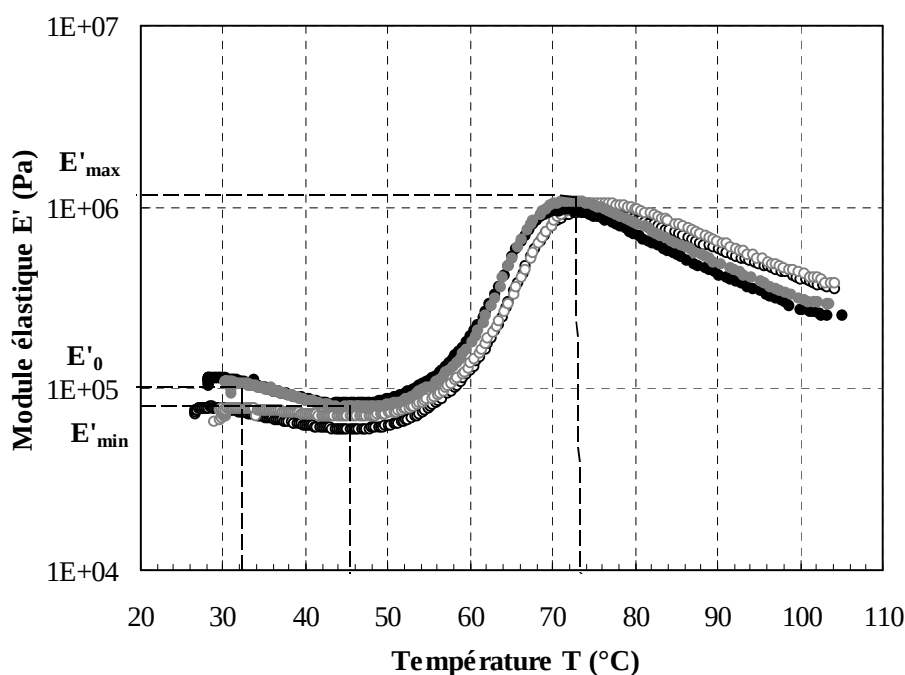


Figure 7.4: Module élastique E' en fonction de la température des pâtes, pour les pâtes enrichies en 7,5 % des fibres (t_0 ● t_1 ●) et témoins (t_0 ○ t_1 ○)

Donc, on peut supposer que, au cours de la cuisson de la pâte, les fibres ajoutés gênent le gonflement des grains d'amidon ou la thermoréticulation du gluten. Ceci pourrait être lié à leur capacité à fixer l'eau (Cavella et al., 1990), qui laisse moins d'eau disponible pour l'amidon. La présence des fibres solubles et insolubles diminue la quantité de gluten formé par rapport à un témoin, et modifie ses propriétés (Wang et al., 2002, 2003). Les fibres insolubles agiraient donc de manière indirecte en entrant en compétition pour l'eau avec le gluten, et gêneraient sa formation (Wang et al., 2002, 2003). Ces deux mécanismes, indirects, peuvent expliquer les différences de variations de module observées.

Les mesures en compression uniaxiale lubrifiée, réalisées pour des déformations $0,1 < \varepsilon_b < 1,25$, ont montré une bonne répétabilité, avec ou sans fibres et les courbes contrainte (déformation) étaient exploitables pour $\varepsilon_b \geq 0,1$. Les pâtes ont un comportement élongationnel rhéofluidifiant (Figure 7.5 a), caractérisé par une loi puissance dont les valeurs des indices K et n sont rapportées au Tableau 7.1, pour une déformation constante $\varepsilon_b = 0,75$. Les valeurs de n sont très proches de 0,3, mais celles de K augmente significativement en présence de fibres (de 7450 à 9600 Pa.sⁿ) ce qui conduit à des valeurs de viscosité élongationnelle plus élevées des pâtes contenant des fibres. Pour une valeur constante de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}_b = 0,01 \text{ s}^{-1}$), les variations de σ représentées sur une échelle logarithmique en fonction de la déformation biaxiale (ε_b) donnent des valeurs sensiblement égales de l'indice de rhéodurcissement, SHI (Figure 7.5 b), proche de 1,55 (Tableau 7.1).

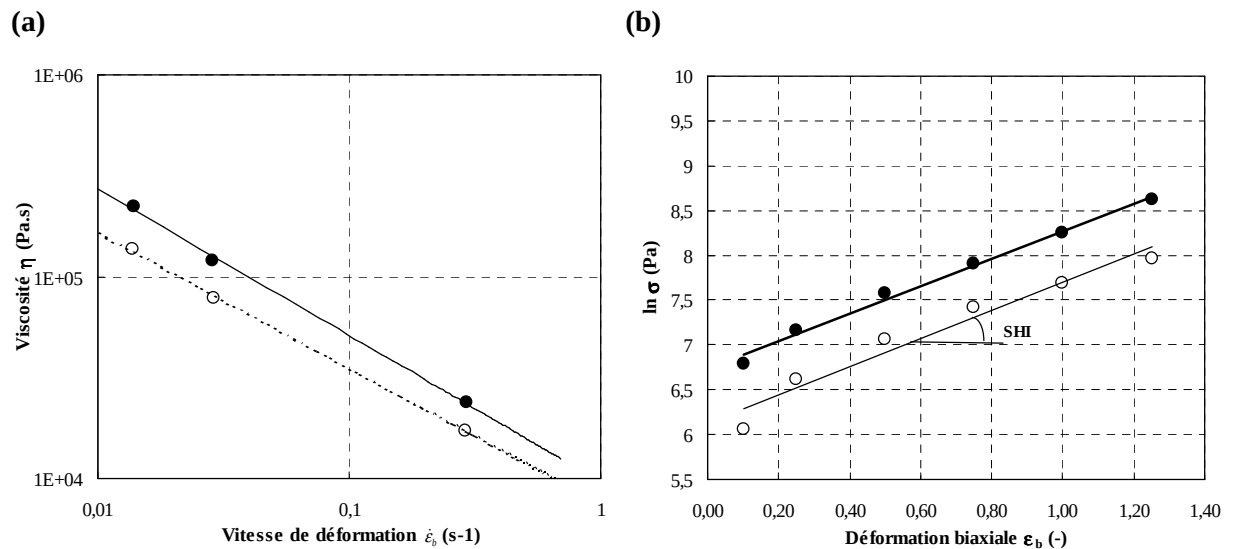


Figure 7.5: (a) η vs. $\dot{\varepsilon}_b$ pour $\varepsilon_b = 0,75$ et (b) log de contrainte σ en fonction de déformation biaxiale ε_b pour les pâtes avec (●) et sans fibres (○)

7.4. Effet des fibres pendant la fermentation

L'évolution de la porosité de pâtons enrichis ou non en fibres, présentée sur la Figure 7.6 a, a été déterminée grâce au protocole établi au Chapitre IV. Les courbes ont une forme sigmoïdale classique, avec un point d'inflexion proches de 30 minutes dans les deux cas, avec ou sans fibres. L'addition de fibres n'entraîne donc pas de différence significative sur l'évolution de la porosité de la pâte au cours de la fermentation ce qui confirme, indirectement, que c'est bien la production de gaz qui joue un rôle déterminant sur cette propriété. Cependant l'addition de fibres engendre une perte de stabilité de la pâte pour des temps supérieurs à 30 minutes (7.6 b), qui peut avoir trois causes :

- (1) les fibres déstabilisent et fragilisent les interfaces des bulles accélérant ainsi le phénomène de coalescence des parois alvéolaires.
- (2) la plus grande viscosité en cisaillement de la pâte avec fibres freine l'ascension des bulles, à faible vitesse de déformation.
- (3) l'ajout des fibres pénalise le réseau du gluten en affaiblissant les liaisons des fragments de gluten texturés durant l'étape de pétrissage.

Les résultats obtenus au Chapitre V, sur le rôle de l'indice de consistance sur l'affaissement de la pâte seraient plutôt en contradiction avec la cause (3).

Quelle qu'en soit la cause, ces résultats expliquent qu'en pratique, les boulangers réduisent le temps de fermentation dans le cas des pâtes enrichies en fibres, afin d'éviter cette perte de stabilité. Il en résulte une moindre expansion, ou plus faible porosité, et qui peut entraîner des pains à plus faible volume, ou à plus forte densité finale, et donc à texture plus ferme (Rouillé et al., 2010 ; Bonnand-Ducasse, 2009). C'est cette augmentation de densité, plus que l'ajout de fibres lui-même, qui provoquerait une baisse de l'indice glycémique. D'un point de vue sensoriel, l'ajout de fibres dans le pain courant Français induit donc une augmentation de la densité et de la fermeté, une perte de croustillance de la croûte et une mie foncée. Toutes ces caractéristiques peuvent limiter l'acceptabilité du consommateur (Martin et al., 2008).

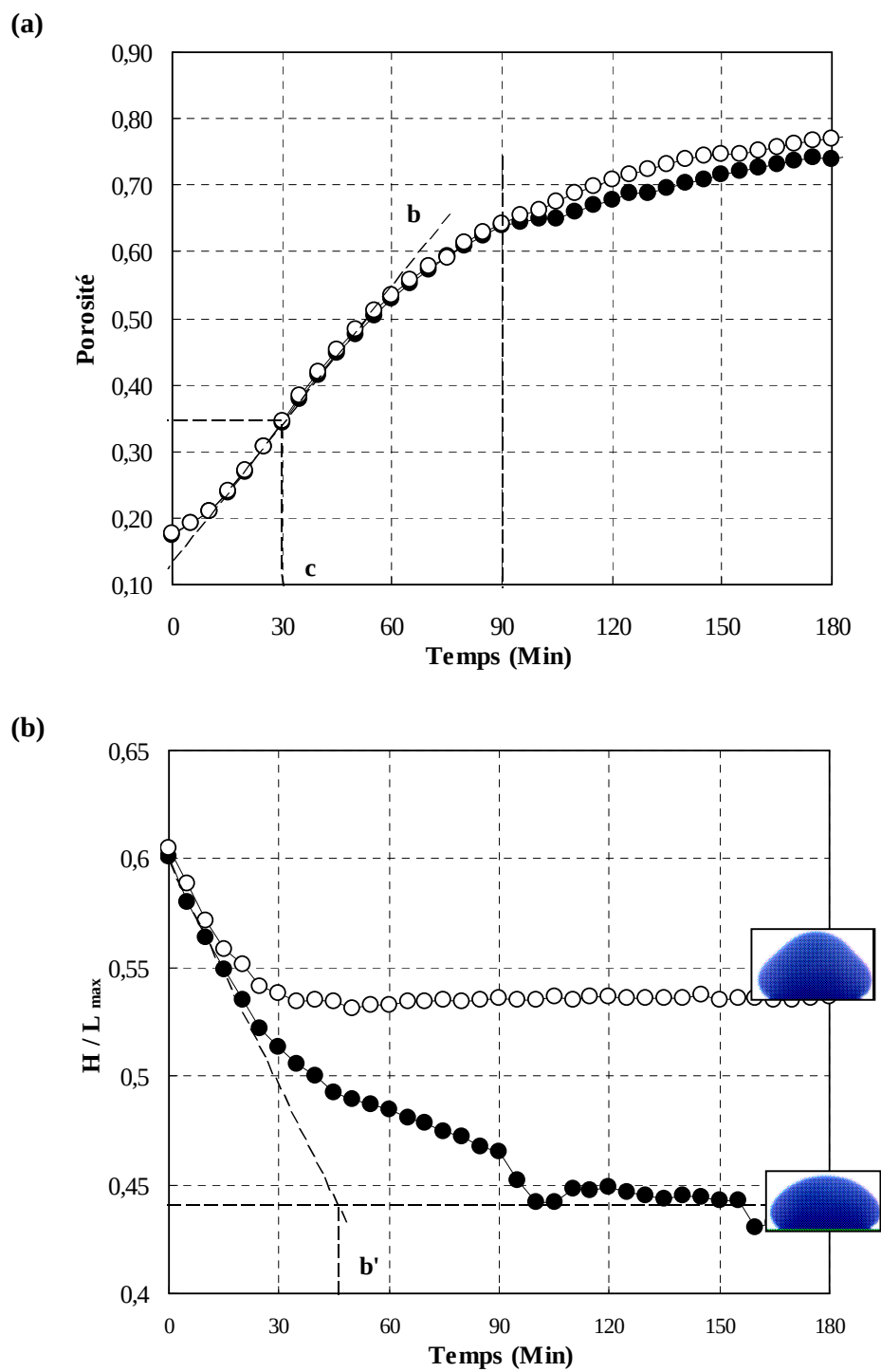


Figure 7.6: (a) Evolution de la porosité et (b) de la stabilité pour les pâtes avec (●) et sans fibres (O)

7.5. Texture du pain

Pour examiner l'effet de l'addition de fibres sur la texture finale du pain, nous avons utilisées une formulation (Z), (7,5% de fibres insolubles, 64% d'hydratation, 2,2% du sel et 2,5% de levure). Après frasage (240 sec, 100 tr/min), la pâte a été pétrie dans le pétrin à spirale à 200 tr/min pendant 420 secondes pendant la deuxième étape de texturation. L'énergie spécifique (E_s) au cours de texturation et la température finale de la pâte (T_d) était 24 kJ/kg et 25,5 °C, respectivement.

Nous avons testées les trois différents formats des pains Français, pain courant Français, les petits pains (ou mini-pains) et les baguettes.

7.5.1. Multi-indentation

La Tableau 7.2 présente les mesures de densité des différentes formats du pain (variable 1), ainsi que les valeurs des 5 variables caractéristiques issues des profils de texture.

Tableau 7.2: Synthèse des valeurs numériques caractérisant les propriétés du pain, petit-pain et baguette

Type du pain	Variables	Density	Epain	σ_m	$\sigma_{2/3}$	σ_r	W
	Unité	g.cm^{-3}	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	$\times 10^5 \text{ Pa}$	J
Pain courant Français		0,2	10,2	1,16	4	1,76	1,02
Petit pain		0,25	61,5	5,8	4,95	1,79	0,92
Baguette*		0,21	28,7	2,28	8,69	2,97	1,6

*Résultats obtenus par Bonnard-Ducasse, (2009) au cours de son travail de thèse

L'ajout de fibres augmente la densité du pain, petit-pain et baguette et la valeur maximale de densité est observée pour les petit-pains. Pour évaluer l'effet de l'addition des fibres, on fait la comparaison des variables obtenu pour les pains courant Français en faisant varier les conditions de pétrissage (Chapitre VI).

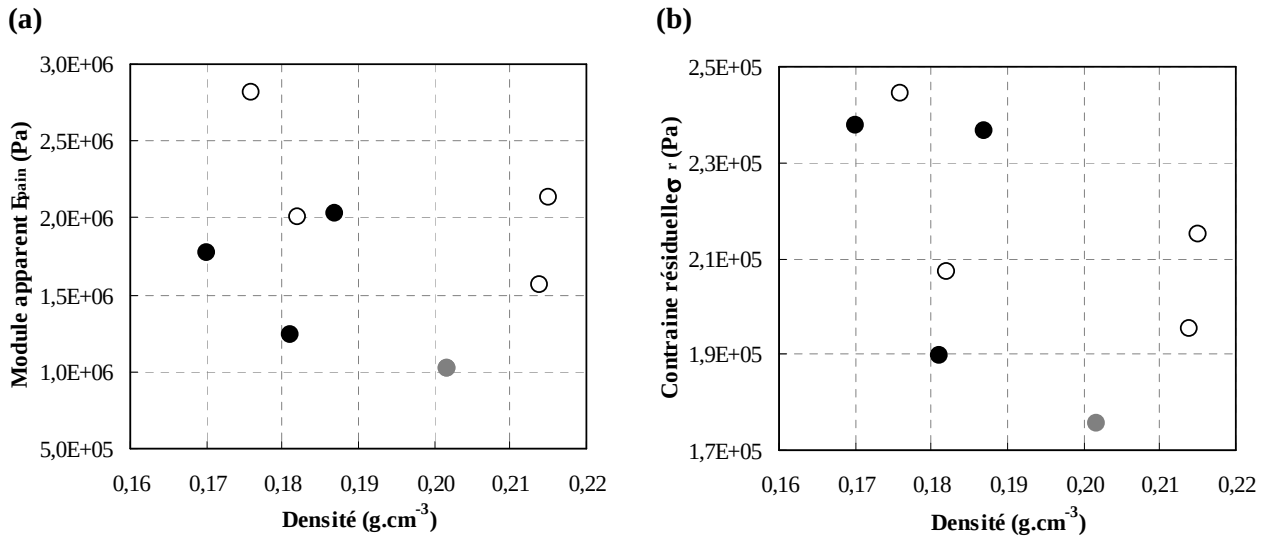


Figure 7.7: Variations de la densité avec (a) le module apparent et (b) contrainte résiduelle du pain à faible/moyenne (O) et haute (●) énergies. (●) signifie l'ajout de fibres

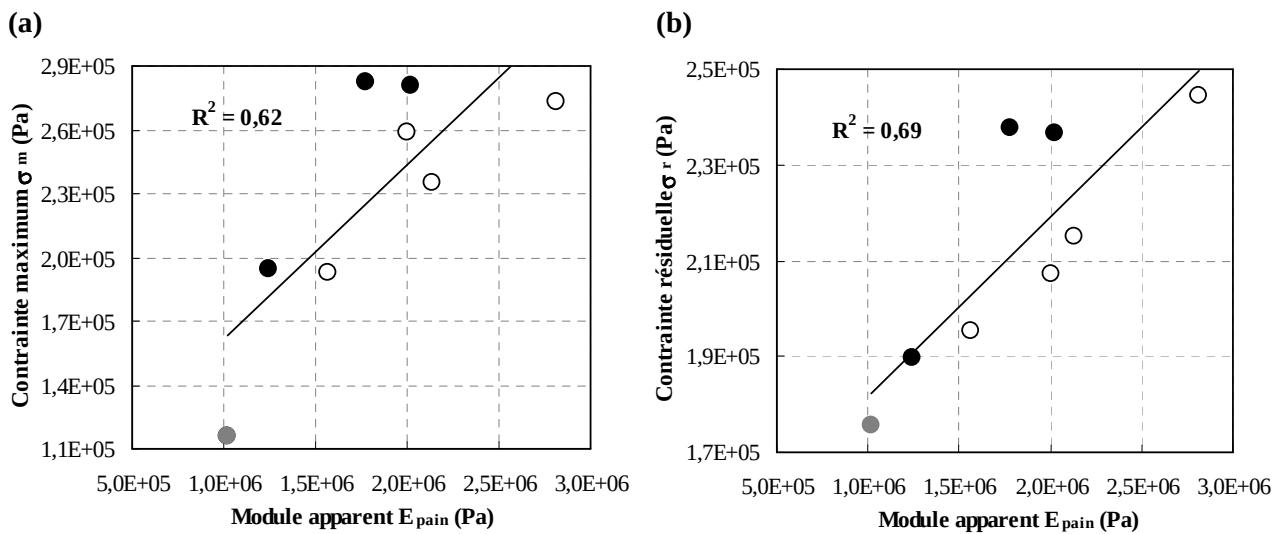


Figure 7.8: Contrainte maximum (a) et résiduelle (b) en fonction du module apparent du pain à faible/moyenne (O) et haute (●) énergies. (●) signifie l'ajout de fibres

La Figure 7.7 montre les variations de module apparent et de contrainte résiduelle avec la densité du pain, sans faire apparaître de corrélation ce qui suggère que ces propriétés reflètent la résistance du pain par la croûte, plus que par la mie et que l'addition de fibres diminue la densité.

L'ajout de fibres ne modifie pas la corrélation entre la contrainte maximum σ_m (Pa) de la croûte et la contrainte résiduelle σ_r (Pa) ($r^2 = 0,62$ et $0,69$) avec le module apparent de la croûte (Figure 7.8 a et b). Cette corrélation suggérerait que le contraste mie/croûte des pains n'est pas modifié par l'ajout de fibres. En revanche dans le cas des mini-pains (Figure 6.13), lorsque des fibres sont ajoutées, la contrainte résiduelle est accrue, toujours en corrélation avec la densité, et le module à peine modifié ; ce résultat suggère une diminution du contraste de texture, en accord avec les résultats préliminaires de Chaunier et al., (2008) et ceux issus d'analyse sensorielle (Martin et al., 2008). Les baguettes présentent des caractéristiques intermédiaires. En effet, Bonnand-Ducasse, (2009) a montrée que l'ajout de fibres accroît la densité et les propriétés mécaniques des baguettes quels que soient la farine utilisée et le procédé de fabrication.

7.5.2. Effet sur la structure alvéolaire des mies

L'analyse en composantes principales donne la carte de ressemblance et les profils de vecteurs propres pour évaluer l'effet de fibres sur l'alvéolation des mies de pain. La Figure 7.9 présente la carte de ressemblance des images de mies établie par ACP (détaillée dans Chapitre VI, Article 5). Les deux premières composantes principales décrivent 91 % de la variance totale. Cette carte permet de distinguer les images en groupes distincts. Il différencie nettement la mie sans fibres de celle avec fibres. Cette dernière se place sur l'axe 1 avec les mies de texture plus fine et selon l'axe 2 avec une plus grande hétérogénéité dans la taille des alvéoles.

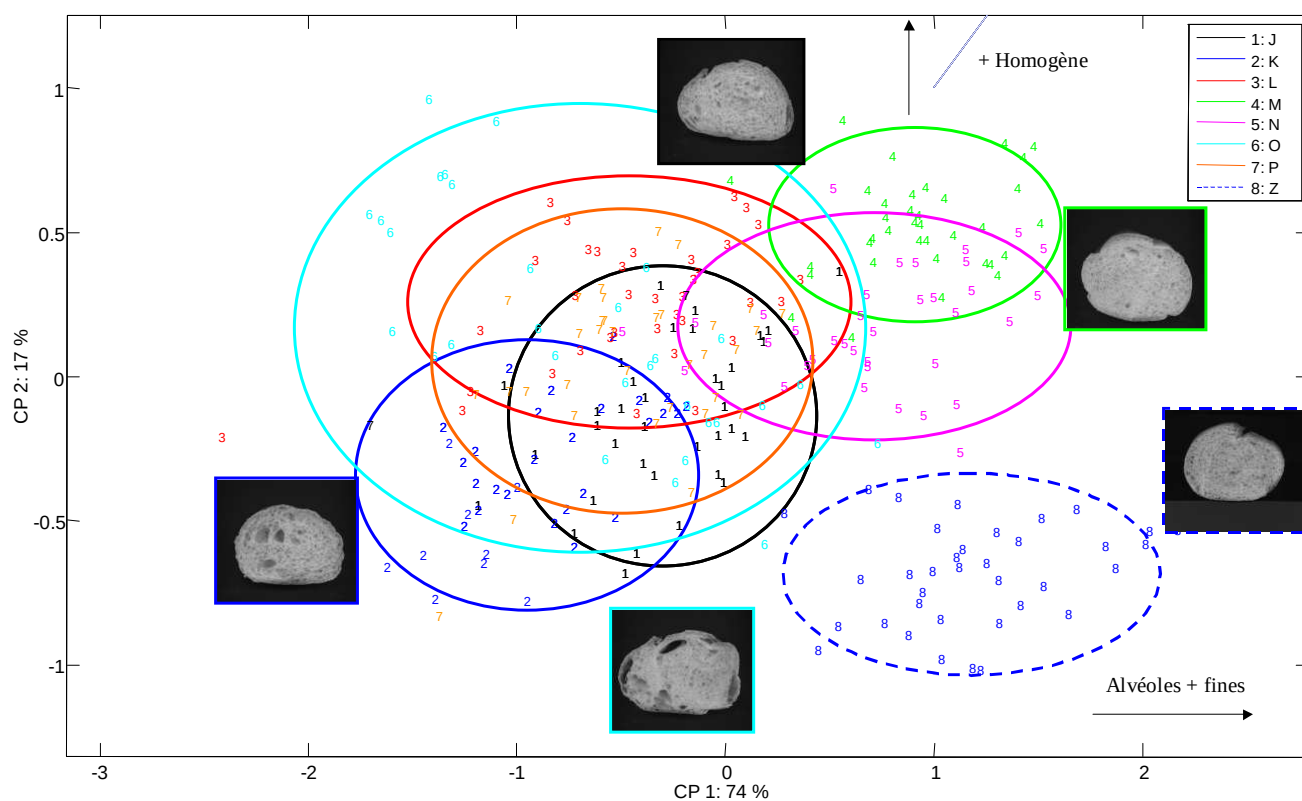


Figure 7.9: Carte de ressemblance des images de mies établie par ACP

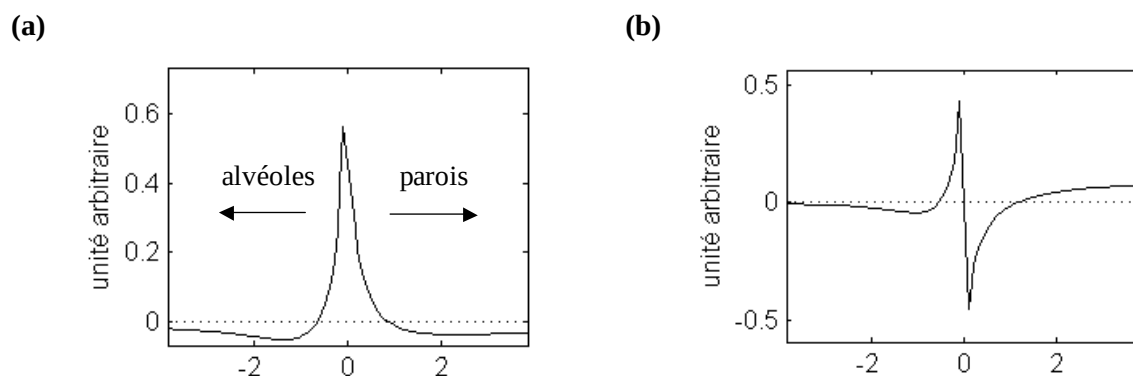


Figure 7.10: Profils des vecteurs propres (a) 1 et (b) 2 de la carte ACP des images de mies

La comparaison de l'échantillon Z (8) avec N (5) peut montrer l'effet des fibres du sur l'alvéolation des pains pour un même pétrissage, avec des valeurs d'énergies spécifiques assez proches. Il reste à vérifier si la différence apparaît à cause de l'ajout des fibres ou en raison de légère différence dans l'énergie spécifique.

Ces résultats montrent les effets de l'adjonction de fibres sur différentes étapes de panification. Il serait désormais intéressant de vérifier dans quelles mesures des conditions de pétrissage différentes permettraient de procéder à l'enrichissement en fibres céréalières en limitant leur impact sur les produits finis.

Références

- Bloksma, A. H. (1990a). "Dough structure, dough rheology, and baking quality." Cereal Foods World **35**(2): 237-244.
- Bonnand-Ducasse, M. (2009). "Action des fibres alimentaires de blé sur le développement de la texture du pain : application à des pains de qualité nutritionnelle améliorée." Thèse doctorat. Université de Nantes, France. 244p.
- Bonnand-Ducasse, M., G. Della Valle, J. Lefebvre and L. Saulnier. (2010). "Effect of wheat dietary fibers on bread dough development and rheological properties." Journal of Cereal Science, doi:10.1016/j.jcs.2010.05.006.
- Cavella, S., L. Piazza and P. Masi. (1990). "Thermomechanical analysis of gluten starch water mixtures: influence of testing conditions and compositions." Italian Journal of Food Science **2**: 235-248.
- Chaunier, L., H. Chiron, G. Della Valle, L. Saulnier. (2008). "Evaluation instrumentale de la texture contrastée croûte/mie de pains présentant des teneurs en fibres variées." Industrie des Céréales **160**: 02-08.
- Courtin, C. M. and J. A. Delcour. (2002). "Arabinoxylans and endoxylanases in wheat flour bread-making." Journal of Cereal Science **35**: 225-243.
- Courtin, C. M. A. Roelants and J. A. Delcour. (1999). "Fractionation-reconstitution experiments provide insight into the role of endoxylanases in bread-making." Journal of Agricultural and Food Chemistry **47**: 1870-1877.
- Dreese, P. C., J. M. Faubion, and R. C. Hoseney. (1988). "Dynamic rheological properties of flour, gluten, and gluten-starch doughs. I. Temperature-dependent changes during heating." Cereal Chemistry **65**: 348-353.
- Izydorczyk, M. S., A. Hussain and A. W. MacGregor. (2001). "Effect of barley and barley components on rheological properties of wheat dough." Journal of Cereal Science **34**: 251-260.
- Katina, K., M. Salmenkallio-Marttila, R. Partanen, P. Forsell and K. Autio. (2006). "Effects of sourdough and enzymes on staling of high-fibre wheat bread." Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie **39**: 479-491.
- Martin, C., P. Courcoux, H. Chiron and S. Issanchou. (2008). "Caractéristiques sensorielles clés de l'acceptabilité d'un pain de type baguette française." Industries des Céréales **159**: 6.

- Rouillé, J., H. Chiron, P. Colonna, G. Della Valle and D. Lourdin. (2010). "Dough/crumb transition during French bread making." Journal of Cereal Science, In Press.
- Rouillé, J., G. Della Valle, J. Lefebvre, E. Sliwinski and T. vanVliet. (2005). "Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components." Journal of Cereal Science, **42**(1): 45-57.
- Santos, D. M. J., S. R. Monteiro and J. A. Lopes da Silva. (2005). "Small strain viscoelastic behaviour of wheat gluten-pentosan mixtures." European Food Research and Technology **221**: 398-405.
- Wang, M., R. J. Hamer, T. van Vliet, H. Gruppen, H. Marseill and P. L. Weegels. (2003). "Effect of water unextractable solids on gluten formation and properties: mechanistic considerations." Journal of Cereal Science **37**: 55-64.
- Wang, M., R. J. Hamer, T. van Vliet and G. Oudgenoeg. (2002). "Interaction of water extractable pentosanes with gluten protein: effect on dough properties and gluten quality." Journal of Cereal Science **36**: 25-37.

Conclusions et perspectives

La panification met en œuvre des actions mécanique, fermentaires et thermiques. L'objectif du travail était de proposer un protocole pour étudier la fermentation de la pâte en utilisant les différentes conditions du pétrissage et en s'intéressant aux étapes postérieures à celle du pétrissage pour faire un lien entre pétrissage, fermentation et les propriétés rhéologiques de la pâte. Le pétrissage a été étudié dans la perspective de relier les caractéristiques macroscopiques du pain (texture, alvéolation) au comportement de la pâte au cours du procédé de fabrication, essentiellement grâce aux propriétés rhéologiques. Enfin, ce travail avait également pour objectif d'appliquer ces méthodes à l'effet des fibres à différentes étapes de panification pour mieux comprendre les modifications de texture de pain liées à leur incorporation.

Le processus de pétrissage a été analysé en variant les différents paramètres sur un pétrin spiral, qui peut être considéré comme un compromis entre pétrin traditionnel et intensif. La variation des différents paramètres de pétrissage (durée, vitesse et température des ingrédients) ont permis d'évaluer des changements au cours du pétrissage et aussi de dissocier l'énergie mécanique et la température. Les résultats obtenus ont permis de calculer un bilan énergétique de la phase de texturation, qui a conduit à un bon accord entre l'accroissement de température mesurée et calculée, pour un coefficient d'échanges thermiques global constant. La vitesse de pétrissage est importante parce qu'elle contribue à la consommation d'énergie et à la température finale de la pâte, confirmant l'importance de la dissipation visqueuse. Le bilan énergétique montre aussi que les échanges de chaleur entre la pâte et l'environnement sont importants. Le comportement visqueux de la pâte, déterminé par la relation puissance (vitesse) a été comparé avec la courbe d'écoulement, ce qui a montré un bon accord avec cette courbe pour les taux de cisaillement élevés et conduit à une valeur caractéristique du pétrin. L'évaluation sensorielle par l'extensibilité, consistance et relâchement de la pâte, montre que ces conditions de pétrissage conduisent à des comportements de pâte très différents, dont les conséquences sur les opérations ultérieures de panification méritent d'être évaluées.

Ainsi nous avons examiné l'effet de ces conditions de pétrissage sur les propriétés rhéologiques de la pâte, déterminées à faibles et grandes déformations. Nous avons montré que la structure du réseau de gluten est influencée d'abord par l'énergie spécifique et aussi la durée de pétrissage. Ainsi, l'accroissement du module de stockage entre 55 et 70 °C est une fonction décroissante de l'énergie spécifique de pétrissage. Le réseau de gluten deviendrait plus dense en raison d'une réticulation de gluten à des valeurs d'énergie de pétrissage plus élevées. En grandes déformations, toutes les pâtes suivent un comportement rhéofluidifiant

mais l'influence des conditions de pétrissage est moins directe sur les propriétés élongationnelle, que ce soit l'indice de consistance (K) ou l'indice de rhéodurcissement (SHI).

D'autre part, ces conditions de pétrissage ont été appliquées pour observer la levée de la pâte au cours de fermentation. Un protocole a été développé pour observer l'évolution du volume et de la forme de pâtons pour différentes compositions et différentes conditions de pétrissage. La comparaison des résultats à l'échelle macroscopique, déterminés par caméra numérique, et ceux obtenus par Babin et al., (2008) à l'échelle microscopique, par tomographie de rayons X a montré un bon accord pour l'évolution de la porosité. Le rôle de la température de fin de pétrissage montre que l'évolution de la porosité est bien régie par la production gazeuse, donc l'action des levures. Les conditions de pétrissage ont plus d'influence sur la stabilité, favorisée par les plus hauts niveaux d'énergie spécifique, ce qui suggère un rôle important des propriétés rhéologiques. Nous avons aussi pu ajuster ces cinétiques par des modèles mathématiques simples (Gompertz equation) pour la porosité et décroissance exponentielle (exponential decay) pour la stabilité. Ces modèles nous permis de déterminer les valeurs caractéristiques du comportement de la pâte au cours de fermentation. L'étude des corrélations entre ces valeurs caractéristiques et les propriétés rhéologiques de la pâte, pour les différentes conditions de pétrissage, a confirmé que les valeurs caractéristiques de la porosité au cours de la fermentation sont influencées par la température finale de la pâte, alors que la stabilité est plutôt affectée par l'indice de consistance, ce qui peut être interprété par les mécanismes de croissance des alvéoles gazeuses.

Ensuite, nous avons observé l'effet des conditions de pétrissage sur la texture du pain pour différents formats (petits pains, baguettes et pains normaux), par un test de multi-indentation, qui montre que ces conditions affectent significativement le contraste de texture croûte/mie.

Enfin, nous avons appliqué cette démarche à l'incorporation de fibres pour comprendre de façon globale comment l'accroissement de densité était obtenu.

Outre ces résultats sur l'impact du pétrissage de farine de blé sur le comportement de la pâte et texture du pain, ce travail a apporté une meilleure connaissance des mécanismes physico-chimiques intervenant au cours de la panification, notamment concernant les modifications du réseau de gluten et de la texture du pain. Les méthodes utilisées ont permis d'envisager leur application à d'autres produits.

Pour ma part, outre la découverte du travail dans un laboratoire de recherche publique et l'apprentissage de nombreuses méthodes, j'ai pu acquérir l'expérience de la réalisation d'un projet de recherche de grande ampleur. Il peut aussi m'aider à collaborer avec les laboratoires

Français pour la suite de travail de recherche après mon retour à NIFSAT « National Institute of Food Science and Technology, University of Agriculture, Faisalabad » au Pakistan pour travailler comme enseignant-chercheur.

Pour les perspectives de recherche qui sont envisageables à ce point, les résultats obtenus en utilisant le pétrin à spirale pourraient être comparés à d'autres géométries afin de déterminer le type de déformation favorisé et ses conséquences sur le comportement ultérieur de la pâte. La compression uniaxiale lubrifiée (LSF) est une technique utile qui peut être utilisée pour caractériser les propriétés de la pâte de farine de blé. Toutefois, d'autres études expérimentales en utilisant des fibres sont nécessaires pour déterminer leurs effets. En particulier, l'impact des propriétés de la pâte doit maintenant être étudié par l'évaluation de leur comportement lors des opérations ultérieures de la fabrication du pain, y compris la fermentation. Les autres opérations de panification comme le façonnage et la cuisson, caractérisée par une expansion et une transformation physico-chimiques de la pâte sous l'action de la chaleur, restent à évaluer. Cette étude a aussi permis de déterminer l'action des fibres sur la pâte au cours de fabrication. Les résultats ont montré que l'adjonction de fibres modifie les propriétés de la pâte pendant les différentes étapes de panification. Donc, la détermination de ces effets sur la texture du pain, en élargissant le plan des expériences sur l'ensemble des conditions de pétrissage, peut générer une information utile pour les boulangers et l'industrie.

Annexes

Annexe 1

B i p e a

Circuit "03 - PANIFICATION"

Produit : **FARINE**

Essai de :

Date :

Code adhérent :

Quantité de farine :

Quantité d'eau :

Nom du responsable de l'analyse :

Codes échantillons :

Hydratation :

Insuffisant				Excès			
1	4	7	10	7	4	1	

PETRISSAGE

LISSAGE								x 0,5 =	#N/A
COLLANT DE LA PATE								x 0,5 =	#N/A
CONSISTANCE								x 0,5 =	#N/A
EXTENSIBILITE								x 0,5 =	#N/A
ELASTICITE								x 0,5 =	#N/A
RELACHEMENT								x 0,5 =	#N/A

$$\frac{\#N/A}{\text{TOTAL}} \times \frac{\#N/A}{\text{COEFFICIENT}} = \frac{\#N/A}{\text{PETRISSAGE}} / 25$$

POINTAGE

DETENTE : RELACHEMENT								x 1 =	#N/A	/10
-----------------------	--	--	--	--	--	--	--	-------	------	-----

FACONNAGE

ALLONGEMENT								x 0,5 =	#N/A
DECHIREMENT								x 0,5 =	#N/A
ELASTICITE								x 0,5 =	#N/A
COLLANT DE LA PATE								x 1 =	#N/A

$$\frac{\#N/A}{\text{TOTAL}} \times \frac{\#N/A}{\text{COEFFICIENT}} = \frac{\#N/A}{\text{FACONNAGE}} / 25$$

$$\frac{\#N/A}{\text{NOTE PATE}} / 100$$

APPRET

ACTIVITE FERMENTAIRE								x 0,5 =	#N/A	/10
PATE : DECHIREMENT								x 0,5 =	#N/A	APPRET

MISE AU FOUR

COLLANT DE LA PATE								x 1 =	#N/A	/30
TENUE DE LA PATE								x 2 =	#N/A	MISE AU FOUR

CARACTERISTIQUES DU PAIN

SECTION								x 1 =	#N/A
COULEUR								x 2 =	#N/A
EPAISSEUR								x 0,5 =	#N/A
COUSTILLANT								x 0,5 =	#N/A

$$\frac{\#N/A}{\text{TOTAL}} \times \frac{\#N/A}{\text{COEFFICIENT}} = \frac{\#N/A}{\text{ASPECT DU PAIN}} / 70$$

COUPS DE LAME

DEVELOPPEMENT								x 1 =	#N/A
REGULARITE								x 1 =	#N/A
DECHIREMENT								x 1 =	#N/A

$$\frac{\#N/A}{\text{NOTE PAIN}} / 100$$

VOLUME

	1er	2e	3e	4e	
VOLUME MOYEN					cm³
MASSE MOYENNE					g

$$\frac{\#DIV/0!}{\text{VOLUME MOYEN POUR 100 g}} \times \frac{\#DIV/0!}{\text{VOLUME}} = \frac{\#DIV/0!}{\text{Moyenne}} / 30$$

CARACTERISTIQUES DE LA MIE

COULEUR								x 1 =	#N/A
TEXTURE									
SOUPLESSE								x 1 =	#N/A
ELASTICITE								x 1 =	#N/A
COLLANT								x 1 =	#N/A
ALVEOLAGE									
REGULARITE								x 1 =	#N/A
EPAISSEUR								x 1 =	#N/A
ODEUR								x 4 =	#N/A

$$\frac{\#N/A}{\text{NOTE MIE}} / 100$$

$$\frac{\#N/A}{\text{NOTE TOTALE}} / 300$$

NB : La grille doit être remplie avec la lettre 'x'. Ne mettre qu'une seule croix par ligne.

NOTE TOTALE

Annexe 2

Variables of porosity determined through Gompertz equation for twenty four experimental points

Variables	Variable 5	Variable 6	Variable 7	Variable 8	r²
	a	b	c	a+d	
Units		× (-10⁻³) min⁻¹	min		
A	0.702	6.07	30.3	0.783	0.998
B	0.534	6.81	47.4	0.721	0.997
C	0.592	6.85	38	0.766	0.998
D	0.691	6.22	28.5	0.779	0.998
E	0.577	8.19	39.2	0.743	0.998
F	0.79	6.37	21.7	0.787	0.998
G	0.534	8.09	45.6	0.697	0.998
H	0.569	7.30	37.9	0.732	0.998
I	0.676	5.92	38.1	0.812	0.997
J	0.593	6.53	51.2	0.768	0.999
K	0.725	7.47	24.1	0.782	0.996
L	0.683	7.59	20.2	0.728	0.999
M	0.640	6.03	44	0.804	0.999
N	0.650	6.71	36.7	0.794	0.998
O	0.518	6.16	38.4	0.715	1
P	0.558	6.77	34.3	0.729	0.999
Q	1.381	9.23	-24.2	0.799	0.998
R	0.523	7.14	45.6	0.717	0.997
S	0.527	8.03	53.9	0.683	0.998
T	0.636	6.30	39.9	0.802	0.998
U	0.525	7.18	44.3	0.716	0.997
V	1.284	9.60	-17.8	0.814	0.998
W	0.555	7.58	36.5	0.711	0.992
X	0.993	7.48	0.35	0.792	0.999

Annexe 3

Variables of stability determined by exponential decay for all experimental points

Variables	Variable 9	Variable 10	Variable 11	r^2
	a'	b'	c'	
Units	min			
A	0.10	19.1	0.502	0.996
B	0.17	32.5	0.45	0.988
C	0.07	23.2	0.528	0.998
D	0.13	24.4	0.468	0.999
E	0.25	30	0.368	0.991
F	0.10	21.6	0.507	0.999
G	0.22	35	0.395	0.994
H	0.16	27	0.446	0.998
I	0.20	29.6	0.403	0.999
J	0.17	23.1	0.435	0.995
K	0.17	22.7	0.438	0.998
L	0.08	19.3	0.52	0.997
M	0.11	26.9	0.494	0.997
N	0.15	30.2	0.452	0.998
O	0.19	32.1	0.422	0.998
P	0.11	18.9	0.501	0.998
Q	0.12	25.8	0.484	0.999
R	0.27	43.2	0.342	0.994
S	0.33	56.9	0.286	0.995
T	0.18	33.4	0.426	0.999
U	0.22	35	0.39	0.995
V	0.12	21.7	0.477	0.999
W	0.22	31.4	0.392	0.997
X	0.10	23.6	0.503	0.999

Rôle du pétrissage de farine de blé sur les propriétés rhéologiques de la pâte et la texture du pain

Résumé de la thèse

Le pétrissage, première opération du procédé de panification, n'a pas fait, à ce jour, l'objet d'étude scientifique approfondie, sans doute en raison de la complexité des phénomènes qui s'y développent. L'objectif de cette étude est de déterminer l'influence des différentes conditions du pétrissage sur l'étape suivante, la fermentation, en établissant des relations à l'aide des propriétés rhéologiques pour évaluer son impact sur la texture finale des pains. Différentes conditions de pétrissage ont donc été appliquées et la levée des pâtes ainsi confectionnées a été observée par l'acquisition d'images, analysées en termes de porosité et de stabilité. Les résultats montrent que l'évolution de la porosité reflète la cinétique de fermentation, régie par la production gazeuse, donc l'action des levures, alors que la stabilité est plutôt fonction des propriétés rhéologiques de la pâte. Le comportement thermo-viscoélastique des pâtes non fermentées étudié pour chaque condition du pétrissage, montre que l'accroissement du module de stockage, est une fonction décroissante de l'énergie spécifique de pétrissage, ce qui est interprété par un renforcement du réseau de gluten. Cependant, en grandes déformations, la consistance K et l'indice de rhéodurcissement (SHI), caractéristiques du comportement élongationnel, dépendent également de la durée du pétrissage.

Finalement, ces modifications affectent significativement la texture contrastée du pain évaluée par un test de multi-indentation. L'ensemble des méthodes ainsi établies permet d'appréhender de façon intégrée le processus de panification lors de l'incorporation de fibres insolubles.

Mots clés

Pétrissage, levée de la pâte, acquisition d'images, déformations, indice de rhéo-durcissement, texture du pain

Role of mixing on rheological properties of wheat flour dough and texture of bread

Abstract

Mixing is the first step of bread making, but has not been subjected to extensive scientific study yet, probably because of the complexity of the phenomena occurring. The objective of this work is to determine the influence of mixing conditions on next step of fermentation, particularly on dough expansion in order to establish relationships through dough rheology, along with the final texture of bread. In this purpose, different conditions are applied during mixing and dough expansion is observed by digital image acquisition, analyzed in terms of porosity and stabilization. Results show that the evolution of the porosity reflected the fermentation kinetics, governed by gas production due to yeast action, while stability is rather a function of rheological properties of dough. The increase in storage modulus, observed during thermo-mechanical analysis of non fermented doughs, for each mixing condition, is a decreasing function of specific energy and can be interpreted by the strengthening of gluten network during mixing. Meanwhile, for large deformations, the consistency index K and strain hardening index (SHI), characteristics of the elongational behaviour, are also significantly influenced by mixing duration.

Finally, these changes significantly affect the contrasted texture of bread assessed by a multi-indentation test. The whole methodology allows an integrated understanding of the breadmaking process during incorporation of insoluble fiber.

Keywords

Mixing, dough expansion, image acquisition, deformations, strain hardening index, bread texture

Discipline : Agroalimentaire

N°:

(Ne rien inscrire, attribué par la bibliothèque)