

# Variations des propriétés rhéologiques et de la structure alvéolaire de pâtes de farine de blé au cours du laminage

A. J. Sandoval<sup>1,2</sup>, L. Chaunier<sup>2</sup>, H. Chiron<sup>2</sup>, G. Della Valle<sup>2</sup>, D. Lourdin<sup>2</sup> et A.-L. Réguerre<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *Departamento de Tecnología de Procesos Biológicos y Bioquímicos, Universidad Simón Bolívar, Aptdo. 89000, Caracas 1080-A (Venezuela)*

<sup>2</sup> *INRA, UR 1268 Biopolymères, Interactions & Assemblages (BIA), BP 71627, 44316 Nantes*

Contact: [guy.della-valle@nantes.inra.fr](mailto:guy.della-valle@nantes.inra.fr)

Reçu le 4 novembre 2014 - Version finale acceptée le 2 octobre 2015

-----

**Résumé:** Parmi les opérations de façonnage du procédé de panification, le laminage a un effet limité sur les propriétés rhéologiques de la pâte, qui ont été déterminées ici par compression uniaxiale en conditions lubrifiées et analyse thermo-mécanique dynamique. Cette opération modifie néanmoins le comportement de la pâte pendant la fermentation, évalué par imagerie vidéo, ce qui permet de calculer la porosité et la stabilité des pâtons. La tomographie RX confirme que ces changements peuvent être attribués à des modifications de structure alvéolaire, sous l'effet du façonnage.

**Mots-clé :** Porosité, Réseau de gluten, Stabilité, Viscosité élongationnelle, Tomographie RX.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

La pâte à pain contient environ 45% d'eau (en base totale) et sa structure alvéolaire est élaborée au cours de la fermentation qui voit la porosité augmenter de 0,1 à 0,7 et l'homogénéité cellulaire décroître [1]. Dans la chaîne de panification, cette étape est ponctuée par le façonnage, qui est la mise en forme de la pâte par laminage, étirement et enroulement ; cette étape a des répercussions méconnues tant sur la structure alvéolaire que sur les propriétés rhéologiques de la matrice amidon-gluten. Les plus récentes études développées à ce sujet s'attachent essentiellement à la prévision de l'épaisseur du pâton après laminage et au calcul des efforts sur les rouleaux via des modèles numériques [2, 3]; certes, elles considèrent la pâte, non levurée donc non fermentée, comme un matériau visco-élasto-plastique ; elles ne prennent donc pas en compte sa compressibilité, induite par le développement de la structure alvéolaire lors de la fermentation, ni, par conséquent, les possibles modifications de cette structure alvéolaire. En effet, des résultats préliminaires obtenus par tomographie RX [4] ont montré que ces opérations de mise en forme peuvent entraîner des variations de porosité et des modifications de structure alvéolaire, par orientation et distribution au sein de la pâte. Il est donc important de déterminer

ces propriétés et ces modifications structurales pour pouvoir, *in fine*, proposer des modèles pour compléter ceux déjà établis pour la chaîne des opérations de panification [1].

Dans ce but, nous avons mesuré les propriétés rhéologiques de pâtes de farine de blé, non levurées, pour différentes conditions de laminage, en faibles et grandes déformations, par DMA et par compression uniaxiale en conditions lubrifiées, respectivement. Puis, nous avons établi les cinétiques de porosité et de stabilité de pâtes levurées en cours de fermentation. Enfin, nous avons déterminé par tomographie RX les structures alvéolaires de pâtes façonnées, en début et fin de fermentation.

## 2. Matériels et méthodes

### 2.1 Préparation des échantillons, laminage et façonnage

Les pâtes à pain ont été préparées à partir de farine T55 (protéines 11 %, eau 15 %, en masse totale) à laquelle sont ajoutées 60 g d'eau, 2 g de sel, 40 mg d'acide ascorbique, pour 100 g de farine, lors du pétrissage sur pétrin à spirale Diosna, selon les réglages suivants : 100 tr/min (4 min) pour le frasage, ou mélange des ingrédients, puis 200 tr/min (7 min), pour la texturation du réseau de gluten. Pour les suivis

de fermentation, aux échelles macro- et microscopiques, 2 g de levure fraîche (pour 100 g de farine) sont ajoutées à la pâte.

Après un temps de repos (20 min), chaque pâton (environ 350 g) est laminé entre deux rouleaux ( $D = 84$  mm,  $L = 660$  mm, Rondo), d'écartement  $\delta$  fixé successivement à 2, puis 5 et 10 mm, et son épaisseur est mesurée par un capteur laser (Keyence, IL-S065) placé juste après les rouleaux.

Les suivis de fermentation ont été effectués sur des pâtons levurés (20-30 g), mis en forme sur une façonneuse artisanale Trégor 1 (Mérand), schématiquement décrite en Figure 1, dont l'entrefer des rouleaux de laminage (1) est fixé à des valeurs  $\delta = 3, 6, 10$  et 20 mm, alors que l'espace entre les tapis d'étirement (3) décroît continûment de 50 à 36 mm.

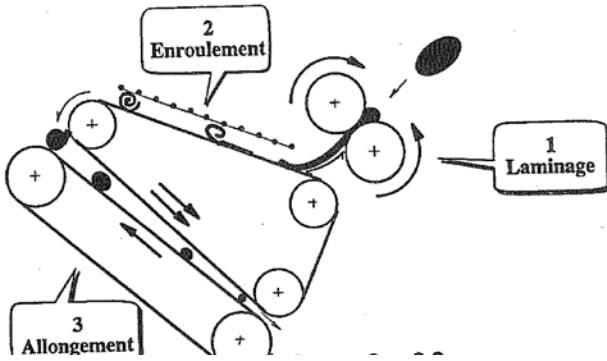


Figure 1. Représentation schématique du procédé de façonnage comprenant successivement le laminage (1), l'enroulement (2) et l'étirement (3) (d'après [6]).

Les principales conditions opératoires testées sont rappelées au Tableau 1.

Pâte	$\delta$ (mm)	$M$ (à $\varepsilon_b = 1$ ) (kPa.s <sup>n</sup> )	$n$	$SHI$	$E'_{max}/E'_{min}$	$c$ (min)	$a'$
1	2-3	25,7	0,43	2,1	12,3	62	0,1
2	5-6	21,1	0,42	2,1	11	54	0,08
3	10	20,1	0,41	2,1	13	49	0,1
4	20	-	-	-	-	47	0,1
5	$\infty$	20,7	0,44	1,9	14,1	50	0,13

Tableau 1. Nomenclature des échantillons, entrefer du laminoir  $\delta$  et principaux résultats obtenus pour les indices et paramètres définis aux Eqs. (1) à (4) ;  $\delta = \infty$  signifie sans laminage, (-) signifie « non déterminé ». Les écarts obtenus sur les valeurs des indices sont de l'ordre de 7%, sauf pour le ratio des modules (11%).

## 2.2 Mesures rhéologiques

Grâce à un protocole adapté à des pâtons de teneur en eau élevée [5], la compression uniaxiale en conditions lubrifiées (LSF, lubricated squeezing flow) permet de calculer la contrainte  $\sigma$ , la déformation  $\varepsilon_b$ ,

au sens de Hencky, et la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}_b$ , toutes équi-biaxiales, ce qui conduit à la détermination de la viscosité élongationnelle, suivant une loi puissance :

$$\eta = M \dot{\varepsilon}_b^{n-1} \exp(SHI \varepsilon_b) \quad (1)$$

où  $M$  et  $n$  sont les indices de consistance et d'écoulement, respectivement définis pour une déformation constante.  $SHI$  est l'indice de rhéodurcissement (déterminé ici à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) défini par

$$SHI = \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \varepsilon_b} \right)_{\dot{\varepsilon}_b = \text{cst}} \quad (2)$$

Les échantillons de pâte non levurée ( $\approx 5$  g) sont mis en forme le plus doucement possible et leurs dimensions sont  $h \times D = 1,5 \times 2 \text{ cm}^2$ .

Pour les essais en faibles déformations effectués par analyse thermomécanique dynamique (DMA), le même protocole de préparation des échantillons est appliqué à des échantillons de pâte de hauteur 3 mm. La température varie de 25 à 160°C, à 3°C/min, le protocole est décrit en détail par Rouillé et al. [7]. Des courbes mesurées est extrait le rapport  $E'_{max}/E'_{min}$ , où  $E'_{min}$  et  $E'_{max}$  sont les valeurs minimale et maximale du module de stockage, obtenues pour des valeurs de température d'environ 55 et 75°C, respectivement; l'accroissement du module conservatif dans cet intervalle de température est, en majeure partie, dû à la réticulation du réseau de gluten; ce rapport permet donc de caractériser, en première approche, la structuration du réseau de gluten.

## 2.3 Suivi de fermentation à l'échelle macroscopique

Par suivi et analyse d'images d'un pâton (20-30 g) en cours de fermentation [8], la porosité  $P$  est déterminée grâce à la mesure du volume de pâte et la stabilité par le rapport  $R$  de la hauteur  $H$  sur sa largeur maximale  $L_{max}$ , et leur cinétique est ajustée par les fonctions suivantes:

$$P(t) = a \exp \left( - \exp \left( - \frac{be}{a} (t - c) \right) \right) + d \quad (3)$$

$$R(t) = \frac{H(t)}{L_{max}} = a' \exp \left( - \frac{t}{b'} \right) + c' \quad (4)$$

où  $c$  est le temps caractéristique, au point d'inflexion ( $P''(c) = 0$ ) de la cinétique de porosité, où l'accroissement de volume est maximal,  $a + d$  est l'accroissement quand  $t$  tend vers  $+\infty$  ( $d \ll a$ ),  $b$  est la vitesse maximale de croissance de porosité,  $b'$  le temps caractéristique de stabilité,  $a'$  la perte de

stabilité, tel que  $a' + c' = 0,6$  ; une perte de stabilité grande signifie un étalement du pàton en cours de fermentation.

## 2.4 Suivi de fermentation par tomographie RX

La microtomographie, effectuée sur la ligne ID19 de l'ESRF (Grenoble), utilise le contraste d'absorption du matériau et permet de détecter des parois fines par contraste de phase. C'est une technique particulièrement bien adaptée au suivi de cellules gazeuses dans des matrices viscoélastiques opaques. Selon le protocole détaillé par Turbin-Orger et al. [9, 10], les images 3D permettent de déterminer notamment les distributions de diamètre de bulles (ou de largeur, lorsque celles-ci ne sont plus sphériques) et l'épaisseur des parois qui les séparent dans la pâte.

Deux séries d'expérimentation ont été réalisées :

- étude de la distribution alvéolaire dans des pàtons enroulés, en début et fin de fermentation, à  $t \approx c$  et  $t \gg c$ , respectivement, ( $c$  étant défini à l'Eq. (3)),

- suivi du développement, au cours de la fermentation, de la structure alvéolaire de pàtons laminés.

Seuls quelques résultats de la première série seront présentés ici. A partir du protocole schématisé en Figure 2, ils ont été obtenus après analyse d'images, de résolution  $14 \mu\text{m}$ , à raison d'une image 3D (450 scans) en 31 s, chaque échantillon nécessitant l'acquisition de 3 à 5 images, selon l'axe  $z$ .

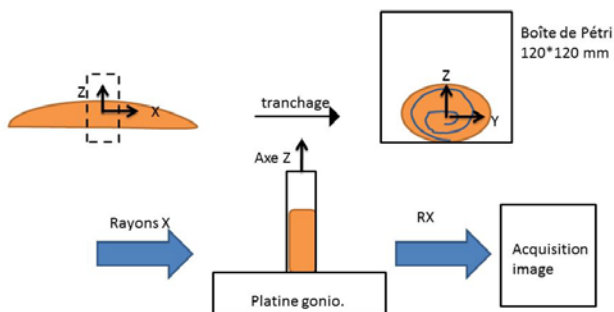


Figure 2. Schéma du protocole d'acquisition de la première série d'images par tomographie RX (ESRF, ID19),  $z$  est l'axe d'écoulement principal de la matière et  $x$  l'axe des rouleaux de laminage et d'étirement. Le plan ( $y, z$ ) définit donc une section du pàton façonné.

Pour les deux séries, les mêmes réglages du procédé de façonnage que pour le suivi macroscopique ont été appliqués. L'analyse des images en niveaux de gris comprend les étapes de segmentation, l'extraction du volume d'intérêt (VOI) et la vérification de la représentativité du VOI, avant de déterminer la porosité et de caractériser la granulométrie des alvéoles et des parois par tamisage d'image selon des ouvertures morphologiques.

Cette expérience mise à part, toutes les mesures (rhéologiques, suivi macroscopique...) ont été au moins triplées.

## 3. Résultats

### 3.1 Propriétés rhéologiques de la pâte

Les mesures d'épaisseur de pâte laminée, non levurée, montrent que celle-ci acquiert rapidement une valeur constante  $\delta_{out}$  (Fig. 3a). Cette valeur, rapportée à celle de l'entrefer, permet de définir une valeur de déformation, au sens de Hencky :

$$\varepsilon_b = \text{Ln}(\delta_{out}/\delta) \quad (5)$$

Cette valeur décroît de 0,8 à 0,5 lorsque la largeur de l'entrefer est accrue (Fig. 3b): la pâte reprend d'autant mieux sa forme qu'elle a été plus comprimée, ce qui reflète un gonflement élastique. Ces valeurs se situent bien dans le même intervalle que celles obtenues lors des mesures en LSF.

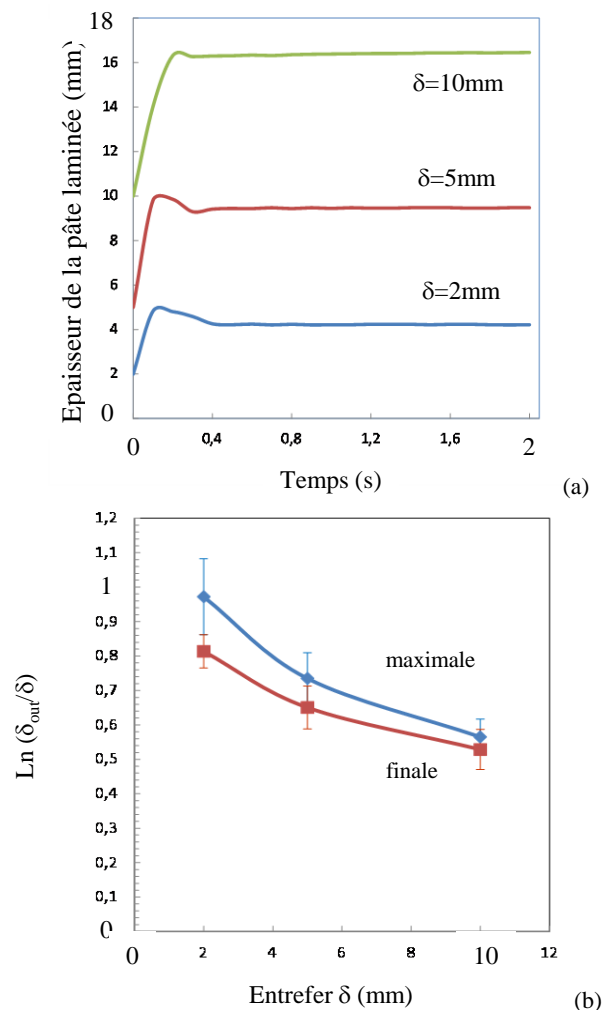


Figure 3. (a) Evolution de l'épaisseur de la pâte en sortie de laminoir, pour trois valeurs de l'entrefer  $\delta$ , et (b) variations de la déformation de la pâte en fonction de l'entrefer du laminoir, définie pour l'épaisseur maximale (courbe supérieure) et l'épaisseur finale.

En écoulement élongationnel, les pâtes ont des comportements semblables, marqués par un caractère rhéofluidifiant (Fig. 4), et les mesures en LSF conduisent à des valeurs assez proches des indices caractéristiques (Tableau 1). En fonction de l'entrefer, les indices d'écoulement  $n$  et de rhéo-durcissement  $SHI$  varient assez peu et restent proches de 0,42 et 2, respectivement. L'indice de consistance  $M$  est légèrement accru (25% environ pour  $\varepsilon_b = 1$ ), lorsque la valeur de l'entrefer est diminuée à 2 mm.

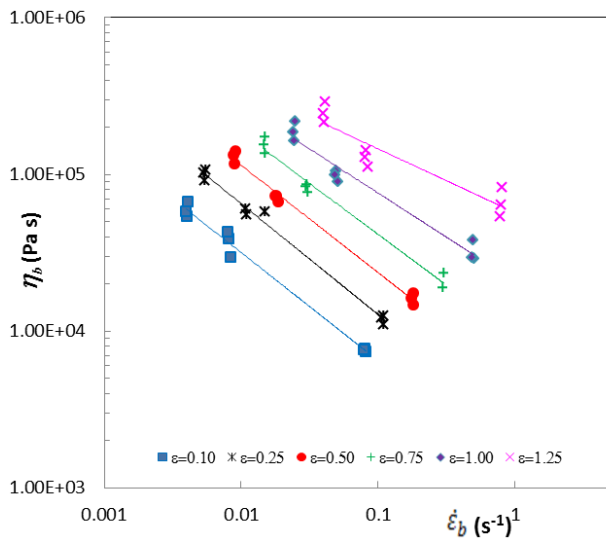


Figure 4. Exemple de courbes d'écoulement obtenues par LSF, pour la pâte #5 et, de gauche à droite, pour des valeurs croissantes de la déformation : 0,1, 0,25, 0,5, 0,75, 1, 1,25.

Ce résultat pourrait être interprété comme un léger renforcement du réseau de gluten pendant le laminage ou, comme suggéré par le modèle numérique démontrant la nécessité de prendre en compte l'adhérence entre gluten et grains d'amidon [11], un accroissement de cette adhérence, au passage entre les rouleaux.

Cette hypothèse n'est toutefois pas confirmée par les mesures en DMA. En effet, les valeurs du rapport des modules de stockage varient assez peu, de 11 à 14, avec un minimum pour une valeur intermédiaire (Tableau 1).

Dans l'ensemble, les valeurs obtenues pour ces indices sont du même ordre que celles fournies par la bibliographie, mais leurs variations sont assez faibles, surtout si on les compare à celles obtenues lors de variations d'énergie de pétrissage [12].

### 3.2 Comportement en fermentation

Les cinétiques de porosité et de stabilité des pâtons laminés (#1-4) ou non (#5) sont très proches et peuvent bien être ajustées par les Eqs. (3) et (4) (Fig. 5a,b).

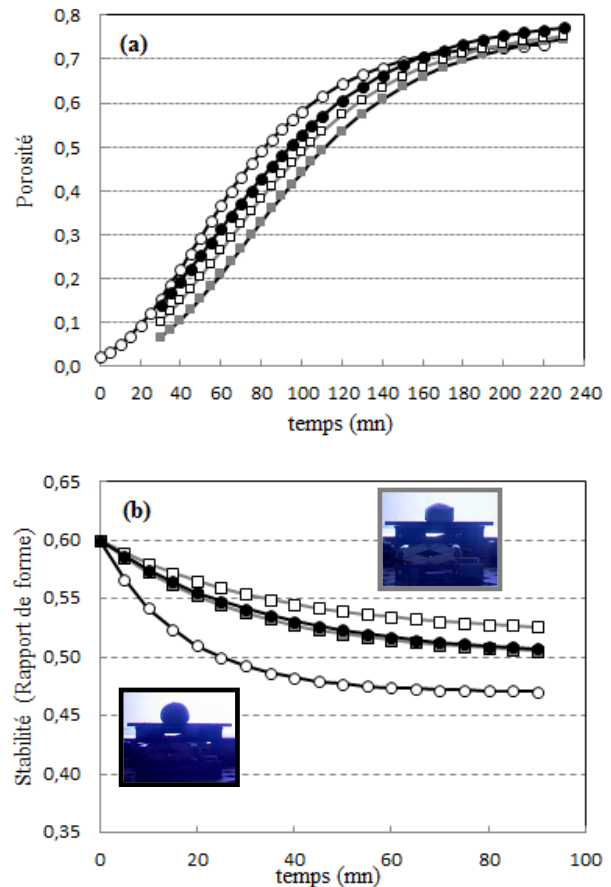


Figure 5. Cinétiques de porosité (a) et de stabilité (b) et aperçus des pâtons en cours de fermentation déterminés par imagerie macroscopique, pour les pâtons #1 ( $\delta = 3$  mm, ■), #2, ( $\delta = 5$  mm, □), #4, ( $\delta = 20$  mm, ●) et non façonné (#5, ○).

Les valeurs du temps caractéristique de porosité  $c$ , d'accroissement de porosité  $a$  et de perte de stabilité maximales  $a'$  peuvent ainsi être déduites (Tableau 1). Le gain de porosité  $a$  n'est pas modifié par le façonnage et demeure proche de 0,8, en accord avec les mesures antérieures ([8, 9]). En effet, l'accroissement de porosité fait d'abord intervenir la production gazeuse par l'activité des levures, plutôt que les propriétés rhéologiques de la pâte. En revanche, compte-tenu de l'erreur expérimentale ( $\approx 7\%$ ), il est possible d'affirmer que les valeurs du temps caractéristique  $c$  croissent lorsque l'entrefer du laminoir est réduit. Ce résultat peut s'expliquer en partie par l'accroissement de viscosité élongationnelle, lorsque l'entrefer est réduit (cf. paragraphe 3.1), la viscosité du milieu retardant la croissance des alvéoles gazeuses [13]. En revanche, la valeur minimum de  $a'$  est atteinte pour une valeur intermédiaire de l'entrefer (pâte #2), ce qui suggère une compétition entre plusieurs phénomènes antagonistes, reliés à la rhéologie de la matrice mais aussi à la distribution alvéolaire. En effet, il a été

suggéré que la perte de stabilité est un indice de l'hétérogénéité alvéolaire [10].

### 3.3 Structure alvéolaire des pâtons façonnés

Les valeurs de porosité déterminées pour les pâtons façonnés sont en accord avec celles déterminées grâce aux mesures à l'échelle macroscopique, tout en leur étant systématiquement légèrement supérieures ; cet écart peut s'expliquer par l'approximation de symétrie cylindrique qui minimise le volume lors de la mesure macroscopique. Pour les pâtes #1, 2 et 3, à un temps de fermentation proche de 40 min, elles varient de 0,2 à 0,4, ce qui témoigne de l'influence du laminage et d'une hétérogénéité locale significative.

Cette hétérogénéité locale est confirmée par la granulométrie des alvéoles, déterminée sur les images de tomographie en cinq localisations distinctes selon la verticale de la section du pâton (axe  $z$ ) (Fig. 6a,b).

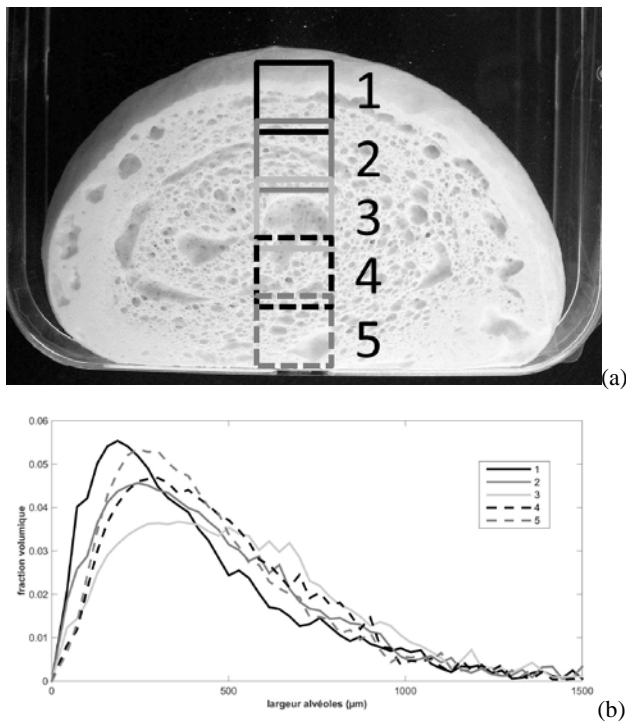


Figure 6. (a) Localisation des images dans le pâton façonné #1, en fin de fermentation, et (b) distribution granulométrique des alvéoles en ces différentes localisations.

Les tailles moyennes des distributions volumiques des alvéoles ( $D_{v50}$ ) varient de 360 à 530  $\mu\text{m}$ . Les différences de temps de fermentation liées à l'acquisition des images ( $\approx 1$  min) ne peuvent expliquer les différences observées. Celles-ci résultent donc bien d'un effet du procédé de façonnage et suggèrent que les alvéoles plus grosses seraient situées au centre du pâton et, qu'en moyenne, leur

taille décroît vers l'extérieur ; ce résultat est en accord avec l'expertise technologique qui admet que la taille des alvéoles d'un pain diminue depuis le centre vers la périphérie.

Les distributions alvéolaires, déterminées en début de fermentation, sont différentes selon le réglage du laminoir (Fig. 7a); pour le réglage le plus étroit (pâte #1), la distribution est un peu moins homogène que pour l'entrefer intermédiaire (pâte #2), avec des alvéoles de taille moyenne proche ( $D_{v50} \approx 140$   $\mu\text{m}$ ) ; pour un entrefer large (pâte #3), la distribution est nettement plus hétérogène, avec des alvéoles de plus grande taille :  $D_{v50} \approx 240$   $\mu\text{m}$ .

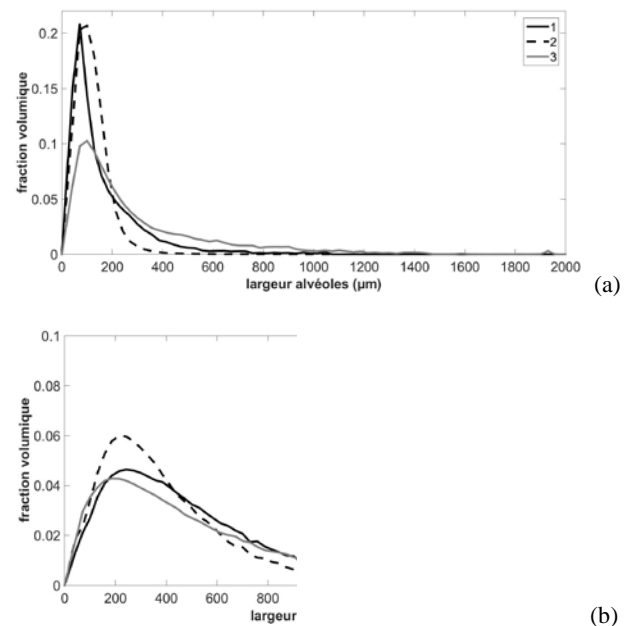


Figure 7. Distribution granulométrique des alvéoles dans les pâtes #1, 2 et 3, (a) en début (l'image de la pâte 3 est acquise avec 10 minutes de fermentation supplémentaires) et (b) en fin de fermentation.

Ces résultats, par comparaison avec ceux de l'analyse macroscopique qui montraient que le réglage intermédiaire conduisait à un maximum de stabilité, confirmeraient l'hypothèse selon laquelle l'homogénéité alvéolaire favorise la stabilité.

Cette tendance est confirmée par les distributions alvéolaires obtenus en fin de fermentation (Fig. 7b), qui montrent bien que le réglage intermédiaire du laminoir conduit à une distribution plus étroite et des alvéoles de largeur plus faible que les deux autres réglages ( $D_{v50} = 370$   $\mu\text{m}$  au lieu de 440  $\mu\text{m}$ ).

Ces résultats devront être confirmés, notamment par ceux obtenus lors de la deuxième série d'expérimentation en tomographie RX et dont l'analyse est en cours.

#### 4. Conclusions

Ces résultats confirment l'importance des opérations de façonnage sur l'élaboration de la structure alvéolaire des produits de panification. Cependant, les tendances observées, tant pour la distribution des alvéoles au sein de la pâte après façonnage, que pour le rôle spécifique du laminage, demandent à être confirmées, tout comme les faibles modifications de propriétés rhéologiques de la pâte (non levurée). Ce second aspect sera le but d'expérimentations de rhéologie dynamique couplée à la microscopie confocale (RheOpticad<sup>®</sup>, [14]) afin de déceler une éventuelle orientation du réseau de gluten induite par ces opérations. Les résultats de tomographie RX seront complétés par la quantification de leur anisotropie et une étude plus précise de l'effet du laminage sur l'évolution de la structure alvéolaire pendant la fermentation. Enfin, ces images 3D sont des objets potentiels pour déterminer, par modélisation numérique [15], l'influence des modifications de structure alvéolaire sur les propriétés mécaniques de mousses solides virtuelles, et donc la texture de pains correspondante.

#### Remerciements

Les auteurs remercient B. Fayard et ses collègues (Novitom), E. Boller (ESRF-ID19) pour leur support lors des expérimentations de tomographie RX, ainsi qu'A. Le Bail et G. Diler-Leray (Oniris) pour l'accès au laminoir instrumenté.

#### 5. Références bibliographiques

- [1] Della Valle, G., Chiron, H., Cicerelli, L., Kansou, K., Katina, K., Ndiaye, A., Whitworth, M., Poutanen K. Basic knowledge models for the design of bread texture. *Trends Food Sci. Technol.*, 36, 5-14 (2014).
- [2] Mitsoulis, E., Hatzikiriakos, S. G. Rolling of bread dough: experiments and simulations. *Food Bioprod. Proc.*, 87, 124-138 (2009).
- [3] Patel, M. J., Chakrabarti-Bell, S. Flour quality and dough elasticity: dough sheetability. *J. Food Eng.*, 115, 371-383 (2013).
- [4] Branchereau, A., Réguerre, A. L., Chevallier, S., Della Valle, G., Chiron, H. Influence de l'étape de façonnage sur l'alvéolation et la porosité de la pâte à pain. *Indus. Céréal.*, 186, 19-21 (2014).
- [5] Kouassi-Koffi, J.D., Launay, B., Davidou, S., Kouamé, L.P., Michon, C. Lubricated squeezing flow of thin slabs of wheat flour dough: comparison of results at constant plate speed and constant extension rates. *Rheol. Acta*, 49, 275-283 (2010).
- [6] Roussel, P., Bartolucci, J. C. Comportement des pâtes boulangères au façonnage. *Indus. Céréal.*, 102, 5-15 (1997).
- [7] Rouillé, J., Chiron, H., Colonna, P., Della Valle G., Lourdin, D. Dough/crumb transition during French bread baking. *J. Cereal Sci.*, 52, 161-169 (2010).
- [8] Shehzad, A., Chiron, H., Della Valle, G., Kansou, K., Ndiaye, A., Réguerre, A.L. Porosity and stability of bread dough during proofing determined by video image analysis for different compositions and mixing conditions. *Food Res. Intern.*, 43, 1999-2005 (2010).
- [9] Turbin-Orger, A., Boller, E., Chaunier, L., Chiron, H., Della Valle, G., Réguerre, A.L. Kinetics of bubbles growth in wheat flour dough during proofing studied by computed X-ray micro-tomography. *J. Cereal Sci.*, 56, 676-683 (2012).
- [10] Turbin-Orger, A., Babin, P., Boller, E., Chaunier, L., Chiron, H., Della Valle, G., Dendievel, R., Réguerre, A.L., Salvo, L. Growth and setting of gas bubbles in a viscoelastic matrix imaged by X-ray microtomography: the evolution of cellular structure in fermenting wheat flour dough. *Soft Matter*, 11, 3373-3384 (2015).
- [11] Mohammed, M.A.P., Tarleton, M.N., Charalambides, M.N., Williams, J.G. Mechanical characterization and micromechanical modeling of bread dough. *J. Rheol.*, 57, 249-272 (2013).
- [12] Shehzad, A., Chiron, H., Della Valle, G., Lamrini, B., Lourdin, D. Rheological and energetical approaches of wheat flour dough mixing. *J. Food Eng.*, 110, 60-70 (2012).
- [13] Amon, M., Denson, C.D. A study of the dynamics of the growth of closely spaced spherical bubbles. *Polym. Eng. Sci.*, 24, 1026-1034 (1984).
- [14] Boitte, J.-B., Vizcaino, C., Benyahia, L., Herry, J.M., Michon, C., Hayert, M. A novel rheo-optical device for studying complex fluids in a double shear plate geometry. *Rev. Scient. Instrum.*, 84, 13709 (2013).
- [15] Guessasma, S., Chaunier, L., Della Valle, G., Lourdin, D. Mechanical modelling of cereal solid foods. *Trends Food Sci. Technol.*, 22, 142-153 (2011).

[Abridged English version]

**Changes of rheological properties and cellular structure of wheat flour dough during sheeting**

Among the operations of shaping in the breadmaking chain, sheeting has a limited effect on the rheological properties of the dough, determined here by lubricated squeezing flow and dynamic thermomechanical analysis. However, this operation modifies the dough behavior during fermentation, assessed by imaging follow-up, and estimation of the porosity and stability of the dough pieces. X-ray tomography confirmed that these changes can be attributed to changes in cellular structure as a result of shaping.