

RECHERCHE DE TESTS DE PRÉVISION ET D'APPRÉCIATION DES CARACTÉRISTIQUES QUANTITATIVES ET QUALITATIVES DU GLUTEN DE BLÉ

RESEARCH OF TESTS FOR PREDICTION AND ESTIMATION
OF QUANTITATIVE AND QUALITATIVE CHARACTERISTICS
OF WHEAT GLUTEN

J.C. AUTRAN (1), B. GODON (2), K. KOBREHEL (1), B. LAIGNELET (1)
Y. POPINEAU (2)

RÉSUMÉ

On a recherché des tests simples et rapides qui permettent :

- à partir d'un échantillon de farine, de prédire le rendement en gluten et la qualité de ce dernier ;
- à partir d'un échantillon de gluten sec, de caractériser ses propriétés technologiques en relation avec sa valeur améliorante.

Trois composantes importantes de la qualité des glutens ont été retenues : l'aptitude à la réhydratation, la visco-élasticité et, d'un point de vue biochimique, les interactions entre protéines. Onze échantillons de farine et de gluten, issus de variétés de blé différentes, ont été analysés. Les résultats d'extraction et d'analyse technologique de glutens extraits à l'échelle pilote ont servi de référence.

Cette étude a été réalisée grâce à une aide à la recherche de la Mission Scientifique et Technique du Ministère de l'Industrie et de la Recherche associant l'I.N.R.A., la Société Tenstar Aquitaine et la Société Roquette Frères.

- (1) Institut National de la Recherche Agronomique, Laboratoire de Technologie des Céréales, 9 place Viala, 34060 Montpellier cedex, France.
- (2) Institut National de la Recherche Agronomique, Laboratoire de Biochimie et Technologie des Protéines, rue de la Géraudière, 44072 Nantes cedex, France.

Les résultats indiquent que le rendement en gluten d'une farine peut être prédit par le rendement en gluten sec obtenu lors de l'extraction manuelle à petite échelle (sur 10 g de farine). La solubilité des protéines de la farine en présence de savons peut fournir la même information. La qualité peut être prédite par la fermeté et la recouvrance élastique du gluten extrait manuellement, déterminées à l'aide du viscoélastographe. Ces valeurs sont en effet étroitement associées à l'accroissement du W alvéographique d'une farine témoin sous l'effet de l'addition de gluten et au W d'une pâte reconstituée à partir de gluten, d'amidon, de glycérine et d'eau.

La détermination de la valeur améliorante d'un gluten sec peut se faire à l'aide du viscoélastographe après réhydratation et thermoformage de l'échantillon. La recouvrance élastique et la fermeté sont en effet, dans ce cas, liées respectivement au W et au P de l'alvéographe (ou à leur augmentation). La proportion de protéines du gluten insolubles dans l'acide acétique dilué est également bien corrélée aux caractéristiques alvéographiques des glutens.

Mots clés : *gluten, blé, extraction, test de qualité, viscoélastographe.*

SUMMARY

The quantity and quality of wheat protein determine the gluten yield of the industrial extraction process and the technological properties of the gluten. Therefore rapid and easy-to-use tests would be useful for the prevision, on flour samples, of the gluten yield and quality and for the determination, on dry gluten samples, of the gluten properties related to their improving effect in food products.

In this study, three important factors of gluten quality were taken into account to find such tests : water retention, viscoelasticity and, from a biochemical point of view, protein interactions. Eleven samples of flour milled from different wheat varieties were analysed (*table 1*). Results of the gluten pilot extractions were taken as references (*table 2*).

On flour samples, the protein solubility in soaps and the gluten elastic recovery discriminated well the different samples (*table 3*). A good correlation was observed between gluten firmness and elastic recovery, both measured with a viscoelastograph (*table 4*). Gluten yields of flours were satisfactorily predicted by the dry gluten yield obtained by hand-washing of dough, and also by the protein solubility in soaps. The firmness and the elastic recovery of hand-washed glutens were closely related to the gluten improving effects on dough strength (*table 5*).

Elastic recovery, solubility in soaps and in diluted acetic acid were the most discriminating criteria analysed on pilot glutens (*table 6*). But they were not always correlated to the breadmaking quality of the original flours, showing that the extraction process could modify the wheat protein

characteristics. A good relationship was found between firmness and elastic recovery, as was observed previously for hand-washed glutes (*table 7*). Viscoelasticity measurements with the viscoelastograph were a suitable method for gluten quality determination. Elastic recovery was correlated to W and P of Chopin alveograph and firmness only to P value (*table 8*). Gluten solubility in diluted acetic acid was also well correlated to alveographic characteristics.

Key-words : *gluten, wheat, extraction, quality tests, viscoelastograph.*

1 - INTRODUCTION

Nous avons décrit précédemment un extracteur à gluten qui permet de séparer au stade pré-pilote le gluten, l'amidon, les fibres, les particules décantables et les matières solubles à partir de la farine de blé, par une variante du procédé Martin (GODON *et al.*, 1983 ; DAVIN *et al.*, 1984). Cette installation fournit des glutens qui représentent valablement les glutens industriels issus des mêmes farines (POFINEAU *et al.*, 1985).

Au cours d'une étude comparative, nous avons examiné les aptitudes à l'amidonnerie-glutennerie d'une dizaine d'échantillons de blé représentatifs des principales variétés utilisées en France (DAVIN *et al.*, 1984). Nous avons ainsi mis en évidence des différences d'extractibilité et de pureté entre échantillons et des différences de pouvoir améliorant liées à la composition des glutens.

Nous avons notamment montré que, pour la série d'échantillons étudiée à ce stade pré-pilote, le rendement en gluten dépendait de la teneur en protéines totales de la farine et que le rendement en protéines du gluten par rapport aux protéines initialement présentes dans la farine était négativement corrélé à la richesse en protéines du gluten extrait mais positivement corrélé à la force boulangère de la farine de départ.

Il était donc intéressant de poursuivre l'étude des mêmes échantillons au stade du laboratoire afin de rechercher si, à l'aide de tests simples et éventuellement applicables en sélection variétale, il ne serait pas possible de prévoir l'aptitude d'une farine à la glutennerie, c'est-à-dire de prévoir si cette farine est susceptible de fournir, au stade industriel, un gluten de qualité avec un rendement élevé. Il était également important de rechercher un moyen d'apprécier la qualité d'un gluten sans avoir recours aux méthodes classiques d'incorporation dans une farine, ou de reconstitution d'une farine, qui se révèlent assez lourdes à mettre en oeuvre et peu adaptées à l'analyse en grandes séries de microquantités d'échantillons.

Une remarque préalable à ce travail doit évidemment concerner la notion de qualité d'un gluten. Cette notion, en effet, n'a souvent qu'une valeur relative car elle est fonction du type d'utilisation de ce gluten : améliorant en panification, épaississant en charcuterie, apport protéique, ... Même dans le cas le plus courant d'améliorant en panification, les propriétés recherchées dépendent des caractéristiques de la farine à corriger.

Face à cette difficulté, nous avons orienté l'étude vers certaines composantes importantes de la qualité, c'est-à-dire vers des propriétés fondamentales susceptibles de caractériser la qualité intrinsèque des glutens indépendamment du type d'utilisation :

- l'aptitude à la réhydratation ;
- la viscoélasticité ;
- et, d'un point de vue biochimique, les interactions entre protéines.

Nous avons cherché dans ce cadre des tests rhéologiques ou biochimiques présentant :

- la possibilité d'analyse en série sur une faible quantité de produit ;
- une reproductibilité, une précision satisfaisantes et une bonne discrimination des échantillons ;
- une corrélation élevée avec les résultats quantitatifs et qualitatifs obtenus sur les glutens pilotes, eux-mêmes représentatifs des glutens industriels (POPINEAU *et al.*, 1985), en utilisant pour cela les références habituelles de qualité des glutens, c'est-à-dire sa valeur améliorante après incorporation à la dose de 1 % dans une farine témoin (W 1 %, P 1 %) ou le W de l'alvéographe sur farine reconstituée (système gluten-amidon-glycérol).

Nous présentons dans cet article les résultats les plus significatifs obtenus à partir :

- d'un micro-test de détermination de la quantité et des propriétés viscoélastiques du gluten en utilisant les méthodes développées par FEILLET *et al.* (1977) et DAMIDAUX et FEILLET (1978) sur le gluten de blé dur et par HOULIAROPOULOS (1982) sur le gluten de blé tendre ;
- de la détermination de l'extractibilité des protéines de la farine et du gluten par les savons. On se réfère pour cela aux travaux de KOBREHEL et MATIGNON (1980) qui ont montré que les pourcentages de protéines solubilisées par les savons (stéarate, palmitate ou myristate de sodium) à des doses de l'ordre de 20 à 40 mg par gramme de farine sont négativement reliés à la valeur boulangère des farines et donc vraisemblablement liés à leur teneur en gluten et à la qualité de ce dernier ;
- de la mesure de la fraction de protéines du gluten insoluble dans l'acide acétique dilué reliée elle aussi à la qualité des glutens (GODON, 1969 ; ORTH et BUSHUK, 1972).

2 - MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1 Matériel végétal

L'étude a porté sur dix échantillons de blé de différentes variétés cultivées en France en 1982, dont l'origine géographique et agronomique a été précisée par DAVIN *et al.* (1984) et sur un échantillon de blé de force américain (Dark Northern Spring : DNS).

Bien que ces échantillons soient en nombre limité et qu'il n'y figure qu'une répétition par variété (ce qui n'a pas permis de réaliser toutes les études statistiques souhaitables, ni de préciser la part de la variation génétique et de la variation "environnementale" dans la variation des caractéristiques technologiques observée), ils ont néanmoins été choisis pour couvrir une large gamme de qualité boulangère, allant des farines impanifiables (Corin, Maris Huntsman) jusqu'aux farines de force (Castan, DNS), en passant par les qualités intermédiaires.

Les moutures ont été réalisées sur un moulin pilote par les soins des laboratoires ARIA. Les farines ont été stockées pendant toute la durée de l'étude en chambre froide à +5°C. Leurs principales caractéristiques biochimiques et technologiques, déterminées au moment de leur utilisation, sont indiquées dans le tableau 1.

2.2 Extraction des glutens-pilotes

Les glutens ont été extraits à l'échelle pilote sur l'installation expérimentale déjà décrite (POPINEAU *et al.*, 1985). Après lyophilisation et broyage, leurs caractéristiques technologiques et biochimiques ont été analysées (DAVIN *et al.*, 1984).

Les rendements en gluten obtenus à partir des différentes farines et leurs principales caractéristiques sont rappelés dans le tableau 2.

2.3 Extraction manuelle des glutens

Elle est faite à partir de la farine selon les conditions de MAUZE *et al.* (1972), légèrement modifiées dans le but d'améliorer la discrimination des variétés (HOULIAROPOULOS, 1982).

L'extraction est ainsi réalisée sur 10 g de farine (préalablement conditionnée dans une pièce climatisée à 20°C et 65 % d'H.R.). L'hydratation des farines est fixée à 40 % m.h. Le temps de repos du pâton avant extraction du gluten est supprimé et l'eau utilisée est l'eau désionisée.

Le rendement en gluten humide et en gluten sec est déterminé par pesée avant et après séjour de 15 h à l'étuve à 130°C. L'hydratation du gluten est calculée en % m.h.

Tableau 1
Principales caractéristiques des farines

Table 1
Principal characteristics of flours

	Variété										
	Arminda	Capitole	Castan	Corin	Fidel	Hardi	Lutin	Maris H.	Talent	Top	DNS
Teneur en eau (% m.h.)	14,3	14,3	14,1	14,3	14,5	14,2	13,9	14,3	14,1	13,8	16,6
Teneur en protéines totales (N×5, 7% m.s.)	9,1	10,5	12,1	9,5	10,7	11,7	11,1	9,9	11,8	11,4	14,6
Caractéristiques alvéographiques											
W	113,0	182,0	303,0	78,0	185,0	283,0	210,0	85,0	152,0	224,0	409,0
P	59,0	72,0	163,0	53,0	70,0	110,0	105,0	48,0	57,0	94,0	91,0
G	19,2	21,2	16,0	16,4	21,3	20,0	17,8	18,6	22,9	19,6	24,8
P/L	0,81	0,81	3,26	1,02	0,77	1,40	1,72	0,71	0,54	1,23	0,14

Tableau 2
Principales caractéristiques des glutens pilotes

Table 2
Principal characteristics of pilot glutens

	Variété										
	Arminda	Capitole	Castan	Corin	Fidel	Hardi	Lutin	Maris H.	Talent	Top	DNS
Teneur en eau (% m.h.)	4,9	4,0	2,8	3,6	4,0	3,6	4,7	4,7	5,1	3,9	4,2
Teneur en protéines totales (Nx5, 7% m.s.)	84,6	85,5	82,7	86,5	81,1	83,2	84,4	88,8	77,9	84,1	80,3
Rendement en gluten sec (% m.s. farine)	8,0	9,8	11,2	8,3	9,8	11,1	9,9	8,4	13,5	10,1	13,8
Rendement en protéines du gluten (% prot. farine)	73,9	78,2	79,6	74,2	76,0	79,0	75,6	74,2	86,6	76,4	78,6
Valeur améliorante											
W 1 % prot.	50,7	49,1	45,1	29,3	46,5	43,2	42,4	26,1	35,7	45,4	55,3
P 1 % prot.	11,4	9,1	7,4	5,3	6,9	4,8	6,6	6,3	4,7	8,2	6,9
Alvéographe sur farine reconstituée											
W	123,0	125,0	104,0	58,0	104,0	123,0	82,0	64,0	69,0	118,0	152,0
P	74,0	67,0	56,0	37,0	57,0	59,0	42,0	39,0	38,0	57,0	65,0
G	14,9	16,7	17,5	17,6	17,8	18,7	19,3	17,0	19,2	18,0	18,8
P/L	1,65	1,25	0,91	0,62	0,94	0,86	0,57	0,69	0,54	0,91	0,95

2.4 Propriétés viscoélastiques du gluten

La fermeté et la recouvrance élastique sont déterminées au moyen du viscoélastographe (FEILLET *et al.*, 1977) dans les conditions suivantes :

Une opération préalable de thermoformage permet de préparer des éprouvettes de gluten de forme et de dimension très reproductibles. Pour cela, on prélève des échantillons de 1 g (m.h.) de gluten extrait et essoré que l'on introduit dans des tubes de verre pyrex (longueur : 40 mm, diamètres intérieur : 14,90 mm) comme l'indique la figure 1. Deux pistons en acier inoxydable sont introduits de part et d'autre du gluten, puis le tout est maintenu en place par un bâti de serrage constitué de deux ressorts fixés entre deux plaques métalliques. L'ensemble est placé dans l'eau maintenue à ébullition pendant 1 min, puis mis à refroidir pendant 2 min dans l'eau à 20°C. Après refroidissement et démoulage, les pastilles de gluten sont placées dans un cristallisateur rempli d'eau pour éviter la dessiccation. 10 g de farine donnent ainsi entre 2,5 et 4,5 g de gluten, d'où la possibilité de préparer deux à quatre pastilles (DAMIDAUX et FEILLET, 1978 ; HOULIAROPOULOS, 1982). Ces pastilles sont alors soumises au test du viscoélastographe, dans les conditions décrites pour le gluten de blé tendre par HOULIAROPOULOS (1982). On mesure ainsi successivement l'épaisseur e_1 de la pastille après 40 s d'écrasement, que l'on assimile à une fermeté et l'épaisseur e_2 que reprend la pastille 20 s après retrait de la charge d'écrasement. La différence $e_2 - e_1$ est appelée *recouvrance élastique*. Les résultats rapportés dans ce travail représentent toujours la moyenne de deux, trois ou quatre déterminations. Une personne peut ainsi analyser au minimum quinze échantillons par jour.

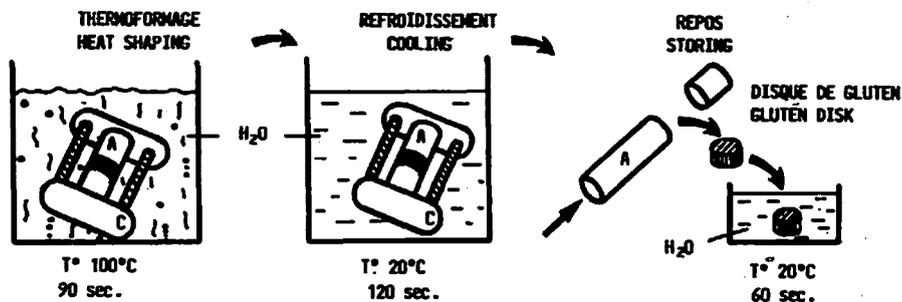


Figure 1

Thermoformage du gluten avant analyse au viscoélastographe
Gluten shaping by heat treatment prior to viscoelastograph analysis

Dans le cas des glutens séchés ou lyophilisés, on détermine les propriétés viscoélastiques après réhydratation. Pour cela, on pèse un échantillon de 1 g de gluten sec dans un mortier ; on y ajoute un léger excès d'eau (1,8 ml) et on homogénéise le mélange avec un pilon. Le gluten ainsi reformé est placé immédiatement dans le tube de verre utilisé comme ci-dessus pour le thermoformage et on détermine la fermeté e_1 et la recouvrance élastique $e_2 - e_1$ de l'échantillon de la même façon que pour le gluten extrait manuellement de la farine.

2.5 Extraction des protéines de la farine par les savons

Elle est réalisée de la façon suivante :

On prélève six échantillons de 1 g de farine. (ou de 200 mg de gluten lyophilisé) que l'on place dans des tubes à centrifuger. On ajoute à chacun d'eux différentes doses de savon (par exemple : 0, 20, 40, 60, 80 et 100 mg respectivement) et 10 ml d'eau désionisée. Il est à noter que le savon utilisé ici est le myristate de sodium, préparé au laboratoire à partir de l'acide myristique ($C_{13}H_{27}COOH$) et de la soude (NaOH).

Les tubes sont agités (60 t/min) durant une nuit à 20°C puis centrifugés 30 min à 36 000 g.

Les surnageants sont transférés dans des matras Kjeldahl et on dose l'azote extrait à chacune des six doses de savon en comparaison de l'azote total de la farine (ou du gluten).

Il est à noter que si plusieurs doses de savon ont dû être utilisées pour la mise au point du test, on peut certainement ensuite se limiter aux doses les plus discriminantes telles que 20 à 40 mg pour les farines et 10 à 20 mg pour les glutens. En se limitant à une ou deux doses de savon par échantillon, il est possible d'analyser plusieurs dizaines de farines par jour, notamment si le dosage est automatisé.

2.6 Solubilité acétique des glutens

Elle a été déterminée par une méthode adaptée de celle décrite par GODON (1969). 100 mg de gluten lyophilisé sont agités en présence de 10 ml d'acide acétique 0,01 N sur un agitateur rotatif à +5°C pendant 60 h. Après centrifugation (36 000 g pendant 20 min), on dose l'azote présent dans le surnageant et dans le culot insoluble.

3 - RÉSULTATS

3.1 Prévision à partir d'une farine du rendement en gluten et de sa valeur technologique

On a regroupé dans le tableau 3 l'ensemble des résultats de teneurs en protéines totales des farines des onze variétés étudiées, ainsi que de rendement (R) et de viscoélasticité (fermeté e1 et recouvrance élastique e2-e1) des glutens extraits manuellement de ces farines. On a également calculé les valeurs $R \times e1$ et $R \times (e2-e1)$ qui intègrent en quelque sorte les aspects quantité et qualité de ces glutens. On a également fourni les caractéristiques viscoélastiques de ces glutens après lyophilisation et réhydratation. On a enfin fait figurer les valeurs de pourcentage de protéines extraites par le savon myristate de sodium aux doses 20 mg et 40 mg.

La précision et la répétabilité de ces tests n'apparaissent pas dans cette étude, mais on rappelle qu'il a été montré (HOULIAROPOULOS, 1982) que les valeurs de viscoélasticité pouvaient être fournies à

Tableau 3

Résultats des tests pratiqués sur les farines
en vue de la prédiction du rendement et de la qualité des glutens

Table 3

Results of tests performed on flours
for estimating gluten yield and quality

Variété	Arminda	Capitole	Castan	Corin	Fidel	Hardi
Teneurs en protéines totales de la farine (N×5, 7 % m.s.)	9,1	10,5	12,1	9,5	10,7	11,7
Rendement en gluten (% m.s. farine) (R)	7,9	9,3	10,4	8,0	9,7	9,9
Rendement en gluten (% m.h. farine)	23,0	27,4	29,7	24,3	25,6	29,3
Hydratation du gluten en % m.h.	65,6	66,0	65,0	67,0	62,1	66,2
Propriétés viscoélastiques du gluten laboratoire natif :						
•Fermeté e1 (mm)	1,98	1,96	1,84	1,78	1,99	1,87
•Recouvrance e2-e1 (mm)	1,21	1,12	1,48	0,72	1,06	1,00
•Rxe 1	15,64	18,23	19,14	14,24	19,30	18,51
•Rx(e2-e1)	9,56	10,42	15,39	5,76	10,28	9,90
Protéines extraites par le savon C ₁ . (% des protéines totales) :						
•Dose 20 mg	28,0	27,0	23,3	59,4	24,1	20,3
•Dose 40 mg	78,7	76,4	70,9	79,3	74,1	69,6
•Gluten laboratoire lyophilisé réhydraté :						
•Fermeté e1 (mm)	2,13	1,96	1,79	1,59	2,02	1,93
•Recouvrance e2-e1 (mm)	1,20	1,28	1,49	0,61	1,14	0,82
•% d'eau retenu/m.h.	60,5	61,5	62,5	64,0	60,5	62,0

Lutin	Maris H.	Talent	Top	DNS	Moyenne	Ecart type	Coefficient de variation
11,1	9,9	11,8	11,4	14,6	11,1	1,43	12,9
10,0	8,1	9,9	9,8	12,5	9,6	1,2	12,5
28,1	24,1	29,4	25,7	33,6	27,3	2,98	10,9
64,4	66,4	66,3	64,5	62,8	65,1	1,5	2,3
1,87	1,60	1,79	1,67	2,19	1,87	0,15	8,0
0,90	0,50	0,71	1,09	1,66	1,04	0,32	30,7
18,70	12,96	17,72	16,37	27,38	18,0	3,6	20,0
9,0	4,05	7,03	10,68	20,75	10,2	4,3	42,1
24,2	22,7	21,5	21,6	20,3	26,6	10,6	39,8
71,2	78,2	72,4	71,9	69,4	73,8	3,5	4,7
1,84	1,57	1,63	1,82	2,18	1,86	0,19	10,2
0,69	0,29	0,81	0,96	1,51	0,98	0,36	36,7
61,5	64,5	62,5	62,0	58,5	61,8	1,6	2,6

Tableau 4
Corrélations linéaires entre les tests de prévision du rendement et de la qualité des glutens

Table 4
Linear correlation coefficients between tests of estimation of gluten yield and quality

	Extraction manuelle du gluten						Teneur en protéines totales de la farine (% p.s.)	Insoluble dans l'acide acétique 0,01 N (% protéines de la farine)	Extractibilité des protéines de la farine par le savon C14 (% protéines de la farine)	
	Gluten natif			Gluten lyophilisé réhydraté					Dose 20 mg	Dose 40 mg
	Rendement en gluten sec (R)	Fermeté e1 (mm)	Recouvrance e2-e1 (mm)	Rétention d'eau (% m.h.)	Fermeté e1 (mm)	Recouvrance e2-e1 (mm)				
Gluten natif										
. Rendement en gluten sec (R)	1,000	0,555	0,667*				0,976**	0,574	-0,516	-0,874**
. Hydratation du gluten	-0,631*	-0,583*	-0,582*	0,751**			-0,503	-0,546	0,414	0,467
. Fermeté e1 (mm)		1,000	0,735**		0,860**		0,487	0,780**	-0,138	-0,281
. Recouvrance e2-e1 (mm)			1,000			0,939**	0,616*	0,812*	0,305	-0,493
. R x e1	0,933**	0,810**	0,774**				0,883**	0,707*	-0,403	-0,709**
. R x (e2-e1)	0,846**	0,726**	0,956**				0,807**	0,752**	-0,368	-0,634*
Gluten lyophilisé réhydraté										
. Rétention d'eau				1,000			-0,545	-0,823*		
. Fermeté e1 (mm)					1,000		0,330	0,902**		
. Recouvrance e2-e1 (mm)						1,000	0,501	0,778**		
Extractibilité par le savon C14 prot. % prot. totales										
. 20 mg							-0,500	-0,437	1,000	0,619*
. 40 mg							-0,856*	-0,529		1,000

Tableau 5
Corrélations linéaires entre les tests de prévision et les caractéristiques des glutens pilotes

Table 5
Linear correlation coefficients between tests of estimation and characteristics of pilot glutens

	Extraction manuelle des glutens							Teneur en protéines totales de la farine (% m.s.)	Insoluble dans l'acide acétique 0,01 N (% protéines de la farine)	Extractibilité des protéines de la farine par le savon C ₁₂ (% protéines de la farine)	
	Gluten natif			Gluten lyophilisé réhydraté			Rétention d'eau			Dose 20 mg	Dose 40 mg
	Rendement en gluten sec (R)	Hydratation	Fermeté e2	Recouvrance e2 -e1	Fermeté e1	Recouvrance e2 -e1					
Rendement en gluten sec/m.s. farine	0,862**		0,384	0,420			0,904**	0,334	-0,484	-0,785**	
Rendement gluten/protéines farine	0,932**		0,393	0,521			0,537	0,073	-0,520	-0,841**	
ΔW 1 % protéine	0,585		0,792**	0,888**		0,930**	0,873**	0,467	0,918**	-0,441	-0,553
W alvéo farine reconstituée	0,565		0,698*	0,842**		0,893**	0,780**	0,509	0,920**	-0,470	-0,440
Rétention d'eau		0,270	0,372	0,364	0,352			0,085	0,403		
Fermeté e1		-0,138	0,203	0,359	-0,281	0,541	0,351	-0,443	0,378		
Recouvrance e2-e1		-0,377	0,450	0,667*	-0,598*	0,759**	0,615*	-0,007	0,731**		
Extractibilité par le savon C ₁₂ des protéines du gluten											
. 10 mg		0,313	-0,682*	-0,337	0,642*	-0,546	-0,445	-0,329	-0,371	0,421	
. 20 mg		-0,046	-0,280	-0,171	0,332	-0,156	-0,313	-0,359	-0,277		0,430

$\pm 0,2$ mm lorsqu'une seule extraction est faite et à $\pm 0,14$ mm lorsque deux extractions sont faites. La précision de l'extractibilité par les savons n'a pas été déterminée mais l'allure des courbes de solubilité (KOBREHEL, 1980) fait apparaître, suivant la nature des échantillons, une plus grande fluctuation pour les doses moyennes : 30 à 40 mg.

Bien qu'il faille certainement raisonner avec prudence compte tenu qu'on ne disposait que d'un échantillon par variété, il semblerait ressortir de ces résultats et notamment des coefficients de variation, que les tests présentant la plus grande fluctuation par rapport à la moyenne soient la recouvrance élastique du gluten, l'extractibilité par le savon à la dose de 20 mg et dans une moindre mesure, la fermeté et le rendement en gluten.

On observe également que le comportement des variétés est dans l'ensemble en bon accord avec leurs caractéristiques technologiques, notamment alvéographiques (cf. tabl. 1). Ainsi, les valeurs les plus élevées des rendements en gluten sont obtenues pour DNS et Castan, les plus faibles pour Maris Huntsman, Corin et Arminda. Les valeurs les plus élevées de fermeté et de recouvrance du gluten sont obtenues pour DNS et Castan, les plus faibles pour Maris Huntsman, Corin, Talent et Lutin. En ce qui concerne le pourcentage de protéines extraites par les savons (dont on rappelle qu'il a été trouvé négativement relié à la qualité boulangère), les valeurs les plus faibles ont été observées pour DNS, Castan et Hardi et les plus élevées pour Maris Huntsman, Arminda et Corin, tandis que Capitole, Top ou Fidel donnent des valeurs intermédiaires.

On remarque cependant que les caractéristiques viscoélastiques mesurées sur le gluten Arminda, fermeté et recouvrance élastique élevées, ne sont pas en rapport avec la valeur boulangère de la farine ($W = 113$), ni avec l'extractibilité des protéines par les savons. Ce décalage entre les caractéristiques de la farine et celles du gluten, qui a déjà été observé (DAVIN *et al.*, 1984), se trouve donc confirmé ici par d'autres méthodes. Les phénomènes physico-chimiques qui ont lieu au moment de l'extraction (même manuelle) du gluten peuvent donc pour certains blés aboutir à une modification importante de la qualité du produit.

On observe également que le traitement de séchage par lyophilisation a peu d'influence sur les propriétés viscoélastiques du gluten, mais tend à diminuer de façon notable sa capacité de rétention d'eau, bien que cette différence puisse être due en partie à la méthode de détermination.

Les résultats obtenus par les différents tests de laboratoire ont été enfin comparés en établissant des matrices de corrélations linéaires dont les résultats les plus intéressants sont présentés sur le tableau 4.

On retrouve ainsi la corrélation linéaire déjà signalée (DAMIDAUX et FEILLET, 1978 ; HOULIAROPOULOS, 1982) entre fermeté et recouvrance élastique du gluten (0,735) (les glutens fermes ont une tendance à être également élastiques) ainsi qu'entre rendement en gluten sec et recouvrance élastique (0,677) (les glutens extraits avec un rendement élevé ont également tendance à être élastiques).

Il est également intéressant de noter qu'il y a une tendance à avoir une relation inverse entre l'hydratation du gluten humide et les caractéristiques de fermenté du gluten (-0,583) (plus les protéines du gluten ont une capacité à s'hydrater, moins le gluten est ferme). Cette tendance faiblement significative qui se dégage de l'analyse de onze échantillons est cependant en accord avec la corrélation (-0,861) trouvée par HOULIAROPOULOS (1982) à partir d'un nombre beaucoup plus élevé de variétés.

En ce qui concerne l'extractibilité par les savons, on n'a pas fait figurer les pourcentages de protéines extraites aux doses supérieures à 40 mg, ni à la dose 0, qui sont très peu discriminants. La dose 20 mg apparaît la plus discriminante, mais les résultats obtenus à 20 mg et à 40 mg sont relativement corrélés (0,619). On a pu noter également que ces pourcentages d'extractibilité par les savons ont tendance à être tous (mais surtout à la dose 40 mg) négativement reliés aux données de viscoélasticité (-0,493 avec la recouvrance) et de rendement en gluten sec (-0,874) et ceci malgré le faible coefficient de variation (4,7 %) des valeurs du pourcentage extrait à 40 mg de savon. Ce résultat est cependant en accord avec ceux des travaux antérieurs de KOBREHEL (1980) et KOBREHEL et MATIGNON (1980).

On observe pour les glutens lyophilisés les mêmes types de corrélation que pour les glutens natifs, avec en outre une corrélation négative plus marquée entre fermeté et hydratation (-0,931).

Pour estimer les possibilités de prédiction du rendement et de la qualité des glutens pilotes, on a commencé par calculer une matrice des corrélations entre les résultats des neuf types de tests rapportés dans le tableau 3 et les résultats de onze des critères mesurés sur les glutens pilotes rapportés précédemment (DAVIN *et al.*, 1984) : rendement en gluten pilote m.s., protéines gluten/protéines farine, protéines gluten/m.s. farine, % protéines des glutens, insoluble acétique, modification de l'alvéographe (W 1 %, P 1 %, G 1 %) et de la panification (note 1 %, volume 1 %), W de l'alvéographe reconstitué (*tabl. 5*).

On a tout d'abord noté des relations très étroites entre le rendement en gluten (m.s.) extrait manuellement et le rendement en gluten (m.s.) extrait dans le matériel pilote (0,862) ainsi qu'avec le rendement exprimé en % de protéines du gluten pilote par rapport aux protéines de la farine (0,932). La relation négative entre ces rendements pilotes et l'extractibilité par les savons (40 mg) est également conservée (-0,785 et -0,841). Dans la limite de la gamme de variétés analysées, les rendements en gluten laboratoire ou l'extractibilité par les savons paraissent donc constituer deux moyens de prédire le rendement en gluten au stade pilote.

Il faut cependant noter que la simple détermination de la teneur en protéines de la farine constitue aussi un bon moyen de prédire le rendement en gluten pilote par rapport à la farine (0,904). Compte tenu des corrélations linéaires observées dans la première colonne du tableau 4, il est probable que le critère teneur en protéines de la farine explique en partie que le rendement en gluten sec ou l'extractibilité par les savons permettent de prédire le rendement en gluten pilote. La corrélation de cette teneur en protéines avec le rendement en gluten pilote (exprimé en % des protéines du gluten par rapport aux protéines de la farine) est cependant beaucoup plus faible (0,537).

En ce qui concerne la qualité des glutens, la fermeté et la recouvrance élastique sont étroitement associées à l'accroissement du W de l'alvéographe après addition de 1 % de gluten (0,930 et 0,783) et au W de l'alvéographe sur farine reconstituée (0,843 et 0,780) mais très peu associées aux autres caractéristiques telles que P et G. L'accroissement du W semble mieux prédit par la fermeté du gluten manuel lyophilisé que par celle du gluten natif, peut-être parce que l'on prend alors en compte la capacité de réhydratation du gluten après séchage et non plus l'hydratation du gluten frais. La fermeté et la recouvrance des glutens de laboratoire sont également bien corrélées à l'insoluble dans l'acide acétique des glutens pilotes (0,772 et 0,831). Par contre, les pourcentages de protéines extractibles par les savons n'apparaissent pas aussi étroitement liés aux caractéristiques de qualité des glutens pilotes.

Quant aux données viscoélastiques affectées du facteur rendement en gluten sec laboratoire, elles apparaissent corrélées à la fois aux données de rendement et de qualité (W) mais n'apportent rien de plus que les données de viscoélasticité et de rendement considérées séparément.

En conclusion de cette première partie et bien qu'il faille rester prudent dans l'interprétation compte tenu du faible nombre d'échantillons disponibles pour cette étude, il semble ressortir que l'aptitude des blés à l'extraction du gluten puisse être déterminée par le rendement en gluten sec lors de l'extraction manuelle et par la solubilisation par les savons, mais peut-être aussi plus simplement par la teneur en protéines de la farine.

Par contre, en ce qui concerne la prédiction de la qualité des glutens (W1%, W alvéographe reconstitué), la teneur en protéines n'est pas utilisable, alors que la fermeté et la recouvrance élastique des glutens extraits manuellement au laboratoire apparaissent ici nettement comme les meilleurs critères.

3.2 Appréciation par des micro-tests de la valeur technologique d'un gluten

Dans le tableau 6 sont présentés les résultats des tests de laboratoire appliqués aux glutens pilotes.

Compte tenu des coefficients de variation, on observe ici, comme pour les glutens natifs et lyophilisés, que les critères les plus déterminants semblent être la recouvrance élastique et l'extractibilité par les savons à faible dose (10 mg). En outre, la mesure de la fraction protéique du gluten insoluble dans l'acide acétique 0,01 N peut vraisemblablement discriminer de la même manière que la recouvrance élastique. La correspondance entre les résultats des tests sur gluten et la valeur des farines en panification est cependant moins bonne lorsque l'on analyse les glutens pilotes que lorsque l'on analyse ceux qui ont été extraits manuellement. En effet, alors que les glutens manuels de DNS et Castan possèdent les valeurs de recouvrance les plus élevées et ceux de Maris Huntsman et de Corin les plus faibles, la recouvrance des glutens pilotes ne différencie pas DNS, Lutin, Hardi, Fidel, Capitole et Castan. La fermeté est également moins discriminante que pour les glutens manuels. L'extraction pilote paraît donc provoquer une relative uniformisation des caractéristiques viscoélastiques des glutens. L'extractibilité des protéines du gluten par les savons ne

Tableau 6
 Résultats des tests protéiques sur les glutens en vue de l'appréciation de leur qualité

Table 6
 Results of proteic tests for gluten quality assessment

Variétés	Glutens pilotes réhydratés			Glutens pilotes : extractibilités par les savons C14		Glutens pilotes : Insoluble dans l'acide acétique 0,01 N
	Fermeté e1 (mm)	Recouvrance e2-e1 (mm)	% d'eau retenu/ m.h.	dose 10 mg	dose 20 mg	Protéines insolubles % protéines totales
Arminda	2,03	1,03	62,5	33,5	86,4	25,7
Capitole	1,88	0,82	62,0	39,0	84,1	26,4
Castan	1,82	0,84	61,5	50,3	87,6	24,8
Corin	1,78	0,63	61,5	60,0	88,4	18,0
Fidel	1,84	0,80	60,5	40,1	88,2	26,0
Hardi	1,77	0,81	62,0	49,8	84,6	28,2
Lutin	1,78	0,82	62,0	48,5	86,2	22,9
Maris H.	1,78	0,53	61,0	47,6	94,5	16,6
Talent	1,61	0,53	61,5	31,8	77,8	19,4
Top	1,88	0,90	61,5	60,8	85,5	23,2
DNS	1,77	0,79	62,0	28,0	85,5	28,6
Moyenne	1,81	0,77	61,6	44,5	86,2	23,6
Ecart-type	0,09	0,14	0,5	10,4	3,8	3,9
Coefficient de variation	4,9	18,2	0,8	23,3	4,4	16,4

Tableau 7
Corrélations linéaires entre les tests protéiques d'appréciation de la qualité des glutens

Table 7
Linear correlation coefficients between proteic tests of gluten quality assessment

	Glutens pilotes réhydratés					
	Fermeté e1	Recouvrance e2-e1	Rétention d'eau	Extractibilité par le savon C ₁₄		Insoluble dans acide acétique 0,01 N
				dose 10 mg	dose 20 mg	
Fermeté e1	1,000	0,812**	0,319	0,051	0,337	0,393
Recouvrance e2-e1		1,000	0,506	-0,031	-0,057	0,719*
Rétention d'eau			1,000	-0,239	-0,375	0,448
Extractibilité par le savon C ₁₄						
dose 10 mg				1,000	0,383	-0,373
dose 20 mg					1,000	-0,264
Insoluble dans l'acide acétique 0,01 N						1,000

Tableau 8
Corrélations entre les tests d'appréciation de la qualité du gluten
et les caractéristiques technologiques des glutens pilotes

Table 8
Correlation coefficients between tests for gluten quality assessment
and technological characteristics of pilot glutens

	Glutens pilotes réhydratés					
	Fermeté e1	Recouvrance e2-e1	Rétention d'eau	Extractibilité par le savon C14		Insoluble dans acide acétique 0,01 N
				dose 10 mg	dose 20 mg	
Caractéristiques technologiques des glutens pilotes :						
ΔW 1 %	0,472	0,798**	0,409	-0,465	-0,337	0,914**
ΔP 1 %	0,906**	0,756*	-0,205	-0,224	0,118	0,378
W alvéo farine reconstituée	0,462	0,719*				0,927**
P alvéo farine reconstituée	0,702*	0,819**				0,873**

fait pas apparaître de relation étroite avec la valeur boulangère des farines. Avec la dose de 10 mg de savon, on n'a bien que 28 % d'extractibilité pour DNS contre 60 % pour Corin mais beaucoup de variétés sont mal classées : Maris Huntsman, Lutin, Hardi et Castan. La solubilité dans l'acide acétique 0,01 N paraît en revanche en bon accord avec les caractéristiques technologiques habituelles des variétés, notamment le W, excepté une fois encore pour Arminda.

Lorsque l'on compare les tests de laboratoire entre eux (*tabl. 7*), on note que la corrélation linéaire fermeté/recouvrance demeure significative pour les glutens pilotes (0,812) comme c'était le cas pour les glutens manuels (0,735). En revanche, il n'y a plus de relation entre la fermeté et l'hydratation. De même, la corrélation négative entre protéines extractibles par les savons (dose 10 mg) et la fermeté, observée pour les glutens manuels, n'apparaît plus. La fraction insoluble dans l'acide acétique 0,01 N reste cependant significativement associée avec la recouvrance élastique des trois types de gluten (respectivement 0,812, 0,778 et 0,731).

La fluctuation des corrélations à l'intérieur des tests de laboratoire selon la nature des échantillons laisse supposer que certaines relations sont indirectes et sous la dépendance de paramètres qui ne sont pas ou qui sont mal mesurés par les tests mis en oeuvre.

Pour estimer la valeur de chacun des tests de laboratoire pour l'appréciation de la qualité des glutens pilotes (ou industriels), on a comparé leurs résultats à ceux que l'on pratique habituellement dans l'industrie (*tabl. 8*).

On observe ainsi de bonnes relations entre les caractéristiques viscoélastiques et alvéographiques des glutens. La recouvrance élastique des glutens pilotes, en particulier, semble étroitement associée à l'accroissement de W et de P, alors que la fermeté n'apparaît reliée qu'au paramètre P de la courbe alvéographique. On observe les mêmes relations entre fermeté et recouvrance élastique et W et P mesurés sur une farine reconstituée (système gluten + amidon + glycérine). Alors qu'aucune relation n'a été mise en évidence entre les critères technologiques (W et P) et l'extractibilité par les savons des protéines des glutens pilotes, l'insoluble acétique est très corrélé aux W (0,927) et P (0,873) de l'alvéographe sur farine reconstituée et à l'augmentation de W d'une farine témoin enrichie en gluten, W 1 % (0,914). Dans ce dernier cas, cependant, l'insoluble acétique n'est pas corrélé à l'augmentation de P, P 1 %, peut-être à cause du mélange des protéines de la farine de base à celles du gluten.

En conclusion de cette deuxième partie, deux tests paraissent permettre d'apprécier la valeur technologique d'un gluten d'une façon équivalente aux mesures alvéographiques : la détermination des caractéristiques du gluten et la mesure de la fraction du gluten insoluble dans l'acide acétique 0,01 N.

4 - DISCUSSION GÉNÉRALE

Cette étude a été réalisée sur l'ensemble des échantillons mis à notre disposition dans le cadre d'un contrat d'une année avec deux industriels de la glutennerie. Il est certain que l'analyse d'un nombre plus élevé d'échantillons eut été souhaitable (notamment plusieurs lieux de culture sur plusieurs années pour chaque variété) pour préciser en particulier l'origine exacte de la variation (environnementale ou génétique), laquelle peut fortement influencer les observations effectuées sur les liaisons entre tests et leur caractère prédictif (ROUSSET *et al.*, 1985). Les onze variétés retenues avaient toutefois l'avantage d'être très représentatives de la production et des importations françaises actuelles de blés et d'être donc adaptées à l'objectif de cette étude, qui était de rechercher des tests simples de prévision et d'appréciation de la qualité des glutens, utilisables au niveau de laboratoires industriels.

Avec toute la prudence dont il convient de faire preuve compte tenu d'un échantillonnage limité qui restreint naturellement la portée des interprétations statistiques réalisées, il semble cependant que *la meilleure méthode de prévision des rendements en gluten reste l'extraction manuelle à petite échelle*. Une information analogue pourrait être fournie par *la mesure de l'extractibilité des protéines par les savons*, test qui, à l'origine, avait été reliée à la valeur boulangère des farines par des facteurs qualitatifs (force des interactions entre protéines) plutôt que quantitatifs. Or, il ne s'est trouvé dans cette étude relié à aucune mesure directe de la valeur technologique des glutens manuels ou pilotes. On peut donc se poser la question de la signification exacte des résultats de ce test concernant la prévision du rendement en gluten. En effet, sur la série d'échantillons analysés, nous avons observé une relation très étroite entre force boulangère des farines (W) et teneur en protéines totales, qui peut expliquer la corrélation extractibilité/rendement. Mais cette relation n'est pas toujours vérifiée et il faudrait s'assurer que l'extractibilité par les savons permet dans tous les cas d'estimer le rendement.

L'appréciation de la qualité des glutens par les tests de laboratoire permet d'observer dans l'ensemble que les classements des variétés sont assez cohérents entre les glutens natifs et lyophilisés et avec la valeur boulangère des farines. Mais ces tests, pratiqués sur les farines ou les glutens extraits manuellement, ne permettent pas une aussi bonne prédiction de la valeur technologique des glutens pilotes représentatifs des glutens industriels. C'est vrai notamment pour la capacité de rétention d'eau après réhydratation et l'extractibilité par les savons. En outre, *les caractéristiques viscoélastiques des glutens manuels ne sont pas corrélées étroitement à celles des glutens pilotes*. Bien que la recouvrance élastique des glutens pilotes soit assez bien reliée à celle des glutens natifs manuels, elle l'est encore davantage à la fermeté des glutens manuels lyophilisés, tandis que la fermeté des glutens pilotes n'est corrélée à aucune des propriétés viscoélastiques des glutens manuels. Cependant, *la fermeté et la recouvrance élastique des glutens manuels rendent bien compte des propriétés améliorantes (W 1 %, P 1 %) et des caractéristiques alvéographiques intrinsèques (W et P de l'alvéographe sur farine reconstituée) des glutens pilotes*. Cette ambiguïté des résultats est probablement due à l'influence de la technique d'extraction sur la composition et la structure du gluten, comme l'indique la relative uniformisation des

propriétés technologiques des glutens que provoque l'extraction pilote et le décalage entre les propriétés de la farine et celles du gluten qui en est extrait (cas de la variété Arminda). Enfin, la mesure de l'extractibilité par les savons des glutens pilotes ne permet d'apprécier aucun des paramètres de la valeur technologique, résultat inattendu compte tenu de la bonne relation entre ce test et la force boulangère des farines.

En revanche, *la mesure des propriétés viscoélastiques du gluten à l'aide du viscoélastographe* se révèle particulièrement intéressante pour l'estimation de la valeur améliorante des glutens, d'autant que la recouvrance élastique est plus étroitement en relation avec l'augmentation du W et la fermeté avec celle du P de l'alvéographe. La valeur améliorante des glutens peut également être estimée par la *détermination de l'insoluble acétique du gluten*. Cependant, sous sa forme actuelle, cette analyse est longue (60 h d'agitation) et il serait donc intéressant d'en améliorer les conditions opératoires (durée d'extraction plus courte) sans diminuer ses possibilités de différenciation des échantillons.

Au terme de cette étude, il apparaît possible à partir de tests simples :

- d'une part, de prévoir le rendement en gluten et sa valeur technologique à partir d'un échantillon de farine ou de gluten extrait manuellement au laboratoire ;

- d'autre part, d'apprécier le pouvoir améliorant d'un gluten industriel, sans recourir à l'alvéographe, en mesurant ses propriétés viscoélastiques.

Les échantillons qui ont été analysés dans ce travail étaient en nombre limité : un seul échantillon par variété, une seule année de récolte. Comme indiqué plus haut, ils étaient en outre caractérisés par une très forte liaison entre leur teneur en protéines totales et leur force boulangère. C'est pourquoi ces résultats ne peuvent être considérés comme parfaitement assurés et l'intérêt des tests sélectionnés (viscoélasticité, solubilité dans l'acide acétique, extractibilité dans les savons) devra être confirmé sur un plus grand nombre d'essais portant sur un matériel végétal encore plus diversifié et comprenant pour une même variété des échantillons différents par leur teneur en protéines.

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient Renée BERRIER, Catherine CANTIN, Marguerite MICHEL, Michel NICOLAS et Florence PINEAU pour leur aide dans les analyses de gluten et de protéines et sont très reconnaissants envers M. ROUSSET et G. BRANLARD (I.N.R.A., Clermont-Ferrand) pour les critiques constructives et les suggestions diverses qu'ils ont formulées sur le manuscrit.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- DAMIDAUX R., FEILLET P., 1978. Relation entre les propriétés visco-élastiques du gluten cuit, la teneur en protéines et la qualité culinaire des blés durs (*T. durum*). *Ann. Technol. Agric.*, 28, 799-808.
- DAVIN A., GODON B., NICOLAS M., POPINEAU Y., 1984. Incidences variétales sur le rendement d'extraction et les caractéristiques technologiques du gluten de blé. *Ind. des Céréales*, 29, 5-13.
- FEILLET P., ABECASSIS J., ALARY R., 1977. Description d'un nouvel appareil pour mesurer les propriétés visco-élastiques des produits céréaliers. *Bull. ENSMIC*, 278, 97-101.
- GODON B., 1969. *Etude physico-chimique des associations protéiques du gluten de blé*. Thèse de Doctorat d'Etat. Faculté des Sciences de Paris.
- GODON B., LE BLANC M.P., POPINEAU Y., 1983. A small-scale device for wheat gluten separation. *Qual. Plant. Food Human Nutr.*, 33, 161-168.
- HOULIAROPOULOS E., 1982. *Détermination, utilisation en sélection variétale et base biochimique des propriétés visco-élastiques du gluten de blé tendre*. Thèse de Docteur-Ingénieur. Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier.
- KOBREHEL K., 1980. Extraction of wheat proteins with salts of fatty acids and their electrophoretic characterization. *Ann. Technol. Agric.*, 29, 125-132.
- KOBREHEL K., MATIGNON B., 1980. Solubilization of proteins with soaps in relation to bread-making properties of wheat flours. *Cereal Chem.*, 57, 73-74.
- MAUZE C., RICHARD M., SCOTTI G., 1977. Détermination du gluten In "Guide pratique de contrôle de la qualité des blés", 131-134. I.T.C.F., Paris.
- ORTH R.A., BUSHUK W., 1972. A comparative study of the proteins of wheats of diverse baking qualities. *Cereal Chem.*, 49, 268-275.
- POPINEAU Y., DAVIN A., GODON B., 1985. L'extraction du gluten de blé : mise au point d'une installation à échelle réduite. *Sci. Aliments*, 5, 133-153.
- ROUSSET M., TRIBOI E., BRANLARD G., GODON B., 1985. Influence du génotype et du milieu sur les tests d'appréciation de la valeur d'utilisation du blé tendre (*Triticum aestivum* em. Thell.) dans les industries de cuisson. *Agronomie*, 5, 653-663.