

Méthodes alternatives de détermination de la qualité des blés

Table des matières

<i>Liste des figures</i>	5
<i>Liste des tableaux</i>	7
<i>Remerciements</i>	8
<i>Résumé</i>	9
<i>Introduction</i>	10
<i>Partie des recherches bibliographiques</i>	11
1 Le blé tendre ou froment d'hiver	12
1.1 Classification botanique et composition de la céréale	12
1.2 Description du grain	13
1.3 Composition du grain	13
1.3.1 Les glucides	14
1.3.2 L'amidon	14
1.3.3 Les protéines	18
1.3.4 Les lipides	20
2 Le développement de la plante	21
2.1 La germination	21
2.2 La levée	21
2.3 Le stade 3 feuilles	21
2.4 Le tallage	22
2.5 La montaison	22
2.6 L'épiaison	22
2.7 La floraison	22
2.8 La formation du grain	22
3 La germination sur pied	23
3.1 Introduction	23
3.2 Définition	23
3.3 Dormance, facteur de résistance à la germination sur pied	23
3.4 Lien entre germination sur pied et dormance	24
3.5 Facteurs influençant la germination sur pied	24
3.5.1 Facteurs génétiques	24
3.5.2 Facteurs climatiques	25
4 Préparation des grains aux différentes analyses	25

4.1	Récolte	25
4.2	Nettoyage	26
4.3	Conditionnement	26
4.4	Mouture	26
5	Tests de mesure de la qualité des blés	27
5.1	L'humidité des grains	27
5.2	Le poids à l'hectolitre (PHL)	27
5.3	La teneur en protéines (MPT)	28
5.4	L'indice de sédimentation de Zélény	28
5.5	La teneur en gluten	28
5.6	Le nombre de chute de Hagberg	28
5.7	Le rapid visco analyser (RVA)	28
5.8	L'Alvéographe Chopin	29
5.9	Le Mixolab Chopin	30
5.9.1	Le Mixolab Standard	30
5.9.2	Le Mixolab Profiler	31
6	Utilisations et exigences des industries	32
6.1	L'aptitude à la transformation des blés	32
6.2	La qualité du blé à proprement parler	32
6.3	L'industrie meunière/boulangère	32
6.4	L'industrie biscuitière	33
6.5	L'industrie amidonnerie-glutennerie	34
6.6	L'industrie du blé fourrager	35
	Partie expérimentale	36
7	Matériel et méthodes	37
7.1.1	Tests sur grains	37
7.1.2	Tests sur moutures intégrales	40
7.1.3	Tests sur farines blanches	51
7.1.4	Tests sur moutures particulières	57
8	Résultats	59
8.1	Echantillons	59
8.2	Critères physiques	60
8.3	Critères liés aux protéines	60
8.3.1	Meunerie	60

8.3.2	Amidonnerie-glutennerie	63
8.4	Activités enzymatiques	65
8.5	Le Mixolab Chopin	71
9	Discussion	85
10	Conclusion générale	87
11	Bibliographie	88
11.1	Articles, ouvrages et travaux de fin d'études	88
11.2	Brochures et revues	89
11.3	Fiches et documents de la société	89
11.4	Personnes ressources	90
11.5	Cours	90
11.6	Sites internet	90
12	Annexes	91
12.1	Annexe 1 : Tableau des unités et abréviations	92
12.2	Annexe 2 : Définitions utiles	92
12.3	Annexe 3 : Définitions de chimie / Physique	94
12.4	Annexe 4 : Informations sur la mouture	95
12.5	Annexe 5 : Méthode Kjeldahl	97
12.6	Annexe 6 : Alvéogrammes et légende	98
12.7	Annexe 7 : Barème Synagra	99
12.8	Annexe 8 : Carte de l'origine des échantillons	99

Liste des figures

Figure 1: Le blé (Site : http://environnement.ecole.free.fr/ble_au_pain.htm).....	12
Figure 2: Composition du blé (FEILLET P., 2000)	13
Figure 3: Amidon (Site : http://webpeda.ac-montpellier.fr/spc/ABCDORGA/Famille/Produit/LESUCRE.html)	14
Figure 5: Amylose (Image personnelle).....	15
Figure 4: Structure de l'amidon (FEILLET P., 2000).....	15
Figure 6: Amylopectine (Image personnelle)	16
Figure 7: Enzymes de l'amidon (FEILLET P., 2000)	17
Figure 8 : Gluténines (FEILLET P., 2000)	19
Figure 9 : Gliadines (FEILLET P., 2000)	19
Figure 10 : Gluten (FEILLET P., 2000).....	20
Figure 11: Germination de la plante de blé (Site : http://www.snv.jussieu.fr/vie/dossiers/bleaupain/ble/01ble.htm)	21
Figure 12: ABA et Gibbérelline (Sites: http://www.pharmacorama.com/ezine/acide-abcissique-cytokine-humaine.php et http://fitogest.imagelinenetwork.com/dettagliopa.cfm?idpa=6)	25
Figure 13: L'inhibiteur enzymatique (Site : http://fr.wikipedia.org/wiki/Inhibiteur_enzymatique).....	29
Figure 14: Courbe type du mixolab standard (Site : http://www.concereal.es/node/14)	30
Figure 15 : Mixolab profiler.....	31
Figure 16 : Production d'éthanol à partir des blés selon Biowanze.....	34
Figure 17 : Production d'éthanol à partir des blés selon.....	35
Figure 18 : Foss Infratec 1241 (photo personnelle)	37
Figure 19 : Leco Dumas (photo personnelle).....	40
Figure 20 : Falling Number (photo personnelle).....	42
Figure 21 : Rapid Visco Analyser (photo personnelle).....	44
Figure 22 : Courbe type du RVA (CRA-W)	46
Figure 23 : Mixolab (photo personnelle)	47
Figure 24 : Courbe type du mixolab standard (Site : http://www.concereal.es/node/14)	48
Figure 25 : Glutomatic (Site : http://labocgac.com/l-indice-de-sedimentation-zelzny-p27.html).....	51
Figure 26 : Alvéographe Chopin (photo personnelle).....	54
Figure 27 : Alvéogramme (Power point Formation-Qualité des farines_FR, 2003).....	55
Figure 28 : Valeurs idéales en panification pour les paramètres de l'alvéographe (CRA-W)	56
Figure 29 : Agitateur Zélény (Site : http://labocgac.com/l-indice-de-sedimentation-zeleny-p27.html)	57
Figure 30 : Graphique du W Chopin en fonction du Zélény.....	61
Figure 31 : Graphique du Gluten humide en fonction de la teneur en protéines	64
Figure 32 : Graphique du Gluten index en fonction de la teneur en protéines.....	64
Figure 33 : Graphique du Hagberg en fonction du delta des pics de viscosité sur mouture intégrale.....	65

Figure 34 : Graphique des profils de viscosité obtenus dans l'eau pour THINES	66
Figure 35 : Graphique des profils de viscosité obtenus dans l'AgNO ₃ pour THINES	66
Figure 37 : Profils de viscosité avec eau et avec AgNO ₃ pour FRAIRE, comparaison..	68
Figure 36 : Profils de viscosité avec eau et avec AgNO ₃ pour THINES, comparaison..	68
Figure 38 : Graphique de comparaison de l'activité enzymatique de deux échantillons de THINES sur mouture intégrale	70
Figure 39 : Graphique de comparaison de l'activité enzymatique de deux échantillons de THINES sur farine blanche.....	70
Figure 40 : Graphique de comparaison de l'activité enzymatique de deux échantillons de FRAIRE sur mouture intégrale	71
Figure 41 : Mixolab standard sur mouture intégrale pour THINES	73
Figure 42 : Mixolab standard sur mouture intégrale pour FRAIRE	73
Figure 43: Mixolab standard sur farine blanche pour THINES	74
Figure 44 : Mixolab standard sur farine blanche pour FRAIRE	74
Figure 45 : Graphique du Zélény en fonction de la stabilité du Mixolab sur farine blanche	75
Figure 46 : Graphique du W Chopin en fonction de la stabilité du Mixolab sur farine blanche	76
Figure 47 : Graphique du W Chopin sur farine blanche en fonction de la stabilité du Mixolab sur mouture intégrale	76
Figure 48 : Graphique du pic au RVA en fonction du C3 du Mixolab sur mouture intégrale.....	77
Figure 49 : Graphique du pic au RVA sur farine blanche en fonction du C3 du Mixolab sur mouture intégrale	77
Figure 50 : Graphique du Hagberg en fonction du C4 du Mixolab sur mouture intégrale	78
Figure 51 : Graphique du delta des pics de viscosité en fonction du C4 du Mixolab sur mouture intégrale	78
Figure 52 : Mixolab profiler sur farine blanche pour THINES.....	80
Figure 53 : Mixolab profiler sur farine blanche pour FRAIRE.....	80
Figure 54 : Profil d'Altigo (Thines) en comparaison avec les profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'une baguette	82
Figure 55 : Profil d'Altigo (Fraire) en comparaison avec les profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'une baguette	82
Figure 56 : Profil de Julius (Thines) en comparaison avec les profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'une baguette	83
Figure 57 : Profils des variétés Altigo, Ozon et Julius de Fraire comparés aux profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'un pain de mie.....	85
Figure 58 : Formation d'un pont disulfure (Wikipédia)	94
Figure 59 : Broyeur CD1 (photo personnelle)	95

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition du grain (FEILLET P., 2000)	13
Tableau 2: Mouture des grains	26
Tableau 3: Valeurs du nombre de chute de Hagberg (CRA-W)	44
Tableau 4: Protocole du RVA	45
Tableau 5: Protocole Chopin +	48
Tableau 6: Valeurs de l'indice de sédimentation de Zélény (CRA-W)	58
Tableau 7: Tableau représentatif des différents échantillons	59
Tableau 8: Humidité et poids à l'hectolitre	60
Tableau 9: Teneur en protéines, Zélény et Z/P	60
Tableau 10: Teneur en protéines, Zélény et W Chopin	61
Tableau 11: Teneur en protéines, Zélény et gluten	63
Tableau 12: Hagberg et delta des pics de viscosité en mouture intégrale et en farine blanche	65
Tableau 13: Hydratation, Stabilité et Couples mesurés au Mixolab sur mouture intégrale	72
Tableau 14: Hydratation, Stabilité et Couples mesurés au Mixolab sur farine blanche .	72
Tableau 15: Indices obtenus sur farine blanche au Mixolab	79
Tableau 16: Comparaison des indices pour Thines par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer une baguette	81
Tableau 17: Comparaison des indices pour par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer une baguette	81
Tableau 18: Comparaison des indices pour Thines par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer un pain de mie	84
Tableau 19: Comparaison des indices pour Fraire par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer un pain de mie	84

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à remercier :

Dr Ir P. DARDENNE, chef de Département, pour son accueil au sein du Département Valorisation des productions au Centre Wallon de Recherches Agronomiques (CRA-W).

Dr Ir G. SINNAEVE, coordinateur de l'Unité Technologie de la transformation des produits (CRA-W), promoteur externe, pour toute son implication et son aide quant à mon travail de fin d'études.

Ir S. GOFFLOT, Responsable du laboratoire, pour ses explications et ses conseils durant mon stage.

Mesdames A. DEVOS, M. LAROULLERE et S. GOFFIN, pour leur aide technique durant mon stage.

Ir L. COUVREUR, de l'Unité Stratégies phytotechniques du Département Productions et filières du CRA-W ainsi que son équipe pour la mise à disposition des échantillons issus de ses essais variétaux.

Dr M. EL HOUR, promoteur interne, pour son suivi, sa collaboration, ses conseils et son aide tout au long de mon stage.

Je tiens également à remercier ma famille et mes amis pour leur soutien. Notamment Ludivine Famerée qui m'a aidé à la réalisation de la mise en page de mes écrits ainsi que Simon Vandendaele et sa maman Chantale pour leur lecture et leurs conseils grammaticaux.

Résumé

Qualité des blés, aptitude à la transformation, activité amylasique, rhéologie, texture

Introduction

Dans le cadre de mon stage au sein de l'unité technologies de la transformation des produits du Centre Wallon de Recherches Agronomiques de Gembloux (CRA-W), j'ai pu réaliser ce mémoire.

Il porte sur la recherche de méthodes alternatives pour la détermination de la qualité des blés.

La saison culturale 2010-2011 a été très particulière. En effet, elle a d'abord été marquée par une longue période de sécheresse (01/03 au 31/05/2011) laissant craindre de faibles rendements. Le retour des pluies et un bon ensoleillement lors des phases de floraison et de remplissage a permis de compenser et a conduit à la production de grains présentant des poids de mille grains particulièrement élevés (Seutin et al., 2011). Cette recherche est partie du constat que les blés récoltés en 2011 au sein d'essais agronomiques multi-sites présentaient des résultats d'analyse assez disparates selon le lieu de culture. En outre certaines valeurs d'indice de Zélény et de rapport de Zélény/protéines étaient anormalement variables et inhabituels. D'ordinaire, le rapport Zélény/protéines est peu variable et est utilisé pour caractériser une variété. Dans le cadre de l'évaluation des variétés, celles-ci sont cultivées sur plusieurs sites pour permettre d'intégrer la variabilité pédo-climatique. Les tests simples sont pratiqués sur l'ensemble des échantillons (n variétés sur x sites) et les tests plus complexes sont effectués sur un regroupement des sites par variétés. De cette manière la variabilité pédo-climatique est intégrée et le nombre d'analyses est restreint sans pour autant perdre d'information. Contrairement aux années antérieures et eu égard aux disparités observées, les échantillons de la récolte n'ont pu être regroupés.

Nos essais ont visés à vérifier et comprendre ces disparités en mettant en œuvre des méthodes analyses plus récentes et plus complexes que celles utilisées au niveau de la réception et du paiement des blés tels que prévus par le barème Synagra (Synagra, 2011). Un autre objectif consistait à recouper les résultats des tests repris dans le barème Synagra par des tests plus poussés d'aptitude à la transformation.

Pour ce faire, des échantillons de blés issus des essais variétaux du CRA-W implantés dans trois régions différentes à savoir Thines (Nivelles), Fraire (Dinant) et Thynes (Ciney) ont été analysés. Ces analyses ont été menées dans les laboratoires de recherche du CRA-W de Gembloux.

Partie des recherches bibliographiques

1 Le blé tendre ou froment d'hiver

1.1 Classification botanique et composition de la céréale

L'espèce de froment la plus répandue est le *Triticum aestivum* L. Il s'agit du froment d'hiver plus communément appelé blé tendre.

Le froment est une plante annuelle herbacée de la famille des graminées. Il s'agit d'une plante à feuilles alternes, formée d'un chaume portant un épi constitué de deux rangées d'épillets aplatis. Les fleurs sont nombreuses et petites. Elles sont groupées en épis situés à l'extrémité des chaumes.

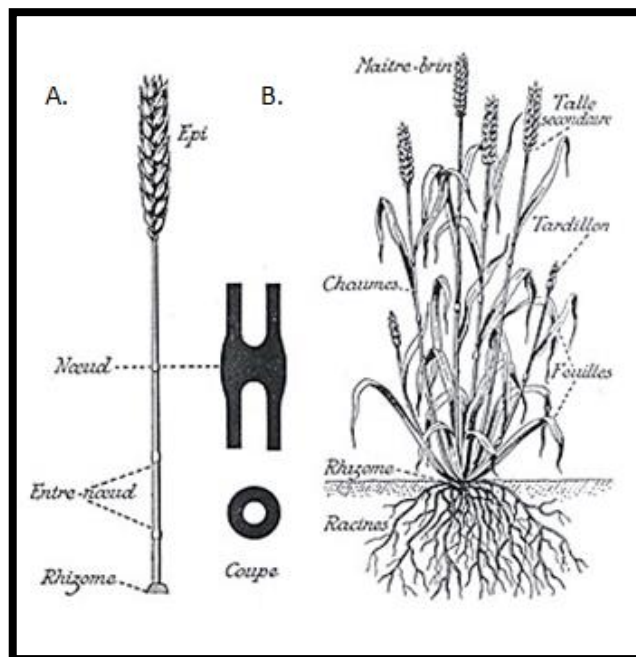


Figure 1: Le blé (Site : http://environnement.ecole.free.fr/ble_au_pain.htm)

A, épi ; B, plant de blé

1.2 Description du grain

Le grain de blé est composé de 3 parties principales :

- ✓ Le péricarpe : ensemble des couches extérieures (endocarpe, mésocarpe et épicarpe).
- ✓ Le germe : il contient énormément de protéines et de lipides.
- ✓ L'albumen : il est constitué de la couche à aleurone et de l'albumen amylicé.

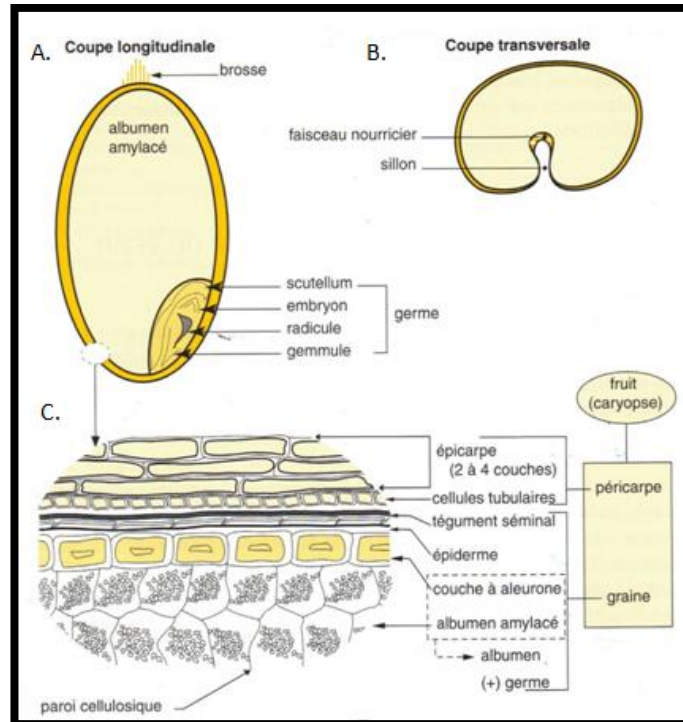


Figure 2: Composition du blé (FEILLET P., 2000)

A, coupe longitudinale du grain ; B, coupe transversale ; C, paroi cellulosique

1.3 Composition du grain

Le grain de froment d'hiver contient majoritairement de l'amidon.

Nature des composants	Teneur (en % Matière Sèche)
Amidon (sucre complexe)	67-71
Protéines	10-15
Cellulose (sucre complexe)	2-4
Lipides	2-3
Minéraux	1,5-2,5

Tableau 1: Composition du grain (FEILLET P., 2000)

1.3.1 Les glucides

Les principaux glucides présents dans le grain sont :

- ✓ L'amidon : polysaccharide d'origine végétale utilisé comme source d'énergie pendant le stade de germination.
- ✓ La cellulose : condensation exclusivement linéaire d'unités glucose (± 10.000) unies entre elles par des liaisons $\beta(1\rightarrow4)$.
- ✓ Les hémicelluloses (polymère de glucose associé, il est contenu dans la membrane des cellules végétales).
- ✓ Les pentosanes : polysaccharides non amylicés constitutifs des parois végétales et à forte absorption en eau.

1.3.2 L'amidon

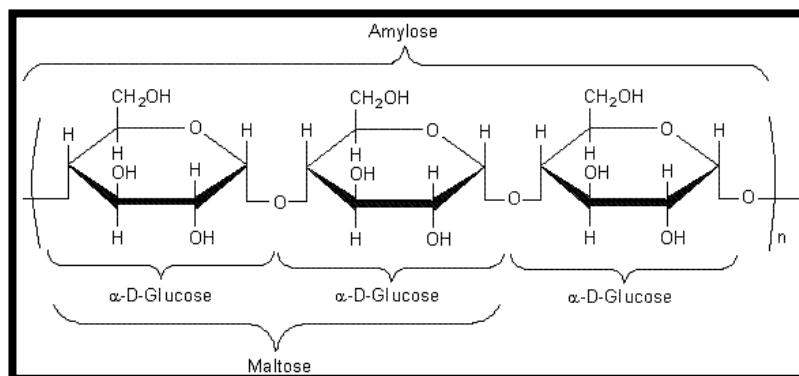


Figure 3: Amidon (Site : <http://webpeda.ac-montpellier.fr/spc/ABCDORGA/Famille/Produit/LESUCRE.html>)

1.3.2.1 Structure de l'amidon

L'amidon se retrouve dans le grain sous forme de granules. Il est composé d'amylose et d'amylopectine.

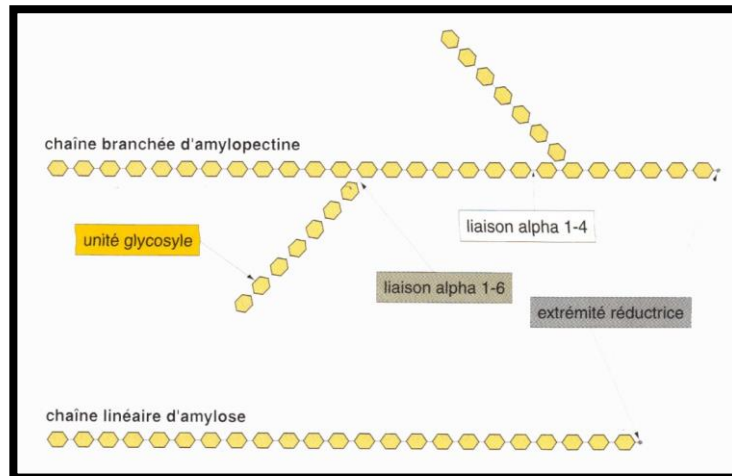


Figure 4: Structure de l'amidon (FEILLET P., 2000)

Amylose :

L'amylose est un polysaccharide qui représente 20 à 30 % de l'amidon.

Il s'agit d'une chaîne linéaire de glucose qui prend une forme hélicoïdale avec 6 résidus par tour. Ces glucoses sont liés en α (1 \rightarrow 4).

L'amylose est composée de 1000 à 2000 unités de glucose.

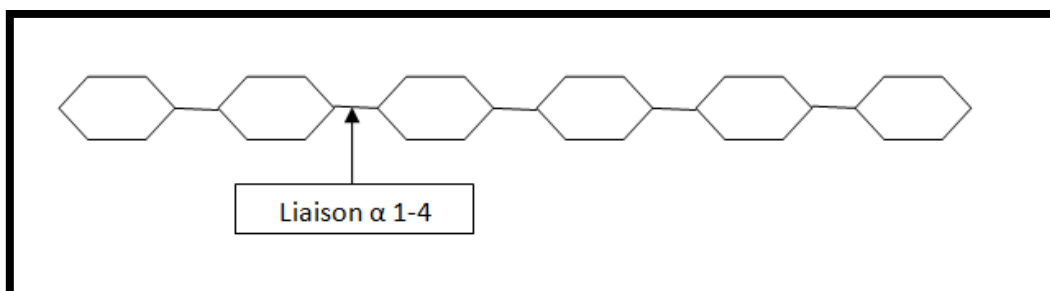


Figure 5: Amylose (Image personnelle)

Amylopectine :

L'amylopectine représente 70 à 80 % de l'amidon.

Il s'agit de chaînes ramifiées de glucose. Les ramifications s'attachent au moyen de liens α (1 \rightarrow 6) glucosides. Les ramifications sont présentes toutes les 25 unités de glucose.

L'amylopectine est composée d'environ 10^6 unités de glucose.

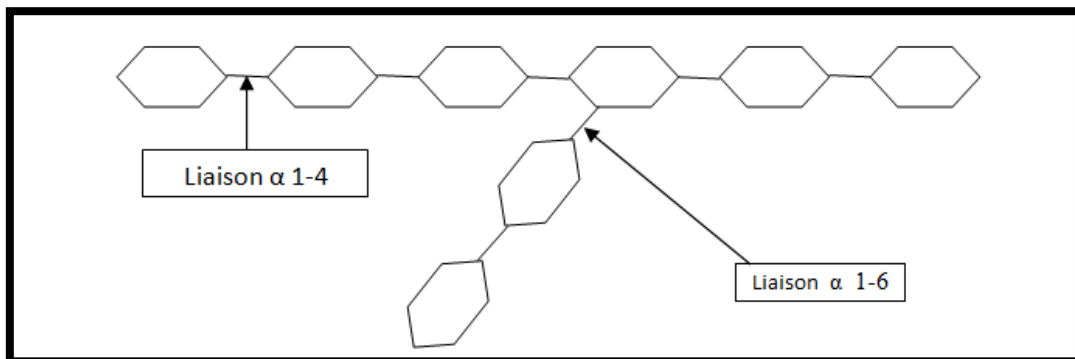


Figure 6: Amylopectine (Image personnelle)

1.3.2.2 Rôles de l'amidon

✓ Gélatinisation

Les grains d'amidon formés d'amylose et d'amylopectine sont rendus imperméables aux molécules enzymatiques grâce aux liaisons hydrogènes.

L'amidon est insoluble dans l'eau froide mais sa cuisson provoque la rupture des ponts hydrogène. Les grains absorbent l'eau et gonflent. Enfin, la dépolymérisation de l'amylose et de l'amylopectine forme l'empois d'amidon. Cette propriété s'appelle la gélatinisation (Huret S., 2000).

✓ Rétrogradation

Les liens interchaînes se forment entre les molécules alignées, ce qui rend l'hydrolyse enzymatique difficile (Jamouille O., 1999).

1.3.2.3 Dégradation de l'amidon

La dégradation de l'amidon en sucres simples se fait par hydrolyse enzymatique. Les enzymes sont des amylases qui vont rompre les liaisons. Ces liaisons attachent les molécules de D-Glucose qui forment l'amidon.

Il y a deux types d'amylases :

✓ Les α -amylases endoenzymes

Les α -amylases sont synthétisées par la couche à aleurone (figure 2) et leur activité, qui augmente pendant la germination, va diminuer la viscosité des solutions d'amidon. Ces enzymes vont hydrolyser les liaisons α (1 \rightarrow 4) des chaînes d'amylose pour donner du maltose et du maltotriose ainsi que les liaisons α (1 \rightarrow 4) des chaînes d'amylopectine pour donner des dextrines (chaînes de D-glucose liées par des liaisons osidiques).

Les α -amylases vont hydrolyser les liaisons α (1 \rightarrow 4) au hasard des macromolécules.

✓ Les β -amylases exoenzymes

Les β -amylases sont synthétisées sous forme latente au niveau des grains et sont activées durant le stade germinatif. Ces enzymes vont hydrolyser les liaisons α (1 \rightarrow 4) des chaînes d'amylose pour donner du maltose et les liaisons α (1 \rightarrow 4) des chaînes d'amylopectine, à partir de leurs extrémités non réductrices. Elles sont cependant inopérantes au niveau des liaisons de ramifications en α (1 \rightarrow 6).

Les exoenzymes vont hydrolyser les liaisons α (1 \rightarrow 4) à partir d'un groupement non réducteur en s'arrêtant au niveau d'une liaison α (1 \rightarrow 6).

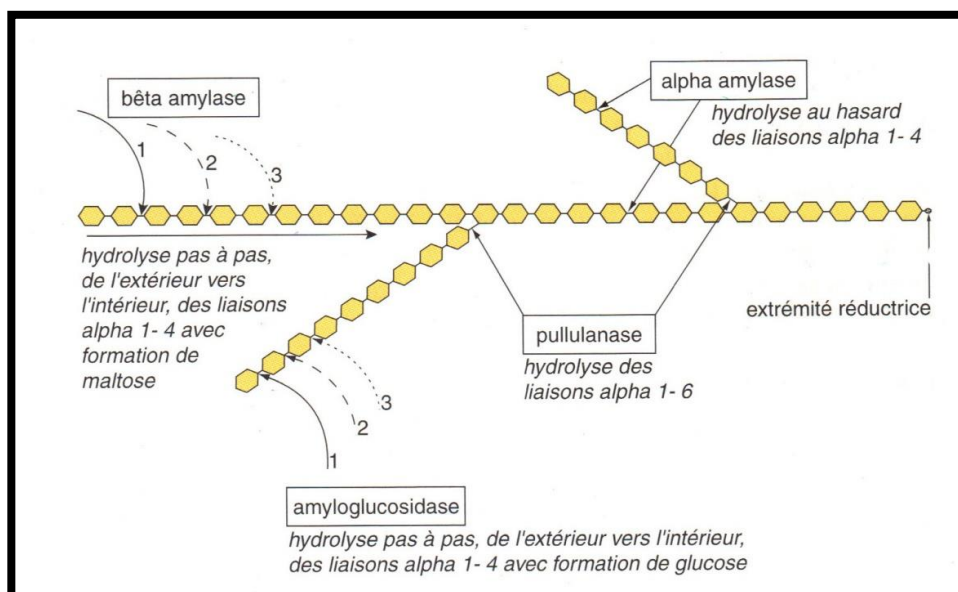


Figure 7: Enzymes de l'amidon (FEILLET P., 2000)

1.3.2.4 Application de l'amidon en panification

L'amidon est une source inépuisable de glucose pour la fermentation alcoolique, ce qui n'est pas négligeable en termes de panification. Il agit comme fixateur d'eau si les granules d'amidon sont endommagés. L'amidon est capable de former des liaisons hydrogènes avec les protéines, ce qui permet la formation de la pâte.

Les dextrines permettent d'obtenir une belle coloration de la croûte du pain.

Une activité enzymatique excessive a des effets importants sur les propriétés texturantes de l'amidon. En effet, une forte activité enzymatique va hydrolyser l'amidon pour former des polyholosides puis des sucres simples (glucose en cas d'hydrolyse complète). Cela conduit à une perte de viscosité de l'empois d'amidon (Power point Formation-Qualité des farines_FR, 2007).

1.3.3 Les protéines

Les protéines présentes dans le blé sont les albumines, les globulines (protéines cytoplasmiques ou solubles) et les gliadines et gluténines (protéines de réserve ou insolubles). Les gliadines et les gluténines forment le gluten du grain de blé.

Le gluten est un complexe protéique viscoélastique constitué d'un mélange hétérogène de gliadines et de gluténines associés par des liaisons covalentes disulfure (S-S) ou peptidiques et non covalentes : des ponts hydrogène (ponts H), des liaisons ioniques ainsi que des interactions hydrophobes.

Le gluten joue un rôle important en terme de panification. Il est composé de 75 à 85% de protéines, de 5 à 10 % d'amidon et de 5 à 8% d'eau.

1.3.3.1 Les gluténines

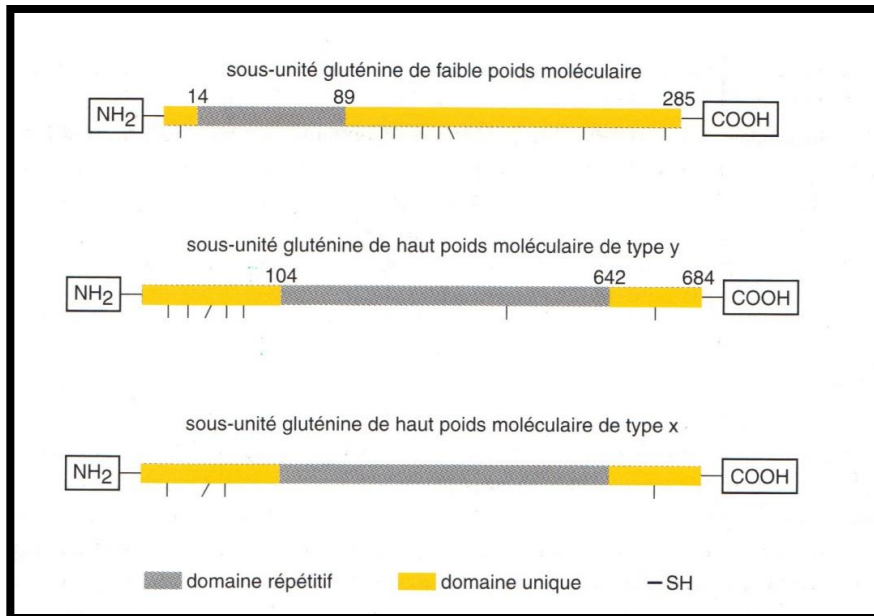


Figure 8 : Gluténines (FEILLET P., 2000)

Ces protéines sont responsables de la ténacité d'une pâte. Les gluténines forment une famille hétérogène de polymères résultant de la polymérisation de sous-unités gluténiques de haut poids moléculaire (SG-HPM) et de faible (SG-FPM) poids moléculaire et formant des agrégats très complexes. Les sous unités de faible poids moléculaire réalisent des liaisons disulfures. Les gluténines sont formées de deux domaines : le domaine répétitif et le domaine unique.

1.3.3.2 Les gliadines

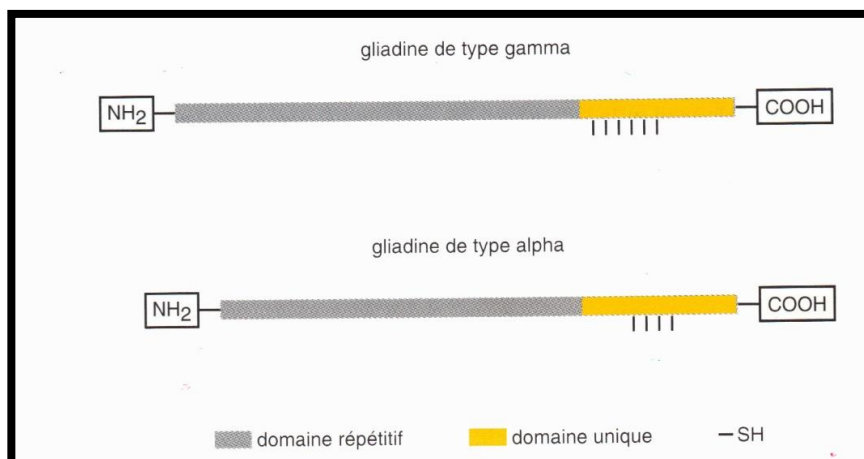


Figure 9 : Gliadines (FEILLET P., 2000)

Les gliadines sont des protéines monomériques associées par des liaisons hydrogène et hydrophobes qui contribuent à l'extensibilité et à la viscosité du gluten. Elles sont formées de deux domaines (le répétitif et l'unique). Les gliadines présentent des fonctions thiol dans leur domaine unique.

Le gluten possède la structure décrite dans la figure suivante :

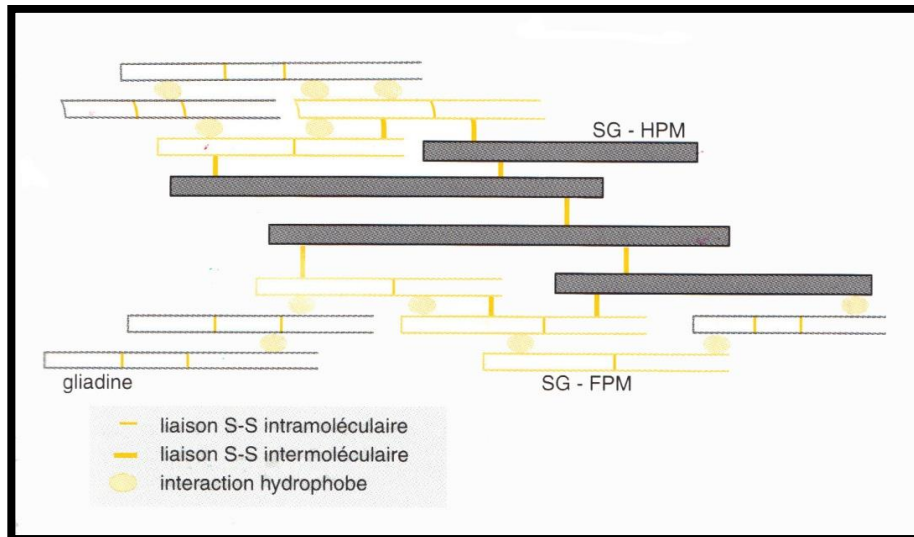


Figure 10 : Gluten (FEILLET P., 2000)

1.3.4 Les lipides

La majeure partie des lipides présents dans le germe et dans la couche à aleurone sont des acides gras insaturés. Mais on retrouve également une certaine quantité d'acide palmitique (acide gras de 16 carbones saturé en position 16). On estime que la teneur lipidique est comprise entre 1,5 et 3,5 % (Feillet P., 2000).

Les lipides jouent deux rôles importants en panification :

- ✓ Influence sur le comportement rhéologique de la pâte (plus ou moins bonne conservation).
- ✓ Formation et stabilité des alvéoles de gaz dans la pâte (volume du pain).

2 Le développement de la plante

2.1 La germination

Le germe contenu dans les semis développe une première partie s'ancrant dans le sol (radicule) pour former les racines et une autre partie pointant vers la surface (la gemmule entourée du coléoptile), c'est la germination.

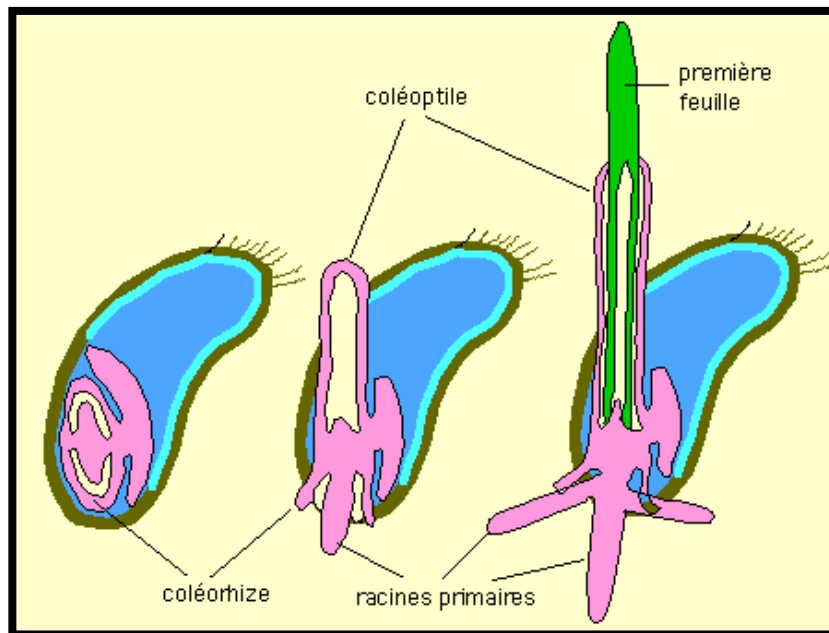


Figure 11: Germination de la plante de blé (Site : <http://www.snv.jussieu.fr/vie/dossiers/bleaupain/ble/01ble.htm>)

2.2 La levée

La levée correspond à l'élongation du coléoptile et à la croissance de la première feuille. Les premières pousses sont visibles après 10 jours à peine à condition que la somme des températures depuis le semis soit égale à 150°C.

(Gate et al., 2003)

2.3 Le stade 3 feuilles

Il s'agit d'une phase repère quant au développement. Des bourgeons se forment à l'aisselle des feuilles pour donner des talles. Des racines vont alors se développer en base du plateau de tallage.

2.4 Le tallage

Le tallage commence à la fin de l'hiver et se poursuit jusqu'à la mi-avril. Il est marqué par l'apparition d'une tige secondaire, une talle, à l'aisselle de la première feuille. Les autres feuilles vont également présenter leur talle. Au moment du plein tallage, la plante est étalée ou à port tombant. A la fin, les talles commencent à se redresser.

2.5 La montaison

La montaison a lieu de fin avril à fin mai et correspond au redressement des gaines qui forment des fausses tiges et à la montée des épis à l'intérieur de celles-ci. Cette étape nécessite une grande source d'azote pour la plante.

2.6 L'épiaison

L'épiaison a lieu en juin et se traduit par l'éclat de la gaine et l'apparition de l'épi au sommet de la tige.

2.7 La floraison

La floraison s'observe à partir du moment où quelques étamines sont visibles dans le tiers moyen de l'épi, en dehors des glumelles. Quelques étamines séchées subsistent sur l'épi en fin de floraison.

Environ 15 jours après la floraison le blé commence à changer de couleur. Il tourne alors au jaune doré.

2.8 La formation du grain

La formation du grain se fait quand les grains du tiers moyen de l'épi parviennent à la moitié de leur développement. Ils se développent en deux stades :

- ✓ Le stade laiteux où le grain vert clair, d'un contenu laiteux, atteint sa dimension définitive.
- ✓ Le stade pâteux où le grain, d'un vert jaune, s'écrase facilement.

Durant ces deux stades, la teneur en amidon du grain va augmenter et le taux d'humidité diminuer.

Pour finir, le grain mûrit. Il est brillant, durci et de couleur jaune. À maturité complète, le grain a la couleur typique de la variété et la plante est sèche.

(Site : APAQ-W : agence wallonne pour la promotion d'une agriculture de qualité)

3 La germination sur pied

3.1 Introduction

Tout d'abord la germination sur pied a un effet considérable sur le contrôle de la qualité des blés. En effet, plus la germination est avancée, plus l'activité enzymatique est élevée. On a donc un amidon plus dégradé et une meilleure fermentation.

3.2 Définition

La germination sur pied correspond à la germination des grains dans l'épi avant la récolte. Cette germination est le résultat d'une levée de dormance souvent induite par un pic de chaleur suivi d'une forte humidité alors que la maturité du grain est déjà avancée. Cela a un impact économique important.

Il s'agit, pour le producteur, d'une diminution du poids de ses grains consécutive à une activation de la respiration et de l'hydrolyse des réserves. Cela va provoquer une diminution du poids spécifique à la récolte et induire un manque à gagner par pertes de primes.

En effet, selon le barème Synagra, des primes sont octroyées à la qualité technologique ainsi qu'en fonction du poids à l'hectolitre si les blés sont bien panifiables.

Il s'agit, pour l'utilisateur, d'impacts sur la qualité de l'amidon. Dès le début de germination, des enzymes d'hydrolyse de l'amidon sont synthétisées. Cela provoque une activité enzymatique élevée qui se traduira par un indice de chute de Hagberg de faible valeur et, par conséquent, un pain de mauvaise qualité.

De plus les lots de blés germés (avec un Hagberg < 220 secondes) ou en voie de l'être se voient refusés pour le négociant.

3.3 Dormance, facteur de résistance à la germination sur pied

La dormance est une inactivité biologique, se traduisant par l'arrêt momentané du développement. Cette inactivité survient malgré que les conditions normales de germination soient réunies (humidité, température). Une semence non dormante sera capable de pousser dans une panoplie de conditions. En revanche, une semence dormante se développera ou non selon les conditions reprises dans le milieu où elle se trouve.

Pour les céréales, nous pourrions dire que la dormance se caractérise par une inactivité biologique au point de vue croissance (germinative) à des températures relativement trop élevées (20 à 25°C) et cette inactivité s'interrompt en deçà de 10°C.

Mécanisme de dormance :

Chez la plupart des espèces céréalières, la germination est quasiment inexistante une fois arrivée à maturité physiologique. Il s'agit là de l'état de dormance (durée de quelques jours à quelques mois). Selon la variété et un changement de climat, l'espèce pourra retrouver son pouvoir germinatif. La dormance provient souvent du péricarpe qui limite en ressources (O_2 et H_2O) l'embryon. En effet l'oxygène sera utilisé au niveau des enveloppes du grain lors de l'oxydation des phénols par les polyphénoloxydases (enzymes) pour donner des quinones. Et enfin lors de l'oxydation des quinones pour donner des polymères bruns.

De plus, l'oxygène sera d'autant plus utilisé que la température est élevée.

En effet plus la température est élevée et plus vite l'oxydation des phénols a lieu de même que l'activité respiratoire est stimulée ce qui exige plus d'oxygène.

Cela explique pourquoi une semence dormante peut tout aussi bien germer à des températures basses (Gate P., 1995).

3.4 Lien entre germination sur pied et dormance

Les variétés les plus sensibles à la germination sur pied sont aussi celles qui germent le plus facilement dans une large étendue de température. Il a été montré que les variétés les plus tolérantes à la pré-germination sont les plus dormantes et que les variétés les plus sensibles sont celles dont les grains germent le plus facilement quelle que soit la température (Huret S., 2000).

3.5 Facteurs influençant la germination sur pied

3.5.1 Facteurs génétiques

La variété : Elle peut être résistante ou sensible à la germination.

La couleur des grains : Les grains roux sont plus résistants que les blancs qui contiennent moins de phénols.

La teneur en acide abscissique (ABA/inhibiteur de croissance) : Les variétés dormantes (qui ne germent pas) sont, en général, plus concentrées en ABA. Lors du phénomène de dormance, les ressources en O_2 et H_2O qui ne parviennent pas au germe l'empêchent de se développer. Ici, l'ABA bloque la croissance germinative.

La teneur en Gibbérellines (régulateurs de croissance) : Ces hormones ont des effets de levée de dormance et sont mises à profit pour favoriser la germination des semences.

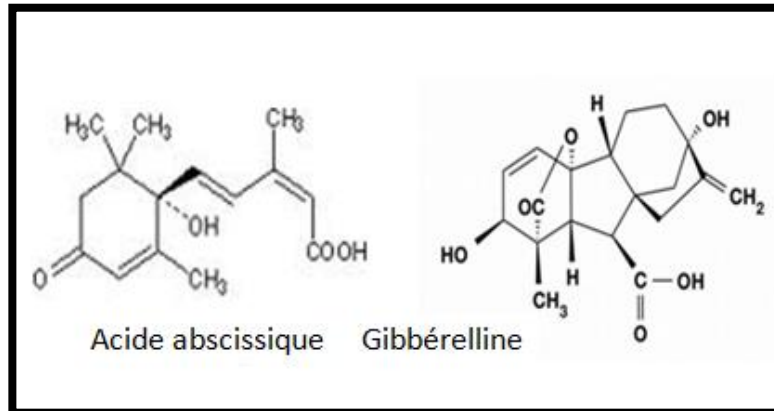


Figure 12: ABA et Gibbérelline (Sites: <http://www.pharmacorama.com/ezine/acide-abcissique-cytokine-humaine.php> et <http://fitogest.imagelinenetwork.com/dettagliopa.cfm?idpa=6>)

La morphologie de l'épi : Les grains peuvent être en contact avec l'air ($\Leftrightarrow O_2$) ou l'épi peut présenter des barbes retenant l'eau ($\Leftrightarrow H_2O$).

3.5.2 Facteurs climatiques

Le climat va jouer un rôle durant les différentes phases de la germination:

- ✓ La phase d'induction, où il interviendra sur la durée de dormance. Pour chaque variété, des températures excessivement élevées vont raccourcir la durée voir même la supprimer. Il y aura modification de la structure des enveloppes et une accumulation affaiblie de l'acide abscissique qui vont permettre la croissance germinative.
- ✓ La phase d'expression, où il interviendra sur l'imbibition de la graine qui aura dès lors accès à de l'oxygène. Les pluies (l'humidité) imbibent en effet le grain et les basses températures fournissent plus d' O_2 .

4 Préparation des grains aux différentes analyses

4.1 Récolte

Les échantillons ont été récoltés en juillet sur 3 régions : Thines, Fraire et Thyens.

4.2 Nettoyage

Les grains de blé vont être nettoyés à l'aide d'un appareil appelé nettoyeur. Cet appareil est muni d'un système de tamissage et d'un système de soufflage. Pour le tamissage, un premier tamis va d'abord éliminer les grosses impuretés (pailles) et un second tamis éliminera ensuite les plus petites impuretés ou autres grains issus d'une autre culture (exemple : colza). Le soufflage va permettre l'aspiration des particules plus légères qu'un grain de blé (enveloppes d'un grain ou poussières). Au final, il ne reste plus que les grains de blé.

4.3 Conditionnement

Les blés, bien nettoyés, vont être humidifiés ou séchés pour atteindre une humidité de 15,5 %.

La quantité d'eau à ajouter ou non dans les grains de blé est fonction de l'humidité initiale de ces grains. Une table de correspondance indique la quantité d'eau à ajouter suivant l'humidité initiale des grains.

Si la quantité d'eau est trop importante, elle sera ajoutée en deux fois avec un intervalle de temps de 6h. Une fois cette opération effectuée, les grains sont alors mis dans un mélangeur 30 minutes afin que l'eau pénètre dans ces derniers de façon uniforme.

Enfin les grains reposent 24 heures afin d'assurer l'entière absorption de l'eau par ceux-ci.

4.4 Mouture

Selon les différentes analyses à effectuer, les grains sont broyés avec différents appareils (plus d'informations en annexe 4).

Le tableau suivant décrit les différents broyages en fonction des utilisations :

Test	Broyeur	Mouture
Zélény	Brabender Sédimat	Zélény
Hagberg	Falling Number Laboratory Mill 3100	Mouture intégrale
Protéines	Falling Number Laboratory Mill 3100	Mouture intégrale
RVA	Falling Number Laboratory Mill 3100 et CD1	Mouture intégrale et CD1 (farine blanche)
Mixolab	Falling Number Laboratory Mill 3100 et CD1	Mouture intégrale et CD1 (farine blanche)
Alvéographe	CD1	CD1 (farine blanche)
Gluten	CD1	CD1 (farine blanche)

Tableau 2: Mouture des grains

5 Tests de mesure de la qualité des blés

Le commerce des céréales entre les agriculteurs et les négociants stockeurs est régi par le barème Synagra (annexe 7). Il prévoit la mesure de critères tels que :

- ✓ Teneur en eau
- ✓ Teneur en protéines
- ✓ Poids à l'hectolitre
- ✓ Nombre de chute de Hagberg
- ✓ L'indice de sédimentation de Zélény
- ✓ Le rapport Zélény/Protéines

(Sinnaeve G., 2012)

5.1 L'humidité des grains

Dans le cadre de la réception et du stockage des céréales, la maîtrise de l'humidité est très importante pour assurer une bonne conservation des grains et éviter le développement de moisissures susceptibles de produire des mycotoxines (notamment l'ochratoxine A). La méthode de référence de détermination de l'humidité des grains consiste au broyage avec un moulin refroidi à l'eau pour éviter l'échauffement et les pertes d'eau suivi d'une dessiccation à l'étuve (130°C pendant 120 min) selon la norme ISO712 (2010). Dans la pratique, les déterminations de la teneur en eau sont effectuées par des appareils basés sur la mesure de la constante diélectrique (Dickey John) ou par spectrométrie dans le proche infrarouge. Ces appareils sont étalonnés par rapport à la méthode de référence. Dans le cadre de ce travail, la détermination a été effectuée par un spectromètre PIR Foss Infratec 1241. Cette méthode repose sur les vibrations des liaisons chimiques de type OH, NH et CH dans une gamme de longueurs d'onde de 950 à 1650 nm.

5.2 Le poids à l'hectolitre (PHL)

Cette méthode vise à déterminer la masse volumique (dite masse à l'hectolitre) des céréales (le blé dans ce cas ci). Cette mesure se réalise par la pesée d'un volume de grains au moyen du module intégré au sein du spectromètre Foss infratec 1241. Ce module est contrôlé par la méthode de référence ISO 7971-3 (2009).

5.3 La teneur en protéines (MPT)

La teneur en protéines peut être déterminée par deux méthodes. Soit à l'aide d'un système de détermination dans le proche infrarouge : le Foss infratec 1241 qui est calibré sur les méthodes de référence (Dumas et Kjeldahl (annexe 5)) ou simplement par l'une de ces méthodes elle-même. La méthode Dumas est réalisée par combustion d'un échantillon sous O₂. L'azote total alors libéré, pourra dès lors être quantifié.

5.4 L'indice de sédimentation de Zélény

Cet indice, mesuré en ml, permet de connaître la quantité ainsi que la qualité des protéines présentes. Cette méthode est basée sur l'absorption d'eau par les protéines et donc leur gonflement en milieu acide. Plus les protéines auront absorbé de l'eau, plus elles seront lourdes et plus la sédimentation sera rapide.

5.5 La teneur en gluten

L'extraction du gluten permet d'en mesurer la quantité présente dans la farine de blé ainsi que ses caractéristiques. Cela permet de savoir si le pain est aéré, élastique, goûteux, etc.

5.6 Le nombre de chute de Hagberg

Ce temps de chute, exprimé en secondes, mesure l'activité amylasique (activité des amylases qui dégradent l'amidon). Cette activité est fonction de la pré-germination des grains. En effet, plus le stade de germination est avancé, plus l'activité est élevée. Si l'activité est trop forte, le grain ne résiste pas à une cuisson et est classé en fourrager. Le nombre de chute de Hagberg est d'autant plus faible que l'activité des enzymes est élevée.

5.7 Le rapid visco analyser (RVA)

Cet appareil mesure la viscosité d'une suspension de farine par l'activité amylasique. Ce protocole se fait en 2 analyses : la première avec de l'eau et la seconde avec de l'AgNO₃ car l'AgNO₃ est un inhibiteur qui va bloquer l'activité enzymatique. Chaque analyse donnera une viscosité. La différence de viscosité entre ces 2 analyses est représentative de l'activité hydrolytique de l'amidon par les amylases de la farine.

L'AgNO₃ est un inhibiteur compétitif de l'activité α-amylasique endogène, c'est-à-dire qu'il ressemble au substrat et entre en compétition avec celui-ci. L'AgNO₃ va alors bloquer le site actif des alpha-amylases et ainsi les inactiver.

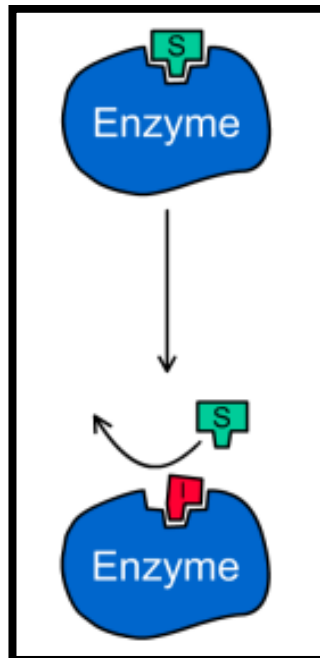


Figure 13: L'inhibiteur enzymatique (Site : http://fr.wikipedia.org/wiki/Inhibiteur_enzymatique)

Explications :

- 1) L'enzyme (alpha-amylase) se lie au substrat (chaîne d'amidon).
- 2) Formation du complexe enzyme-substrat (Enzyme-S).
- 3) Ajout de l'inhibiteur compétitif (AgNO₃ noté I) qui prend alors la place du substrat (S) et vient bloquer le site actif de l'enzyme.

Lors des analyses au RVA, il va y avoir distinction entre la part des activités α-amylasiques et celle de la composante amidon.

5.8 L'Alvéographe Chopin

L'alvéographe Chopin est un appareil qui permet de mesurer l'élasticité du gluten contenu dans la farine et de déterminer la "force boulangère" de cette farine (son élasticité, sa résistance et sa tenue).

Ce test permet de mesurer la capacité d'une pâte à retenir le gaz issu de la fermentation. Le pâton est soumis à une pression envoyée par un piston et selon son extensibilité, le volume de la bulle, sera plus ou moins important.

5.9 Le Mixolab Chopin

Le mixolab est un pétrin enregistreur servant à mesurer le comportement rhéologique des pâtes soumises à la fois au pétrissage et à la température. Il mesure le couple de torsion (force mesurée en Nm) produit par la pâte entre deux friseurs. Le test se base sur la confection d'une masse de pâte constante hydratée de manière à obtenir une consistance cible lors de la première phase du test.

5.9.1 Le Mixolab Standard

Le Mixolab standard est utilisé afin de mettre en évidence toutes les caractéristiques (amidon, protéines, enzymes) de la farine.

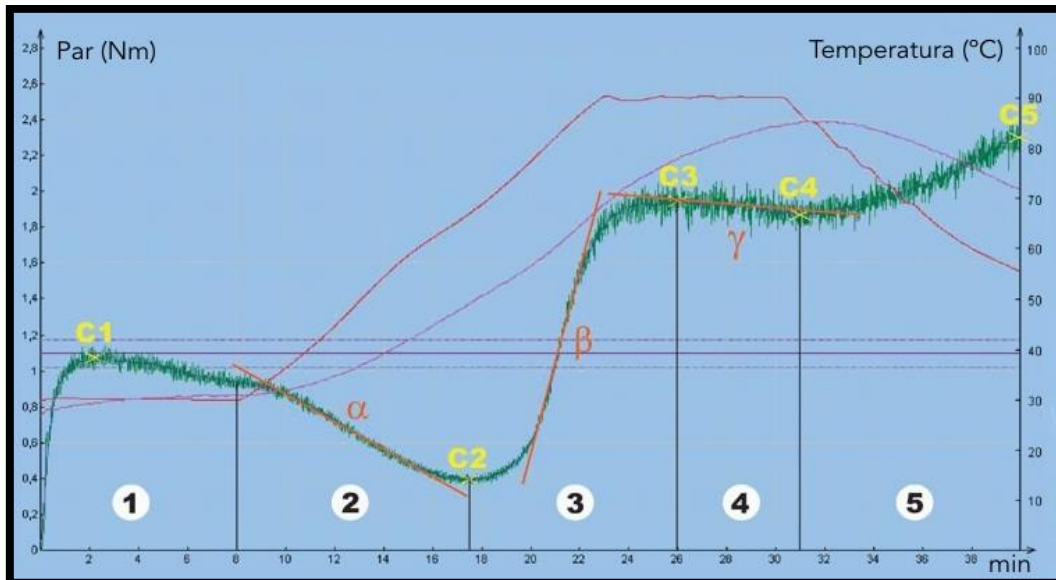


Figure 14: Courbe type du mixolab standard (Site : <http://www.concereal.es/node/14>)

La description détaillée de la courbe obtenue au moyen du Mixolab Standard sera décrite au point 7.1.2.4.

5.9.2 Le Mixolab Profiler

Il s'agit d'un outil de présentation simple permettant de prendre une décision quant à la qualité d'une farine. L'échelle des indices est numérotée de 0 à 9.

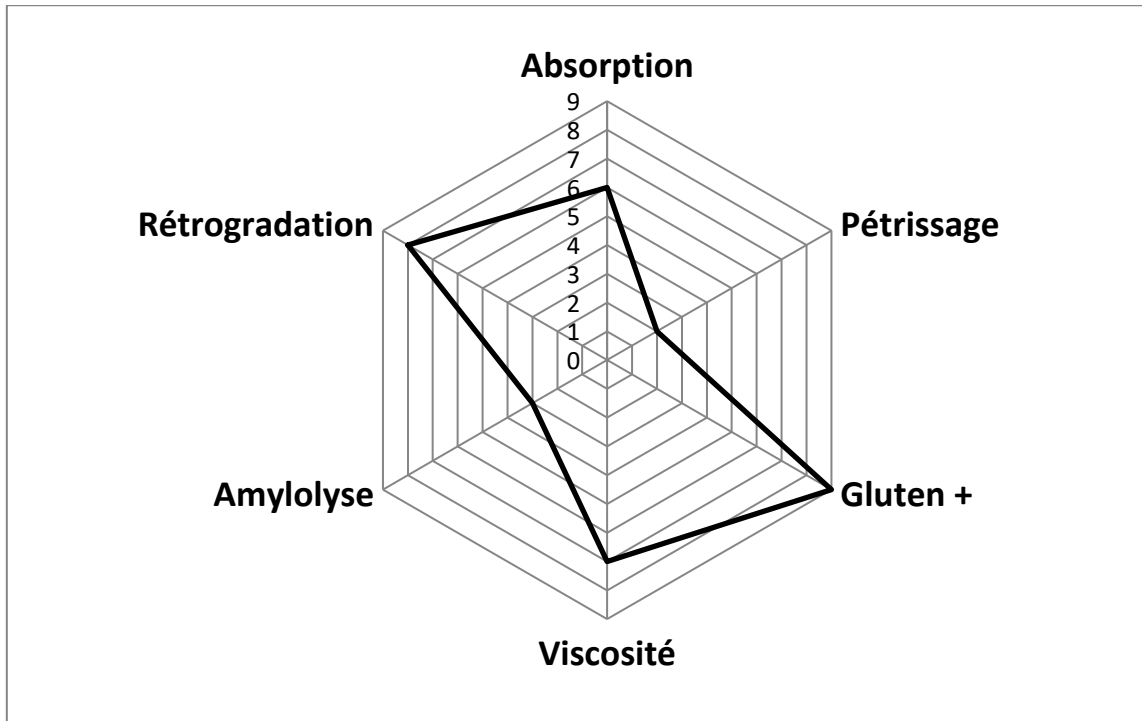


Figure 15 : Mixolab profiler

6 Utilisations et exigences des industries

6.1 L'aptitude à la transformation des blés

Evaluer l'aptitude des céréales et des oléo-protéagineux à la transformation, est l'un des objectifs de l'unité des technologies de la transformation des produits au sein du CRAW.

La classification des blés peut se faire en 3 groupes de transformation :

- 1) Le blé meunier
- 2) Le blé destiné à l'amidonnerie/glutennerie et à la production de bioéthanol (dans le cas d'un processus qui sépare les fractions amidon et gluten)
- 3) Le blé fourrager

Pour ce faire, des analyses de composition telles que matière sèche, teneur en protéines, amidon, fibres ainsi que des tests rhéologiques tels que Zélény, Hagberg, Alvéographe, Farinographe ou encore Mixolab, sont réalisés (Site : CRA-W).

6.2 La qualité du blé à proprement parler

La qualité d'un blé est déterminée par rapport à son aptitude dans le domaine de la transformation. Les caractéristiques exigées seront différentes selon la destination (meunerie, amidonnerie-glutennerie, boulangerie, industrie du bioéthanol). Le premier paramètre qui jouera un rôle en termes de qualité sera la teneur en humidité du grain car le conditionnement dépend de ce facteur. D'autres tests tels que le **poids à l'hectolitre**, **l'indice de sédimentation de Zélény** ou encore **le nombre de chute de Hagberg**, seront effectués en vue de connaître la qualité d'un blé.

6.3 L'industrie meunière/boulangère

Les exigences en matière de qualité boulangère correspondent à une farine qui donnera une pâte aux caractéristiques suivantes :

- ✓ Bonne absorption en eau (Farinographe Brabender, Mixolab Chopin)
- ✓ Bonne levée, bon comportement rhéologique (Alvéographe Chopin, Mixolab Chopin)
- ✓ Avec une mie de pain aux alvéoles régulières

La valeur boulangère reprend deux aspects :

Qualités fermentaires :

Tout d'abord, pour bien lever et avoir une bonne mie, la pâte doit fermenter, c'est-à-dire, dégager du CO₂. Les levures ont par conséquent besoin de sucres simples. Or, la farine ne possède que de l'amidon. Celui-ci sera dégradé en sucres simples par les α -amylases qui sont présentes dans le grain. La dégradation de l'amidon n'a lieu que si celui-ci a été dégradé lors de la mouture.

Qualités rhéologiques :

Les propriétés rhéologiques sont l'élasticité, la ténacité et l'extensibilité : pour avoir une pâte de qualité, la farine doit absorber suffisamment d'eau et conserver ses propriétés pendant le mécanisme de pétrissage. De même que la pâte devra retenir un maximum de CO₂ produit durant la fermentation.

6.4 L'industrie biscuitière

En ce qui concerne les exigences en matière de qualité biscuitière, il est difficile d'établir une généralité. En effet, ce secteur est très varié aussi bien dans sa fabrication que dans ses produits finis.

Dans ce secteur, le froment doit avoir comme propriétés :

- ✓ Une teneur en protéines comprise entre 10 et 11% masse/masse.
- ✓ Une farine à faible absorption en eau (Farinographe Brabender ou Mixolab Chopin).
- ✓ Un travail de déformation (W Chopin compris entre 100 et 120 10⁻⁴ joule.
- ✓ Un gonflement (G) supérieur à 22 cm.
- ✓ Un rapport pression/extensibilité (L ou G) compris entre 0,3 et 0,5 mm d'eau par cm.

Pour les industries boulangère et biscuitière, les tests suivants peuvent être réalisés :

- ✓ Teneur en protéines
- ✓ Indice de sédimentation Zélény
- ✓ Alvéographe Chopin
- ✓ Farinographe Brabender
- ✓ Nombre de chute de Hagberg
- ✓ Rapid Visco Analyser
- ✓ Mixolab Chopin

6.5 L'industrie amidonnerie-glutennerie

L'industrie amidonnerie-glutennerie et l'industrie du bioéthanol (dont le processus prévoit une séparation des fractions amidon et gluten) visent à séparer les constituants du grain et à valoriser les fractions séparément. et repose sur les critères suivants:

- ✓ La facilité de séparation et donc l'obtention d'un gluten ou de l'amidon le plus pur possible.
- ✓ Un rendement en gluten élevé.
- ✓ Un Gluten index élevé et avec de bonnes propriétés.

Si le gluten ne se forme pas, cela peut causer des problèmes tant en amidonnerie-glutennerie que dans le processus de production de bioéthanol développé par Biowanze. Il faut en effet extraire le meilleur gluten possible pour assurer sa valorisation surtout en alimentation humaine (figure 16).

Il y a deux façons de procéder pour la fabrication d'éthanol à partir de blé. L'une des méthodes prévoit la séparation gluten/amidon, l'hydrolyse et fermentation de la seule fraction amidon et la valorisation du gluten (figure 16) l'autre prévoit l'hydrolyse et la fermentation d'une mouture intégrale sans séparation du gluten (figure 17).

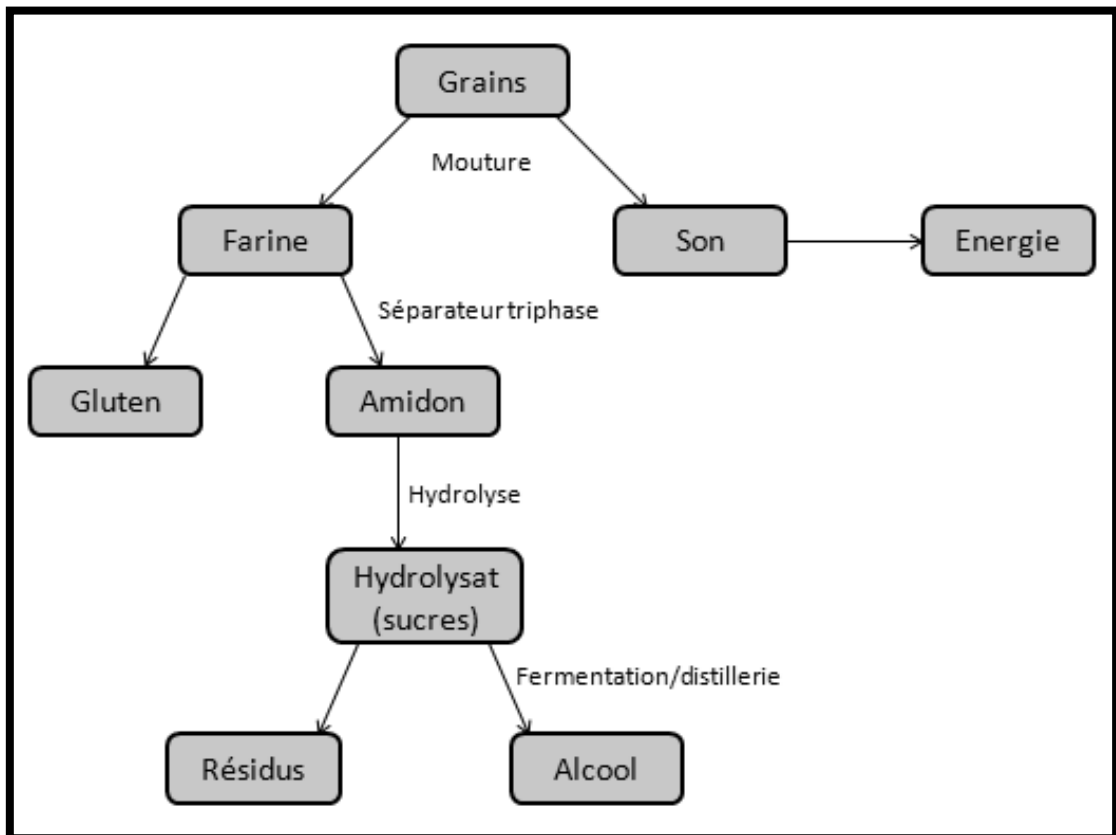


Figure 16 : Production d'éthanol à partir des blés selon Biowanze

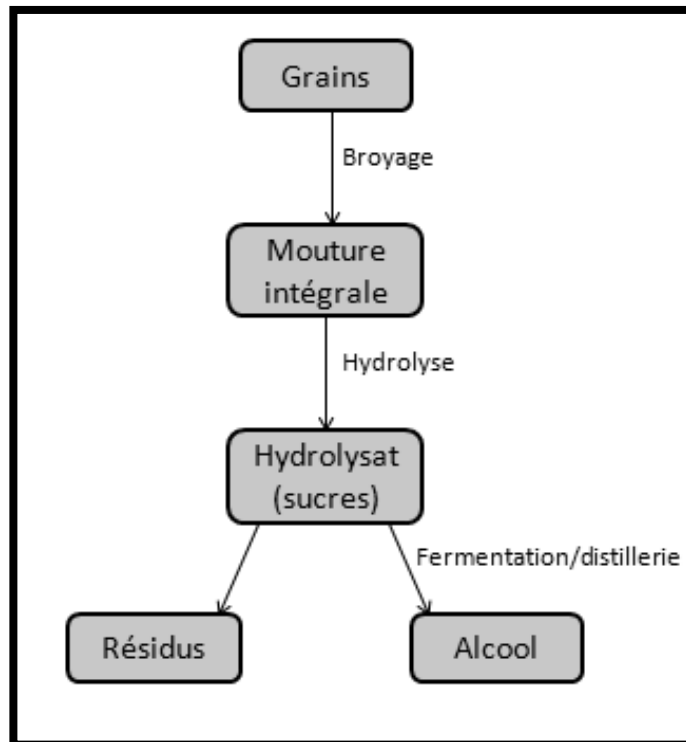


Figure 17 : Production d'éthanol à partir des blés selon

Pour l'industrie amidonnerie-glutennerie, les tests suivants seront effectués :

- ✓ Teneur en protéines
- ✓ Gluten humide (glutomatic ou méthode manuelle d'agrégation du gluten)
- ✓ Gluten sec (glutomatic ou méthode manuelle d'agrégation du gluten)
- ✓ Gluten index

6.6 L'industrie du blé fourrager

Ce secteur ne prévoit pas de critères particuliers pour les blés. Le blé sera utilisé comme alimentation pour le bétail. Il serait donc idéal que sa teneur en protéines soit élevée. Ce n'est cependant pas une obligation.

Partie expérimentale

7 Matériel et méthodes

7.1.1 Tests sur grains

7.1.1.1 Humidité



Figure 18 : Foss Infratec 1241 (photo personnelle)

Principe :

La mesure de la teneur en humidité s'effectue par spectrométrie dans le Proche Infrarouge étalonné par rapport à la méthode de référence (dessiccation en étuve).

Objectif :

La teneur en humidité des grains est l'un des premiers tests de détermination de la qualité d'un blé. En effet, la teneur en humidité sert de base aux transactions commerciales négociant - agriculteur, permet de vérifier à la réception s'il est nécessaire ou non de sécher les grains avant leur stockage, permet de rapporter à la matière sèche les valeurs des déterminations analytiques (protéines, etc.) (Gofflot S., 2012).

(Cf. Barème Synagra en annexe 7)

Matériel :

Foss Infratec 1241 (Foss Instruments)

Les échantillons des différentes variétés de blé

Mode opératoire :

- 1) Le grain nettoyé est directement vidé dans la trémie de l'instrument sans autre forme de préparation.
- 2) A partir du spectre mesuré et d'un étalonnage, l'appareil donne directement la teneur en eau.

7.1.1.2 *Protéines*

Principe :

La mesure de la teneur en protéines s'effectue également par spectrométrie dans le proche infrarouge sur grains. Le spectromètre est étalonné par rapport aux méthodes de référence de dosage de l'azote (Kjeldahl ou par combustion Dumas). Un facteur multiplicatif est appliqué pour donner la teneur en protéines (5.70 pour le froment et l'épeautre destinés à l'alimentation humaine, 6.25 pour les autres utilisations ou pour les autres céréales).

Objectif :

Détermination de la teneur en protéines des grains. Cette valeur exprimée en pourcentage de matière sèche sert de base aux transactions commerciales négociant – agriculteur et permet de connaître la qualité au niveau protéique d'un blé.

Matériel :

Foss Infratec 1241 (Foss Instruments)

Les échantillons des différentes variétés de blé

Mode opératoire :

- 1) Le grain nettoyé est directement vidé dans la trémie de l'instrument sans autre forme de préparation.
- 2) A partir du spectre mesuré et d'un étalonnage, l'appareil donne directement la teneur en protéines.

7.1.1.3 Poids à l'hectolitre (PHL)

Principe :

Le principe est de mesurer la masse d'un volume connu de grains et de l'exprimer en kilogramme par hectolitre de grains.

Objectif :

Le PHL est toujours pris en compte dans les transactions commerciales. Ce paramètre est lié au rendement d'extraction et présente un intérêt pour la meunerie. Le barème Synagra (annexe 7) prévoit un déclassement en blé fourrager pour des valeurs inférieures à 73 kg/hl et pour des valeurs supérieures à 77 kg/hl. Les bonifications seront d'autant plus élevées que la valeur de PHL est élevée.

Matériel :

Module poids à l'hectolitre comprenant une balance intégrée au Foss Infratec 1241 (Foss Instruments). Le module est contrôlé périodiquement par la méthode au Niléalitre (volume = 1 L) et est relié à l'étalon de mesure international d'un volume de 20L.

Les échantillons des différentes variétés de blé

Mode opératoire :

- 1) Le grain nettoyé est directement vidé dans la trémie de l'instrument sans autre forme de préparation.
- 2) Le grain remplit une cellule qui est arasée et pesée pour donner directement la valeur de poids à l'hectolitre.

7.1.2 Tests sur moutures intégrales

7.1.2.1 Protéines Dumas



Figure 19 : Leco Dumas (photo personnelle)

Principe :

La mesure de la teneur en protéines peut aussi être déterminée par la méthode de combustion Dumas.

Objectif :

La méthode Dumas permet de quantifier l'azote total, libéré par la combustion d'un échantillon.

Matériel :

- Leco Dumas
- Hélium
- Oxygène
- Air comprimé sec
- Nacelles en céramique et feuilles de Nickel
- Mouture intégrale des blés

Mode opératoire :

- 1) Peser entre 0,3 et 2 g ($\pm 0,001$ g) de mouture selon le teneur en mg N qui doit se situer de préférence dans le tiers médian de la droite d'étalonnage.
- 2) Mettre la prise d'essai dans la nacelle
- 3) Placer la nacelle dans l'appareil
- 4) La nacelle est envoyée dans le four grâce à l'air comprimé
- 5) Une fois dans le four, l'échantillon est détruit par pyrolyse sous un flux d'oxygène contrôlé
- 6) Les composés azotés N_2 et NO_x sont libérés lors de la combustion. Les NO_x sont réduits en N_2 alors que les autres substances issues de la combustion sont piégées au travers des filtres absorbants et d'une suite de réactifs de purification
- 7) Tous les composés azotés sont réduits en N_2 lequel est déterminé quantitativement par un détecteur de conductivité thermique après étalonnage avec un standard de teneur en azote connue et vérification du blanc.

7.1.2.2 Hagberg



Figure 20 : Falling Number (photo personnelle)

Principe :

Le nombre de chute de Hagberg est un des critères qui permet de caractériser les lots de blés qui sont destinés à la panification. Pour qu'une farine soit panifiable, l'indice de chute doit être compris entre 250 et 400 secondes. Cette méthode permet d'estimer l'activité amylasique d'une mouture intégrale.

La méthode consiste à mesurer le temps de chute d'un agitateur standard dans un mélange de farine et de 25 ml d'eau distillée. Ce mélange sera mis dans un bain marie à 100°C. Cela permet d'estimer l'activité enzymatique de la farine. En effet, la viscosité d'une suspension de farine dans l'eau à ébullition est due à la gélification de l'amidon. Les amylases endogènes hydrolysent l'amidon, ce qui entraîne une certaine liquéfaction du gel et la diminution de la viscosité. Plus l'activité enzymatique sera élevée, plus l'hydrolyse sera forte et plus le temps de descente sera court.

Les froments immatures présentent d'abord de faibles valeurs de Hagberg, puis cette valeur augmente pour atteindre un plateau. En principe les froments sont récoltés à ce moment. Une période prolongée de pluies répétitives peut induire la germination ce qui peut augmenter fortement l'activité enzymatique. L'amidon sera alors dégradé en sucres simples ce qui entraîne un temps de chute faible et une viscosité plus faible.

Objectif :

L'objectif est de déterminer le nombre de chute de Hagberg et ainsi d'estimer les activités amylasiques des farines.

Matériel :

- Un appareil Falling Number 1700 (Perten Instruments)
- Des tubes viscométriques
- Un agitateur de tubes (shakematic)
- Eau distillée
- 7g de farine selon son humidité

Mode opératoire :

- 1) Broyage du grain (mouture intégrale)
- 2) Pesée
- 3) Mise en suspension
- 4) Mélange énergique à l'aide du shakematic
- 5) Mesure : 60 secondes + temps de chute

Interprétation des résultats:

Le nombre de chute de Hagberg est calculé de la manière suivante :

60 secondes* + temps nécessaire à l'agitateur pour retomber au travers du gel obtenu après les 60 secondes d'agitation (en secondes).

Exemple :

- 1) 60 secondes d'agitation
- 2) Temps de retombée de l'agitateur au travers du gel formé : 183 secondes

⇒ Réponse : $60 + 183 = 243$ secondes (s)

⇔ Le nombre de chute de Hagberg est de 243 s

Remarque :

Ce nombre ne saurait être en dessous de la valeur 60 secondes !

*Temps d'agitation





Echelle des valeurs	Panification
Hag > 250 s	Possibilité de panification après correction 
220 < Hag < 250 s	Bonne panification
180 < Hag < 220 s	Acceptable 
150 < Hag < 180 s	Difficulté de mise en œuvre 
Hag < 150 s	Inutilisable 

Tableau 3: Valeurs du nombre de chute de Hagberg (CRA-W)

7.1.2.3 Rapid Visco Analyser (RVA)



Figure 21 : Rapid Visco Analyser (photo personnelle)

Principe :

Le RVA est un viscosimètre à tête rotative permettant de suivre l'évolution de la viscosité d'une suspension au cours d'un cycle d'analyse. Les capacités de l'appareil à travailler dans des conditions contrôlées de température et de vitesse de rotation en font un outil idéal pour l'étude des propriétés rhéologiques des différents produits notamment ceux contenant de l'amidon.

Cet appareil s'utilise aussi bien qu'il s'agisse de farine blanche, de mouture intégrale ou d'amidon pur. Il existe différentes normes d'utilisation avec un cycle de chauffage et de refroidissement spécifiques. Lors de la réalisation des analyses effectuées dans le cadre de ce travail, un cycle de 13 minutes a été adopté mais il est possible de les réaliser en appliquant un cycle plus court (4 minutes).

L'utilisation du protocole consiste en 2 mesures. La première mesure, en présence de nitrate d'argent utilisé comme inhibiteur enzymatique, permet de caractériser l'amidon seul (indépendamment de l'activité enzymatique). Tandis que la seconde va permettre de caractériser les propriétés intrinsèques de gélification de l'amidon en présence des enzymes amylasiques endogènes. La différence de viscosité entre ces 2 analyses est représentative de l'activité des α -amylases de la farine (Tallieu E., 2010).

Matériel :

- Un viscosimètre rotatif Rapid Visco Analyser (Newport Instrument)
- Des capsules en aluminium (canister) et leurs hélices d'agitation RVA
- De l'eau distillée
- une solution de 2 mM d'AgNO₃.

Mode opératoire :

- 1) Pesée des prises d'essais (farine).
- 2) Pesée de la masse d'eau ou d'AgNO₃ dans la capsule.
- 3) Introduction de la prise d'essais dans la capsule.
- 4) Le protocole d'analyse suivant est appliqué

Temps (MM :SS)	Température (°C)	Vitesse (RPM)
00:00	50	960
00:10	50	160
01:00	50	160
04:42	50 - 95	160
07:12	95	160
11:00	95 - 50	160
13:00	50	160

Tableau 4: Protocole du RVA

NB : L'analyse au RVA doit être répétée 2 fois pour l'eau et 2 fois pour l'AgNO₃. La prise d'essais est calculée selon le produit de mouture et l'humidité de la farine.

Interprétation des résultats :

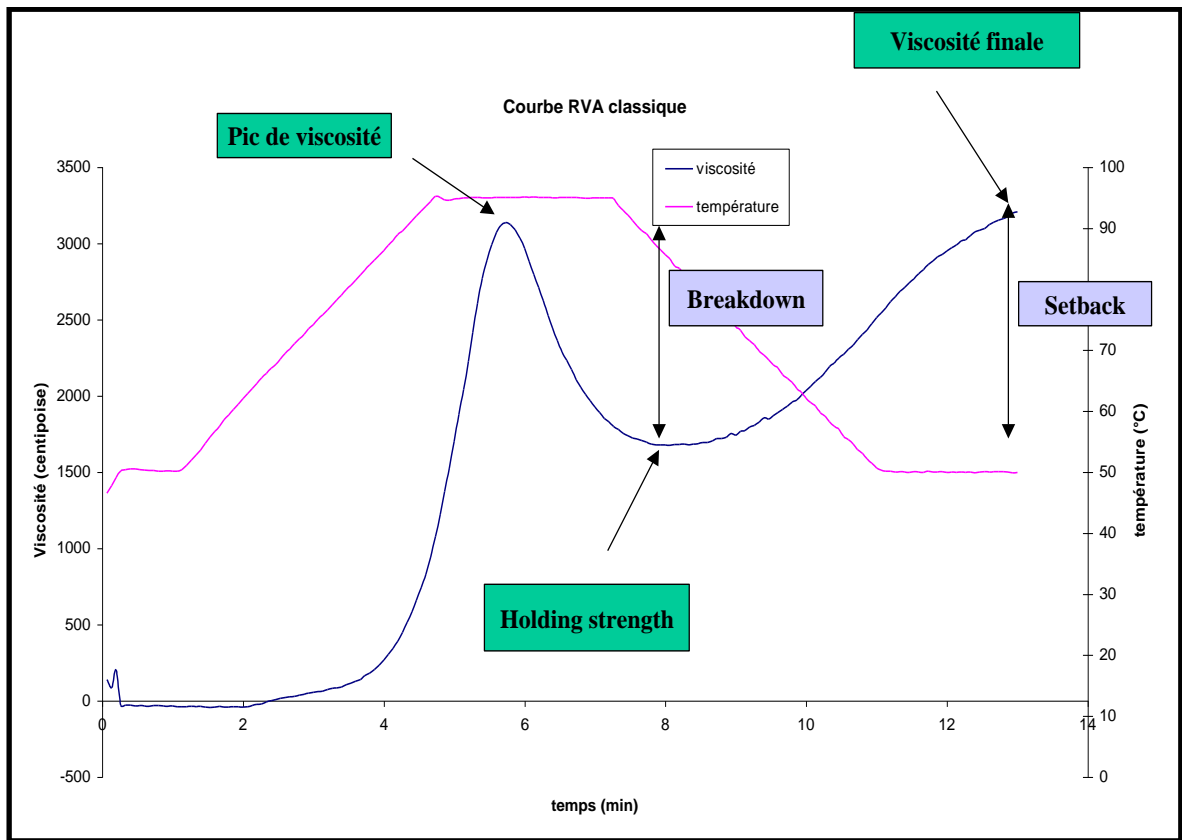


Figure 22 : Courbe type du RVA (CRA-W)

La courbe type du RVA donne les caractéristiques de viscosité suivantes :

- le pic de viscosité (maximum de viscosité à chaud),
- le holding strength : minimum après le pic,
- le breakdown : différence entre le pic de viscosité et le minimum
- la viscosité finale (viscosité à froid),
- le setback (différence entre le minimum et la viscosité à froid)

Pour interpréter les résultats il faut d'une part analyser les graphiques obtenus au RVA dans l'eau et l'AgNO₃ et d'autre part calculer le delta : PV AgNO₃ – PV eau. En effet, cette opération permet d'estimer l'activité amylasique des différentes farines.

7.1.2.4 Le Mixolab Chopin

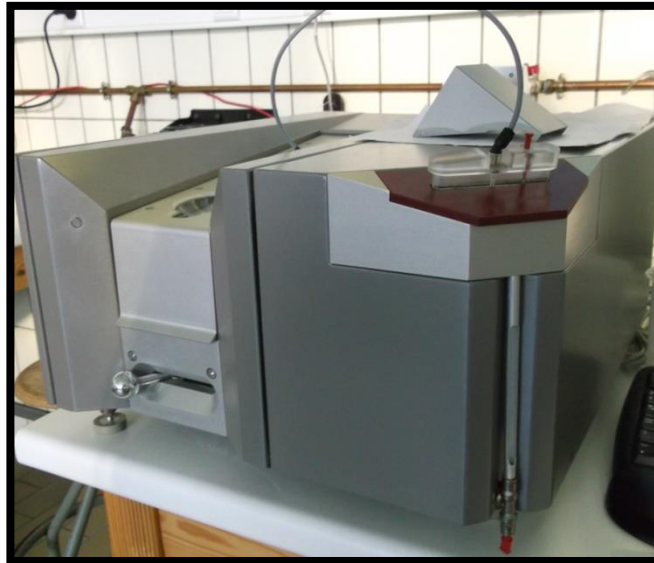


Figure 23 : Mixolab (photo personnelle)

Principe :

Cet appareil mesure le comportement rhéologique d'une pâte soumise à la fois au pétrissage et à la température. La force exercée sur la pâte lors du pétrissage va être mesurée afin de donner un graphique.

Objectif :

Le mixolab est multifonctionnel car il permet de caractériser une farine de manière complète. Que ce soit au point de vue de l'amidon, de l'activité enzymatique ou encore des protéines.

Matériel :

- Mixolab Chopin
- Balance

Mode opératoire :

Afin d'effectuer cette analyse, procédez de la manière suivante :

- 1) Peser la prise d'essai préalablement calculée par le logiciel du PC mixolab
- 2) Démarrer l'appareil afin que les pétrins soient en mouvement
- 3) Introduire la prise d'essai uniquement lorsque l'appareil est en fonctionnement
- 4) Positionner la buse d'ajout d'eau préalablement essuyée
- 5) Mesure en continu du couple en utilisant le protocole Chopin +

Temps (MM :SS)	Température (°C)
00:00	30
08:00	30
23:00	30 - 90
30:00	90
40:00	90 - 50
45:00	50

Tableau 5: Protocole Chopin +

Interprétation des résultats :

En protocole Chopin +, la masse de pâte est de 75 grammes et la consistance cible est de 1,1 Nm (+/- 0,05 Nm).

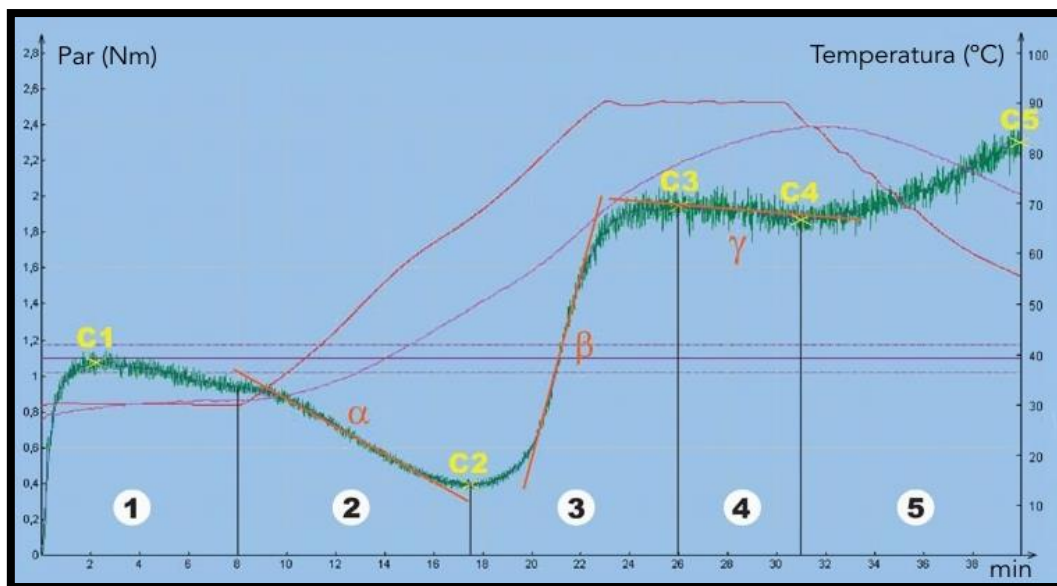


Figure 24 : Courbe type du mixolab standard (Site : <http://www.concereal.es/node/14>)

En ce qui concerne l'interprétation des résultats pour le mixolab standard, nous devons nous référer aux différents couples (5) :

- 1) C1 est le couple cible qui sert à déterminer l'absorption d'eau (critère économique et non qualitatif). Il est obtenu après les 8 premières minutes à une température égale à 30°C. L'absorption d'eau est le pourcentage d'eau (exprimé en %) nécessaire pour que la pâte formée présente une consistance cible (couple de 1,1 Nm).

- 2) C2 est le couple qui mesure l'affaiblissement protéique en fonction du travail mécanique et de la température.

Plus C2 sera élevé, plus la pâte sera stable au pétrissage. Maintenant si C2 est trop élevé il va y avoir un problème de fermentation pour cause de ténacité excessive.

- 3) C3 est le couple qui mesure la gélatinisation de l'amidon.
- 4) C4 est le couple qui mesure la stabilité du gel formé à chaud.
- 5) C5 est le couple qui mesure la rétrogradation de l'amidon en phase de refroidissement.

Remarques :

La stabilité (en min) donne la résistance de la pâte au pétrissage, plus le temps est long plus la farine est dite « forte ».

L'amplitude en Nm représente l'élasticité de la pâte, plus la valeur est élevée, plus la farine est élastique.

La pente α illustre la vitesse d'affaiblissement du réseau protéique sous l'effet de la chaleur. La pente β , quant à elle représente la vitesse d'empesage de l'amidon et la pente γ montre la vitesse de la dégradation enzymatique.

Les valeurs de couples C4 et C5 peuvent être fortement influencées par les activités amylasiques.

Remarque :

L'empesage est la poursuite du gonflement (des grains d'amidon) qui a débuté en phase de gélatinisation. Lors de l'empesage, une grande partie du contenu granulaire de l'amidon va se solubiliser et la viscosité va augmenter. A ne pas confondre avec gélatinisation où ce sera la disparition de la structure cristalline de l'amidon et le début du gonflement des grains.

Pour le Mixolab profiler :

L'indice Absorption d'eau :

Il est fonction de la composition de la farine et influence le rendement en pâte. Plus l'indice est élevé, plus la farine absorbe l'eau.

L'indice Pétrissage :

Il représente le comportement de la farine durant le pétrissage à 30°C. Il tient compte de la stabilité, du temps de mise en pâte et de l'affaiblissement. Plus l'indice est élevé, plus la farine sera stable.

L'indice Gluten+ :

Il représente le comportement du gluten lors du chauffage de la pâte. Plus l'indice est élevé, plus le gluten sera résistant à la montée en température.

L'indice Viscosité :

Il représente l'augmentation de la viscosité pendant la phase de chauffe et dépend de l'activité amylasique et de la qualité de l'amidon. Plus l'indice est élevé, plus la viscosité de la pâte à chaud sera élevée.

L'indice Amylose :

Il est fonction de la capacité de l'amidon à « résister » à l'amylose. Plus l'indice est élevé, plus l'activité amylasique sera faible.

L'indice Rétrogradation :

Il est fonction des caractéristiques de l'amidon et de son hydrolyse durant le test. Plus l'indice est élevé, plus la durée de conservation du produit sera courte.

(Manuel d'applications Mixolab)

7.1.3 Tests sur farines blanches

7.1.3.1 Gluten



Figure 25 : Glutomatic (Site : <http://labocgac.com/l-indice-de-sedimentation-zelzny-p27.html>)

Principe :

L'extraction du gluten va se réaliser au moyen du Perten Glutomatic. Celui-ci se compose de 2 appareils :

- Le Glutomatic à proprement parler qui permet la séparation des protéines insolubles présentes dans la farine de blé (gluten) et des sucres (tels que l'amidon) qui sont éliminés par lavage. Il fonctionne sous une action mécanique.
- Le Glutork qui permet de sécher, à approximativement 150°C, le gluten humide afin d'en ôter toute humidité et de produire du gluten sec.

Objectif :

Ce test permet d'estimer la proportion de gluten humide et de gluten sec potentiellement présents dans la farine de blé. Le Glutomatic permet également la mesure de la qualité du gluten (gluten index).

Matériel :

- Glutomatic Perten et ses accessoires
- Glutork 2020 Perten
- tamis polyester 88 microns
- disques autocollants en téflon
- béchers, pinces brucelles en plastique
- bouteille 1L en verre munie d'une dispensette réglable de 5ml
- spatules

Réactifs :

- NaCl pour analyse
- Eau distillée

Mode opératoire :

Premièrement, les grains de blé (avec humidité de %) vont être broyés au moulin CD1 afin d'obtenir une farine blanche.

Ensuite, il faudra procéder comme suit :

- 1) Peser 10 g (+- 0,01) de farine
- 2) Humidifier la chambre de lavage du Glutomatic au moyen de 2 gouttes de solution de NaCl (2%)
- 3) Transférer la prise d'essai dans la chambre de lavage du Glutomatic
- 4) Répartir de façon uniforme la prise d'essai sur le fond de la chambre de lavage
- 5) Ajouter 4,8 ml de solution de NaCl le long de la paroi de la chambre de lavage, à l'aide de la dispensette.
- 6) Agiter doucement l'ensemble de la chambre de lavage (comme une boîte de pétri)
- 7) Placer la chambre de lavage sur le Glutomatic et lancer l'analyse

Dans un premier temps, l'échantillon va être pétri afin de former une pâte qui sera lavée dans un second temps.

Une fois lavée, une boule de gluten s'est formée et l'amidon est passé au travers du tamis de la chambre de lavage.

Dans une seconde étape, cette boule de gluten, placée dans un système de tamis, passe dans une centrifugeuse.

On obtient alors deux fractions : le gluten traversant et le gluten restant.

Ces fractions vont permettre de calculer le gluten index et le gluten humide de la manière suivante :

$$GI = 100 \times \frac{\text{Gluten restant (g)}}{\text{Gluten traversant (g) + Gluten restant (g)}}$$

$$GH = 100 \times \frac{\text{Gluten total (g)}}{10 \text{ (g)}}$$

Pour obtenir le gluten sec, il suffit de mettre le gluten total à sécher dans le Glutork et de le peser.

7.1.3.2 L'Alvéographe Chopin



Figure 26 : Alvéographe Chopin (photo personnelle)

Principe :

L'alvéographe Chopin permet de mesurer l'élasticité du gluten contenu dans la farine et de déterminer la "force boulangère" de cette farine (son élasticité, sa résistance et sa tenue) (Raynaud S., 2008).

Objectif :

Ce test vise à mesurer la valeur boulangère d'une farine. Il est le plus souvent réalisé à la demande du meunier, pour s'assurer de la qualité des farines.

Matériel :

- L'alvéographe Chopin
- L'avéolink pour l'enregistrement des données
- Une balance
- Des farines
- Une solution de NaCl (2,5%)
- Une spatule/lèche plat
- Plaquettes en métal pour les pâtons
- Un laminoir
- Un emporte pièce

Mode opératoire :

- 1) Peser 250 g de farine.
- 2) Introduire la farine dans le pétrin.
- 3) Lancer l'appareil.
- 4) Introduire la solution de NaCl calculée par le logiciel au préalable.
- 5) Après une minute, arrêter l'appareil et ramener le mélange (future pâte) vers le fond du pétrin de façon à récupérer toute la farine. Cette opération doit durer une minute maximum car il faut relancer l'appareil à la deuxième minute.
- 6) Après 8 minutes, il faut alors lever la plaque pour permettre une ouverture et inverser le sens de rotation du pétrin. Les pâtons peuvent dès lors être formés.
- 7) Prélever 5 morceaux de pâtes.
- 8) Laminer les morceaux de pâte (standardisation de l'épaisseur).
- 9) A l'aide de l'emporte pièce, couper des disques (pâtons) au centre des morceaux de pâte (standardisation de la taille).
- 10) Placer les pâtons à l'étuve jusqu' à la 28^{ème} minute.
- 11) Positionner le premier pâton sur le système de mesure.
- 12) Poser et visser la "plaque chapeau", le pâton est alors posé hermétiquement, retirer le « chapeau ».
- 13) Enclencher la pompe pour insuffler le pâton.
- 14) Le pâton se déforme sous la pression pour former une bulle qui va se rompre à a limite de l'élasticité.
- 15) La pression est enregistrée au cours du temps.

Interprétation des résultats :

Nous pouvons interpréter les résultats grâce au profil de l'alvéogramme obtenu.

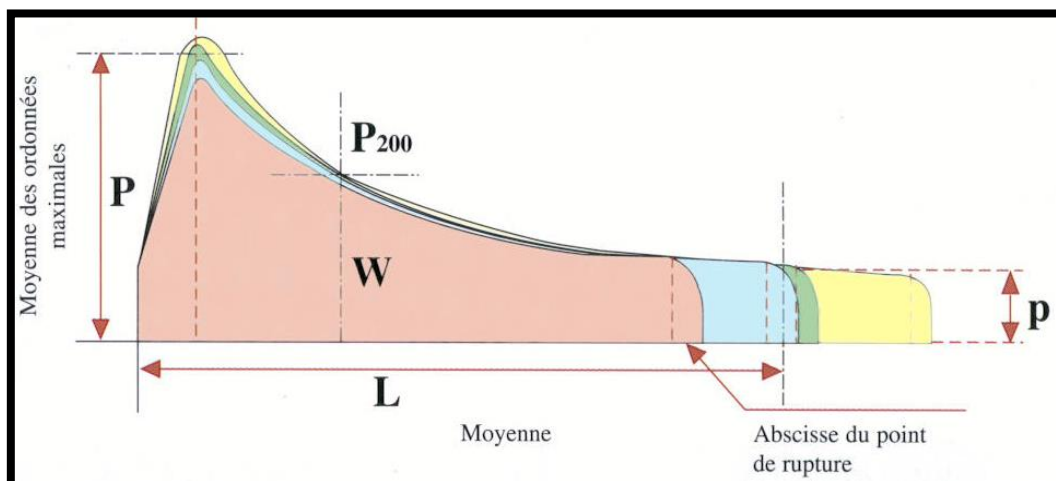


Figure 27 : Alvéogramme (Power point Formation-Qualité des farines_FR, 2003)

Légende en annexe (annexe 6)

Le W correspond au travail physique qu'il a fallu fournir pour déformer le pâton jusqu'à sa rupture. Il est exprimé en 10^{-4} Joule et représente la surface sous la courbe. Le P au maximum donne la pression nécessaire à la déformation du pâton, il est exprimé en mm d'eau et correspond à l'ordonnée du graphique. Le L à la rupture correspond à la limite d'élasticité du pâton et est exprimé en mm (en abscisse sur le graphique).

L'interprétation de ce test est fonction des utilisations, des installations et des façons de faire. Les valeurs W, P et L pour la production d'un pain de mie sont reprises à la figure 28. Le rapport P/L est fréquemment utilisé et traduit l'équilibre de l'alvéogramme. Pour la production d'un pain de mie boulangerie, un bon rapport P/L doit être compris entre 0,8 et 1,2.

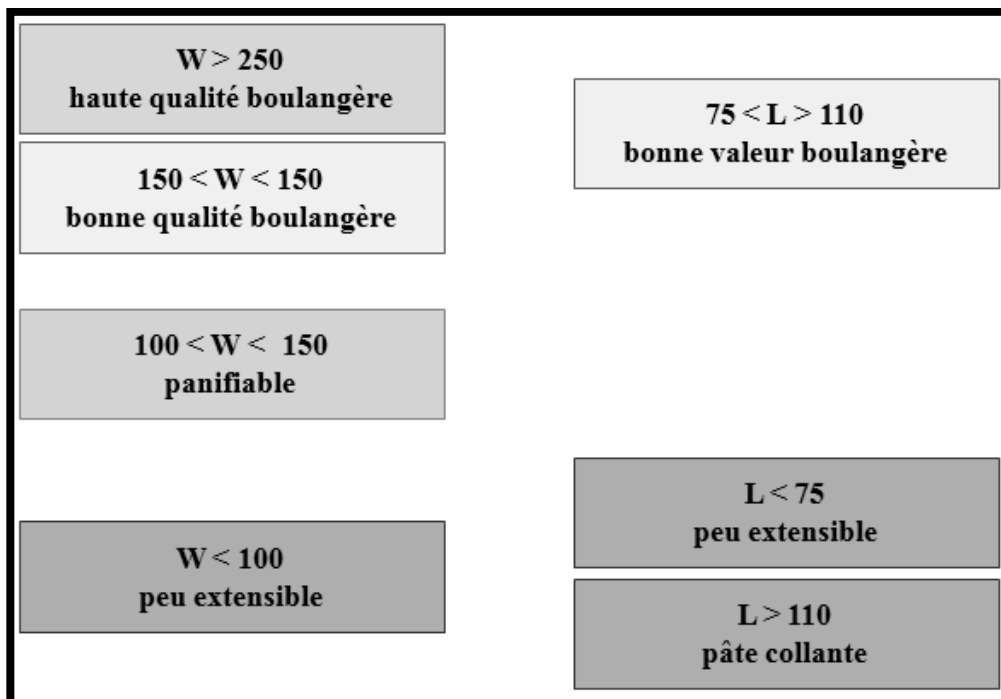


Figure 28 : Valeurs idéales en panification pour les paramètres de l'alvéographe (CRA-W)

7.1.3.3 Rapid Visco Analyser (RVA)

Le Rapid Visco Analyser peut également être utilisé pour l'analyse des farines blanches selon le même protocole que celui décrit pour les moutures intégrales (point 7.1.2.3).

7.1.3.4 Le Mixolab Chopin

Le Mixolab Chopin permet également de tester les farines blanches selon la même méthode que celle décrite pour les moutures intégrales (point 7.1.2.4).

7.1.4 Tests sur moutures particulières

7.1.4.1 Zélény



Figure 29 : Agitateur Zélény (Site : <http://labocgac.com/l-indice-de-sedimentation-zeleny-p27.html>)

Principe :

Le principe du Zélény repose sur la mesure de la hauteur de dépôt (en ml) après agitation et sédimentation d'une préparation de farine en suspension dans un réactif composé d'acide lactique, d'isopropanol et de bleu de bromophénol (indicateur coloré).

Objectif :

L'indice de sédimentation de Zélény va permettre de connaître la quantité et la qualité des protéines (gluten) d'une farine.

Matériel :

- Moulin Brabender Sédimat
- Éprouvettes graduées Zélény
- Bouchons
- Système de balancelle pour éprouvettes (minuté)
- Balance
- Dispensettes automatiques de 25 ml et 50 ml

Réactifs :

- 3,2 g de farine
- Acide lactique
- Isopropanol
- Bleu de bromophénol
- Eau distillée

Mode opératoire :

- 1) Peser la prise d'essai qui varie selon la teneur en eau des farines (si la teneur en humidité des farines est comprise entre 13 et 15%, la prise d'essai sera de 3,20 g (+0,05) mais si la teneur n'entre pas dans cette gamme, la prise d'essai doit être corrigée de manière à obtenir 2,75 g de matière sèche.
- 2) Effectuer deux répétitions
- 3) Introduire la prise d'essai dans l'éprouvette graduée
- 4) Actionner la balancelle
- 5) Mettre 50 ml de solution de bromophénol dans l'éprouvette
- 6) Boucher l'éprouvette et l'agiter énergiquement 24 fois de droite à gauche en position horizontale
- 7) Placer les éprouvettes sur la balancelle et actionner le chronomètre de 5 minutes
- 8) Après 5 minutes, retirer les éprouvettes et ajouter 25 ml de réactif (acide lactique + isopropanol)
- 9) Remettre les éprouvettes 5 minutes sur la balancelle
- 10) Retirer les éprouvettes et les mettre à reposer sur un plan horizontal pendant 5 minutes
- 11) Mesurer le dépôt

Interprétation des résultats :

Echelle des valeurs	Valeur boulangère
$Z < 30$ ml	Insuffisante
$30 \leq Z < 40$ ml	Bonne
$40 \leq Z < 50$ ml	Très bonne
$Z \geq 50$ ml	Blé de force

Tableau 6: Valeurs de l'indice de sédimentation de Zélény (CRA-W)

8 Résultats

8.1 Echantillons

Les échantillons étudiés résultent d'essais agronomiques menés par le CRA-W. Ces échantillons proviennent de 3 régions différentes à savoir Thines (Nivelles), Fraire (Walcourt à Namur) et Thynes (Dinant). Dans un premier temps, les analyses ont été effectuées sur les deux lieux les plus contrastés (Thines et Fraire). Pour le lieu Thynes, le nombre de chute de Hagberg ainsi que l'indice de sédimentation de Zélény ont été réalisés.

Origine	Variété	Numéro de DQ (référence)
Thines	ROCKYSTART	DQ 11/0763-10
Thines	LEAR	DQ 11/0763-19
Thines	ALTIGO	DQ 11/0763-34
Thines	KWS OZON	DQ 11/0763-36
Thines	FORTIS	DQ 11/0763-38
Thines	JULIUS	DQ 11/0763-46
Fraire	ROCKYSTART	DQ 11/0780-10
Fraire	LEAR	DQ 11/0780-19
Fraire	ALTIGO	DQ 11/0780-34
Fraire	KWS OZON	DQ 11/0780-36
Fraire	FORTIS	DQ 11/0780-38
Fraire	JULIUS	DQ 11/0780-46
Thynes	ROCKYSTART	DQ 11/0799-10
Thynes	LEAR	DQ 11/0799-19
Thynes	ALTIGO	DQ 11/0799-34
Thynes	KWS OZON	DQ 11/0799-36
Thynes	FORTIS	DQ 11/0799-38
Thynes	JULIUS	DQ 11/0799-46

Tableau 7: Tableau représentatif des différents échantillons

Actuellement, le barème Synagra reprenant les normes de réception des céréales s'articule autour des critères suivants :

- ✓ Humidité
- ✓ Poids à l'hectolitre
- ✓ Hagberg
- ✓ Protéines / Zélény / rapport Z/P

8.2 Critères physiques

Lieu Variété	Humidité (%)			PHL (kg/hl)		
	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thynes
ROCKYSTART	13,4	14,4	14,3	81,9	77,8	77,7
LEAR	14,1	14,5	13,4	81,7	76,2	78,6
ALTIGO	13,1	13,3	13,6	78,6	78,8	78,8
KWS OZON	13,3	13,8	13,9	82,4	81,0	80,8
FORTIS	13,6	13,6	13,2	80,5	78,6	78,7
JULIUS	14,2	12,2	13,6	83,2	80,2	79,7

Tableau 8: Humidité et poids à l'hectolitre

8.3 Critères liés aux protéines

8.3.1 Meunerie

Les allotements au niveau du négoce sont essentiellement basés sur la teneur en protéines, l'indice Zélény et le rapport Z/P. Ce dernier critère est, en principe, relativement stable pour une variété donnée. Or, le tableau 6 montre une grande disparité dans les valeurs Z/P et ce, pour une même variété. Par exemple, la variété Ozon présente des Z/P de respectivement : 5,8 – 3,6 – 5,2 pour les lieux considérés.

Lieu Variété	MPT (N*5,7% MS)			Zel (ml)			Z/P		
	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thynes
ROCKYSTART	12,6	12	13,1	46,0	33,0	39,0	3,9	2,9	3,1
LEAR	12,3	11,3	12,5	28,0	22,0	22,0	2,4	2,0	1,8
ALTIGO	12,6	12,1	12,7	41,0	37,0	44,0	3,4	3,1	3,6
KWS OZON	12,8	11,6	13,2	70,0	42,0	68,0	5,8	3,6	5,2
FORTIS	13,3	11,3	12,4	53,0	20,0	26,0	4,2	1,9	2,2
JULIUS	13,3	11,8	13,3	70,0	41,0	67,0	5,6	3,6	5,2

Tableau 9: Teneur en protéines, Zélény et Z/P

Ce constat pose le problème de la pertinence des critères protéines, Zélény et Z/P pour le classement en blé panifiable.

Lieu Variété	MPT (N*5,7 % MS)			Zel (ml)			W (10 ⁴ j)		
	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thynes
ROCKYSTART	12,6	12	13,1	46,0	33,0	39,0	180,0	125,0	
LEAR	12,3	11,3	12,5	28,0	22,0	22,0	109,0	103,0	
ALTIGO	12,6	12,1	12,7	41,0	37,0	44,0	218,0	238,0	
KWS OZON	12,8	11,6	13,2	70,0	42,0	68,0	301,0	181,0	
FORTIS	13,3	11,3	12,4	53,0	20,0	26,0	214,0	88,00	
JULIUS	13,3	11,8	13,3	70,0	41,0	67,0	317,0	264,0	

Tableau 10: Teneur en protéines, Zélény et W Chopin

Ces résultats ont alors été complétés par des analyses de type rhéologique effectuées plus couramment par la meunerie tel que l'Alvéographe Chopin.

Le W Chopin est relativement bien corrélé avec le Zélény ($R^2 = 0,7835$).

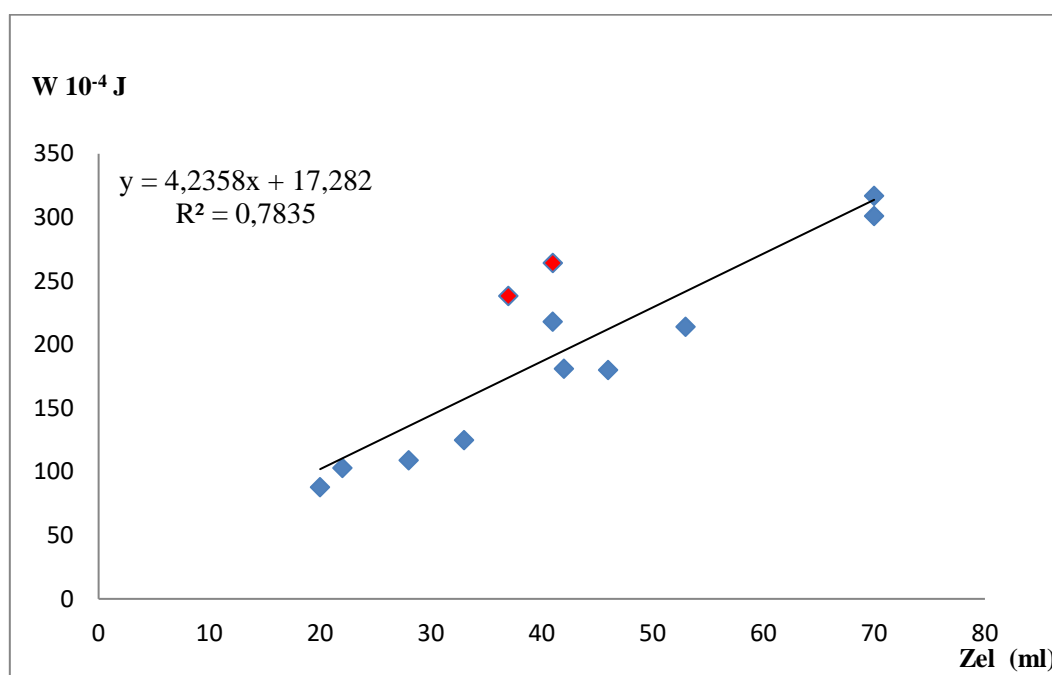


Figure 30 : Graphique du W Chopin en fonction du Zélény

L'échantillon Julius de Fraire présente un Zélény (41) trop faible par rapport à la valeur W (264). Il devrait être de 60 environ (figure 30).

Dans une moindre mesure, l'échantillon Altigo de Fraire présente un Zélény (37) trop faible par rapport à la valeur W (238). Il devrait être de 52 environ (figure 30).

L'examen plus approfondi des résultats et des courbes alvéographiques permet de dégager les constatations suivantes :

Pour la confection du pain de mie, on recherche des valeurs de $W > 250$ et un rapport P/L compris entre 0,8 et 1,2.

Lear :

La variété Lear présente un W trop faible pour être utilisée en panification. C'est par ailleurs une variété non panifiable.

Rockstart :

Cette variété possède également une valeur de W trop faible pour convenir en panification.

Altigo :

En ce qui concerne le W, la variété Altigo s'approche des exigences de l'industrie de la panification. Le W tend vers 250 et le rapport P/L est bien équilibré.

Ozon :

Selon le lieu de culture, la variété Ozon présente des W très différents (301,181). Pour les deux lieux (Thines et Fraire), l'alvéogramme est relativement déséquilibré. L'extensibilité (L) est nettement trop courte (annexe 6: Alvéogrammes 1 et 2).

Fortis :

L'échantillon Fortis de Thines présente un W proche de 250 (annexe 6: Alvéogrammes 3 et 4) et est relativement bien équilibré. Le rapport P/L de 1,1 est dans la gamme. L'échantillon de Fraire présente des résultats totalement différents de ceux de Thines ainsi qu'un W de 88. Il est donc évident que la teneur en protéines de cet échantillon soit faible (Tableau 10).

Julius :

Les valeurs de W de la variété Julius démontrent qu'elle présente un bon potentiel pour une utilisation en panification ($W > 250$) (annexe 6: Alvéogrammes 5 et 6). La valeur P/L est relativement correcte mais un peu trop élevée pour le centre de Fraire (essentiellement due à une valeur L plus faible).

8.3.2 Amidonnerie-glutennerie

En amidonnerie-glutennerie et en production de bioéthanol, le processus prévoit une séparation gluten/amidon. Le rendement en gluten (GH ou GS) ainsi que ses propriétés (Gluten index) sont donc des éléments déterminant pour sa valorisation.

Sur le tableau ci-dessous (tableau 11), les valeurs manquantes représentent des échantillons pour lesquels il n'y a pas eu formation de gluten. Ce problème est survenu à Fraire. Les variétés représentées par ces échantillons poseraient un problème majeur au niveau de la séparation gluten/amidon en amidonnerie-glutennerie.

Lieu Variété	MPT (N*5,7 % MS)			Zel (ml)			GH (%)		GS (g)		GI (%)	
	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thines	Fraire	Thines	Fraire
ROCKYSTART	12,6	12	13,1	46,0	33,0	39,0	25,0		0,8		22,9	
LEAR	12,3	11,3	12,5	28,0	22,0	22,0	24,0		0,8		18,3	
ALTIGO	12,6	12,1	12,7	41,0	37,0	44,0	26,5	22,6	0,9	0,8	25,6	22,4
KWS OZON	12,8	11,6	13,2	70,0	42,0	68,0	27,3		1,1		26,7	
FORTIS	13,3	11,3	12,4	53,0	20,0	26,0	30,4	19,8	1,0	0,7	24,7	12,1
JULIUS	13,3	11,8	13,3	70,0	41,0	67,0	33,1	22,9	1,2	0,8	27,4	22,5

Tableau 11: Teneur en protéines, Zélény et gluten

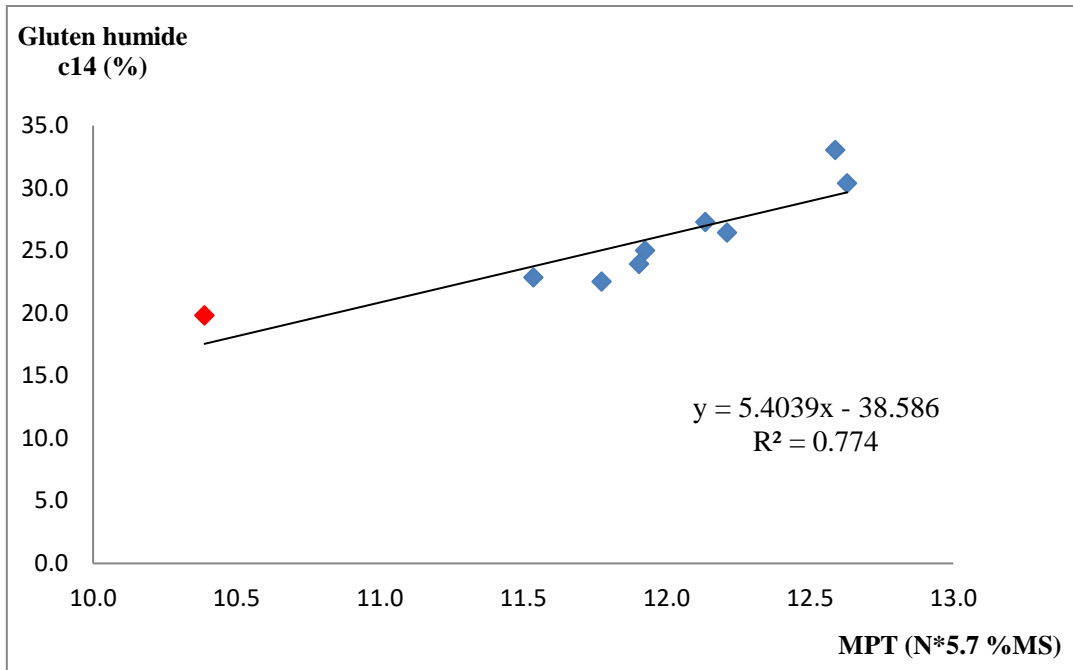


Figure 31 : Graphique du Gluten humide en fonction de la teneur en protéines

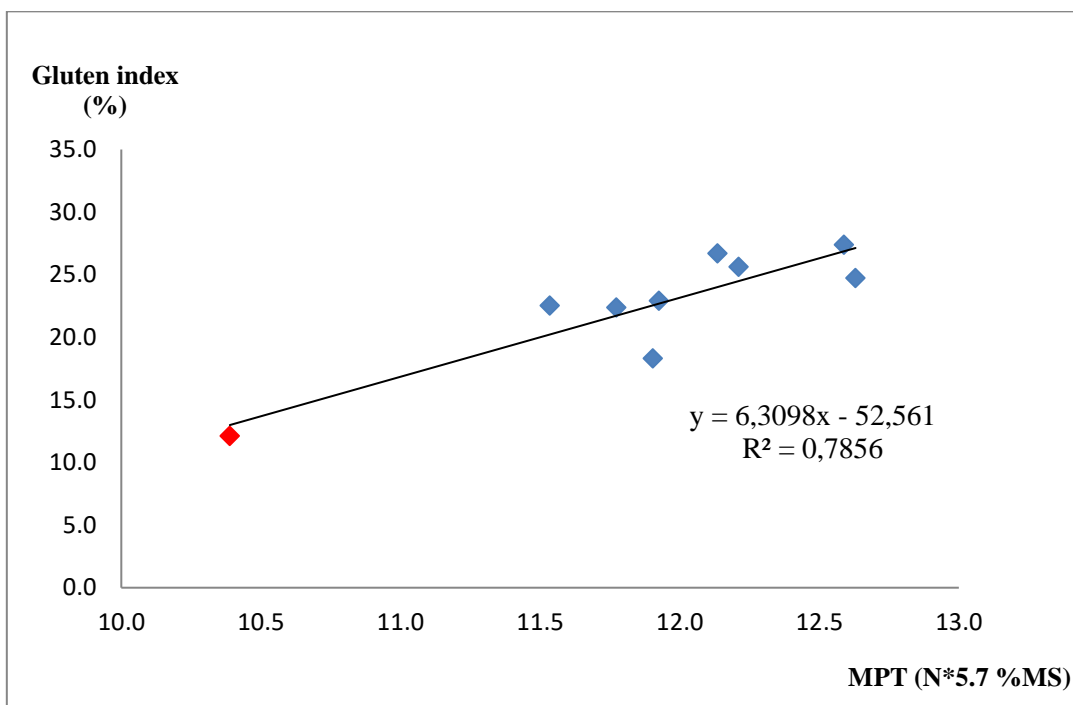


Figure 32 : Graphique du Gluten index en fonction de la teneur en protéines

La teneur en protéines ne permet pas de prévoir la formation ou non de gluten. Par contre, en se référant aux figures 31 et 32, on constate que la teneur en gluten ainsi que le gluten index peuvent être estimés en fonction de cette teneur en protéines.

Sur les figure 31 et 32, le point rouge montre que la variété Fortis de Fraire diminue la corrélation qu'il existe entre gluten index et protéines et la corrélation entre gluten humide et protéines. En effet, il apparaît dans le tableau des valeurs du gluten index et du gluten humide, une faible teneur pour la variété Fortis de Fraire. Cette région a, en effet, rencontré quelques petits soucis au point de vue protéines.

8.4 Activités enzymatiques

Variété \ Lieu	Hag (s)			PV AgNO ₃ - PV eau MI (cPs)		PV AgNO ₃ - PV eau FB (cPs)	
	Thines	Fraire	Thynes	Thines	Fraire	Thines	Fraire
ROCKYSTART	168	237	214	2446	2113	2273	2192
LEAR	144	136	157	2434	2599	2043	2327
ALTIGO	192	214	323	2382	2248	1908	1773
KWS OZON	396	377	413	740	457	855	730
FORTIS	429	231	271	902	1498	899	1523
JULIUS	406	373	423	291	227	296	360

Tableau 12: Hagberg et delta des pics de viscosité en mouture intégrale et en farine blanche

Dans le tableau ci-dessus (tableau 12), on observe parfois de faibles valeurs de Hagberg pour Thines. Lear est une variété ayant un Hagberg faible.

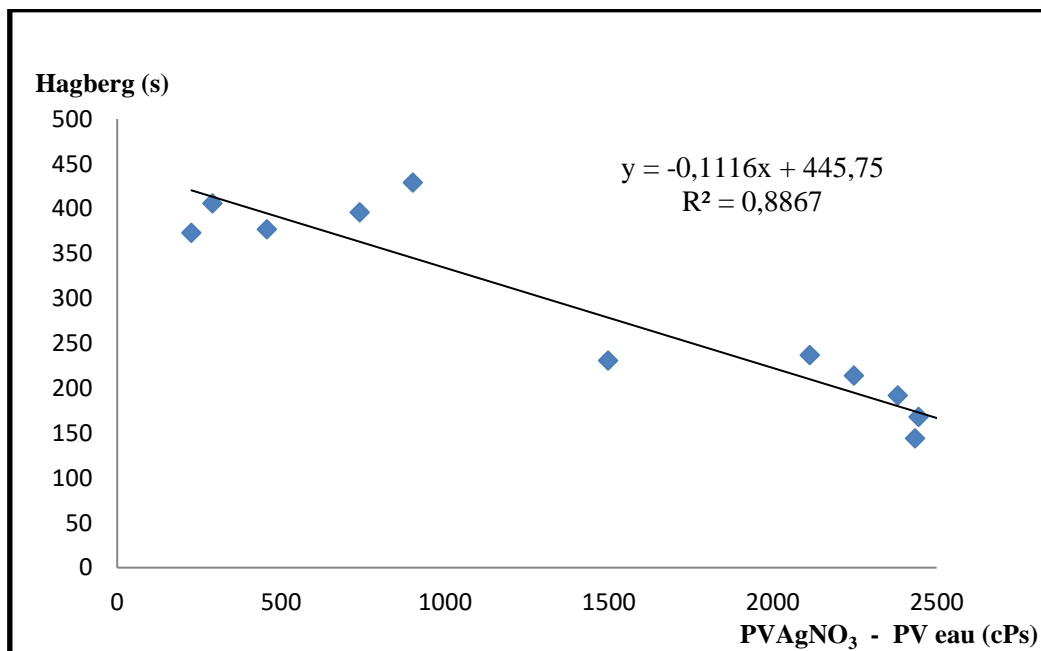


Figure 33 : Graphique du Hagberg en fonction du delta des pics de viscosité sur mouture intégrale

En vu du graphique ci-dessus (figure 33), on remarque qu'il est possible d'estimer le nombre de chute de Hagberg à partir du delta des pics de viscosité.

A) Test sur mouture intégrale pour Thines.

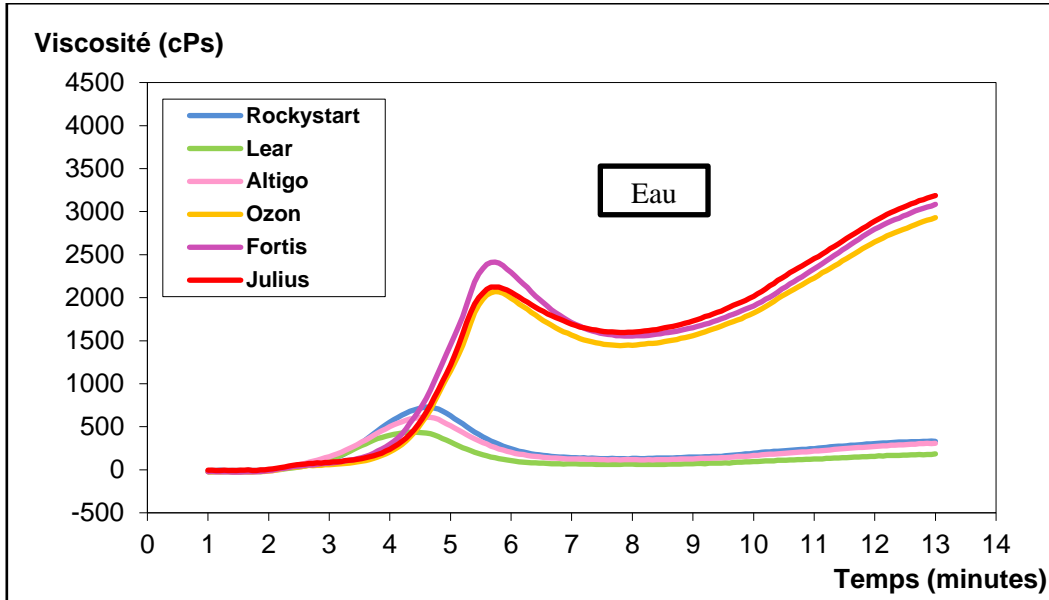


Figure 34 : Graphique des profils de viscosité obtenus dans l'eau pour THINES

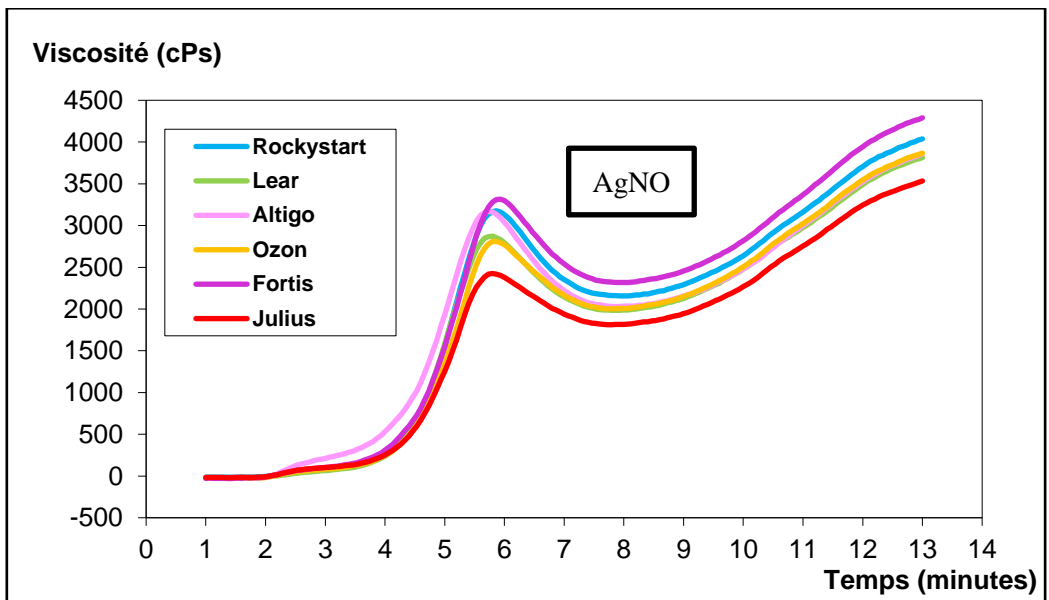


Figure 35 : Graphique des profils de viscosité obtenus dans l'AgNO₃ pour THINES

Les figures 34 et 35 reprennent les viscosités mesurées au RVA sur les moutures intégrales des échantillons issus de Thines. Les différences observées sur les courbes AgNO₃ (figure 35) résultent de la différence des propriétés de l'amidon. Une différence de l'ordre de 1000 cPs (soit $\pm 30\%$) est observée pour le maximum de viscosité (propriété texturante à chaud). La différence au niveau de la viscosité finale (propriété texturante à froid) est moins marquée (± 700 cPs soit environ 23 %). L'effet des α -amylases observable dans l'eau est particulièrement marqué pour les variétés Lear, Altigo et Rockystart.

Sur le graphique ci-dessous (figure 36), on constate que trois variétés sur six ont une activité enzymatique élevée. Ces trois variétés sont Rockystart, Lear et Altigo. Ce sont ces trois mêmes variétés qui ont une valeur de Hagberg plus faible (Tableau 12, colonne Thines).

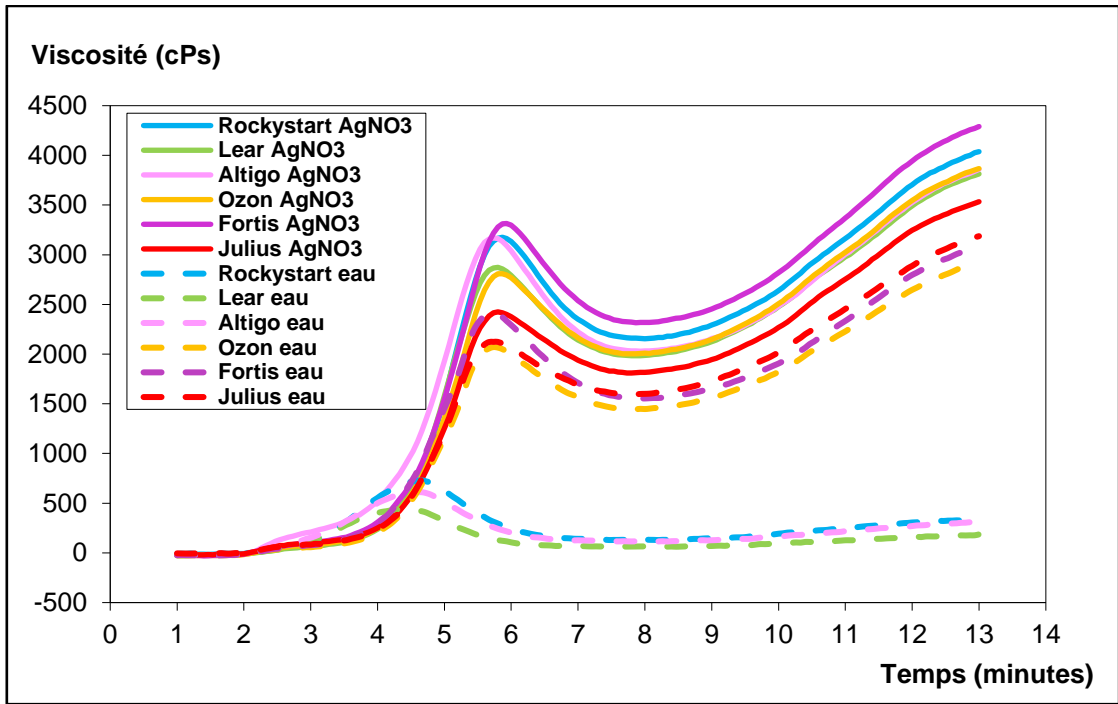


Figure 36 : Profils de viscosité avec eau et avec AgNO₃ pour THINES, comparaison

B) Test sur mouture intégrale pour Fraire.

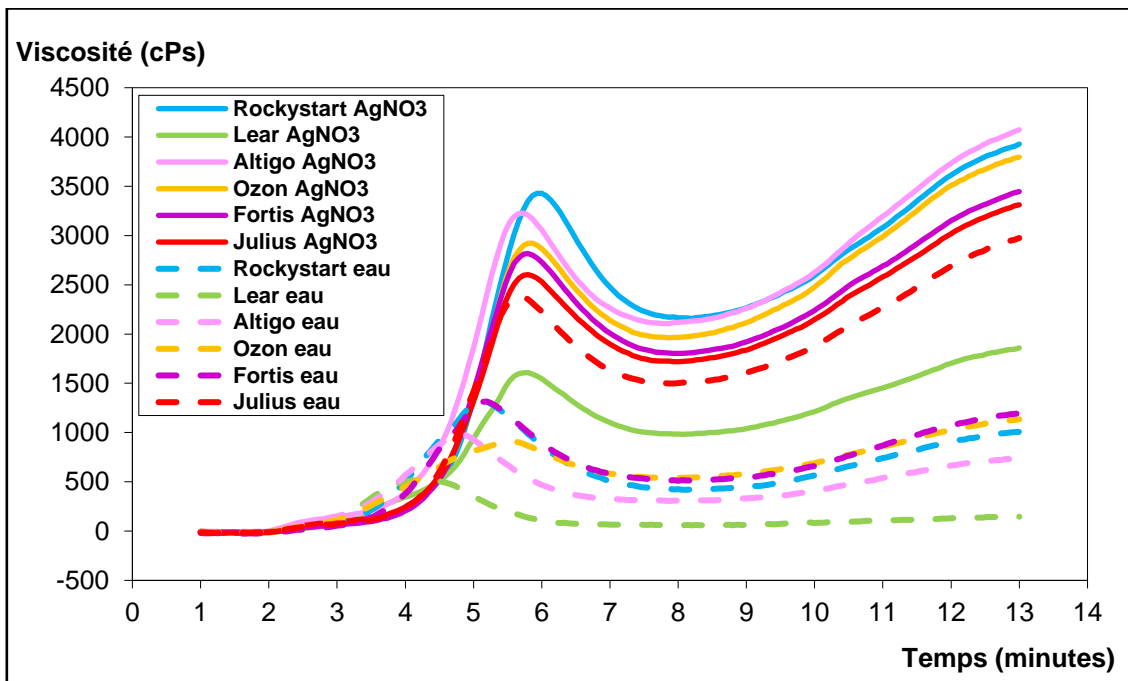


Figure 37 : Profils de viscosité avec eau et avec AgNO₃ pour FRAIRE, comparaison

En région Fraire (figure 37), les variétés Ozon et Fortis ont une activité enzymatique relativement élevée par rapport à ces mêmes variétés de Thines. En ce qui concerne la variété Lear, il y a manifestement un problème au niveau de son amidon car sa viscosité n'est que d'environ 1500 cPs en présence de l'inhibiteur d'activité enzymatique alors qu'à Thines elle est d'environ 3000 cPs. En comparant les figures 36 et 37, on remarque que la différence de viscosité pour la variété Lear n'était pas mise en évidence lors du test de Hagberg (tableau 12).

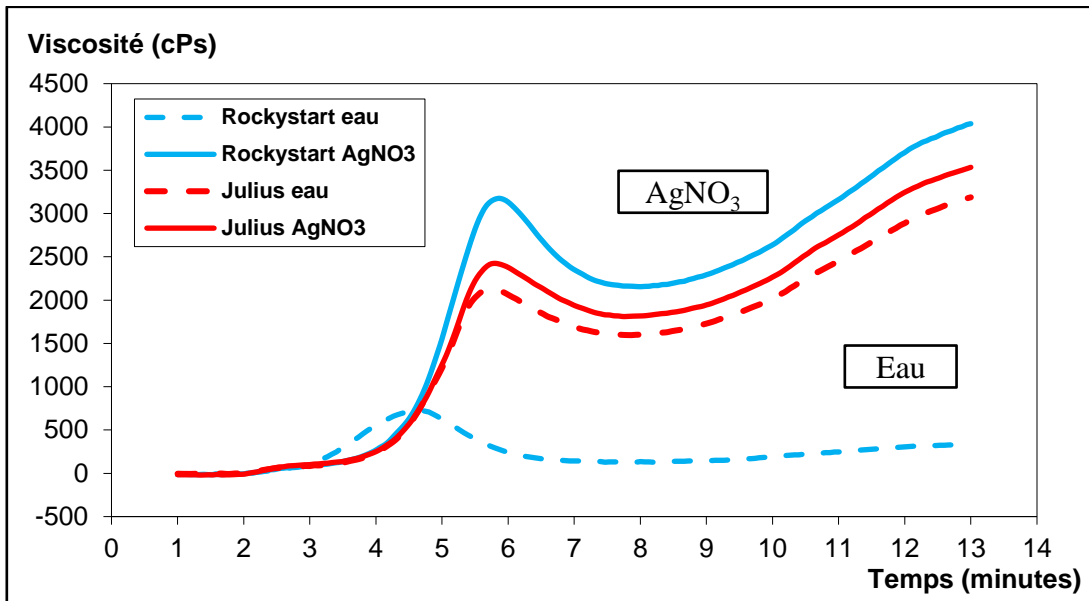


Figure 38 : Graphique de comparaison de l'activité enzymatique de deux échantillons de THINES sur mouture intégrale

Sur le graphique ci-dessus (figure 38), la variété Rockystart texture plus fort si on fait abstraction de l'activité enzymatique. Par contre cette variété a une viscosité plus faible en présence d'une activité enzymatique (courbe avec l'eau). En d'autres termes, la variété Julius a une activité enzymatique plus faible (Hagberg = 406) que la variété Rockystart (Hagberg = 168).

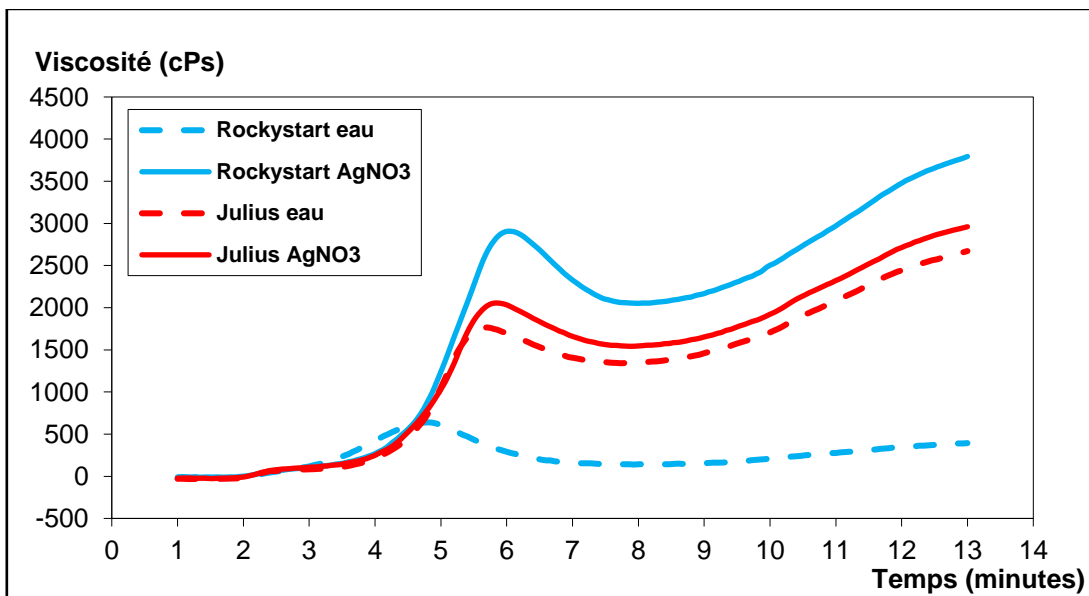


Figure 39 : Graphique de comparaison de l'activité enzymatique de deux échantillons de THINES sur farine blanche

Le graphique ci-dessus (figure 39) représente les viscosités pour les deux mêmes variétés dans la même région mais sur farine blanche. La différence d'activité enzymatique entre les deux variétés est similaire. On remarque cependant une légère diminution de viscosité pour toutes les courbes obtenues à partir des tests effectués sur farine blanche.

C) Test sur mouture intégrale pour Fraire.

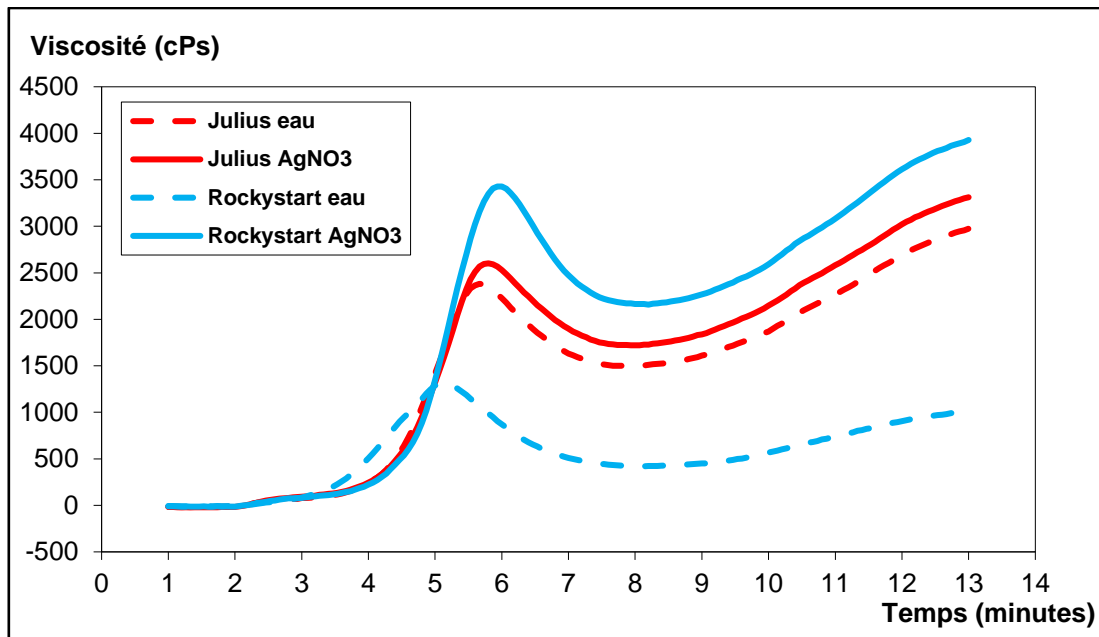


Figure 40 : Graphique de comparaison de l'activité enzymatique de deux échantillons de FRAIRE sur mouture intégrale

Le graphique ci-dessus (figure 40) représente les viscosités obtenues sur mouture intégrale pour Fraire. Ces viscosités sont plus ou moins similaires aux viscosités de Thines. Cependant, on observe, d'une manière générale, une activité enzymatique plus faible pour Fraire.

8.5 Le Mixolab Chopin

Les tableaux 13 et 14 reprennent l'ensemble des données obtenues avec le Mixolab Chopin respectivement sur mouture intégrale et sur farine blanche.

L'hydratation sur MI est toujours supérieure car cette farine comprend les pentosanes qui ont une forte capacité d'absorption d'eau. Les valeurs observées sur farine blanche montrent une grande disparité dans l'hydratation (de 51,0 à 62,5 %), c'est un critère important pour des raisons économiques (tableau 14).

La stabilité traduit la résistance du gluten au travail mécanique et traduit la force d'une farine. Les variétés Rockystart et Lear manquent de stabilité. La variété Fortis est assez différente d'un lieu à l'autre. L'échantillon de Fraire manque particulièrement de stabilité. Les variétés Altigo, Ozon et Julius présentent des stabilités plus longues (tableau 14).

Région	Variété	Hydratation (%)	Stabilité (min)	C1 (Nm)	C2 (Nm)	C3 (Nm)	C4 (Nm)	C5 (Nm)
Thines	ROCKYSTART	63,9	5,7	1,12	0,43	1,67	0,53	0,97
	LEAR	60,2	9,7	1,10	0,48	1,83	0,62	1,09
	ALTIGO	64,2	9,1	1,11	0,49	1,88	0,60	1,11
	KWS OZON	66,3	11,9	1,10	0,70	2,03	1,50	2,63
	FORTIS	64,6	10,3	1,13	0,63	2,24	1,66	2,72
	JULIUS	67,0	10,4	1,11	0,65	2,14	1,66	3,07
Fraire	ROCKYSTART	62,0	8,3	1,11	0,47	1,90	0,97	1,64
	LEAR	58,0	9,6	1,07	0,50	1,74	0,62	1,08
	ALTIGO	62,8	10,3	1,12	0,55	2,04	0,85	1,39
	KWS OZON	63,1	12,9	1,08	0,71	2,11	1,80	3,24
	FORTIS	58,3	10,4	1,06	0,49	2,01	1,15	2,09
	JULIUS	62,0	10,2	1,13	0,72	2,22	1,52	3,45

Tableau 13: Hydratation, Stabilité et Couples mesurés au Mixolab sur mouture intégrale

Région	Variété	Hydratation (%)	Stabilité (min)	C1 (Nm)	C2 (Nm)	C3 (Nm)	C4 (Nm)	C5 (Nm)
Thines	ROCKYSTART	58,0	6,5	1,10	0,48	1,63	1,01	1,63
	LEAR	52,9	4,1	1,25	0,46	2,02	1,34	2,26
	ALTIGO	58,5	9,8	1,10	0,54	1,91	1,25	1,96
	KWS OZON	62,5	11,3	1,10	0,72	2,00	1,38	2,74
	FORTIS	59,8	9,6	1,12	0,61	2,05	1,31	2,82
	JULIUS	60,8	10,9	1,13	0,67	1,96	1,16	0,01
Fraire	ROCKYSTART	55,9	6,8	1,07	0,43	1,73	1,07	1,82
	LEAR	51,0	1,5	1,19	0,40	1,85	0,96	1,43
	ALTIGO	58,0	9,8	1,11	0,55	2,00	1,30	2,12
	KWS OZON	59,3	9,9	1,11	0,64	2,12	1,60	3,19
	FORTIS	52,3	3,8	1,08	0,41	2,13	1,59	2,73
	JULIUS	58,0	9,6	1,09	0,63	2,15	1,49	3,32

Tableau 14: Hydratation, Stabilité et Couples mesurés au Mixolab sur farine blanche

Les figures 41 et 42 reprennent les courbes Mixolab obtenues sur mouture intégrale. La courbe de Rockystart confirme le manque de stabilité de son réseau gluten surtout pour Thines; A l'opposé, Ozon montre une bonne stabilité du réseau protéique. Dans la partie de la courbe liée aux amidons, les variétés Rockystart, Lear et Altigo cultivées à Thines et à Fraire ainsi que la variété Fortis cultivée à Fraire présentent une forte activité amylasique.

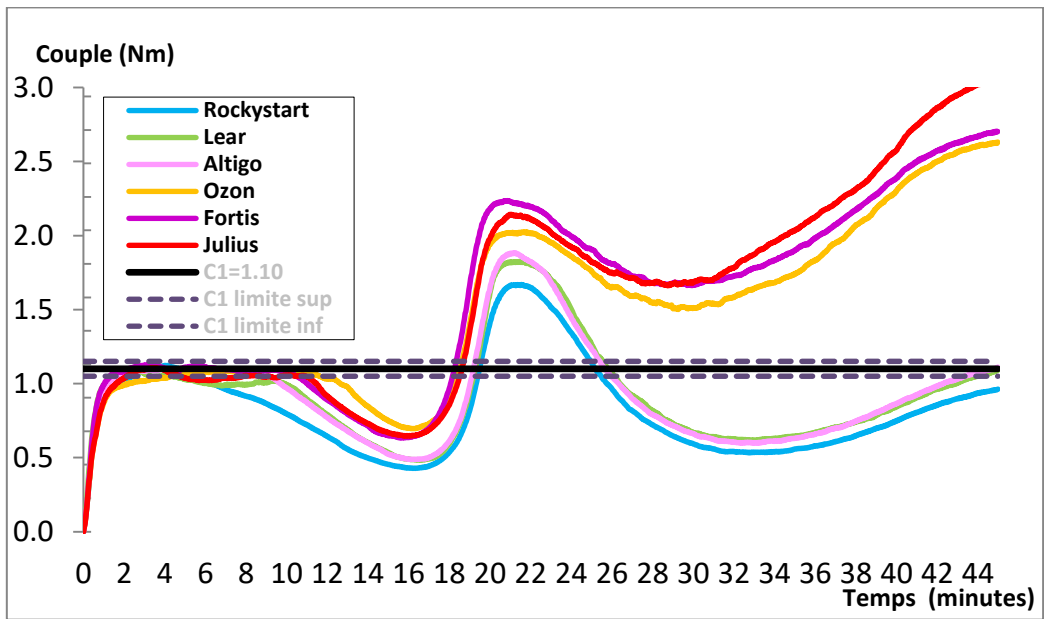


Figure 41 : Mixolab standard sur mouture intégrale pour THINES

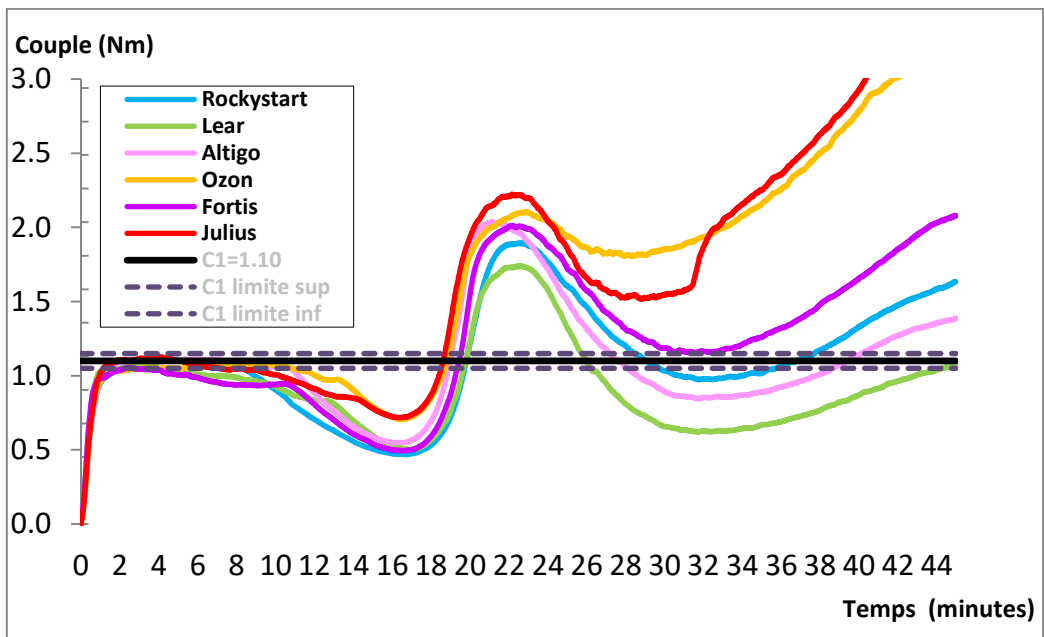


Figure 42 : Mixolab standard sur mouture intégrale pour FRAIRE

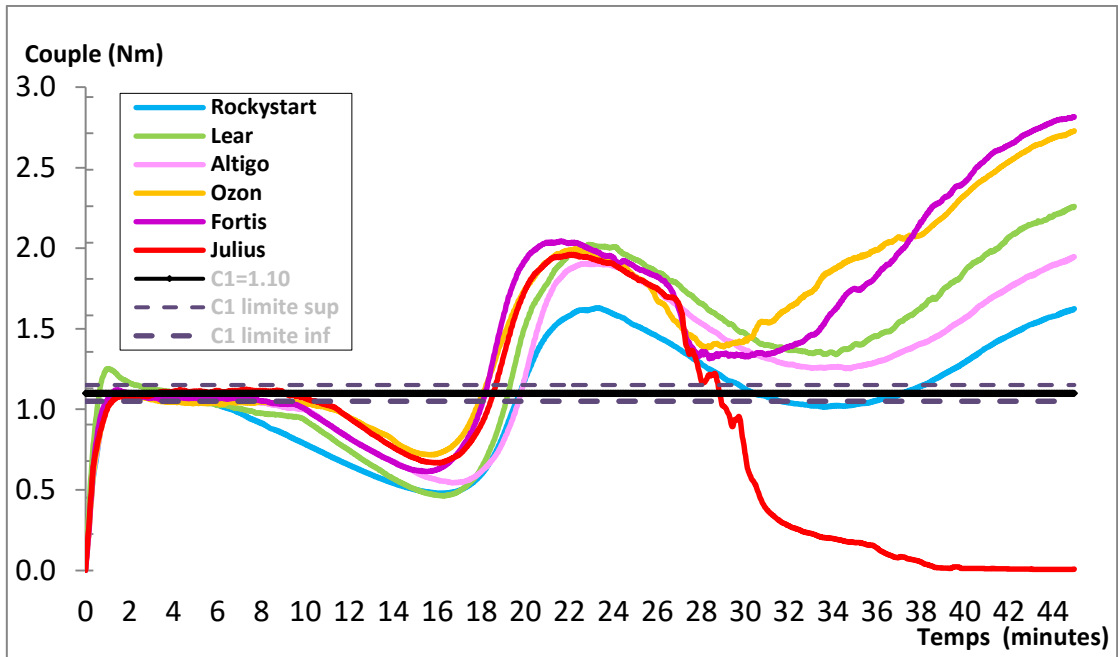


Figure 43: Mixolab standard sur farine blanche pour THINES

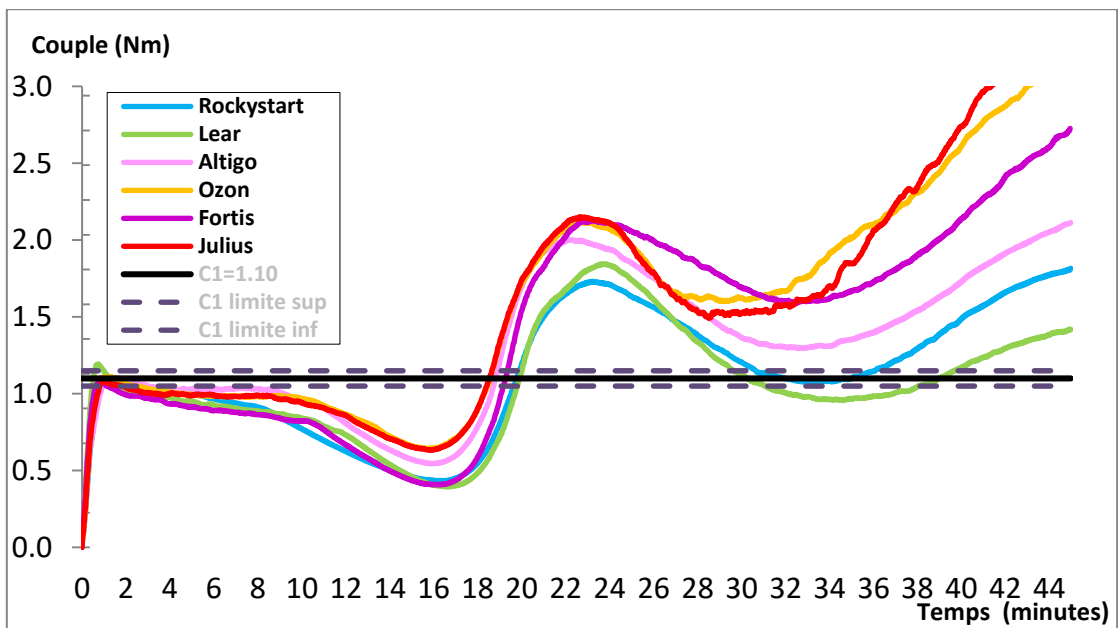


Figure 44 : Mixolab standard sur farine blanche pour FRAIRE

Sur base des courbes obtenues sur Farine blanche, les lieux de Thines et de Fraire ne se distinguent pas particulièrement quant à la stabilité du réseau protéique. Les variétés Lear et Fortis présentent des stabilités moindres à Fraire. Les variétés Julius et Ozon présentent des valeurs C2 élevées ce qui indique une ténacité plutôt forte qui peut se traduire par des difficultés de levée de la pâte au moment de la fermentation. Les faibles valeurs de C4 traduisent des activités amylasiques élevées. La fin de courbe de la variété Julius est assez particulière (surtout pour Thines) ce qui pourrait poser des problèmes de texture (figures 43 et 44).

Le Mixolab intègre le comportement du réseau protéique, de l'amidon et des enzymes amylolytiques. Les relations avec les critères classiques de qualité ont été examinées. Tout d'abord, on remarque une certaine corrélation ($R^2 = 0,65$) entre la stabilité FB et le Zélény (figure 55). Ceci confirme le lien entre les propriétés de gonflement des protéines et la résistance de la pâte au pétrissage.

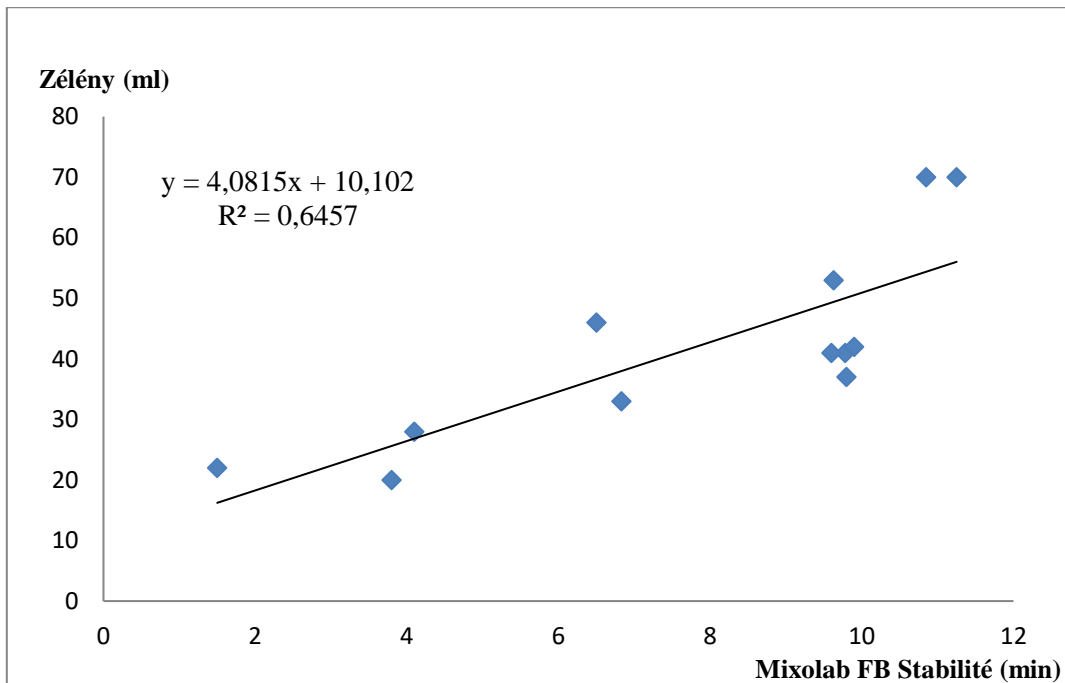


Figure 45 : Graphique du Zélény en fonction de la stabilité du Mixolab sur farine blanche

Ensuite, une corrélation un peu plus marquée ($R^2 = 0,78$) apparaît entre la stabilité FB et le W Chopin (figure 46). Le travail de déformation de la pâte (W Chopin) et la résistance de la pâte au pétrissage traduisent la force de la farine. La stabilité mesurée sur MI n'est pas reliée ($R^2 = 0,08$) au W Chopin qui lui est toujours obtenu sur FB (figure 47).

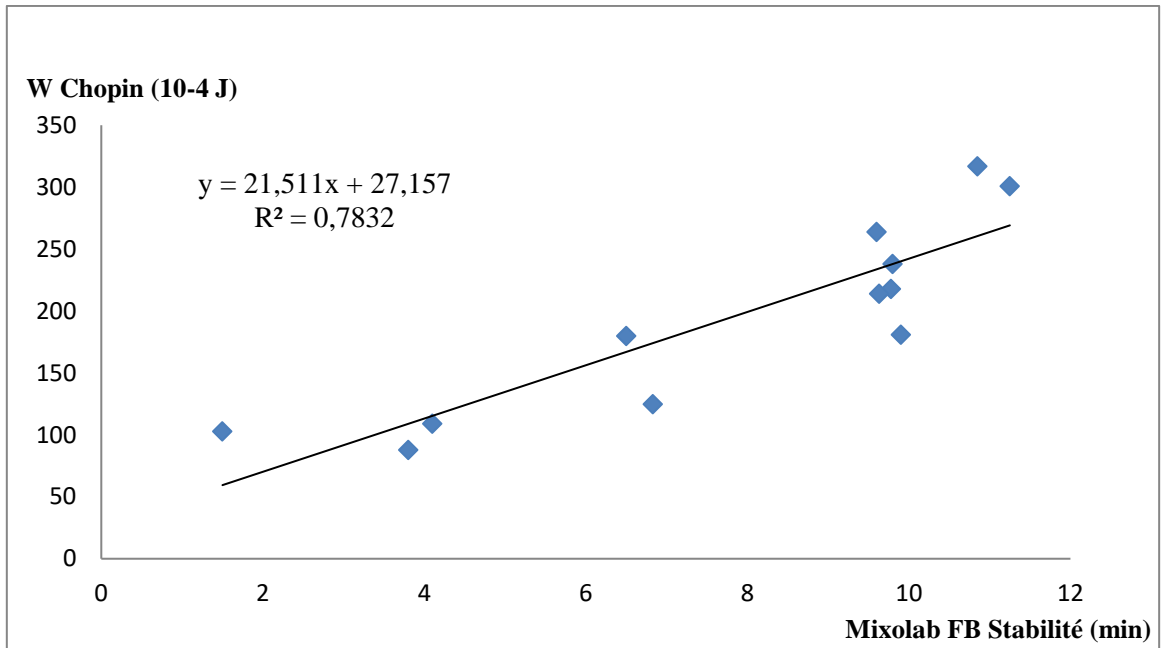


Figure 46 : Graphique du W Chopin en fonction de la stabilité du Mixolab sur farine blanche

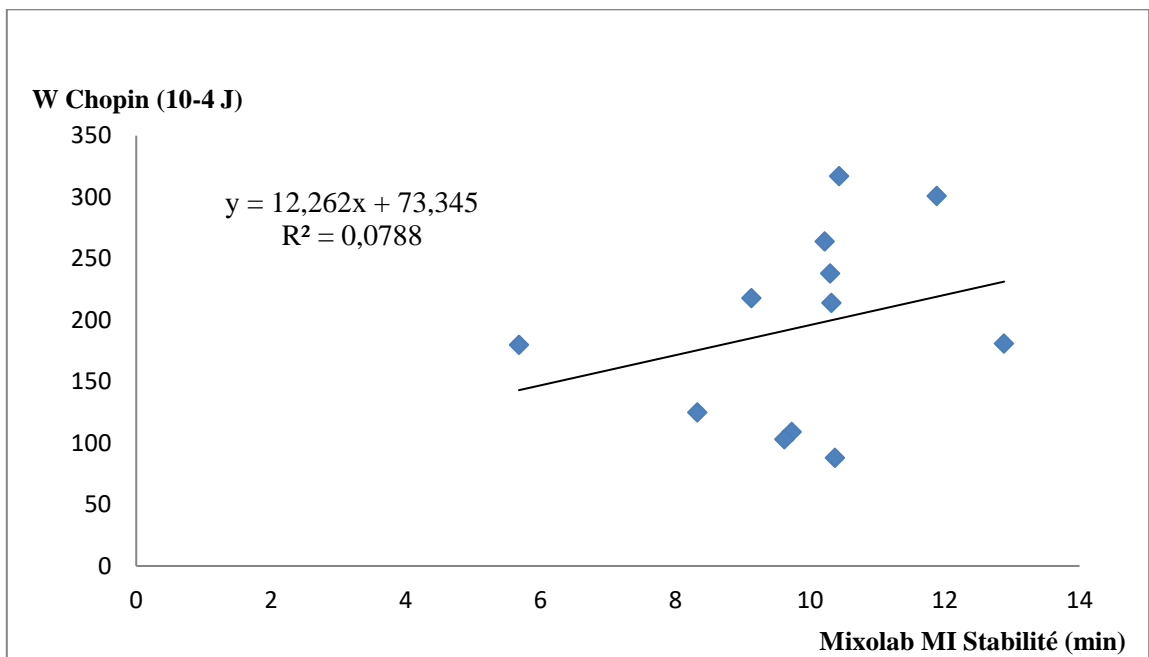


Figure 47 : Graphique du W Chopin sur farine blanche en fonction de la stabilité du Mixolab sur mouture intégrale

Au point de vue activité enzymatique, on constate que le pic de viscosité du RVA est en relation avec le C3 (figures 48 et 49) qui exprime la gélatinisation de l'amidon ($R^2 = 0,77$ pour RVA MI et $0,86$ pour RVA FB).

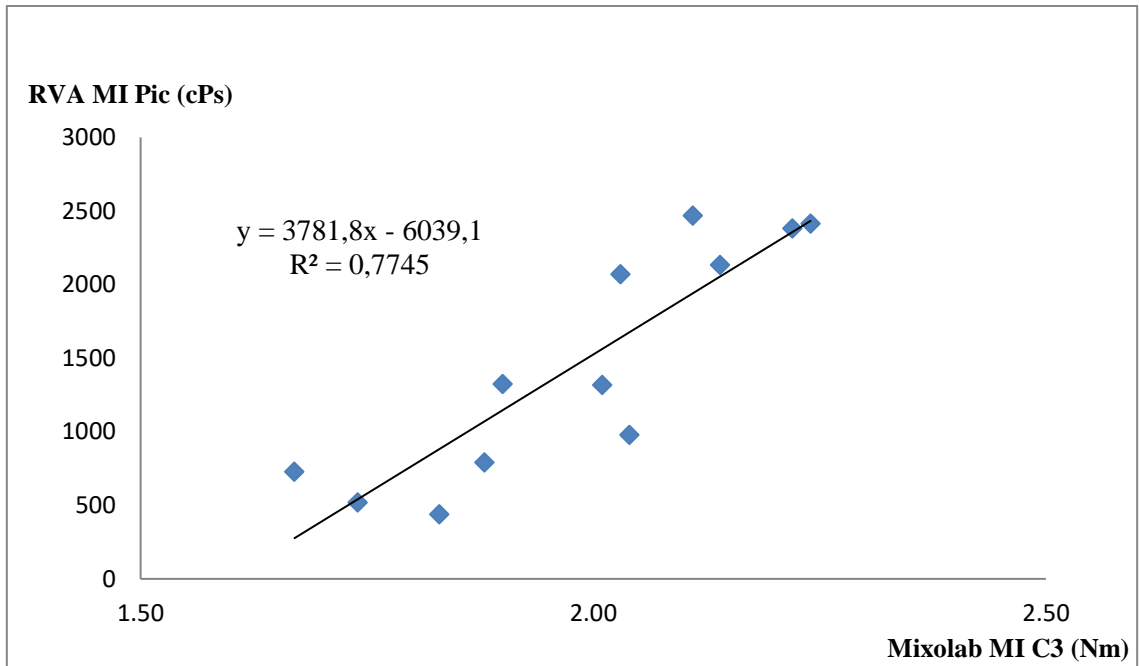


Figure 48 : Graphique du pic au RVA en fonction du C3 du Mixolab sur mouture intégrale

Curieusement, on remarque même une meilleure corrélation entre le pic du RVA sur farine blanche et le C3 sur mouture intégrale que pour une comparaison des 2 tests en mouture intégrale.

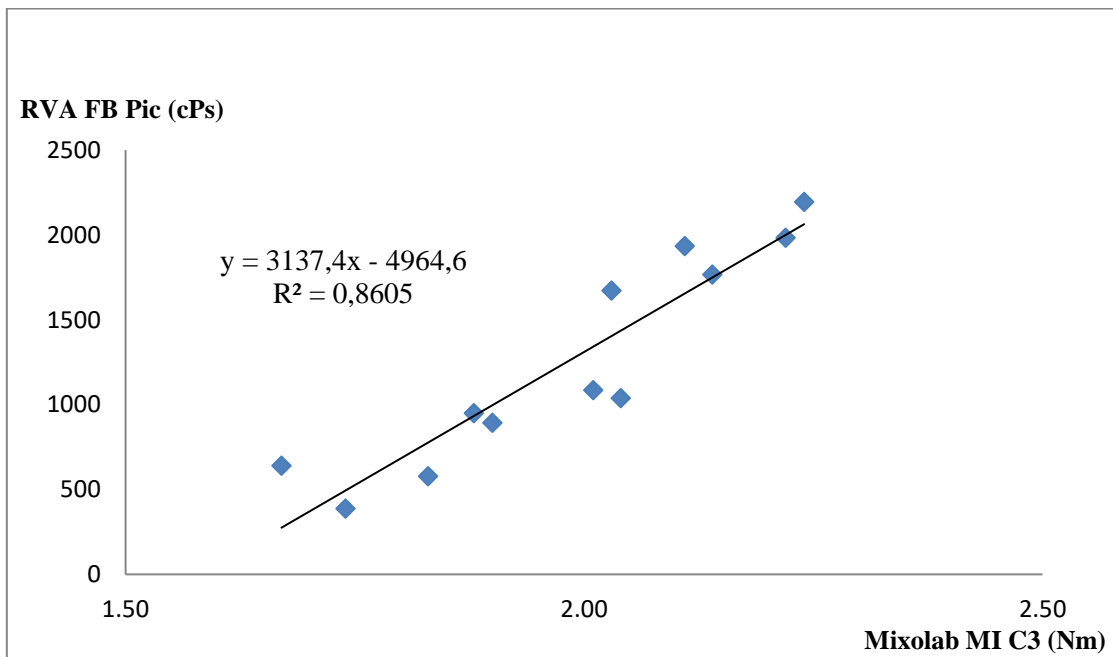


Figure 49 : Graphique du pic au RVA sur farine blanche en fonction du C3 du Mixolab sur mouture intégrale

De même que le Hagberg et la différence entre les pics de viscosité mesurés au RVA sur $AgNO_3$ et sur eau sont en relation avec le C4 qui est fortement influencé par les amylases (figures 50 et 51).

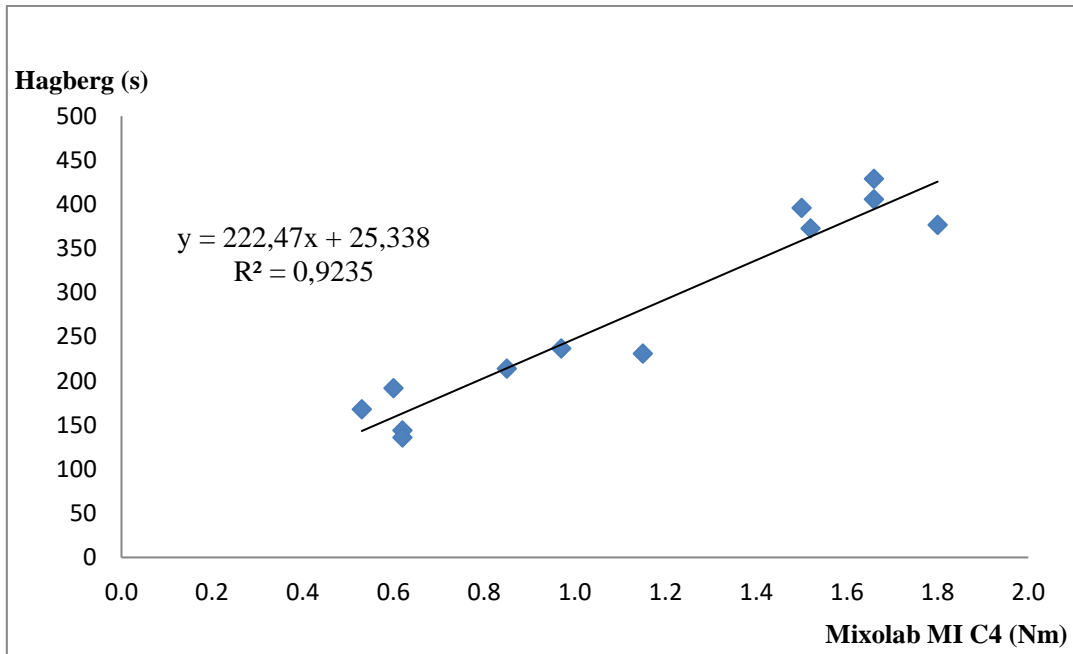


Figure 50 : Graphique du Hagberg en fonction du C4 du Mixolab sur mouture intégrale

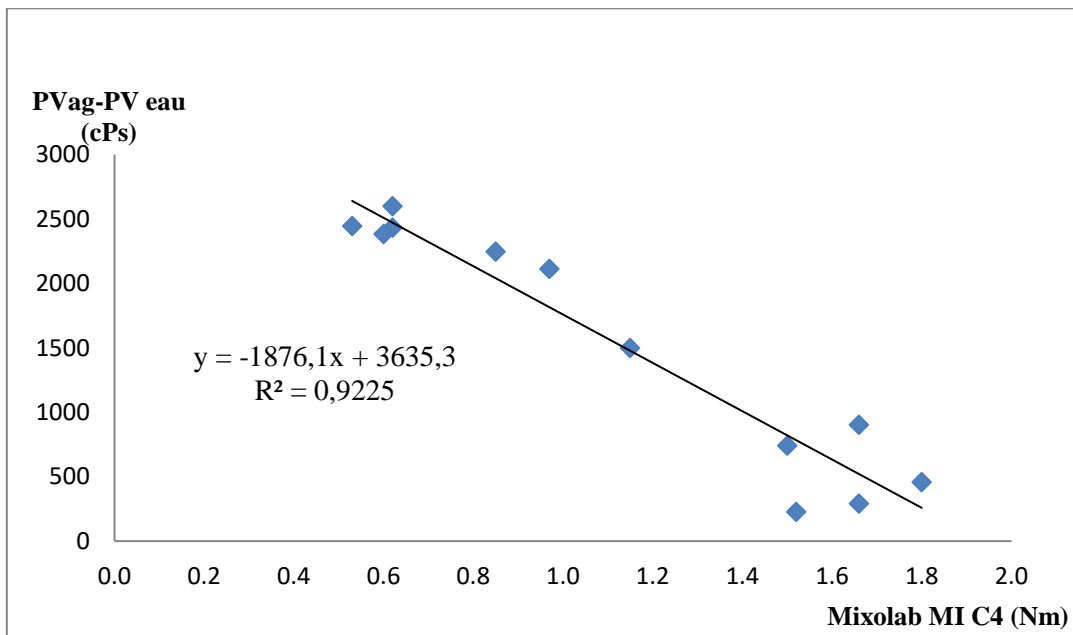


Figure 51 : Graphique du delta des pics de viscosité en fonction du C4 du Mixolab sur mouture intégrale

Le Mixolab profiler permet de traduire les courbes en une série d'indices (de 0 à 9). Il permet aussi de définir un profil type (avec une variation acceptable) compte tenu du produit à fabriquer, du processus de fabrication et de la façon de faire. Graphiquement, on peut vérifier que les profils obtenus satisfont aux exigences attendues pour la fabrication d'un pain de mie ou d'une baguette (exemples donnés par la société Chopin).

Région	Variété	Absorption	Pétrissage	Gluten +	Viscosité	Amylolyse	Rétrogradation
Thines	ROCKYSTART	5	3	6	4	1	3
	LEAR	1	1	5	8	3	5
	ALTIGO	5	5	7	7	2	3
	KWS OZON	8	4	9	5	2	8
	FORTIS	7	5	8	7	1	8
	JULIUS	7	7	8	6	1	0
Fraire	ROCKYSTART	2	2	4	5	2	3
	LEAR	1	1	6	6	1	2
	ALTIGO	5	3	7	7	2	4
	KWS OZON	6	2	9	7	3	8
	FORTIS	1	1	6	8	4	0
	JULIUS	5	2	8	8	2	8

Tableau 15: Indices obtenus sur farine blanche au Mixolab

Au vu du tableau ci-dessus (tableau 15), on constate que l'absorption d'eau et le gluten + (résistance du gluten à la montée en température) sont meilleurs pour Thines. La viscosité est meilleure pour Fraire en général. L'amylolyse qui traduit l'activité enzymatique est moins bonne pour Fraire (indices plus élevés) En ce qui concerne la rétrogradation, on observe une forte différence d'un lieu à l'autre pour les variétés Fortis et Julius.

Au vu des graphiques ci-dessous (figures 52 et 53), on remarque que l'indice de pétrissage est plus élevé pour Thines que pour Fraire. Et comme on l'a constaté dans le tableau ci-dessus (tableau 15), les variétés Fortis et Julius présentent une forte disparité pour leur rétrogradation d'un lieu à l'autre.

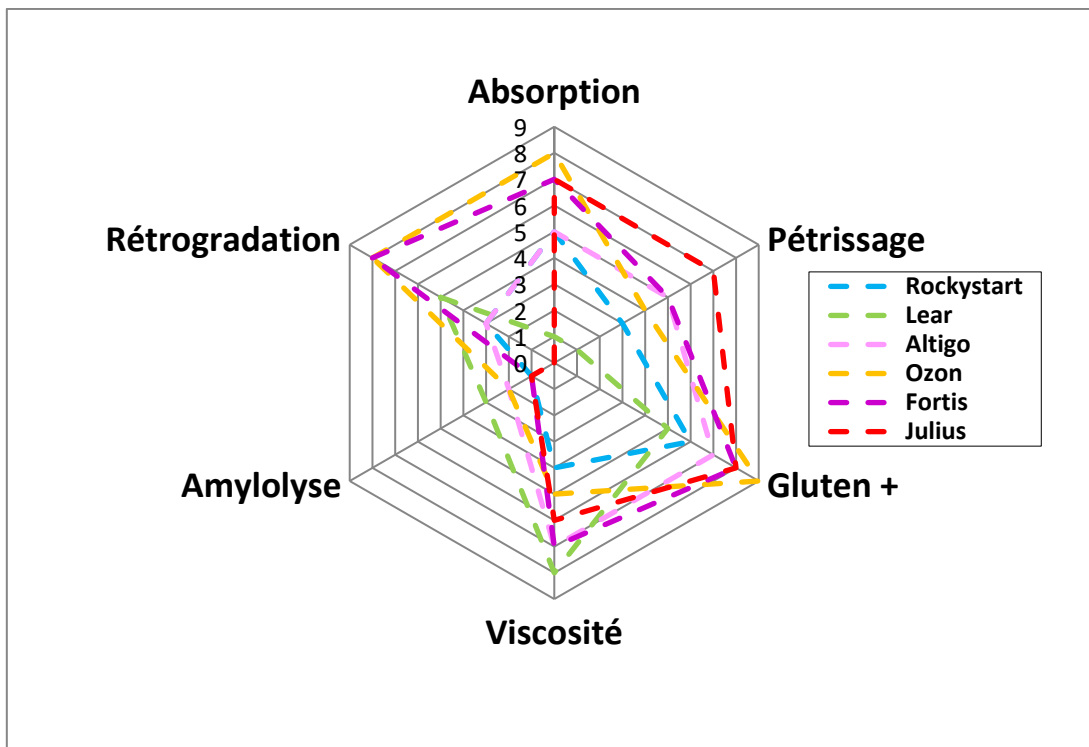


Figure 52 : Mixolab profiler sur farine blanche pour THINES

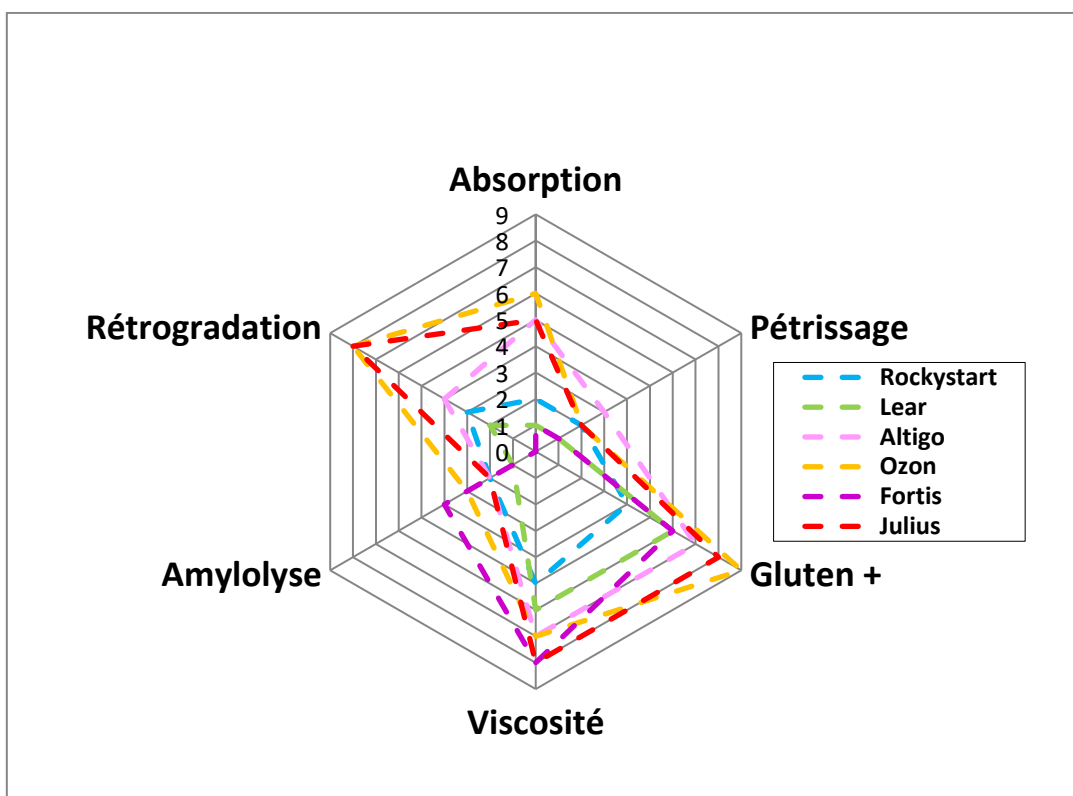


Figure 53 : Mixolab profiler sur farine blanche pour FRAIRE

Si on prend le profil idéal d'une baguette telle que l'a définie Chopin (Chopin, 2011) et qu'on le compare avec les profils des échantillons étudiés, on s'aperçoit qu'aucune variété des régions Thines et Fraire ne conviendrait pour la fabrication d'une baguette de ce type (tableaux 16 et 17).

Variété	Absorption	Pétrissage	Gluten +	Viscosité	Amylolyse	Rétrogradation
Min V Baguette	3	3	6	7	5	2
Max V Baguette	5	5	7	8	7	4
Rockstart T	5	3	6	4	1	3
Lear T	1	1	5	8	3	5
Altigo T	5	5	7	7	2	3
Ozon T	8	4	9	5	2	8
Fortis T	7	5	8	7	1	8
Julius T	7	7	8	6	1	0

Tableau 16: Comparaison des indices pour Thines par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer une baguette

Variété	Absorption	Pétrissage	Gluten +	Viscosité	Amylolyse	Rétrogradation
Min V Baguette	3	3	6	7	5	2
Max V Baguette	5	5	7	8	7	4
Rockstart F	2	2	4	5	2	3
Lear F	1	1	6	6	1	2
Altigo F	5	3	7	7	2	4
Ozon F	6	2	9	7	3	8
Fortis F	1	1	6	8	4	0
Julius F	5	2	8	8	2	8

Tableau 17: Comparaison des indices pour Fraire par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer une baguette

La variété Altigo est la variété qui s'approche le plus des exigences attendues pour fabriquer cette baguette aussi bien à Thines qu'à Fraire car seul l'indice d'amylolyse (fortement dépendant des activités enzymatiques liées à l'année de récolte) ne correspond pas.

Voici les profils obtenus (figures 54 et 55) :

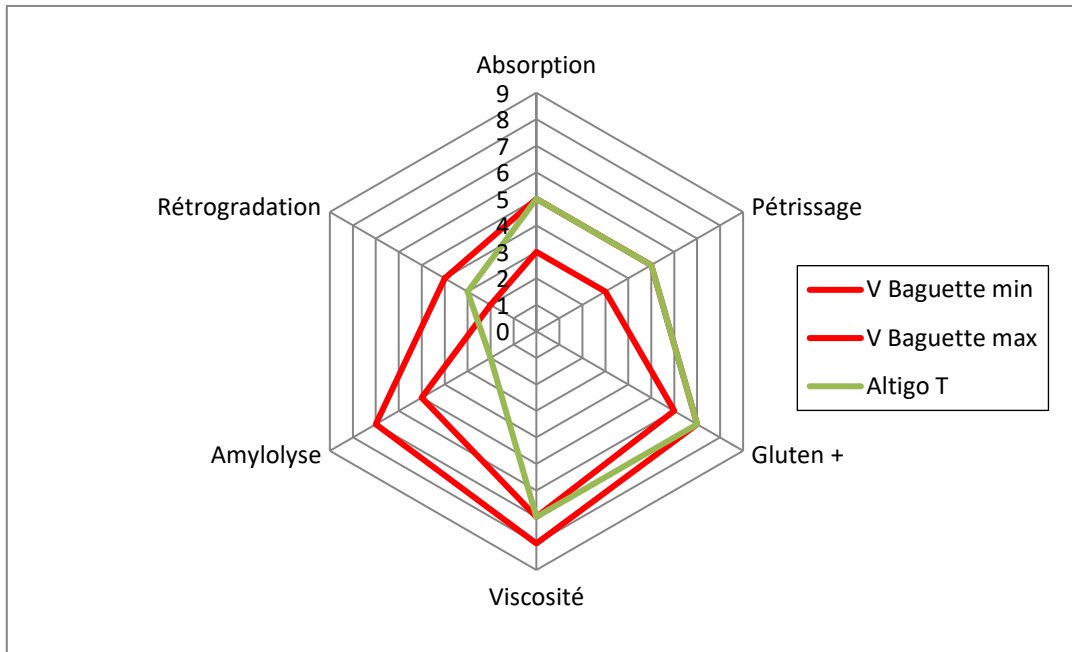


Figure 54 : Profil d'Altigo (Thines) en comparaison avec les profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'une baguette

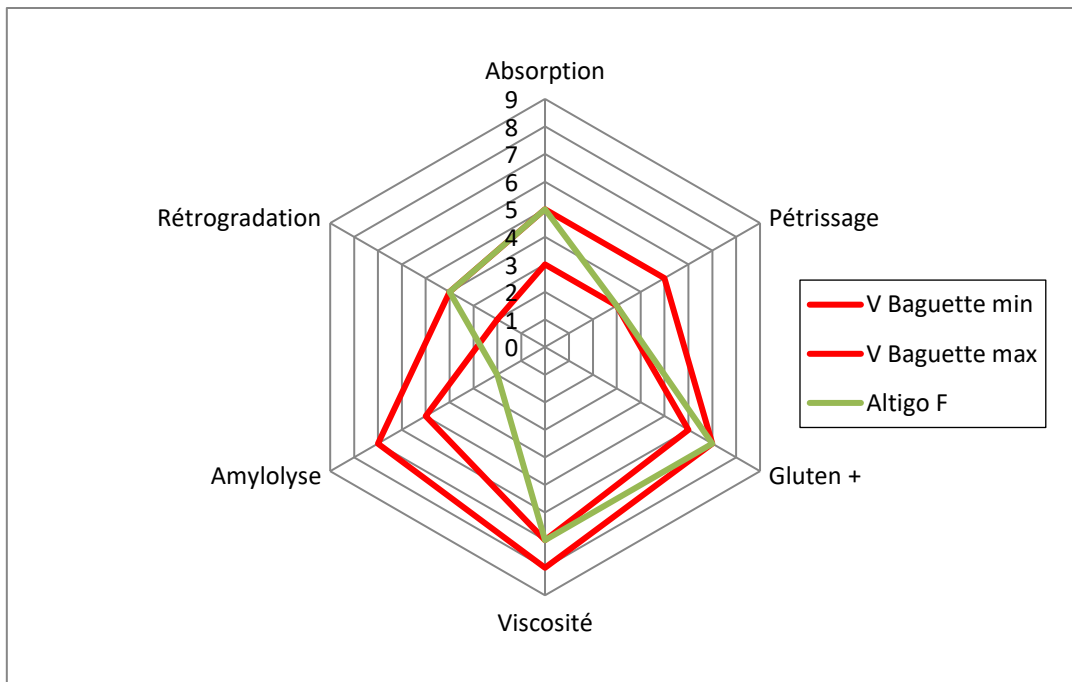


Figure 55 : Profil d'Altigo (Fraire) en comparaison avec les profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'une baguette

En revanche, la variété Julius de Thines ne correspond absolument pas au profil requis pour une baguette (Chopin, 2011) (figure 56).

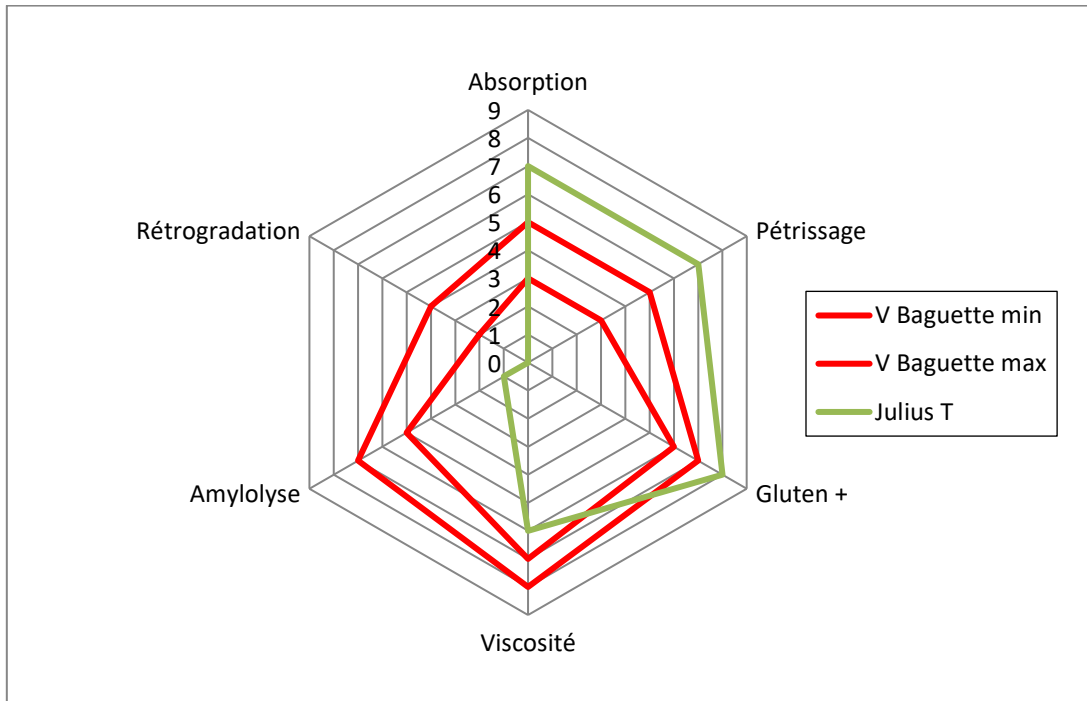


Figure 56 : Profil de Julius (Thines) en comparaison avec les profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'une baguette

Si maintenant on prend le profil d'un pain de mie (Chopin, 2011) et qu'on le compare avec les profils des échantillons étudiés, on s'aperçoit que comme pour la réalisation d'une baguette, aucune variété des régions Thines et Fraire ne conviendrait pour la fabrication de ce dernier (tableaux 18 et 19).

Variété	Absorption	Pétrissage	Gluten +	Viscosité	Amylolyse	Rétrogradation
Min V pain	5	4	4	3	6	5
Max V pain	7	6	6	6	7	7
Rockstart T	5	3	6	4	1	3
Lear T	1	1	5	8	3	5
Altigo T	5	5	7	7	2	3
Ozon T	8	4	9	5	2	8
Fortis T	7	5	8	7	1	8
Julius T	7	7	8	6	1	0

Tableau 18: Comparaison des indices pour Thines par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer un pain de mie

Variété	Absorption	Pétrissage	Gluten +	Viscosité	Amylolyse	Rétrogradation
Min V pain	5	4	4	3	6	5
Max V pain	7	6	6	6	7	7
Rockstart F	2	2	4	5	2	3
Lear F	1	1	6	6	1	2
Altigo F	5	3	7	7	2	4
Ozon F	6	2	9	7	3	8
Fortis F	1	1	6	8	4	0
Julius F	5	2	8	8	2	8

Tableau 19: Comparaison des indices pour Fraire par rapport aux indices correspondants aux exigences attendues pour fabriquer un pain de mie

Pour la fabrication d'un pain de mie, on remarque qu'aucune des variétés ne se rapproche des exigences attendues. Les variétés Altigo, Ozon et Julius de Fraire sont les variétés qui répondent le moins aux exigences (figure 57).

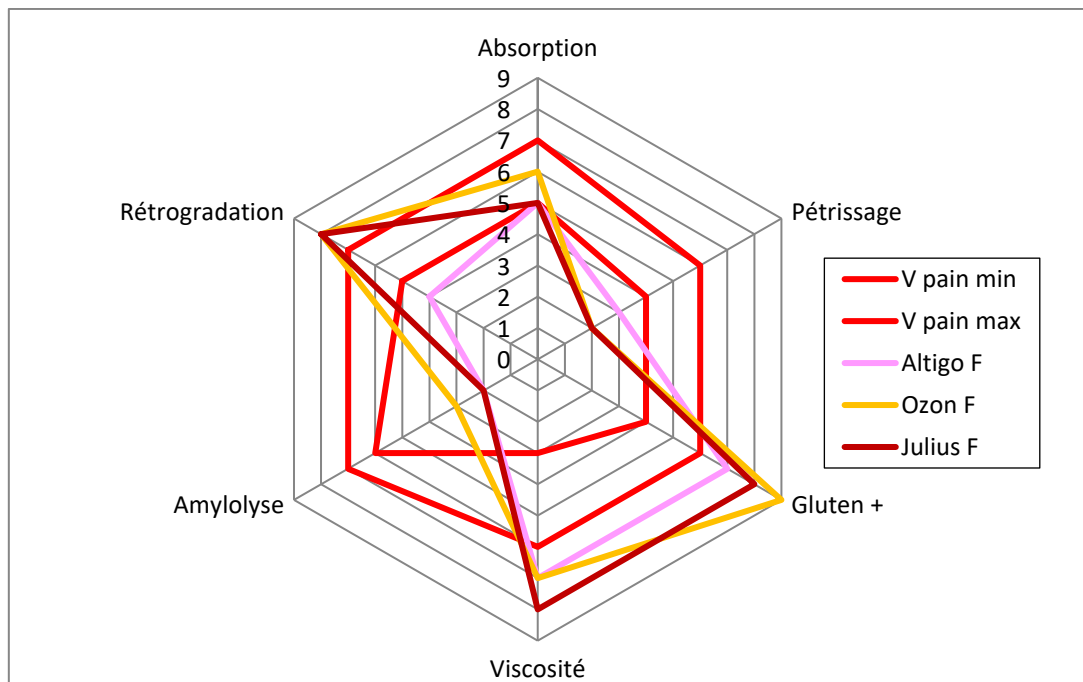


Figure 57 : Profils des variétés Altigo, Ozon et Julius de Fraire comparés aux profils correspondants aux exigences pour la fabrication d'un pain de mie

9 Discussion

Au cours de ce travail, nous avons pu nous familiariser avec les méthodes d'analyses habituellement utilisées pour évaluer la qualité des blés à la réception telles que prévues par le barème Synagra qui régit les transactions entre les agriculteurs et les négociants-stockeurs. Nous avons également pu recouper et compléter ces critères en utilisant des méthodes plus complexes faisant appel à la rhéologie des pâtes (Alvéographe Chopin, Mixolab Chopin), à la viscosité de solutions diluées de farine (Rapid Visco Analyser), à la séparation du gluten.

A l'issue de ce travail, on peut avancer les constatations et conclusions suivantes :

- La disparité observée entre les échantillons d'une même variété et cultivés en des lieux différents a été confirmée sur base des tests utilisés habituellement dans les relations entre les agriculteurs et le négoce.
- Le rapport Zélény/protéines, habituellement caractéristique d'une variété, doit être reconsidéré compte tenu de son caractère variable observé particulièrement sur des blés de la récolte 2011.
- Malgré la disparité des indices de Zélény, la corrélation avec le W-Chopin a été confirmée.
- Les relations observées entre teneur en protéines - teneur en gluten humide et protéines - gluten index montrent que la teneur en protéines reste un bon estimateur des quantités et propriétés du gluten. Cette teneur en protéines ne préjuge cependant pas de la formation et de l'agglomération du gluten. Seul le test au Glutomatic permet de vérifier que le gluten va s'agglomérer correctement et que la séparation gluten/amidon sera optimale. Ceci est particulièrement

important pour l'amidonnerie-glutennerie et pour l'industrie du bioéthanol qui prévoit une séparation gluten/amidon.

- Les valeurs de nombre de chute de Hagberg ont été confirmées par le Rapid Visco Analyser basé sur un double protocole eau/AgNO₃. Le recours à cette méthode permet cependant de mieux expliquer une faible valeur de Hagberg. La différence entre les pics de viscosité eau et AgNO₃ est spécifiquement liée à l'activité amylasique. Ce double protocole permet de mettre en évidence des variétés qui affichent des faibles valeurs de Hagberg sans pour autant présenter de problèmes au niveau de l'activité enzymatique (cas de la variété Lear).
- Le Mixolab Chopin présente l'avantage d'être le seul instrument de mesure de la rhéologie des pâtes obtenues tant à partir de moutures intégrales que de farines blanches. Ceci permet d'en faire un outil de choix pour toute la filière y compris pour les sélectionneurs qui, aux stades précoces de la sélection, ne disposent que de peu de matériel. Le travail sur farines blanches présente l'avantage de mieux coller aux utilisateurs finaux mais présente l'inconvénient de l'utilisation de moulins d'essais (ou industriels) qui à chaque fois conduisent à des farines particulières selon le type de moulin et/ou selon le diagramme de mouture. Le Mixolab présente l'avantage d'examiner simultanément la qualité du réseau protéique, le comportement de l'amidon lui-même influencé par les activités amylasiques. Les mesures Mixolab effectuées sur farines blanches montrent de bonnes corrélations entre le Zélény et la stabilité, le W Chopin et la stabilité. Les mesures Mixolab effectuées sur moutures intégrales montrent de bonnes corrélations entre le C3 du Mixolab et le pic mesuré au RVA tant sur moutures intégrales que sur farines blanches. Des corrélations sont aussi observées entre le C4 et le Hagberg et par corolaire entre le C4 et la différence entre les pics mesurés dans l'eau et dans l'AgNO₃.
- Le programme Profiler traduit la courbe Mixolab obtenue sur farine blanche en indices et permet de définir une zone cible en fonction des utilisations et des processus. Cet outil peut s'adresser aux meuniers dans le cadre de leurs relations avec les industries d'aval mais peut aussi être utilisé par les négociants-stockeurs pour un meilleur approvisionnement de leurs clients (meuniers, amidonnerie, éthanoliers). Il faut cependant prendre le temps de construire un référentiel adapté à chaque type de clients.

Ces observations reposent sur un nombre limité d'échantillons récoltés en 2011. Elles devraient être confortées par un plus grand nombre d'échantillons récoltés sur plusieurs années de culture. Malgré le caractère particulier de la récolte 2011, les relations entre critères ont pu être vérifiées.

10 Conclusion générale

Au terme de ce travail, on peut tirer les conclusions suivantes :

- La disparité des blés récoltés en 2011 a été confirmée;
- Les critères utilisés dans le cadre des relations agriculture – négoce ne sont pas mis à mal étant les corrélations trouvées avec des critères plus complexes;
- Le rapport Zélény/protéines est moins caractéristique d'une variété par rapport aux autres années;
- Si la teneur en protéines permet bien d'estimer le rendement en gluten et le gluten index, ceci n'est valable que si le gluten se forme correctement. Le test au glutomatic ou un test d'agrégation manuelle du gluten restent les seules méthodes d'évaluation de la capacité du gluten à se former.
- Pour l'estimation de l'activité amylasique, le nombre de chute de Hagberg garde sa pertinence. Toutefois, le recours au double protocole RVA (eau et AgNO₃) permet de mieux comprendre la part liée aux propriétés intrinsèques de l'amidon et la part liée aux enzymes. Certaines variétés pourraient afficher de faibles valeurs de Hagberg tout en ne présentant d'excès d'activité amylasique.
- En prévoyant de travailler sur moutures intégrales et sur farines blanches, le Mixolab Chopin ouvre de belles perspectives d'utilisation au sein de l'ensemble de la filière céréalière. Il faut cependant affiner la construction d'un référentiel Mixolab en fonction des utilisations des blés.

11 Bibliographie

11.1 Articles, ouvrages et travaux de fin d'études

AFNOR, 1986. Céréales et produits céréaliers. Recueil des normes françaises. AFNOR, France, 264p.

AFNOR, 2007. Norme NF ISO 5529. AFNOR, France.

Chopin, 2011. Mixolab Profiler. A dedicated tool for quality control.

FEILLET P., Mars 2000. Le grain de blé, composition et utilisation. INRA éditions, Paris, 308p.

GATE P., 1995. Ecophysiologie du blé. Lavoisier éditions, Paris, 429p.

GATE P., GIBAN M., BLONDLOT A., BRAUN P., COULEAUD G., JOUY L., LAURENT F., LUTTON A., VIGNIER L., 2003. Stades du blé. Institut du végétal, Arvalis, Paris, 68p.

GERARD A., 1997. Appréciation de la valeur boulangère de différentes variétés de blé d'hiver. TFE, Huy-Gembloux-Verviers.

GODON G., LOISEL W., 1984. Guide pratique d'analyses dans les industries des céréales. Techniques et documentations Lavoisier, Paris, 685p.

GRAHAM B. CROSBIE and ANDREX S. ROSS, 2007. The RVA Handbook. AACC international, 152p.

HURET S., 2000. Evaluation de méthodes visant à étudier l'activité alpha-amylasique des blés à la récolte. TFE, Huy-Gembloux.

ISO 16634-2, 2009. Produits alimentaires – Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes – Partie 2 : Céréales, légumineuses et produits céréaliers de mouture, Norme-International Standard Organisation, 26p.

ISO 712, 2009. Céréales et produits céréaliers – Détermination de la teneur en eau – Méthode de référence, Norme-International Standard Organisation, 17p.

ISO 7971-3, 2009. Céréales – Détermination de la masse volumique, dite masse à l'hectolitre – Partie 3 : Méthode pratique. Norme-International Standard Organisation, 14p.

Laboratoire d'applications Chopin, 2009. Manuel d'applications Mixolab. Chopin technologies, France, 79p

MOURANCHE A. et COSTES C., 1985. Hydrolases et dépolymérasés. Gauthier-Villars, Paris, 359p.

SEUTIN B., VANCUTSEM F., COUVREUR C., HERMAN J.-L., SINNAEVE G., GOFFLOT S., MASSAUX C., SINDIC M., JACQUEMIN G., DE PROFT M., GOFFART J.-P., BODSON B. (2011). Froment d'hiver : variétés. Livre Blanc, Céréales-Gembloux, Informations avant les semis. ULg Gembloux Agro Biotech et CRA-W, Septembre 2011, pp 2/2 – 2/20, Gembloux.

SINNAEVE G., 2001a. Le nombre de chute de Hagberg n'est pas une méthode absolue pour la classification des blés destinés à la boulangerie. Thèse annexe. Doct. Sci. Agron. Fac. Univ. Sci. Agro, Gembloux, 21p.

SYNAGRA, 2011. Normes de réception des céréales, oléagineux et protéagineux livrées par les producteurs au négoce-collecteur. Récolte 2011. Syndicat national du commerce des céréales et autres produits agricoles, Bruxelles.

TALLIEU E., 2010. Contribution à l'étude des propriétés fermentaires des farines de froment. TFE, Huy-Gembloux, 108p.

11.2 Brochures et revues

CRA-W CENTRE WALLON DE RECHERCHES AGRONOMIQUES, Excellence scientifique et utilité sociale, 2010. Rapport d'activité 2009/2010. CRA-W, Gembloux.

DE PROFT M. et BODSON B., 2010 et 2011. Livre blanc, céréales. CRA-W, DGO 3, SPW, ULg, Gembloux agro bio tech.

SINNAEVE G., OGER R., ANCEAU C., GOFFAUX M.-J., DARDENNE P., 2003. Qualité du Froment d'hiver en région wallonne. REQUASUD, Gembloux.

11.3 Fiches et documents de la société

SINNAEVE G., 2010. Procédures d'analyse des différentes mesures. CRA-W, Gembloux.

SINNAEVE G., GOFFLOT S., DEVOS A., GOFFIN S., LAROUILLERE M., MOUHIB M., 2007. Formation-Qualité des farines_FR. Power Point, CRA-W, Gembloux.

SINNAEVE G., PARIDAENS A.-M., DEVOS A., LAROUILLERE M., VAES J.-M., 2007. Formation qualité des farines. CRA-W, Gembloux.

11.4 Personnes ressources

M. El Hour M.

M. Gofflot S.

M. Sinnaeve G.

11.5 Cours

Biochimie 2 TGA (M. El Hour, Institut Supérieur Industriel Huy)

Enzymologie 3TGA (A. Paris, Institut Supérieur Industriel Huy)

Production végétale et défense des végétaux (J. Delvaux, Institut Supérieur Industriel Huy)

11.6 Sites internet

DOUBLIER J-L., 2009. Rappels sur les amidons et la farine de blé. INRA, pdf, Nantes, consulté le 5 avril 2012.

http://environnement.ecole.free.fr/ble_au_pain.htm, consulté le 5 mars 2012.

<http://fbabou.files.wordpress.com/2010/02/principe-kjeldahl.pdf> , consulté le 10 mai 2012.

<http://fbabou.files.wordpress.com/2010/02/principe-kjeldahl.pdf> , consulté le 12 mai 2012.

<http://fitogest.imagelinenetwork.com/dettagliopa.cfm?idpa=6> , consulté le 19 avril 2012.

<http://fr.wikipedia.org/wiki/B1%C3%A9> , consulté le 24 février 2012.

http://fr.wikipedia.org/wiki/Inhibiteur_enzymatique , consulté le 18 avril 2012.

http://julientap.free.fr/travail_fichiers/les_amidons.pdf , consulté le 5 avril 2012.

<http://labocgac.com/1-indice-de-sedimentation-zeleny-p27.html> , consulté le 5 avril 2012.

<http://users.coditel.net/travelingirl/> , consulté le 14 mai 2012.

<http://www.agrireseau.qc.ca/agriculturebiologique/documents/Indice%20de%20chute.PDF> , consulté le 5 avril 2012.

<http://www.concereal.es/node/14> , consulté le 19 avril 2012.

<http://www.metiers-alimentation.ac-versailles.fr/spip.php?article107>, publication de Serge Raynaud, consulté le 29 février 2012.

<http://www.pharmacorama.com/ezine/acide-abcsissique-cytokine-humaine.php> , consulté le 19 avril 2012.

<http://www.snv.jussieu.fr/vie/dossiers/bleaupain/ble/01ble.htm> , consulté le 2 mai 2012.

Larousse.fr, dictionnaire en ligne, 2012.

SensAgent, dictionnaire en ligne, 2012.

Site de l'APAQ-W, consulté le 2 mai 2012.

Site du CRA-W, consulté le 11 février 2012.

12 Annexes

12.1 Annexe 1 : Tableau des unités et abréviations

Unités	Abréviations	Significations
Centimètre	L	Extensibilité
Pourcentage	GH	Gluten humide
Pourcentage	GI	Gluten index
Gramme	GS	Gluten sec
Seconde	Hag	Hagberg
kilogramme/hectolitre	PHL	Poids à l'hectolitre
Millimètre d'eau	P	Pression
	PIR	Proche Infrarouge
Pourcentage	MPT	Teneur en protéines
10-4 Joule	W	Travail de déformation
Centipoise	cPs ou cPo ou cP	Unité de la viscosité (dynamique)
Newton.mètre	Nm	Unité du couple (force)
Millilitre	Zel	Zélény
	MI	Mouture intégrale
	FB	Farine blanche
	RPM	Tours par minute
	PIR	Proche infrarouge

12.2 Annexe 2 : Définitions utiles

1) Gélification :

Transformation en un gel.

2) Viscosité dynamique :

Propriété de résistance à l'écoulement uniforme et sans turbulence se produisant dans la masse d'une matière. L'unité de mesure de la viscosité est le Pascal.seconde (Pa.s) ou Poiseuille (Pi). L'ancienne unité est le Centipoise (cPo).

3) Turbulence :

Transferts de matière dans des directions différentes.

4) Panifiable :

Dont on peut faire du pain.

5) Fourragère :

Se dit d'une plante qu'on utilise comme fourrage (alimentation pour bétail).

6) Dormance :

Inactivité biologique, se traduisant par l'arrêt momentané du développement (qui caractérise les graines).

7) Levée de dormance :

Fin de la situation de dormance.

8) Mouture :

Opération qui consiste à réduire en farines des grains de céréales.

9) Rhéologie :

Branche de la mécanique qui étudie les rapports entre la viscosité, la plasticité et l'élasticité de la matière, ainsi que le comportement de celle-ci sous l'influence des pressions. La rhéologie est la science qui étudie les déformations et l'écoulement de la matière.

10) Rétrogradation :

La rétrogradation est un mouvement qui s'effectue dans le sens inverse du mouvement naturel lors de l'observation du mouvement apparent.

11) Alvéole :

Cavité creuse.

12) Farine forte :

Farine ayant un taux protéique (gluten) élevé. Celle-ci est utilisée pour la fabrication de pain.

13) Farine faible :

Farine ayant un faible taux protéique (<10%). Celle-ci est utilisée pour la fabrication de pâtisseries.

14) Dextrines :

Les dextrines sont des chaînes de D-glucose liées par des liaisons osidiques.

15) Couple :

Résistance à la rotation (au pétrissage).

16) Mycotoxine :

Les céréales et les aliments peuvent être contaminés par des champignons. Les plus connus sont : *Aspergillus*, *Penicillium* et *Fusarium*. Ce sont des espèces fongiques toxigènes. Ce terme désigne une espèce fongique dont certaines souches peuvent produire, dans certaines conditions, un ou plusieurs métabolites appelés mycotoxines (parfois toxiques pour l'homme et l'animal).

12.3 Annexe 3 : Définitions de chimie / Physique

1) Liaison ionique :

Attraction électrostatique entre deux ions de charge opposée.

Exemple : Liaison entre NH_3^+ et O^-

2) Liaison hydrophobe :

Liaison entre deux molécules non polaire.

Exemple : Liaison $\text{CH}_3\text{-CH}_3$

3) Pont hydrogène :

Liaison entre un atome d'hydrogène et un atome très électronégatif.

Exemple : Liaison pour la molécule NH_2

4) Liaison peptidique :

Liaison entre une fonction amine et un acide carboxylique.

5) Pont disulfure :

Liaison qui réunit les fonctions thiol de deux cystéines pour former ainsi une cystine.

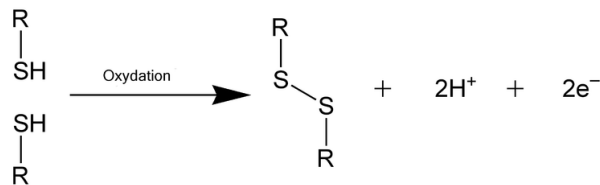


Figure 58 : Formation d'un pont disulfure (Wikipédia)

6) Catalyseur :

Élément qui permet l'accélération des réactions chimiques.

7) Constante diélectrique ou permittivité :

La permittivité ϵ d'un matériau est le rapport D/E du déplacement électrique (aussi appelé *excitation électrique*) D (en coulombs par mètre carré) et de l'intensité du champ électrique E (en volts par mètre).

12.4 Annexe 4 : Informations sur la mouture

Mouture Zélény : Farine Blanche.

Mouture Intégrale : Tout le grain est broyé sans séparation de ses enveloppes.

Mouture CD1 :



Figure 59 : Broyeur CD1 (photo personnelle)

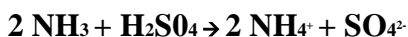
- 1) Les grains entre par l'alimentation (1) et passent au travers d'un système de deux cylindres cannelés.
- 2) Les grains de blé sont broyés et réduits
- 3) Les « réductions » arrivent à un système de tamis qui éjecte les grosses particules (enveloppe du grain). Ces grosses particules qui forment le son (gros son) sont recueillies au point (2).
- 4) Le reste des particules traversent le tamis.
- 5) La partie droite du tamis laisse passer des particules plus épaisses. Ces particules forment la semoule, recueillie au point (3).
- 6) La partie gauche du tamis laisse passer la farine, recueillie au point (4).
- 7) Afin d'obtenir plus de farine blanche, la semoule est reprise et passe au convertissage par l'alimentation (5).

- 8) La semoule, alors passée au travers d'un système de cylindres lisses, arrive dans un système de tamis qui éjecte le son fin (rebulet) au point (7).
- 9) Tandis que la farine, elle, passe au travers du tamis pour arriver au point (6).

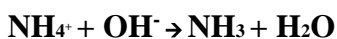
12.5 Annexe 5 : Méthode Kjeldahl

Dans un produit (céréales, lait, etc.) l'azote peut se trouver sous forme minérale et organique (protéines, phospho-amino-lipides...). Pour le doser dans sa totalité, il faut détruire les composés organiques de manière à obtenir tout l'azote sous une même forme : minérale.

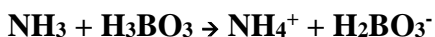
L'azote présent sera minéralisé au moyen d'acide sulfurique en présence de K_2SO_4 et $CuSO_4$ (catalyseurs). L'azote sera alors transformé en ion NH_4^+ :



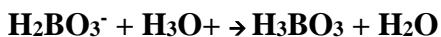
Après, grâce à la présence de soude caustique (NaOH), une distillation va permettre la transformation de NH_4^+ en NH_3 :



Ensuite, les vapeurs ammoniacales, condensées dans le circuit de distillation, vont reprendre leur forme acide en présence d'acide borique (acide faible de formule H_3BO_3).



Le titrage direct de l'acide borique se fait à l'aide de HCl (acide fort). L'acide fort en excès sera alors dosé.



(<http://fbabou.files.wordpress.com/2010/02/principe-kjeldahl.pdf>)

12.6 Annexe 6 : Alvéogrammes et légende

L ou G = gonflement de la bulle ou extensibilité (en cm) (Dans le temps, mm de papier qui défilait).

W = surface ou travail de déformation (en 10^{-4} joule)

P = pression ou résistance maximale (en mm d'eau) (Dans le temps, contre-pression donnée par une colonne d'eau).

P₂₀₀ = pression après injection de 200 cm³ d'air (en mm d'eau)

Ie = P₂₀₀/P (%) (Indice d'élasticité)

12.7 Annexe 7 : Barème Synagra

12.8 Annexe 8 : Carte de l'origine des échantillons



<http://users.coditel.net/travelingirl/>