
IMPACT DE LA VARIABILITE DES COMPOSANTS MINEURS DE L'ALBUMEN DU GRAIN SUR LA QUALITE TECHNOLOGIQUE DU BLE TENDRE

Thèse soutenue par Laura REZETTE

Le 22 novembre 2024



Sous l'encadrement de Luc SAULNIER, Guy DELLA VALLE et Sophie LE GALL

*Je marche d'un pas lent,
mais je ne recule jamais*

- Abraham Lincoln

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, j'aimerais remercier les membres de mon jury qui ont accepté d'examiner ce travail de trois années et pour les échanges que nous avons eus au cours de la soutenance. Merci à Vanessa Jury d'avoir endossé le rôle de présidente de jury. Merci à Jacques Le Gouis et Christophe Courtin, mes rapporteurs, pour leur lecture attentive, leurs retours éclairés, ainsi que pour avoir permis à cette thèse de voir son épilogue. Un grand merci également à Laurent Linossier et Cassandre Leverrier pour leur présence et leurs contributions en tant que membres du jury.

Un immense merci à mes encadrants : Luc Saulnier, Guy Della Valle, et Sophie Le Gall. C'est grâce à votre bienveillance, vos conseils avisés, vos connaissances précieuses, votre disponibilité et, surtout, votre confiance en moi que ce travail a pu être mené à bien. Luc, merci pour les longues discussions passionnées autour de la thèse, puis autour du vent, puis de nouveau autour de la thèse... et pour m'avoir remotivée les jours qui me semblaient non productifs. Sophie, merci pour ton inépuisable bonne humeur, les fous rires, et pour ton écoute lors des moments de questionnements existentiels. Guy, merci pour tes mots qui ont su arriver à de justes moments (presque autant que tes vanes). Un grand merci également à Kamal Kansou, encadrant de l'ombre, sans qui je n'aurai pu faire parler les données de ce projet aussi justement, ainsi que pour ses relectures méticuleuses, indispensables pour donner du sens à tous les écrits de ce travail.

Je souhaite également remercier les membres de mon Comité de Suivi Individuel : Marie-Hélène Morel, Alain Lebail et Catherine Grand-Ravel, qui ont suivi les grandes étapes de mon travail et m'ont permis de le poursuivre avec de précieux conseils.

Je suis infiniment reconnaissante envers toutes les personnes qui m'ont aidée à réaliser les nombreuses analyses pour ce travail, et qui ont également contribué à créer un environnement de travail convivial. Merci à Pascale Millart d'avoir pris en charge une partie de mes analyses pendant mon arrêt de travail (sans doute le début de ma réputation de chat noir), et qui a été une collègue en or dès mes débuts. Merci à Bérengère Marais, qui a pris le relais des analyses sur la deuxième campagne de récolte, malgré les caprices de lampe UV à Ellips ! Merci à Loric Thoulouze pour ta patience et ton aide avec les analyses d'empreintes enzymatiques. Même si nous n'avons pas exploité les données, nous avons fini par dompter l'UPLC à coups de post-it encourageants. Merci à Thomas De-Lise-Braga pour avoir couru dans tout BIA pour finaliser les analyses de la deuxième campagne de récolte. Merci à Loïc Foucat pour l'initiation à la relaxométrie RMN, et à Catherine Deborde pour avoir pris le relais avec tant de disponibilité (et pour être la meilleure catsitter du labo !). Merci à Laurent Chaunier et Denis Lourdin pour leur conseils et leur accompagnement sur les analyses de rhéologie, et merci à Mathieu Fanuel et pour avoir pris le temps de m'accompagner sur des pistes d'analyses. Mes remerciements s'adressent aussi à Didier Marion et Michelle Viau pour leur aide sur l'analyse des lipides, et à Alice Kermarrec pour avoir assuré la relève.

Je tiens à remercier l'ensemble des partenaires du projet Evagrain, pour le partage de leurs données essentielles à ce travail, mais aussi pour les échanges enrichissants autour du blé et de la panification.

Pour finir, je souhaite remercier l'ensemble mes co-doctorants qui m'ont sans nul doute permis d'aller au bout de cette thèse, et qui comprennent mieux que quiconque les montagnes russes qu'elle implique. Merci à Camille Costes pour m'avoir écoutée râler mille fois (c'était donnant-donnant), et pour m'avoir motivée à retourner travailler. Merci à Guilhem Maillard qui a dû supporter partager mon bureau et mes humeurs, on s'est bien marrés avec notre mur d'artistes. Merci à Amandine Antoine-Michard pour son sourire contagieux et ses supers pâtisseries qui ont sauvé bien des journées. Merci à Ella Paulsen pour apporter un rayon de soleil quotidien (et désolée de ne pas avoir suivi les sorties escalades à la fin, entre autres...). Merci à Clara Leguet, que je suis bien contente d'avoir rencontrée avant son départ de l'Inrae et qui a souvent été une bouffée d'air frais au cours de la thèse. Et enfin, je remercie Elena Keuleyan pour tous ces moments passés avec cette joyeuse équipe, et que j'espère pouvoir recroiser malgré la distance géographique qui s'installe à la fin nos fins de thèse.

SOMMAIRE

Liste des communications	11
Liste des abréviations	13
Avant-Propos	15
Chapitre I : Etat de l'art sur le rôle des composants mineurs du blé dans le contexte d'une évaluation de la qualité des blés	19
1. Du blé à la farine	21
1.1. Généralités sur le blé	21
1.2. Fabrication des farines	22
1.3. Les composants majoritaires des farines de blé	23
1.3.1. L'amidon	23
1.3.2. Les protéines	24
1.4. Les composants minoritaires des farines de blé	25
1.4.1. Les pentosanes	26
1.4.2. Les lipides	70
2. De la farine au pain	75
2.1. Le procédé de panification	75
2.2. La distribution de l'eau	77
3. Evaluation de la qualité technologique des blés	77
3.1. Caractérisation du grain et de la farine	77
3.2. Evaluation du comportement des pâtes durant le pétrissage	79
3.2.1. Standards de mesure	79
3.2.2. Evaluation sensorielle durant le processus de fabrication du pain	80
3.2.3. Mesures rhéologiques en faibles et grandes déformations	81
4. Conclusion	83
Chapitre II : Matériels et Méthodes	84
1. Origine et conservation des échantillons	89
1.1. Echantillonnage sur deux années de récolte	89
1.2. Conservation des échantillons de blé	90
1.3. Préparation du matériel insoluble à l'alcool	90
2. Caractérisations physico-chimiques des grains (Arvalis)	90
3. Caractérisation physico-chimique des farines	90
3.1. Caractérisations d'usage réalisées par les partenaires du projet evagrain	90
3.2. Caractérisations approfondies des protéines (partenaire IATE, INRAE, Montpellier)	91
3.3. Caractérisations approfondies réalisées dans le cadre de la thèse	92
3.3.1. Analyse des polysaccharides	92

3.3.2.	Analyse des lipides	95
4.	Caractérisation des pâtes et du pain par échantillon de farine.....	96
4.1.	Caractérisations d'usage réalisées par les partenaires du projet ANR	96
4.2.	Caractérisations réalisées dans le cadre du projet de thèse.....	96
4.2.1.	Caractérisation rhéologique par compression en faibles déformations : DMTA	96
4.2.2.	Caractérisation rhéologique par compression en grandes déformations : LSF.....	97
4.2.3.	Etude de la mobilité de l'eau par relaxométrie RMN (TD-NMR).....	99
5.	Choix des variables et travail de sélection.....	100
5.1.	Choix des variables et des échantillons	100
5.2.	Travail de sélection d'échantillons.....	101
6.	Méthodes d'analyses statistiques	104
Chapitre III : Impact de la variabilité naturelle des composants minoritaires sur l'absorption d'eau		107
1.	Exploration de la variabilité naturelle des composants minoritaires et son impact sur l'absorption d'eau	109
1.1.	Résumé de l'article	109
1.2.	article.....	110
2.	Validation de l'impact de la variabilité naturelle des arabinoxylanes sur l'absorption d'eau	125
2.1.	détermination du modèle d'absorption d'eau à partir de la deuxième campagne de récolte R2..	125
2.2.	validation des modèles d'une année à une autre.....	128
2.3.	détermination du modèle d'absorption d'eau à partir de R1R2.....	130
3.	Peut-on mesurer les arabinoxylanes solubles directement sur grain pour prédire l'absorption d'eau de la farine ?.....	133
3.1.	Matériels et méthodes : caractérisation des arabinoxylanes sur grain.....	133
3.1.1.	Préparation du matériel.....	133
3.1.2.	Analyse des polysaccharides	134
3.2.	Résultats.....	134
3.2.1.	Comparaison quantitative des arabinoxylanes solubles du grain entier et de la farine blanche	134
3.2.2.	Comparaison physico-chimique des arabinoxylanes solubles du grain et de la farine	135
3.3.	Conclusions et perspectives.....	135
Chapitre IV : Exploration de la variabilité naturelle des composants mineurs et son impact sur le comportement des pâtes		137
1.	Résumé de l'article.....	139
2.	Article.....	139
Chapitre V : mécanismes d'action des composants minoritaires sur les propriétés de la pâte.....		173
1.	Comment la variabilité naturelle du gluten et des arabinoxylanes influence les propriétés élongationnelles de la pâte de farine de blé.....	175
1.1.	Résumé de l'article	175
1.2.	article.....	175

2. Compléments d'article : confrontation des résultats sur R2	209
3. Compléments sur les Etude de la mobilité de l'eau par TD NMR	211
Synthèse, conclusion et perspectives.....	215
Bibliographie	221
Annexes.....	229

LISTE DES COMMUNICATIONS

Ces travaux de thèse ont donné lieu à plusieurs publications et communications lors de différentes manifestations scientifiques.

Communications orales :

- L. Rezzette, K. Kansou, G. Della Valle, S. Le Gall, L. Saulnier. The role of wheat flour minor components in water absorption. During 17th ICC International Cereal and Bread Congress. Nantes, France, april 22-25, 2024.
- L. Rezzette, K. Kansou, G. Della Valle, S. Le Gall, L. Saulnier. The role of wheat flour minor components in water absorption. Journée des jeunes chercheurs Inrae BIA. Nantes, France, june 27, 2024.

Communications posters :

- L. Rezzette, S. Le Gall, D. Marion, V. Lollier, G. Della Valle, L. Saulnier. Variability of grain albumen minor components and technological quality of wheat. During Advanced Food Analysis courses from Wageningen University & Research. Online, january 24-28, 2022.
- L. Rezzette, S. Le Gall, D. Marion, V. Lollier, G. Della Valle, L.Saulnier. Variability of grain endosperm minor components and technological quality of wheat. 8th International Conference on Food Chemistry & Technology. Rome, Italy, october 12-14, 2022.
- L. Rezzette, K. Kansou, S. Le Gall, D. Marion, G. Della Valle, L. Saulnier. Integrating the variability of wheat minor components to model farinograph absorption. 14th International Congress on Engineering and Food. Nantes, France, june 20-23, 2023.
- L. Rezzette, K. Kansou, S. Le Gall, D. Marion, G. Della Valle, L. Saulnier. Integrating the variability of wheat minor components to model farinograph absorption. Journées scientifiques de l'ED EGAAL. Angers, France, june 28, 2023.
- L. Rezzette, G. Della Valle, L. Chaunier, D. Lourdin, K. Kansou, S. Le Gall, L. Saulnier. Variability of wheat flour components and dough rheological properties. 57e congrès du Groupe Français de Rhéologie. Paris, France, octobre 24-26, 2023.
- L. Rezzette, G. Della Valle, L. Chaunier, D. Lourdin, K. Kansou, S. Le Gall, L. Saulnier. Variability of wheat flour components and dough rheological properties. 17th ICC International Cereal and Bread Congress. Nantes, France, april 22-25, 2024.

Revue bibliographique :

- **L.Rezzette**, L.Saulnier (Currently being drafted, submission scheduled for 2024-2025 in Journal of Cereal Science). The role of wheat pentosans in bread making.

Articles scientifiques :

- **L. Rezzette**, K. Kansou, G. Della Valle, S. Le Gall, L. Saulnier (2024). The role of wheat flour minor components in predicting water absorption, *Food Chemistry*, 141232. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.141232>
- **L. Rezzette**, L. Saulnier, M-H. Morel, G.Della Valle, S. Le Gall, K.Kansou (Currently being drafted, submission scheduled for 2025 in Journal of Cereal Science). Do minor components of wheat flour influence the dough behaviour?

- **L. Rezzette**, G. Della Valle, K. Kansou, L. Chaunier, S. Le Gall, L. Saulnier (Submitted in Food Hydrocolloid). How natural variability of gluten and arabinoxylans drives wheat dough extensional properties.

Data paper :

- M. Munch, **L. Rezzette**, B. Chambrey, P. Buche, C. Deborde, S. Dervaux, S. Geoffroy, K. Kansou, S. Le Gall, L. Linossier, B. Meleard, L. Menut, M-H Morel, M. Weber, L. Saulnier (Submitted in data in brief) Dataset for common wheat (*Triticum aestivum* L.) grain and flour characterization using classical and advanced analyses

LISTE DES ABREVIATIONS

A : Arabinose

AGP : Arabinogalactan Peptide

AIM : Matériel Insoluble à l'Alcool (Alcohol Insoluble Material)

AX : Arabinoxylanes

XTOT : Arabinoxylanes totaux

A/X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des Arabinoxylanes Totaux

A/X.WE : Rapport Arabinose sur Xylose des Arabinoxylanes solubles

A/X.WU : Rapport Arabinose sur Xylose des Arabinoxylanes insolubles

C16.TOT : Acide palmitique C16 Total

C18.TOT : Acide stéarique C18 Total

C18:1n7.TOT : Acide vaccénique C18:1n-7 Total

C18:1n9.TOT : Acide oléique C18:1n-9 Total

C18:2n6.TOT : Acide linoléique C18:2n-6 Total

C18:3n3.TOT : Acide alpha-linolénique C18:3n-3 Total

C16.NS : C16 Acide palmitique C16 Non lié à l'amidon (Non-Starch)

C18.NS : Acide stéarique C18 Non lié à l'amidon (Non-Starch)

C18:1n7.NS : Acide vaccénique C18:1n-7 Non lié à l'amidon (Non-Starch)

C18:1n9.NS : Acide oléique C18:1n-9 Non lié à l'amidon (Non-Starch)

C18:2n6.NS : Acide linoléique C18:2n-6 Non lié à l'amidon (Non-Starch)

C18:3n3.NS : Acide alpha-linolénique C18:3n-3 Non lié à l'amidon (Non-Starch)

CV : Coefficient de Variation

D.Gluten: Gluten sec (Dry Gluten)

DMTA : Dynamic Mechanical Thermal Analysis

GL : Glycolipides

Gli : Gliadines

GluI : Gluténine Insolubles

GluS: Glutenines Soluble

GluT: Glutenines Totales

HFN : Hagberg Falling Number (Indice de Chute d'Hagberg)

Ie : Indice d'Elasticité

IV.AX : Viscosité Intrinsèque des Arabinoxylanes

LN : Lipides Neutres

LOX : Lipoxygénase

LSF: Lubricated Squeezing Flow

PCF : Pain Courant Français

PL : Phospholipides

POD : Peroxydase

Prot : Quantité de protéines dans la farine

Prot_G : Quantité de protéines dans le grain

R1 : Première campagne de récolte Evagrain (150 échantillons _ 2020 et 2021)

R2 : Deuxième campagne de récolte Evagrain (140 échantillons _ 2022)

SS : Amidon Soluble (Soluble Starch)

SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode au SD-matic®

SV.AX : Viscosité Spécifique des Arabinoxylanes solubles

UPP : Protéines polymériques non extractibles (Unextractable Polymeric Protein)

W: Force Boulangère

W.Gluten : Gluten humide (Wet Gluten)

WA : Absorption d'eau mesurée au farinographe (Water Absorption)

WEAX : Arabinoxylanes solubles (Water-extractable arabinoxylans)

WUAX : Arabinoxylanes insolubles (Water-unextractable arabinoxylans)

X : Xylose

AVANT-PROPOS

La qualité technologique des blés tendres (blé panifiable, biscuitier) détermine leur utilisation et représente le principal critère pour les échanges commerciaux. Cependant, cette qualité présente de multiples facettes et sa caractérisation est donc particulièrement complexe. L'une des principales missions de la science des céréales est de mieux comprendre les mécanismes reliant la composition chimique de la farine de blé à ses performances technologiques, afin d'améliorer l'aptitude à la transformation du blé, autrement dit, sa qualité technologique. Mise à part la teneur en protéines, peu de critères de composition sont utilisés pour l'évaluer. Les principaux critères utilisés concernent des mesures réalisées sur grain, comme la dureté, le poids spécifique, ou encore l'indice de chute d'Hagberg qui reflète l'activité amylasique. En France, plusieurs méthodes empiriques sont couramment utilisées par les professionnels pour évaluer la qualité technologique des farines, notamment les mesures issues de l'alvéographe (comme la force boulangère W, le rapport ténacité/extensibilité P/L, ou encore l'indice d'élasticité le), réalisées à hydratation constante, ainsi que celles fournies par le farinographe (telles que l'absorption d'eau des farines, le temps de développement et la stabilité), effectuées à consistance constante. Cependant, l'évaluation finale de la qualité boulangère en France repose toujours sur le test de panification. Ce test, long et principalement basé sur des évaluations sensorielles approfondies des caractéristiques du produit à toutes les étapes du procédé de panification, est considéré comme l'ultime référence. L'ensemble de ces critères de qualité fournissent des informations pertinentes presque exclusivement pour une utilisation boulangère. Le système de classement français des variétés est donc conçu autour de la panification de type pain courant français (PCF), bien que les farines soient souvent utilisées pour d'autres procédés de panification (comme le pain de mie) ou pour des produits différents (biscuits, par exemple). Ainsi, la notion et la valeur de qualité ne peuvent être identiques pour chaque utilisation finale de la farine.

La nécessaire adoption de nouvelles pratiques agricoles respectueuses de l'environnement, telles que la réduction d'apports azotés, impose des contraintes sur les cultures, entraînant une variabilité croissante de la qualité des blés destinés aux industries meunière et boulangère, déjà fortement impactée par le changement climatique (Beauvais *et al.*, 2022 ; Marion & Saulnier, 2020 ; Zahra *et al.*, 2023). S'ajoute à cela l'évolution des attentes sociétales vers une alimentation plus saine (Feil & Stamp, 1993 ; Le Gouis *et al.*, 2020), qui poussent à l'utilisation de « clean labels » et, par conséquent, la réduction des additifs utilisés pour corriger la variabilité de la matière première. Il devient donc nécessaire de mieux comprendre et anticiper le comportement de la pâte en s'appuyant sur des caractéristiques du grain et de la farine de blé.

C'est dans ce contexte qu'est né le projet EVAGRAIN, financé par l'ANR et coordonné par l'unité de recherche BIA du centre INRAE de Nantes. L'un des objectifs de ce projet est de réunir les connaissances scientifiques sur les céréales afin de mieux expliquer les variations observées autour de la qualité technologique du blé tendre et leurs impacts. Les connaissances nouvellement acquises seront ensuite mises à disposition des acteurs économiques du secteur céréalier.

L'ambition finale d'EVAGRAIN est de concevoir un système d'aide à la décision capable de générer une évaluation précise de la qualité technologique du blé, c.-à-d. de son aptitude à répondre aux spécifications requises pour une utilisation finale donnée. Ce projet vise notamment à explorer de nouveaux critères de sélection des blés qui seront intégrés à ce système d'évaluation.

Dans ce cadre, le projet de thèse présenté dans ce manuscrit a pour objectif principal de caractériser les composés mineurs des grains de blé tendre – lipides et pentosanes – afin de déterminer si leur quantité et leurs propriétés physico-chimiques peuvent être utilisées comme nouveaux critères de qualité des blés, en complément des composés majoritaires, tels que les protéines et l'amidon, jusqu'à présent bien plus étudiés.

En effet, des travaux antérieurs ont montré que les lipides et les pentosanes jouent un rôle non-négligeable en panification, en particulier grâce à leurs interactions avec les autres composants. Des interactions entre lipides et

amidon/protéines, ainsi que la forte capacité de rétention d'eau des pentosanes (notamment arabinoxylanes) ont particulièrement été mises en évidence (Marion & Saulnier, 2020). L'hydratation des constituants de la farine est un paramètre d'une importance majeure en panification, ce qui justifie l'intérêt d'étudier les arabinoxylanes, qui, par ailleurs, présentent une variabilité structurale intraspécifique (Ordaz-Ortiz & Saulnier, 2005) et une hétérogénéité au sein même du grain (Marion & Saulnier, 2020 ; Saulnier *et al.*, 2013). De plus les facteurs environnementaux influent également sur la variabilité et l'hétérogénéité de ces composants.

Pour remplir les objectifs de cette thèse, nous avons d'abord mis en place des protocoles d'analyse de ces composants dans les farines, afin de mettre en évidence la relation entre l'eau et les pentosanes, d'évaluer leur impact sur le comportement rhéologique des pâtes et enfin de comparer ces résultats avec l'évaluation actuelle de la qualité technologique des blés. Ces étapes visent à déterminer de nouveaux critères d'évaluation de la qualité technologique du blé tendre, basés sur une caractérisation physicochimique des composants mineurs impliqués dans le processus de panification.

L'impact naturel des composants mineurs du blé sur sa qualité technologique sera évalué à travers l'étude de leur variabilité compositionnelle et structurale au sein de la collection EVAGRAIN. Jusqu'à présent, leurs effets ont été étudiés presque exclusivement par l'ajout de ces composants aux farines de blé, parfois en concentrations très élevées par rapport à leur concentration naturelle, ou après modification enzymatique. La faible concentration des composants mineurs dans le blé rend l'étude de l'impact de leur variabilité naturelle et les interactions avec les autres constituants particulièrement complexe.

En pratique, le projet EVAGRAIN repose sur un consortium de 10 partenaires académiques et privés (Arvalis, Axiane, Limagrain ingredients, UMR Sayfood (AgroParisTech), Spectralys, UMR I2M 5295, UMR IATE 1208, UR BIA 1268, Vegepolys Valley, Walagri). L'identification de nouveaux critères de sélection et l'étude de leur impact en concentrations naturelles, nécessitent la mise en œuvre de caractérisations physicochimiques à partir d'une collection de blés tendres présentant une forte variabilité de composition et d'usages. Dans le cadre du projet EVAGRAIN, 290 lots de blé ont été sélectionnés de manière à maximiser cette variabilité pour explorer les relations entre composition des blés et des farines et leur qualité boulangère, ceci afin de favoriser l'émergence de nouveaux critères de qualité. Cette collection réunit différents génotypes cultivés dans différentes régions en France et en Belgique, et sur trois années de récolte (2020, 2021 et 2022).

Ce manuscrit de thèse se divise en six chapitres, dont certaines parties sont rédigées en anglais sous la forme d'une revue ou d'un article scientifique, articulées par des parties en français pour compléter et rappeler la ligne directrice de ce manuscrit.

Le **chapitre I** est consacré à l'état de l'art. Les généralités sur le blé, la panification et l'évaluation de la qualité sont d'abord évoqués, puis les composants de la farine sont présentés en se focalisant sur les composants mineurs. La partie qui concerne les pentosanes comprends une revue de littérature, portant sur leur rôle en panification, qui sera soumise pour publication dans *Journal of Cereal Science*. Ce chapitre se termine en évoquant le rôle des lipides en panification.

Le **chapitre II** présente les matériels et méthodes utilisés au cours de cette thèse, notamment, les analyses des pentosanes et des lipides, effectuées spécifiquement dans le cadre de ce travail, ainsi que les méthodes rhéologiques utilisées et les analyses par relaxométrie RMN. Cette partie inclut également les analyses réalisées par les partenaires du projet, dont les méthodes et outils sont également détaillés.

Le **chapitre III** se concentre sur l'impact des arabinoxylanes sur l'absorption d'eau mesuré au farinographe, au-delà des critères classiques que sont les protéines et de l'amidon endommagé. Une partie de ces résultats a été publiée dans *Food Chemistry* (Rezette *et al.*, 2025).

Le **chapitre IV** est dédié à l'impact des composants minoritaires parmi les autres composants, sur le comportement de la pâte, en se focalisant sur les données de l'alvéographe, ainsi qu'une mesure du test de panification. Une partie de ce chapitre contient une proposition d'article soumis pour publication dans *Journal of cereal Science*.

Le **chapitre V** est consacré au mécanisme d'action des arabinoxylanes sur les comportements extensionnels de la pâte et leur relation avec l'eau. Une partie de ce chapitre contient une proposition d'article soumis pour publication dans *Food Hydrocolloid*.

Enfin, dans une dernière partie, nous nous efforcerons de faire la synthèse de ces résultats et les perspectives que permet de dégager ce travail.

CHAPITRE I :

ETAT DE L'ART SUR LE ROLE DES COMPOSANTS MINEURS DU BLE DANS LE CONTEXTE D'UNE EVALUATION DE LA QUALITE DES BLES

Ce chapitre aborde la transformation du grain en farines, le procédé de fabrication du pain, et les évaluations actuellement utilisées par la filière pour évaluer la qualité technologique des blés tendres. Dans un premier temps, la mouture des grains est évoquée en expliquant les procédés utilisés pour transformer le blé en farine, qu'il s'agisse de méthodes traditionnelles comme le broyage sur meule de pierre ou de techniques plus modernes comme le broyage sur cylindre.

Ensuite, la composition des farines et leur rôle dans l'évaluation de la qualité seront examinés. Nous détaillerons les principaux composants des farines, notamment les protéines, l'amidon, les lipides et les pentosanes, et leurs impacts sur les propriétés rhéologiques de la pâte et sur la qualité finale du pain.

Ce chapitre accorde une attention particulière aux composés minoritaires, lipides et pentosanes, à leur localisation dans les grains, leur structure chimique, et leur évolution lors de la transformation des grains en farine puis tout au long du processus de panification. Nous y discuterons notamment des recherches récentes qui mettent en évidence le rôle que jouent ces composés minoritaires dans les propriétés fonctionnelles et la qualité technologique des farines.

Le processus de fabrication du pain sera également passé en revue, depuis la préparation de la pâte jusqu'à la cuisson. Nous soulignerons les variables critiques à chaque étape, telles que le pétrissage, la fermentation, et la cuisson, et comment elles influencent la qualité du produit final. Nous discuterons également des évaluations de la qualité actuellement utilisées dans l'industrie boulangère, notamment les tests de panification et les analyses instrumentales telles que l'alvéographe et le farinographe.

En conclusion, ce chapitre vise à fournir une compréhension approfondie des processus et des composants qui influencent la qualité des farines et du pain. Cette connaissance est essentielle pour le développement de nouvelles méthodes d'évaluation de la qualité des blés tendres. L'accent est mis sur les composés minoritaires afin de souligner l'intérêt de les étudier pour identifier de nouveaux critères de qualité des blés.

1. DU BLE A LA FARINE

1.1. GENERALITES SUR LE BLE

Le blé désigne plusieurs céréales du genre *Triticum*, monocotylédone de la famille des graminées (*Poaceae*). C'est une plante annuelle qui s'adapte aux sols variés en climats tempérés. Il y a deux espèces principales cultivées, toutes deux survenues il y a environ 10 000 ans après une hybridation accidentelle : le blé tendre (*Triticum aestivum*), hexaploïde, surtout utilisé dans la fabrication de farines boulangères et biscuitières, et le blé dur (*Triticum durum*), plus riche en protéines, plutôt utilisé dans la fabrication de semoules et pâtes alimentaires.

Le blé est la deuxième céréale la plus produite dans le monde, après le maïs, et la première en Union Européenne avec 127 millions de tonnes de blé tendre (et épeautre) produites en 2022. Sur la même année, la France se place première dans la production Européenne de céréales avec une production de 60,5 millions de tonnes, dont la grande majorité (33,7 millions de tonnes) est attribuée au blé tendre, et dont la moitié est exportée (Intercéréales, 2023). Le blé est aujourd'hui une ressource majeure pour l'alimentation animale et humaine. Les produits boulangers, produits transformés issus du blé tendre, sont une source énergétique importante dans l'alimentation et sont intéressants pour leurs apports en glucides complexes et protéines végétales (CREDOC, 2016). Trente-trois pourcent (33 %) de la farine de blé tendre produite en France revient à l'utilisation en boulangerie et en pâtisserie artisanale, 27 % revient à l'industrie alimentaire autre que boulangerie-pâtisserie, et enfin 25 % pour la boulangerie et pâtisserie industrielle (Intercéréales, 2023). Le blé dur, quant à lui, est plutôt adapté aux climats méditerranéens et est utilisé dans la fabrication des pâtes et semoules.

Le grain de blé est composé de trois grands compartiments : les enveloppes externes (13 à 15 % du grain) qui recouvrent l'albumen amylicé (82 à 85 % du grain) et le germe (2,5 à 3 % du grain). Les enveloppes externes qui protègent les tissus internes, sont constituées de différentes assises cellulaires avec, de l'intérieur vers l'extérieur, la couche aleurone au contact de l'albumen amylicé, l'épiderme du nucelle, le testa, le péricarpe interne et le péricarpe externe (Barron *et al.*, 2007). Le germe est situé sur la face dorsale du grain. Une marque, le hile, se situe dans la région d'attachement à l'extrémité basale du grain, tandis qu'à l'extrémité apicale, le péricarpe est surmonté d'une brosse constituée de poils fins (Bechtel *et al.*, 2009).

1.2. FABRICATION DES FARINES

La mouture est le procédé qui transforme le grain en farine. Les grains de blé sont d'abord nettoyés et conditionnés par un mouillage permettant d'assouplir les enveloppes périphériques dures, qui permet ainsi d'assurer une bonne séparation et faciliter le broyage.

La mouture sur cylindre sépare les enveloppes et le germe du reste du grain avec des étapes successives de broyage et de tamisage. Les premières enveloppes sont séparées par cisaillement sur des cylindres cannelés qui commencent à former des semoules, réduits ensuite sur cylindres lisses. Les plus grosses semoules sont dirigées vers des claqueurs pour les briser en plus petites particules, puis affinés davantage par des convertisseurs pour la transformation finale en farine. Une farine blanche est presque exclusivement constituée d'albumen amylicé, avec des traces de couche aleurone en fonction de son adhérence avec celui-ci. Les enveloppes externes du blé, après broyage, formeront les sons qui sont plus ou moins incorporés à la farine blanche pour former des farines semi-complètes ou complètes (dégermées).

La mouture sur meule de pierre, écrase l'entièreté du grain, germe compris, et produit en général des farines intégrales, même s'il est possible d'introduire des étapes de tamisage des enveloppes externes. En pratique, deux larges disques de pierre sont placés l'un au-dessus de l'autre de manière horizontale. Tandis que la pierre du bas reste statique, celle du haut tourne pour broyer les grains entre les deux disques. Cette technique est moins conventionnelle aujourd'hui, car elle est moins efficace pour obtenir des farines très blanches, et de plus, la présence du germe riche en lipides entraîne un rancissement des farines qui se conservent donc moins longtemps.

Les paramètres de mouture sont d'une grande importance car ils déterminent la composition exacte d'une farine. Bien que toujours constituée de protéines, de lipides, de fibres, de minéraux et d'antioxydants, les grains possèdent une répartition hétérogène de ces constituants dans les différents tissus qui impactera la composition des farines. De plus, les constituants des blés varient selon des facteurs externes tels que les conditions climatiques, les conditions de récoltes, ou encore les modes de conservations.

De manière générale, le minotier pratique des mélanges pour uniformiser le plus possible les farines commercialisées selon un cahier des charges et garder une qualité constante.

1.3. LES COMPOSANTS MAJORITAIRES DES FARINES DE BLE

1.3.1. L'AMIDON

L'amidon, se présentant sous la forme de grains, est le principal constituant de la farine de blé, allant jusqu'à 80 % de sa composition en matière sèche (ms). Quatre-vingt-dix-huit à 99 % du poids sec des grains d'amidon natifs, est composé de deux macromolécules : l'amylose et l'amylopectine (Buléon *et al.*, 1998). La première, représentant 20 à 30 % de l'amidon, est une chaîne linéaire de résidus D-glucose liés par des liaisons $\alpha(1\rightarrow4)$ avec un poids moléculaire d'environ 10^5 - 10^6 Da, tandis que la seconde, représentant 70 à 80% de l'amidon, est une chaîne ramifiée de résidus glucose liés en $\alpha(1\rightarrow4)$ avec des ramifications en $\alpha(1\rightarrow6)$, possédant un poids moléculaire plus élevé, de l'ordre de 10^8 Da. Les grains d'amidon natifs contiennent environ 10% d'humidité et présentent une alternance de régions cristallines et amorphes. Les premières seraient plutôt constituées d'amylopectine et les secondes d'un mélange entre amylopectine et amylose (Copeland *et al.*, 2009). Pendant un traitement thermique et en présence d'un excès d'eau, les grains d'amidon gélatinisent et perdent leur cristallinité et leur organisation structurée de manière irréversible (Goesaert *et al.*, 2005). Au refroidissement, les molécules de l'amidon forment un gel, puis la rétrogradation opère petit à petit en formant des agrégats semi-cristallins. La rétrogradation serait d'abord due à la recristallisation de l'amylose, puis à celle de l'amylopectine, qui serait responsable du phénomène de rassissement du pain (Goesaert *et al.*, 2005 ; S. Wang et al., 2015).

Lors de la mouture du blé, une partie des grains d'amidon est endommagée. Le taux d'amidon endommagé des farines est très dépendant du travail du minotier mais également de la dureté des grains (et donc de la génétique) pour des conditions de broyage identiques (Wang *et al.*, 2020). Cet endommagement change de manière significative les propriétés d'absorption d'eau de l'amidon natif. Alors que l'amidon natif peut absorber de 30 à 87% de son poids en eau, l'amidon endommagé peut en absorber de 200 à 430% (Ali *et al.*, 2014 ; Berton *et al.*, 2002). Le taux d'amidon endommagé est un ainsi un paramètre généralement suivi, puisqu'une concentration élevée est très souvent synonyme d'un taux d'absorption d'eau des farines élevé, et donc d'une demande en eau élevée durant le procédé de panification.

Certaines protéines et certains lipides se retrouvent également en quantité minoritaire dans les grains d'amidon, formant différents complexes. Des protéines (telles que les friabilines), et quelques lipides polaires se lient à la surface des grains et seraient d'ailleurs des marqueurs de dureté des blés. Même si cette quantité de lipides est faible (<1%), ces lipides ont eu un effet non négligeable sur les propriétés fonctionnelles de l'amidon. Des complexes amylose-lipides peuvent également être observés à lorsque les concentrations en monoacyl triglycérides dans l'amidon augmentent (Huang *et al.*, 2022).

1.3.2. LES PROTEINES

Les protéines constituent le deuxième constituant majoritaire des farines (10 – 15 % ms). Leur teneur peut varier en fonction des conditions de culture du blé, selon l'environnement et l'apport d'engrais azoté par exemple, mais aussi de la génétique. Une classification générale des protéines du blé a d'abord été réalisée par Osborne (1924), selon leurs solubilités dans divers solvants, avant d'être détaillée par la suite (Figure 1).

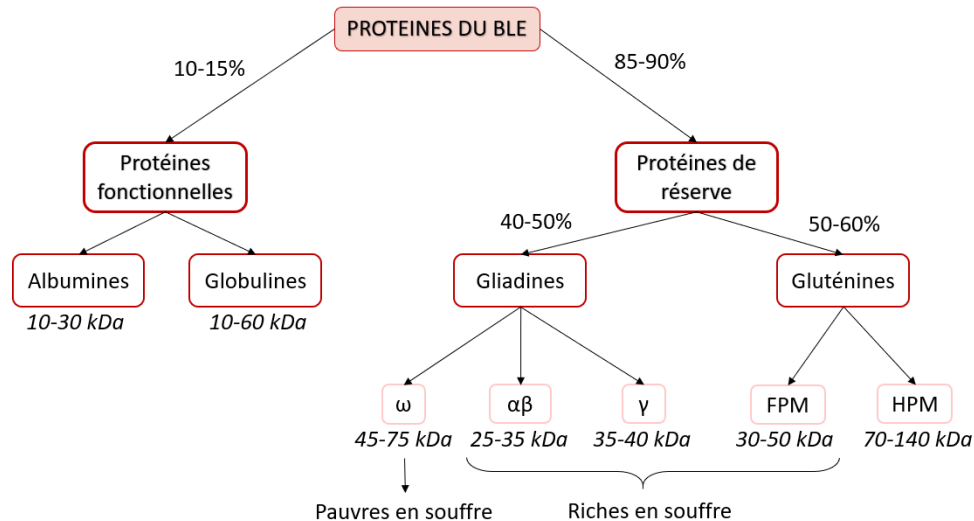


Figure 1 : Classification des protéines. Inspirée de (Baudouin, 2023; Shewry *et al.*, 1986).
FPM : Faible Poids Moléculaire ; HPM : Haut Poids Moléculaire.

La majorité des protéines sont regroupées en une classe appelée protéines de réserves. Cette classe de protéines est constituée de 40 à 50 % de gliadines (prolamines) et de 50 à 60 % de gluténines qui permettent de former le réseau complexe de gluten. La balance entre ces deux molécules étant primordiale pour la qualité boulangère (Wrigley *et al.*, 2006). Les gliadines, solubles en solution à 70% d'éthanol, sont des protéines monomériques de 30 à 80 kDa, considérées comme responsables de l'extensibilité du réseau. Elles sont divisées en ω-gliadines, pauvres en souffres et en γ-, α- et β-gliadines riches en soufre. Les gluténines quant à elles, joueraient le rôle de résistance et d'élasticité du gluten. Ce sont des polymères constitués de deux sous unités : l'une insoluble, de hauts poids moléculaire (HPM) allant de 65 à 90 kDa, et l'autre soluble dans des solutions alcalines, riche en soufre et de faible poids moléculaire (FPM) allant de 30 à 50 kDa (Shewry *et al.*, 1986). La variabilité génotypique des HPM serait d'ailleurs un déterminant de la qualité des blés (Guzmán *et al.*, 2022). Les différentes molécules constitutives du gluten interagissent grâce à des liaisons covalentes ponts disulfure (S-S) et des interactions non covalentes de type hydrophobe, liaisons ioniques et liaisons hydrogène (Wieser, 2007).

Le réseau de gluten a un rôle important en panification car ses propriétés viscoélastiques déterminent largement le comportement et la texture de la pâte. C'est pourquoi la mesure de la teneur en protéines est un indicateur de qualité du blé très utilisé. Certaines variétés sont d'ailleurs sélectionnées pour leurs hautes teneurs en protéines et classifiées comme Blés Améliorants de Force (BAF).

D'autres types de protéines, incluent les albumines, solubles en solutions aqueuses, et les globulines, solubles en solutions salines. Ces protéines globulaires, bien que minoritaires (représentant 10 à 15 % des protéines de la farine, (Saadi *et al.*, 2022)), sont également reconnues comme étant fonctionnelles car elles incluent les enzymes et les inhibiteurs enzymatiques.

1.4. LES COMPOSANTS MINORITAIRES DES FARINES DE BLE

Les farines sont constituées majoritairement de protéines et d'amidon qui servent de substance de réserve dans l'albumen pour la germination. Les composés minoritaires sont les pentosanes et les lipides.

Ces composés suscitent particulièrement de l'intérêt, dans un premier temps en raison de leur variabilité : ils présentent une hétérogénéité au sein même du grain (Figure 2), puisque leur structure et leur répartition diffèrent selon les tissus en lien avec le métabolisme et la croissance de la plante (Marion & Saulnier, 2020 ; Saulnier *et al.*, 2013) ; des facteurs externes impactent également leur composition, leur structure et leur répartition, comme les facteurs environnementaux qui influencent le remplissage des grains lors de la croissance de la plante. Ainsi la concentration des différents types de lipides et pentosanes varie d'une farine à une autre. Dans un second temps, un certain nombre d'études ont pu constater l'impact de ces composants en panification, justifiant l'intérêt d'étudier plus précisément leur rôle aux côtés des composants majoritaires.

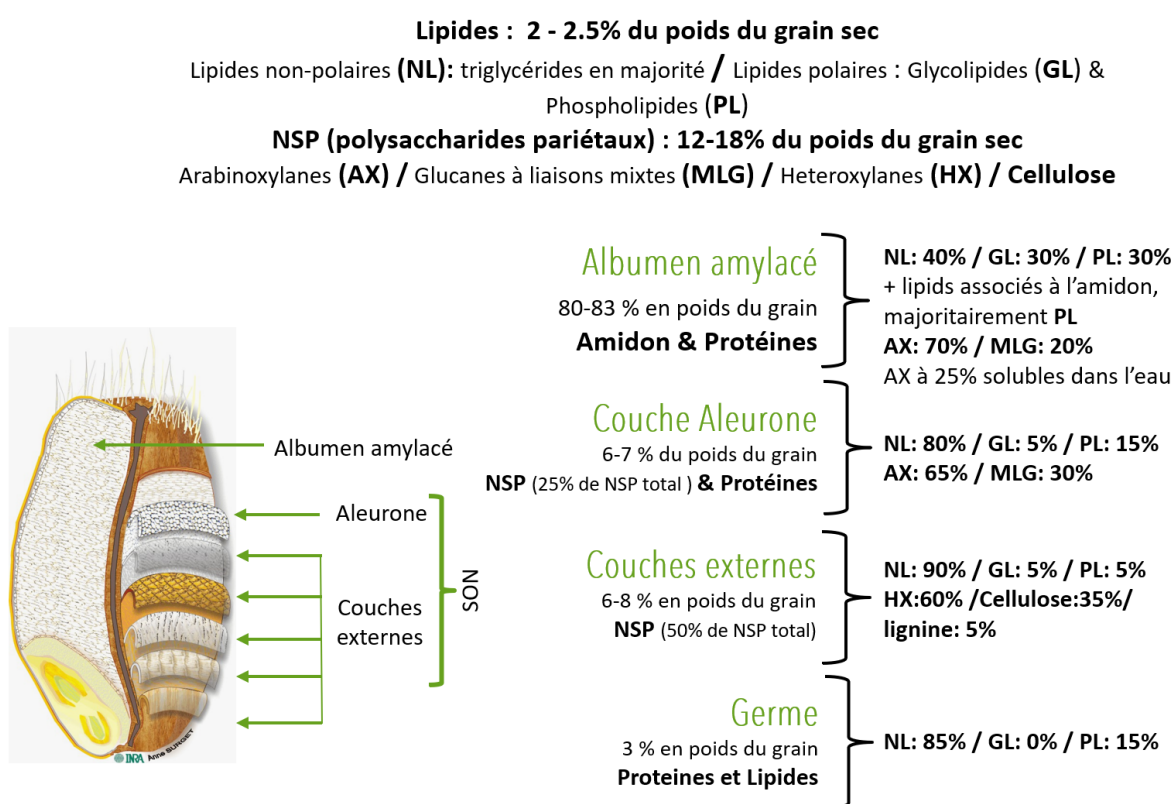


Figure 2 : Répartition des composants mineurs dans le grain de blé. Adapté de Barron *et al.*, (2007); Marion & Saulnier, (2020)

1.4.1. LES PENTOSANES

Une revue de littérature sur le rôle des pentosanes en panification est présentée pour décrire cette partie. A titre indicatif, les premiers travaux menés sur les pentosanes datent des années 1960. En avril 2022, l'outil « Web Of Science » ne recensait « que » 2753/3815 publications sur les pentosanes/arabinoxylanes et 868/2079 pour les travaux sur les pentosanes/arabinoxylanes en lien avec le blé, contre 46443/11547 pour les protéines/le gluten et 16237 pour l'amidon.

Le but de cette revue de littérature est de rassembler les résultats démontrant le rôle des pentosanes en panification. Cette revue met en évidence les lacunes et liste certaines incohérences relevées dans les différents travaux menés à ce jour.

Pour mieux délimiter ce travail, une analyse a d'abord été menée à l'aide du logiciel VOSviewer. Sur la Figure 3, il est possible d'observer les différents articles (représentés par un point) pour une recherche donnée. Les traits représentent la citation d'une publication par une autre, et la taille d'un point augmente selon l'occurrence des citations de cette publication. Les points les plus proches sont ainsi les publications qui se citent le plus entre elles, ce qui permet de distinguer 6 thématiques :

- Nutrition animale ;
- Endoxylanases, variabilité et impact en panification ;
- Interactions avec d'autres composants (gluten), oxydation et impact qualité en panification ;
- Impact santé lié à l'ajout de fibres ;
- Structure des pentosanes ;
- Variabilité des fibres et prédictions de la qualité.

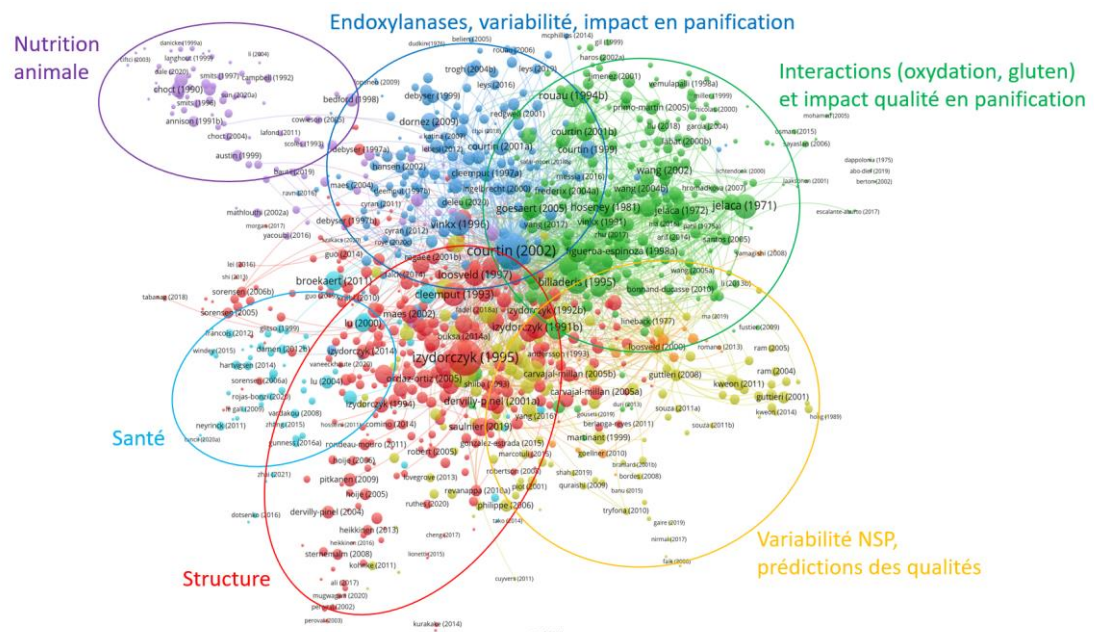


Figure 3 : Carte obtenue à l'aide de l'outil VosViewer depuis la recherche par mots clés « (pentosan OR arabinoxylan OR arabinogalactan) AND (bread OR interaction OR water) » sur Web Of Science

Cette étude met en évidence que la structure des pentosanes, et éventuellement sa variabilité, est souvent étudiée sans tenir compte de son impact sur les interactions avec les autres composants d'une farine hydratée, et des conséquences qui en découlent en panification. En résumé, elle souligne la pertinence de synthétiser ces éléments sous un même papier pour confronter les résultats, les hypothèses et faire ressortir d'éventuels liens de causes à effets.

La tâche la plus compliquée de cette revue de littérature est sûrement de comparer les résultats obtenus selon la méthode utilisée et/ou le matériel analysé. Le vocabulaire également très disparate sur l'ensemble des publications complexifie cette synthèse. Un exemple typique est la confusion fréquente qui survient entre les termes « arabinoxylanes » et « pentosanes ».

Ce travail est presque exclusivement orienté sur le blé, mais de nombreux travaux menés sur le seigle pourraient aider à valider certaines hypothèses et orientations.

The role of wheat arabinoxylans and arabinogalactan proteins in bread making

Draft for submission in *Journal of Cereal Science*

Laura Rezette¹, Luc Saulnier¹

¹INRAE, UR 1268, Biopolymers, Interactions & Assemblies (BIA), F-44316 Nantes, France

Abbreviations

A/G: Ratio Arabinose/Galactose residues

A/X: ratio Arabinose/Xylose residues

AGP: Arabinogalactan proteins

AX: Arabinoxylans

dXyl: disubstituted Xylose residues

FA: Ferulic Acid

GMP: Gluten MacroPolymer

HX: Heteroxylans

MLG: Mixed Linked β -Glucans

mXyl: mono-substituted Xylose residues

NSP: Non-Starch Polysaccharides

uXyl: unsubstituted Xylose residues

TAXI: Triticum Aestivum Xylanase Inhibitors

WE-AX: Water-Extractable Arabinoxylans

WEP: Water-Extractable Pentosans

WU-AX: Water-Unextractable Arabinoxylans

WUS: Water-Unextractable Solids

XIP: Xylanase Inhibitor Proteins

Introduction

Bread is a staple food consumed globally and has been integral to human diets for thousands of years. The quality of bread largely depends on the functionality of its ingredients, particularly the wheat flour used. The bread making process is divided into three main stages as described by Le Bleis *et al.* (2015). The first stage involves the mixing of ingredients, during which the gluten network, main actor responsible for the viscoelastic properties of the dough, is formed; the second stage, known as the proofing step, is characterized by the dough expansion due to gas production; and the last stage is baking, which transform the dough into crumb and leads to the formation of the bread crust. The flour hydration initiates the dough formation and the water absorption capacity of flour is a critical technological parameter that determines the consistency and adhesion of the dough. These factors, in turn, impact the quality of the final bread product.

In this respect, studies related to bread-making quality often focus on major components: proteins (10-15% dm, dm for dry mass) that will form the gluten network, and starch (60-70% dm) with its gelatinization properties related to retrogradation. The term of pentosans has been and continues to be, used to refer to a group of complex polysaccharides found in wheat flour and the outer layers of the grain. They consist of water-extractable fractions (WEP), mainly arabinoxylans (WE-AX) and ArabinoGalactan-Protein (AGP), as well as water unextractable fractions (WUP), mainly composed of arabinoxylans (WU-AX) associated with mixed linked beta-glucans (MLG) and cellulose. Although they are present in small amounts in wheat flour, these different components have proved to play also a crucial role in bread making, especially they are known for their significant influence on flour hydration capacity (Biliaderis *et al.*, 1995 ; Bonnand-Ducasse *et al.*, 2010; Bushuk, 1966 ; McCleary *et al.*, 1986 ; Xiao *et al.*, 2021).

During the mixing stage, the so-called pentosans have been reported to interact with other components in the dough matrix, affecting the distribution of bound and free water, which, in turn, affects the dough's properties. Studies have also demonstrated that these polysaccharides contribute to the texture, volume, and shelf-life of bread, and that their modification can significantly affect bread quality. Despite the importance of these components in bread making, there is still much to learn about their precise function and how their manipulation can be used to improve bread quality. One significant limitation of most studies demonstrating the effects of pentosans is the use of isolated fractions that are more or less well characterized, particularly the insoluble ones. This complicates the interpretation of the results and hinders a comprehensive understanding of the impact of their variability on the behaviour of doughs and bread quality. Furthermore, the interactions between AX and water, and the respective roles of the soluble and insoluble fractions, are complex and can have multifaceted effects

on dough properties and bread quality. Understanding these interactions is crucial for optimizing bread quality and developing new bread formulations.

This paper aims to provide an overview of the chemical structure and diversity of wheat flour and grain arabinoxylans and arabinogalactan-proteins, their properties with a specific focus to their interactions with water, their interactions with other dough constituents, and their role in bread-making. By doing so, we aim to highlight the importance of including these polymers in a systematic evaluation of wheat flour quality and identify gaps in our understanding of their precise function in bread-making.

1 Wheat arabinoxylans and arabinogalactan-proteins definition and general composition

Arabinoxylans (AX) and arabinogalactan-proteins (AGP) are often collectively referred to as pentosans, a term used to describe polymers composed of pentose monomers (e.g. arabinose and xylose) However, this is the only similarity between AX and AGP, as they differ in both location and properties. Furthermore, the term pentosan is often misused, leading to ambiguity about which polymer is being referenced. Therefore, in this review, the term pentosan will only be used when referring to previous studies, in order to highlight such ambiguities.

AGP are water-extractable polymers found exclusively in the starchy endosperm, while AX include both water-extractable and non-water-extractable polymers, the latter also being found in the outer tissues of the grain. Furthermore, AX originate from the cell walls of the grain, while the precise location of AGP within the wheat endosperm remains unclear. The cell wall is the rigid outer covering of the plant cell, protecting it from mechanical stress and giving it its shape. During growth, the cell wall differentiates into primary cell wall, middle lamella and secondary cell wall, with a different distribution according to the grain compartment. The grain is composed of multiple compartments (Figure 1) that occupy varying amounts of space at maturity. In a schematic view, the wheat grain is mainly composed of the endosperm and the embryo at its centre, surrounded by the aleurone layer, and then the outermost layers known as the pericarp. Each of these compartments plays a role during grain development and, therefore, their cell walls present specificities in terms of function and composition. The primary cell walls in the endosperm tissues are thin, hydrophilic, and represent 2 to 7% of the tissue. In the wheat starchy endosperm, they are mainly composed of AX (70%) and mixed-linked beta-glucan (MLG, 20%), along with cellulose and minor other cell-wall polymers.

The tissues forming the outer part of the grain serve a protective role and are typically composed of secondary cell walls. These walls are thick, hydrophobic and essentially formed of cellulose, lignin, and heteroxylans (HX), which account for 50 to 60% of their composition. HX are polysaccharides that share a similar xylan backbone with AX but has more complex neutral sugar side-chains, compared to the single arabinose side-chain of AX.

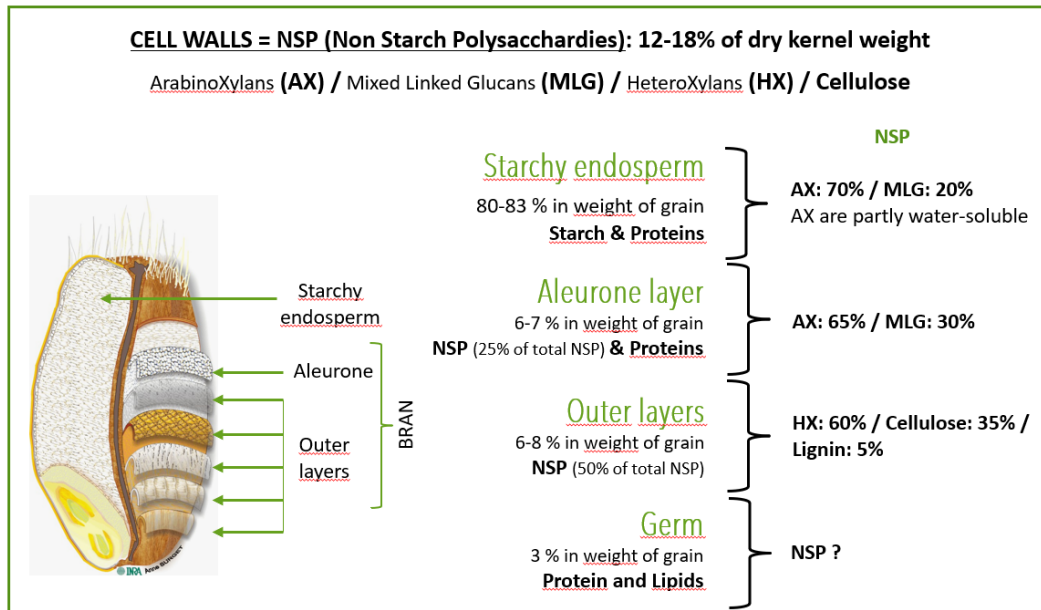


Figure 1 : Distribution of NSP in the wheat grain

In addition, it is important to consider the impact of the milling process, which involves the removal of outer layers, known as wheat bran, that can be reintroduced later to produce whole meal flour. The milling process induces significant alterations in the composition of wheat flour, and in particular, the amount and origin of AX. In refined flour, there is primarily WE-AX and WU-AX from the starchy endosperm, while in whole grain flour, HX is the main AX component.

This distinction highlights the influence of milling on the flour composition. To further emphasize this aspect, it is necessary to discuss about the heterogeneity in the distribution of AX in the wheat grain.

2 Structural diversity of grain arabinoxylans (AX)

Arabinoxylans cover 70% of the cell walls of the starchy albumen and 65% of those from the aleurone layer (Marion & Saulnier, 2020, Barron *et al*, 2007, Table 1), which would correspond to 88% of the Non-Starch Polysaccharides (NSP) of the wheat endosperm (Bach knudsen & Hansen, 1991). Additionally, within wheat bran, AX make up 45 % of its composition (Maes & Delcour, 2002). Therefore, AX are the main components of cell walls in the different tissue of the wheat grain, and their content is highly correlated with the dietary fiber content in wheat fractions and products (Barron *et al* 2020). Although arabinoxylans in wheat grain share a common $\beta(1 \rightarrow 4)$ -linked xylopyranose backbone, they exhibit large differences in their substitution by arabinose side chains and other substituents, which will be briefly presented afterward.

Table 1: Distribution of arabinoxylans in wheat grain (Barron *et al.*, 2007; Marion & Saulnier, 2020)

	Cell walls of the tissue	AX/MLG	Degree of substitution by Arabinose	Type of AX
Starchy albumen (80-83% of the wheat grain)	2-7%	70%/20%	Medium (0.6-0.7)	WE-AX and WU-AX
Aleurone layer (6-7% of the wheat grain)	40%	65%/30%	Low (≤ 0.4)	WU-AX
Pericarp (6-8% of the wheat grain)	50%		High (> 0.8)	HX

2.1 AX in the endosperm tissues

2.1.1 Water extractable AX (WE-AX) and water unextractable AX (WU-AX) in the starchy endosperm

In the starchy endosperm, AX can be divided into two groups according to their solubility in water: the water-extractable arabinoxylans (WE-AX) and the water-unextractable arabinoxylans (WU-AX). In white flours, which consist almost exclusively of starchy endosperm (Saulnier *et al.*, 2007), WE-AX generally makes up 25% of the total AX (Marion & Saulnier, 2020), although this proportion can vary significantly. In addition, the total amount of AX can range from 1.2 % to nearly 3% of the white flour's dry weight, with an average value of 2% (Gebruers *et al.*, 2008 ; Saulnier *et al.*, 2007).

Many studies have been conducted to determine the structure of the WE-AX and WU-AX. The xylose residues within the chain can be unsubstituted (uXyl), monosubstituted (mXyl) with arabinose residues at C(O)-3 (and more rarely C(O)-2) or disubstituted (dXyl) with arabinose residues at both C(O)-3 and C(O)-2 (Figure 2). This structural diversity is often quantified by the arabinose/to xylose ratio (A/X) (Table 2). Notably, structural variations have been highlighted between WE-AX and WU-AX, regarding the degrees of substitution of the xylan backbone, and WU-AX typically has a higher A/X ratio (0.58) compared to WE-AX (0.53)(Table 2, Ordaz-Ortiz & Saulnier, 2005).

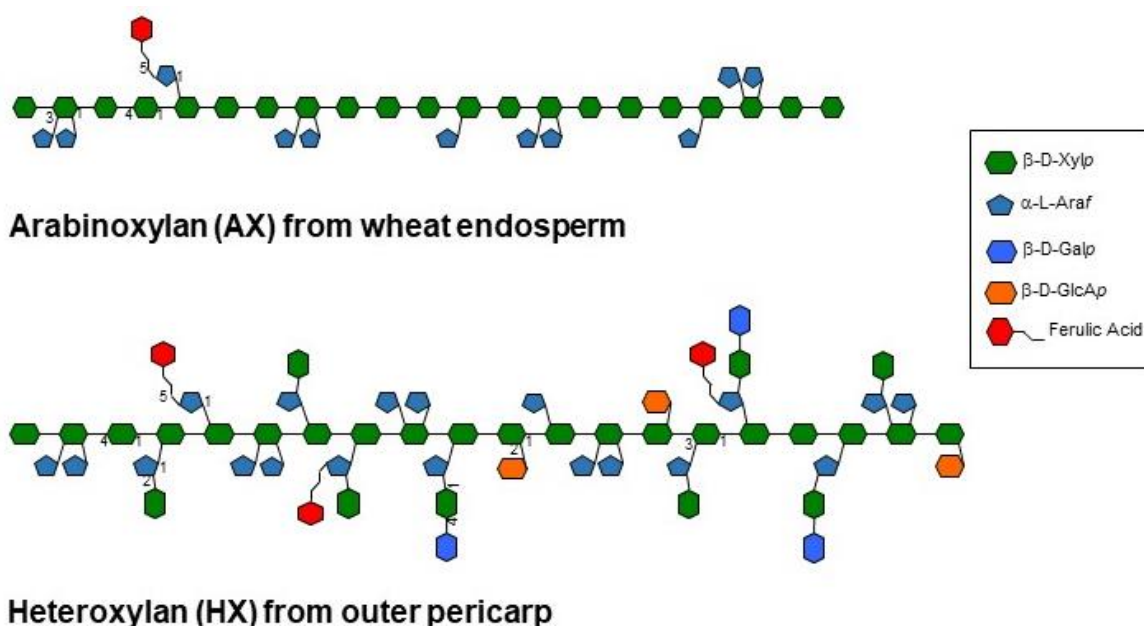


Figure 2 : Schematic structure of arabinoxylan from different tissues of wheat grain adapted from (Saulnier, 2019)

Table 2: Comparison of the degrees of substitution of xylan backbone and the A/X ratio of arabinoxylans in wheat albumen (work restitution of (Ordaz-Ortiz & Saulnier, 2005)), WU-AX being studied as XEAX (xylanase treatment).

	WE-AX (means in %)	WU-AX (means in %)
Xyloses		
Unsubstitued uXyl	62 – 67 % (65.3)	57 – 64 % (60.60)
Monosubstitued mXyl	12 – 19 % (15.9)	17 – 26 % (20.81)
Disubstitued dXyl	13 – 22 % (18.8)	16 – 24 % (18.60)
Ratio Arabinose/Xylose A/X	0.47 – 0.58 (0.53)	0.51– 0.67 (0.58)

In addition to the structural differences between WE-AX and WU-AX, a gradient of AX substitution has been observed across the starchy endosperm. Specifically, prismatic cell walls located close to the brush and the germ exhibit higher levels of di-substituted AX compared to the central cell wall (Fanuel *et al.*, 2018 ; Saulnier *et al.*, 2009 ; Toole *et al.*, 2011). This gradient is clearly evidenced using Matrix-Assisted Laser Desorption/Ionization (MALDI) Mass Spectroscopy Imaging (MSI) as shown in Figure 3 (Fanuel *et al.*, 2018; Veličković *et al.*, 2014).

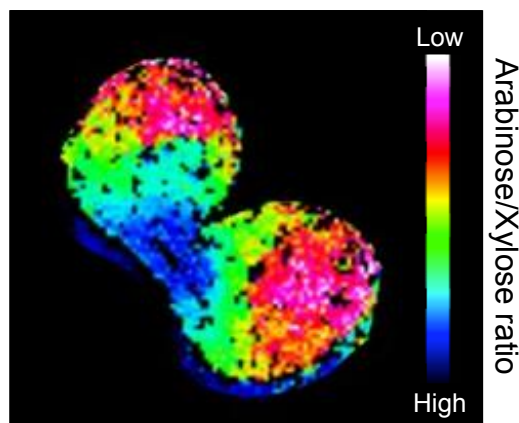


Figure 3 : Adapted from (Marion & Saulnier, 2020): Variation of arabinose to xylose ratio within the endosperm of mature wheat grain (900°D) as shown by enzymatic fingerprinting Matrix-Assisted Laser Desorption/Ionization (MALDI) Mass Spectroscopy Imaging (MSI). Wheat grain section was first digested with an endo-xylanase, generating arabino-xylo-oligosaccharides (AXOS) that were analysed at the micrometer scale by MALDI-MSI. The variation in the proportion of AXOS revealed changes in arabinose to xylose ratio (A/X) as depicted on the image. For experimental details see (Fanuel *et al.*, 2018)

Another important structural feature of wheat endosperm AX is the presence of ferulic acids (FA) linked to the C(O)-5 of arabinose residues by ester bonds (Izydorczyk & Biliaderis, 1995; Saulnier, 2019). The amount of ferulic acid linked to AX is relatively low, representing 0.2–0.4% of the WE-AX (w/w) and 0.6–0.9% of the WU-AX fraction in wheat (Saulnier, 2019). Despite its low concentration, the dimeric coupling of FA plays a crucial role, as it is involved in the cross-linking of WU-AX chains within the cell walls and in the gel formation of WE-AX under oxidative conditions (Chateigner-Boutin & Saulnier, 2022).

2.1.2 WU-AX in the aleurone layer

The aleurone layer is part of the endosperm of the grain. While this tissue is largely separated from the starchy endosperm during the milling process and typically associated with outer layers of the grain in the bran fractions, the structure of AX in the aleurone layer shares similarities with that of the starchy endosperm, with some few distinct differences. Notably only WU-AX are present in aleurone layer (Saulnier *et al.*, 2012). These WUAX exhibit a lower A/X ratio, ranging from 0.41 to 0.47 (Barron *et al.*, 2007), compared to those in the starchy endosperm, and are more extensively esterified with ferulic and dehydrodiferulic acids, accounting for approximately 3.2 and 0.45% (w/w) of the polymer, respectively (Saulnier, 2019).

2.2 Structure of AX in the outer layer of the grain

The outer tissues of cereal grains, isolated by the milling industry and referred to as brans, are a complex assembly of different tissues containing various AX polymers (Saulnier, 2019). As shown in Table 2, the nucellar epidermis (NE) is characterized by a low A/X ratio (0.12), whereas the cross cells and pericarp, also known as beeswing bran, are characterized by a much higher A/X ratio (1.2). In addition to arabinose, AX in these outermost tissues, are also associated with glucuronic acid (or its 4-*O*-methyl ester) and galactose, leading to their classification as heteroxylans (HX), which are conventionally accounted in wheat WU-AX fraction, with respect to their insolubility in water. However, their structure is quite different from WU-AX of the endosperm. Indeed, HX are highly branched, not only with single arabinose residues and glucuronic acid, but also with more complex side chains composed of 2-3 sugar residues, including arabinose, xylose, and, more rarely, galactose (Brillouet & Joseleau, 1987 ; Saulnier, 2019 ; Schooneveld-Bergmans *et al.*, 1999)

Table 3 : Composition of the outer tissues of wheat grain (adapted from (Barron *et al.*, 2007)

	% of tissue in grain	HX	MLG	Cellulose	Phenolic acids		
		g/100g of tissue			g/kg of tissue		
		(A/X ratio)			FA ester	DHD ester	Linked to Lignin
Aleurone	6.5	24.4 (0.4)	9.3	2.5	8.0	0.3	-
Inner pericarp + testa + NE*	3.5	38.8 (0.4)	3.4	12.3	4.8	0.6	5.8
		*60.0 (0.12)	*4.4	*-	*10.3	*0.6	*0
Outer pericarp	3.7	47.0 (1.2)	1.5	24.3	3.2	2.3	4.5

AX content was calculated as the sum of arabinose and xylose

MLG and cellulose contents were calculated from the glucose determined with (MLG + cellulose) and without prehydrolysis (MLG) in 72% H₂SO₄

FA (ferulic acid) and DHD (dehydrodimers of ferulic acid) ester contents were determined after hydrolysis in mild alkaline conditions (35°C, 2M NaOH). FA and DHD contents were also determined after hydrolysis in hot alkaline conditions (170°C, 4M NaOH). (FA +DHD) ester was deduced from (FA+ DHD) determined in hot alkaline conditions to calculate the amount linked to lignin.

AX: Arabinoxylans, MLG: Mixed Beta-Glucan, NE: Nucellar Epidermis, HX: Heteroxylans.

In addition, a high level of hydroxycinnamic acid characterizes the outer tissues of the grain. The amount of FA linked to arabinoxylans represents 0.9% (w/w) of the HX in the wheat pericarp (Barron *et al.*, 2007 ; Parker *et al.*, 2005). The presence of high level of dehydrodimers in the outer tissues indicates a significant amount of cross linking of HX chains. Furthermore, the interconnection of HX with lignin through ester–ether ferulic bonds that are revealed by a high temperature treatment of bran with alkali as shown in Table 3 (Barron *et al* 2007). Consequently, as illustrated in Fig. 4, HX are highly connected by covalent linkages between polymer chains and with lignin, rendering them insoluble in water and closely associated with other cell wall components in the outer tissues of the grain.

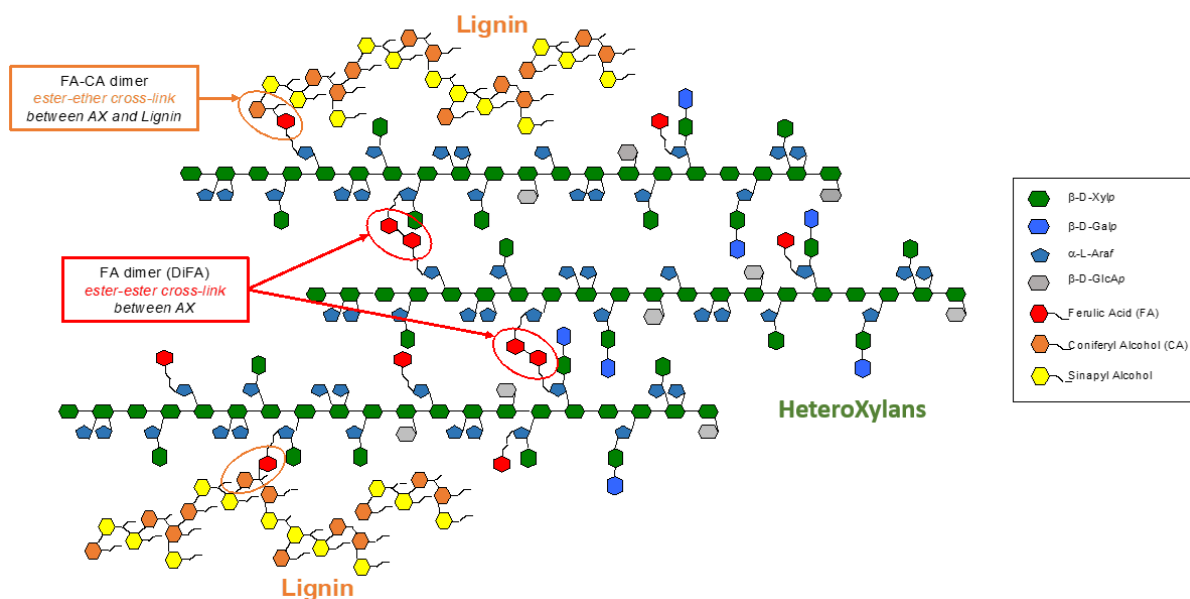


Figure 4 : Schematic view of interconnections between cell wall polymers involving ferulic acid in wheat grain outer layers (reprinted from (Chateigner-Boutin & Saulnier, 2022).

Xylp: xylopyranose, Galp: galactopyranose, Araf: Arabinofuranose, GlcAp: glucuronic acid.

FA dimers are linked through ester linkage to Arabinoxylans (AX). Ester linkages are broken in mild alkaline or acid conditions. Trimers of FA possibly connecting 3 AX chains are also detected in cereal grains. FA-Coniferyl Alcohol (CA) dimer is ester-linked through FA to AX. FA and CA are coupled by an ether bond. Subsequent coupling of CA anchors AX to lignin polymer through ferulate esters. Para-coumaric acid (pCA) is present in very low amount in cereal grains and its possible connection to AX or more likely lignin is not indicated here. Xylp: xylopyranose, Galp: galactopyranose, Araf: Arabinofuranose, GlcAp: glucuronic acid.

3 Physicochemical properties of wheat arabinoxylans (AX)

3.1 Properties of water extractable AX (WE-AX)

Beyond its water solubility, water-extractable arabinoxylans (WE-AX) exhibit remarkable physicochemical characteristics such as viscosity and gelling, which are the basis of their functional impact in bread-making.

3.1.1 Water-solubility

The water solubility of a polysaccharide depends on the balance between chain–chain and chain–solvent interactions. Structural factors such as chain length, the presence of side-chain groups, and their distribution on the xylan backbone, modify this balance and, consequently, the solubility behaviour of the polymers. In general, the presence of side-chains, that prevent chain–chain interactions, favors the water solubility of the polymers. For example, the removal of arabinose residues from WE-AX by controlled acid hydrolysis (Pitkänen *et al.*, 2011) or enzymatic treatment with arabinofuranosidase (Andrewartha *et al.*, 1979; Köhnke *et al.*, 2011) changes the solubility of the polymer, leading to its aggregation and precipitation when the arabinose on xylose (A/X) ratio falls below 0.4. This aggregation results from the intermolecular interactions between the unsubstituted regular parts of the xylan chain. This phenomenon is influenced not only by the global A/X ratio, but also by the distribution of arabinose side-chains along the xylan backbone (Köhnke *et al.*, 2011). The arabinoxylans (AX) in the endosperm of cereal grains are characterized by a high degree of substitution by arabinose side-chains ($A/X > 0.5$), which contributes to their solubility in water at neutral pH, either naturally as WE-AX or as WU-AX/HX after solubilization by alkaline treatment.

3.1.2 Viscosity of WE-AX solution

The viscosity of a polymer solution is influenced by fundamental molecular properties, including molecular conformation, molecular weight distribution, and the concentration of the polymer. WE-AX are particularly recognized for their viscous properties, due to their high weight average molecular weight (M_w), which ranges from 200 000 to 400 000, and their semi flexible random coil conformation, similar to that of classical thickeners used in the food industry, such as carob and guar gums (Marion & Saulnier, 2020 ; Saulnier, 2019). In dilute macromolecular solutions, viscosity measurements allow the determination of a limiting viscosity, or intrinsic viscosity ($[\eta]$), of the macromolecule (Morris *et al.*, 2014). Intrinsic viscosity is closely related to the molecular weight and conformation of the

macromolecule, making it directly connected to its thickening potential. Furthermore, its measurement is generally more reliable than M_w measurement, because less prone to experimental issues, such as the presence of aggregates that can lead to overestimation of M_w when using light scattering techniques (Pitkänen *et al.*, 2009 ; Saulnier *et al.*, 2013).

Large variations in the intrinsic viscosities of WE-AX from wheat starchy endosperm have been observed between studies, ranging from 200 to 600 mL.g⁻¹, with an average value of 400 mL.g⁻¹ for Saulnier, (2019). These variations are partly due to the extraction procedure, which may or may not include the inactivation of endogenous endoxylanases. Additionally, variations are observed between cultivars, and even for the same cultivars under varying environmental conditions.

The impact of structural variations on the viscosity of WE-AX, such as the degree of substitution of the xylan backbone, has often been discussed in the literature (Fincher & Stone, 1986 ; Izydorczyk & Biliaderis, 1995) with the assumption that more substituted AX may have a more rigid conformation. However, research indicated that the conformation of the AX chain is only slightly affected by the degree of branching of the xylan backbone within the range of variation observed for WE-AX (Dervilly-Pinel *et al.*, 2001a ; Dervilly *et al.*, 2000). Consequently, the viscosity of WE-AX solution is mainly dependent on changes in the concentration and M_w ($[\eta]$) of the polymer.

3.1.3 Gelling properties of WE-AX

The gelation of feruloylated WE-AX from wheat endosperm under oxidizing conditions has been documented for a long time (Neukom & Markwalder, 1978). This reaction can be catalyzed by various systems generating free radicals, including enzymatic systems such as hydrogen peroxide/ peroxidase, linoleic acid/lipoxygenase or laccase/oxygen. Gelation primarily results from the formation of the three-dimensional networks of AX chains anchored by dehydrodimers of ferulic acid. This radical mechanism produces different dehydrodimers (Chateigner-Boutin & Saulnier, 2022 ; Saulnier, 2019), and dehydrotrimers have also been observed in lower concentrations (Carvajal-Millan *et al.*, 2005). Although the gelling reaction is rapid, enzymatically induced AX gels show a significant decrease in their strength after a few days of storage. This weakening is due to partial depolymerization by radical reactions catalyzed by the still-active enzymatic system, which must be inactivated to prevent this degradation. The structural characteristics of AX, including high content of ferulic acid, high M_w /Intrinsic viscosity and low substitution of the xylan backbone, would favor the formation of strong gels (Carvajal-Millan *et al.*, 2005 ; Dervilly-Pinel *et al.*, 2001b ; Izydorczyk & Biliaderis, 1995).

This gelation mechanism is most likely responsible for the difference in water solubility between WU-AX and WE-AX in the starchy endosperm. The WU-AX fraction in wheat endosperm is likely anchored in the cell wall through an extensive covalent network of AX-chains cross-linked by diferulic bridges, rendering them water-insoluble despite having a higher A/X ratio than WE-AX (which usually favor solubility in water). The same mechanism clearly occurs in the outer tissues of the grain, where AX chains are highly substituted, but heavily esterified with ferulic acid, helping connect AX chains together and with lignin in the insoluble cell-wall network.

3.2 Physicochemical properties of Water-Unextractable Arabinoxylans (WU-AX) from starchy endosperm and heteroxylan (WU-HX) from outer tissues

This section quickly reviews the main physicochemical characteristics of WU-AX/HX isolated from the starchy endosperm and outer layers of the grain, focusing on the water-binding ability of the insoluble cell matrix containing Water-Unextractable Arabinoxylans (WU-AX).

3.2.1 Molecular Weight of isolated WU-AX from starchy endosperm and WU-HX from outer layers

The determination of the M_w of the WU-AX fraction from the endosperm of cereal grains is generally performed following an alkaline treatment of isolated cell wall material. This treatment removes ferulic acid esters and breaks diferulic bridges, thereby releasing AX polymers. Extracted WU-AX remained fully soluble in water after neutralization due to their high substitution level. In wheat endosperm, WU-AX exhibit higher intrinsic viscosity (707 mL.g^{-1}) compared to WE-AX (541 mL.g^{-1}), when isolated from a same flour sample (Freeman *et al.*, 2016).

While WU-HX have been extracted and purified from wheat bran by many researchers, accurate determinations of M_w are scarce. Only few authors have reported intrinsic viscosities of isolated fractions with values ranging from 120 to 140 mL.g^{-1} (Schooneveld-Bergmans *et al.*, 1999 ; Zhang *et al.*, 2011). These values are significantly lower than those reported for WE-AX or WU-AX from wheat starchy endosperm, indicating a limited thickening power. It is possible to extract WU-HX from cereal brans while preserving some of the ferulic acid–arabinose ester linkages, albeit at the expense of a low extraction yield, using mild alkaline conditions. The extracted HX can then form gels under oxidative conditions (Ng *et al.*, 1997 ; Yan *et al.*, 2019).

3.2.2 Hydration and water-binding ability of cell wall fraction containing WU-AX/HX

WU-AX and WU-HX are embedded in the cell wall matrix, whose physicochemical properties depend on the interactions between all its individual components, with WU-AX/HX playing a central role. This water-insoluble matrix (WIM or WUS for water unextractable solids) rich in WU-AX/WU-HX can absorb, swell and entrap water within its porous structure, affecting water distribution among flour components during processing and in the final cereal products. The hydration properties of this insoluble matrix depend on its physical structure, such as porosity and particle size, and are influenced by extrinsic parameters like pH, temperature and ionic strength, as well as its history, including drying and grinding (Jacobs *et al.*, 2015).

Different hydration properties have been defined using various measurement techniques (Robertson *et al.*, 2000). Water-retention capacity, also known as waterholding or waterbinding capacity, is defined as the amount of water retained by a known weight of fiber under specific conditions, such as centrifugation. However, hydration properties can also be assessed by measuring the 'swelling' (the volume occupied by a known weight of fiber under the conditions used) or 'water absorption' (the kinetics of water movement under defined conditions). Additionally, the composition of the insoluble fraction used to characterize hydration properties can vary depending on the isolation procedure. For example, cell wall material isolated from the starchy endosperm is often contaminated with starch, leading to WU-AX content variations between 30% and 80%, largely depending on the extent of starch removal (Faurot *et al.*, 1995 ; Wang *et al.*, 2003a). Similarly, bran composition is significantly affected by the milling process and mill settings (Barron *et al.*, 2020 ; Hemdane *et al.*, 2015 ; Hemery *et al.*, 2007). These factors complicate comparisons between studies, making the literature on the hydration properties of WU-AX rather confusing.

The use of farinograph device, designed to determine the optimal amount of water added to a flour for a fixed consistency, has often been used to evaluate the water binding capacity of different WU-AX fractions or even WE-AX. However, the viscoelastic properties of wheat flour dough are known to be very sensitive to small changes in water content and mixing time (Meerts *et al.*, 2017). Therefore, the water amount determined by farinograph cannot simply be related to the optimal water binding capacity of an individual component because it depends on the dynamic interactions of the different components during mixing and varies according to the level of consistency to be attained. For these reasons, water binding values derived from farinograph measurement are not considered in this section.

The composition of cell-walls in the endosperm and outer layers of the grain is quite different and reflects their distinct functions: endosperm cell-walls are storage tissue that must be easily remobilized and allow water circulation during growth and germination, while outer layers are protective tissue

which must be resistant to water penetration and pest attacks, including fungi and microbial enzymes. Consequently, quite large differences are observed between the hydration properties of cell wall materials isolated from different parts of the grain. For instance, the water-holding capacity of water-unextractable material isolated from starchy endosperm, containing about 50% (w/w) of WU-AX is approximately 7.6 g.g^{-1} , whereas fractions from the outer pericarp and the aleurone layer and having similar particle size show values around 5 g.g^{-1} (Bonnand *et al.* 2010). The swelling properties from these same fractions also differ clearly : 30 mL.g^{-1} when isolated from starchy endosperm, 8 mL.g^{-1} from aleurone layer and 7 mL.g^{-1} from outer pericarp (Bonnand-Ducasse *et al.*, 2010 ; Wang *et al.*, 2003a).

Many studies have focused on the physicochemical properties of bran rather than starchy endosperm WU-AX. It is generally observed that as particle size decrease, water binding capacity of bran decreases (Auffret *et al.*, 1994 ; Hemdane *et al.*, 2015 ; Noort *et al.*, 2010). The inappropriate use of farinograph for measuring the water-binding capacity of bran particles is further confirmed as no significant effect of particle size is observed with farinograph water absorption. The differences in the results have already been discussed (Hemdane *et al.*, 2015) would be related to the different forces undergone by particles between water-binding measurements and farinograph measurements.

Finally, the potential impact of AX structural variation on the hydration properties of starchy endosperm cell walls has been studied by creating films using purified WE-AX with controlled structures as a model of the cell wall. This simplified cell wall model, demonstrated that higher substitution of AX leads to an increased diffusion rate of water molecules, which is attributed to the greater nanoporosity of the highly branched arabinoxylan film, thereby facilitating water motion (Ying *et al.*, 2013).

4 Variability of AX in white flours

The structural diversity of AX among the different grain tissues and within the starchy endosperm, is well established. Furthermore, in white flours derived primarily from the starchy endosperm, variations in both the amount and structure of AX have long been observed, depending on the cultivar as well as environmental conditions. Few studies have specifically examined the impact of genetics and environmental factors on the AX content (WE-AX and WU-AX) within the different grain compartments. Measuring the total AX content in grain can mask possible variation from the starchy endosperm, which account for only 25% of the grain total AX content. As a result, findings on the impact of environment or genotype on arabinoxylans are sometimes contradictory. This is partly because total AX content is often measured in whole grain, while only a few studies focus on white flour, a distinction that is not always clearly noted in the literature. Most reliable results have been obtained on WE-AX content that originates from the starchy endosperm. As a matter of fact, variations in WE-AX content can be evaluated on whole grain flour, as WE-AX content determined on the whole grain or the white flour of wheat samples are highly correlated (Török *et al.*, 2019).

This section reviews the impact of genetic and environmental conditions, as well as technological factors, on the variation of WE-AX and WU-AX contents and structure in white flours.

4.1 Impact of genetic

The content of AX fractions (WE-AX, WU-AX) in white flour varies between different wheat cultivars. Studies have reported about a 2-fold variation in the total content (AXTOT) among cultivars grown on the same site, while their variation in water-extractable content (WE-AX) ranged from 3 to 4.7-fold (Gebruers *et al.*, 2008 ; Ordaz-Ortiz & Saulnier, 2005). Studies have revealed the genetic control of quantitative aspects related to AX and identified chromosomal region (Quantitative Trait Locus: QTLs) that control WE-AX content, the arabinose to xylose (A/X) ratio and AXTOT in white flour. In this respect, QTLs have been associated to the relative viscosity of flour water extract used as a proxy of WE-AX, or directly for WE-AX content, consensually on chromosome 1B and 6B in many studies (Ibba *et al.*, 2021 ; Lovegrove *et al.*, 2020 ; Martinant *et al.*, 1998 ; Quraishi *et al.*, 2011 ; Yang *et al.*, 2016).

However, QTLs for AXTOT are less consistent (Shewry *et al.*, 2014 ; Tremmel-Bede *et al.*, 2020). Many studies measure AXTOT in the whole grain flour rather than in white flours (Dornez *et al.*, 2008 ; Török *et al.*, 2019), making these results less relevant for understanding the genetic control of AX in the starchy endosperm. Additionally, a potential issue lies in the preparation of white flour. The milling process can be affected by differences in grain hardness, resulting in flours with varying levels of aleurone layer

contamination. This means that the white flour may contain different proportions of starchy endosperm and the observed differences in cultivars might not reflect a genetic control of AX content but rather differences in technological behaviour. In this respect it has been observed that “hard” wheat varieties would contain higher amounts of AX than “soft” wheat one’s (Delcour *et al.*, 1999 ; Dornez *et al.*, 2008). However, even if the tissue composition of white flours may be impacted by milling conditions and grain hardness (Hemery *et al.*, 2007), they are mainly composed of the grain starchy endosperm. In addition, variations of WE-AX content observed on the whole grain, indicates changes in the starchy endosperm. However, WE-AX and WU-AX contents in the starchy endosperm are not simply related and, depending on cultivars, the proportion of WE-AX can vary from 20% up to 40% of white flour AXTOT.

In the starchy endosperm of mature grain, the structural heterogeneity of AX amongst wheat cultivars is well-documented, with variations in the degree of arabinose substitution on the xylose chain observed from one variety to another (Andersson *et al.*, 1995 ; Ordaz-Ortiz *et al.*, 2005 ; Saulnier *et al.*, 2009). Besides, AX structure changes during grain development, starting from a high level of substitution by arabinose at the early stages and decreasing to a lower level at maturity (Philippe *et al.*, 2006 ; Toole *et al.*, 2010). Consequently, this structural heterogeneity could reflect differences in grain developmental rate amongst wheat cultivars.

4.2 Impact of environment

Although it is generally recognized that WE-AX content is primarily influenced by genotype and is a highly heritable trait (Dornez *et al.*, 2008 ; Finnie *et al.*, 2006 ; Lempereur *et al.*, 1997 ; Shewry *et al.*, 2014 ; Tremmel-Bede *et al.*, 2020), environmental effects also play a significant role. For example, the water extract viscosity of wheat flour, which is highly correlated with WE-AX content and driven by a strong genetic effect, is also impacted by environmental conditions. This is evidenced by a systematic higher viscosity for all cultivars in certain growing locations (Martinant *et al.*, 1999). Some authors even reported that environmental effects have a stronger impact on WE-AX content than genotype (Török *et al.*, 2019), and there is a general consensus that AXTOT content is more influenced by the environment than by the genotype (Finnie *et al.*, 2006 ; Li *et al.*, 2009 ; Török *et al.*, 2019).

Studies have tried to identify correlations between grain composition and environmental factors such as temperatures and precipitation. For example, a higher proportion of WE-AX has been associated with increased rainfalls (Ciccoritti *et al.*, 2011 ; De Santis *et al.*, 2018 ; Gebruers *et al.*, 2010 ; Olaerts *et al.*, 2016). However, results for AXTOT in whole meal flour are less consistent. Some studies report no

significant correlation with weather conditions (Dornez *et al.*, 2008 ; Gebruers *et al.*, 2010), while others find a positive correlation (Ciccoritti *et al.*, 2011).

Positive relations between drought stress and AXTOT have also been observed (Coles *et al.*, 1997 ; Zhang *et al.*, 2010). High temperature or drought conditions limit starch synthesis, resulting in smaller grains with a lower proportion of starchy endosperm and, consequently, an enrichment in tissues containing high amounts of AX. Thus, drought conditions increase the total AX content of the grain. On top of that, drought and heat stress usually act in synergy to increase AX content in wheat (Rakszegi *et al.*, 2014). Besides, it has been shown that the AX restructuring rate is faster at higher temperatures (Toole *et al.*, 2007), and various restructuring responses to drought were observed depending on the cultivar (Rakszegi *et al.*, 2014). Finally, negative correlations between WE-AX and average daily temperature have been observed, indicating that WE-AX decreases with temperatures rise (Gebruers *et al.*, 2010).

4.3 Impact of endoxylanase on WE-AX/WU-AX ratio

The impact of the harvest year on the WE-AX/WU-AX proportion have been documented by various authors, including Andersson *et al.* (1993). Several studies have suggested that an increase in WE-AX at the expense of WU-AX could be related to endoxylanase endogenous activity (Ciccoritti *et al.*, 2011 ; Dornez *et al.*, 2008 ; Olaerts *et al.*, 2016). Endoxylanases play a role during germination in making storage components more accessible, and their activity is sensitive to environmental conditions (C M Courtin & Delcour, 2002). In fact, 85 to 90% of wheat xylanase activity is of microbial origin, and this activity level is influenced by environmental conditions: higher xylanase activity levels are observed in grains harvested during cold, rainy summers compared to those from dry, warm summers (Dornez *et al.*, 2009). However, the correlations between endoxylanase activity levels and AX levels are small (Dornez *et al.*, 2008). Apparent xylanase activity levels in bran are approximately 12 to 15 times higher than in white flour (Bonnin *et al.*, 1998 ; Dornez *et al.*, 2009) and microbial xylanases are primarily located on the grain surface, which is not in contact with endosperm AX, therefore not affecting the WE-AX/WU-AX ratio in the endosperm. Furthermore, endogenous xylanase action can be restricted by the presence of xylanase inhibitors, yet no correlations have been found between xylanase-inhibitors (TAXI- and XIP-type) levels and endoxylanase activity levels (Dornez *et al.*, 2008).

5 ArabinoGalactan-Peptide (AGP)

5.1 Structure of AGP

AGPs belong to a class of compounds known as proteoglycans (Saeed *et al.*, 2011) that can be separated from WE-AX using EtOH fractionation (Loosveld *et al.*, 1997). They are mainly composed of polysaccharides, that can make up more than 90% of their structure, with a small peptide portion generally composed of 15 amino acids. This peptide is rich in hydroxyproline (16 to 20%), and also contain serine, alanine and threonine (Fincher & Stone, 1974 ; Tryfona *et al.*, 2010). The protein content of AGP varies slightly, generally remaining below 15% of the total molecule with reported values of 8% according to Fincher & Stone (1974), and 6.5 to 14.3% according to Izydorczyk *et al.*, 1991a. The carbohydrate chain is linked to the peptide by a 4-hydroxyproline-galactoside bond (Michniewicz *et al.*, 1992 ; Strahm *et al.*, 1981).

The carbohydrate part of AGP, known as Type II Arabino-Galactan, consists of a $\beta - (1 \rightarrow 3) - D - \text{galactan}$ backbone that is branched with $\beta - (1 \rightarrow 6) - D - \text{galactan}$ chains of varying lengths, themselves highly substituted on position 3 by single $\alpha - L - \text{arabinofuranose}$ (L-Araf) residues (Fincher & Stone, 1974 ; Neukom & Markwalder, 1975 ; Tryfona *et al.*, 2010 ; Van den Bulck *et al.*, 2005). Galactose residues can occasionally be substituted on position 3 by single $L - \text{rhamnose}$ (L-Rha), $L - \text{fucose}$ (L-Fuc) and $D - \text{Glucuronic Acid}$ (D-GlcA) residues. Additionally, glucuronic acids are found at the non-reducing ends on position 6 of the short $\beta - (1 \rightarrow 6) - \text{galactan}$ chains (Tryfona *et al.*, 2010). A few $\beta - L - \text{arabinopyranose}$ residues ($1 \rightarrow 3$), linked to $\alpha - L - \text{arabinofuranose}$ side chain on position 3 the $\beta - (1 \rightarrow 6) - \text{galactan}$ chains have also been reported (Tryfona *et al.*, 2010).

5.2 Physicochemical properties of AGP

AGP are highly soluble, characterized by a highly branched compact structure as described in section 5.1, and a low molecular weight, estimated at about 23,500 Da (Saulnier, 2019). Due to these properties, AGP do not have a major effect on the viscosity of wheat aqueous extracts compared to AX (Saeed *et al.*, 2011). However, their amphiphilic nature makes them potential stabilizers of interfacial films surrounding gas cells during breadmaking, and they contribute to the stabilization of the foam structure (Turbin-Orger *et al.*, 2015).

5.3 Variability of AGP

Evaluation across 8-10 different varieties over two harvest years have reported AGP content ranging from 0.24 to 0.33 g/100g, with an average content of 0.29 g/100g (Loosveld *et al.*, 1998). The arabinose to galactose (A/G) ratio is reported in a relatively narrow range between 0.63 and 0.75 (Fincher & Stone, 1974 ; Izydorczyk *et al.*, 1991a ; Loosveld *et al.*, 1998; Loosveld *et al.*, 1997; Neukom & Markwalder, 1975; Westerlund *et al.*, 1990). Generally, the A/G ratio of AGP is considered stable among cereal species, and an average value of 0.7 (w/w) is often used as reference (Loosveld *et al.*, 1998 ; Van den Bulck *et al.*, 2005). Globally, compared to AX, AGP exhibits less variability.

6 Effects of arabinoxylans and arabinogalactan-proteins in bread making

After considering the variability in the characteristics of wheat arabinoxylans and arabinogalactan-protein, their influence on the bread-making process is discussed in this final section, along with their impact on the technological quality of wheat.

6.1.1 Effects on dough

6.1.1.1 Dough rheology

The impact of arabinoxylans on dough rheology has been partly studied through farinograph measurement which provide information about flour water absorption related to dough consistency.

WE-AX have been generally shown to increase dough consistency or the water absorption at a given consistency (Jelaca & Hlynka, 1971 ; Michniewicz *et al.*, 1991) Notably, high molecular weight WE-AX (HMw WE-AX) appears to have a more pronounced effect than low molecular weight WE-AX (LMw WE-AX) (Biliaderis *et al.*, 1995 ; C. M. Courtin & Delcour, 1998). According to Sapirstein *et al.* (2018), natural variation in WE-AX could account for 3.3 to 9% of water absorption. However, the WE-AX content in their study ranged from 0.23 to 0.46 g/100g, which is much lower than the range observed in other studies. For instance, Gebruers *et al.*, (2008), reported variations from 0.15 to 1.40 g/100 g, and Saulnier *et al.*, (2007) noted a range from 0.30 to 0.80 g/100g, more representative of possible WE-AX variability across different varieties and growing conditions. In addition, Biliaderis *et al.*, (1995) ; Jelaca & Hlynka, (1971) ; Michniewicz *et al.*, (1991) reported that an increase in WE-AX extends the dough development time and enhances its resistance to extension. Although few studies have been conducted with isolated AGP, Loosveld & Delcour, (2000) suggested that they behave similarly to LMw WE-AX.

WU-AX have also been reported to increase water absorption, development time and dough consistency (Bonnand-Ducasse *et al.*, 2010 ; Jelaca & Hlynka, 1971 ; Michniewicz *et al.*, 1991). However, unlike WE-AX, they do not necessarily increase resistance to dough extension (Jelaca & Hlynka, 1972). In addition, WUS appears to have a more significant impact on the gluten network compared to water extractable pentosans (WEP), primarily due to their higher water binding capacity. Their incorporation into the dough reduces gluten network extensibility, requiring additional hydration to counteract this effect and achieve optimal dough consistency (Berger & Ducroo, 2004).

Xylanases can play a crucial role in maintaining dough viscosity by promoting the solubilization of WU-AX into WE-AX, thus helping to rebalance the ratio of these two fractions (C M Courtin & Delcour, 2002).

This is relevant as water soluble pentosans (WE-AX) increase the dough viscosity (Jelaca & Hlynka, 1971), but only up to a certain enzyme concentration. Indeed, excessive xylanase activity can lead to arabinoxylan (AX) depolymerization, potentially degrading dough consistency. This negative effect can be mitigated by adding guar galactomannan, a well-known thickener (McCleary *et al.*, 1986). Rouau *et al.* (1994) confirmed that while moderate addition of enzymes can improve dough and bread quality, exceeding a specific threshold of enzyme activity leads to over-solubilization and a subsequent decline in product quality. Rouau, (1993) attributed the initial beneficial effects of WU-AX solubilisation to increased viscosity and improved water redistribution among other compounds. Although xylanases help to rebalance the ratio between WE-AX and WU-AX to enhance dough quality, careful control of their concentration is necessary to prevent excessive hydrolysis and preserve HMw WE-AX, essential to maintain the viscosity of the dough's liquid phase and overall dough quality.

6.1.1.2 Bubble gas stability

The liquid phase of the dough is essential for the formation of gas bubbles. This liquid phase forms thin films around the bubbles, allowing surfactants, primarily proteins and lipids, to adsorb at the gas/liquid interface and stabilize the bubbles (MacRitchie, 2016). Although AX are not typically considered active surfactants, they have been shown to reduce the surface tension of water (Izydorczyk *et al.*, 1991b ; Sarker *et al.*, 1998).

WE-AX are believed to enhance gas retention by reducing carbon dioxide diffusion, effectively decreasing the permeability of the dough's alveoli (Berger & Ducroo, 2004 ; Hosney, 1984). It has been hypothesized that the oxidative gelation of WE-AX could increase the viscosity of the aqueous phase, thereby stabilizing gas bubbles through the liquid film around them (Gan *et al.*, 1995 ; Sarker *et al.*, 1998).

In contrast, WU-AX are associated with decreased dough stability. Courtin & Delcour, (2002) suggest that WU-AX might destabilize dough by piercing gas bubbles, while Noort *et al.* (2010) propose that WU-AX interfere with gluten re-aggregation.

However, AX in general, and other water-soluble poly- and oligosaccharides, remain in the liquid phase, influencing its viscosity and limiting the drainage, which in turn promotes the stability of the films between bubbles. Additionally, AGP may play a role in the migration of the components at the liquid/air interface due to their protein moiety. According to Turbin-Orger *et al.* (2015), their presence reduces the mobility of proteins and lipids at the interface, contributing to gas bubble stabilization. Notably, AGP are not located directly at the interface (due to competition with proteins and lipids), but are instead bound to proteins at the interface.

Consequently, AX and AGP contribute not only to water absorption and dough rheology, which are important for dough handling, but also to the stabilization of gas bubbles, an essential factor in maintaining good bread volume.

6.1.2 Effects on bread

6.1.2.1 Effects on bread volume

As mentioned above, the addition of WE-AX increases flour water absorption, which is positively correlated with bread volume (Roels *et al.*, 1993) while the removal of water-soluble pentosans reduces it (Hoseney *et al.*, 1969). Additionally, the role of WE-AX in stabilizing gas bubbles in the dough may help to preserve bread volume during baking. However, the effect of WE-AX appears to be concentration-dependant, in relation to their Mw, as the bread volume increases up to an optimal concentration, before declining. Biliaderis *et al.* (1995) suggested that initial increase in bread volume is due to enhanced strength and elasticity of the gluten-starch network, while the subsequent decrease is likely due to excessive viscosity. Furthermore, they observed that LMw WE-AX achieves this optimum at higher concentrations compared to HMw WE-AX. This finding highlights the importance of the viscosity generated by WE-AX, which depends on both their concentration and Mw (or intrinsic viscosity). To achieve similar viscosity levels, a higher concentration of LMw AX is required compared to HMw AX. Rouau *et al.*, (1994) suggested that a high ratio of WE-AX to total AX may be more beneficial than simply having a high absolute value of WE-AX, a hypothesis supported by the observed effects of xylanases on bread volume (and dough behaviour). To achieve optimal volume, WU-AX can be solubilized, thereby increasing the ratio of WE-AX to total AX (McCleary *et al.*, 1986).

Beyond bread volume enhancement, WE-AX addition improves crumb texture (Buksa *et al.*, 2015), with higher water absorption resulting in increased moisture content. The gluten-free industry has capitalized on these benefits, using gums with similar properties to AX to produce acceptable crumb in gluten-free breads (Kim & De Ruiter, 1969 ; Kulp *et al.*, 1974). More recently, the addition of water-soluble maize fiber, rich in arabinoxylans has been shown to enhance the specific volume and crumb texture of gluten-free bread (Ayala-Soto *et al.*, 2017 ; Espinosa-Ramírez *et al.*, 2020).

In contrast, addition of WU-AX (WUS) negatively affect both bread volume and crumb texture (Noort *et al.*, 2010 ; Rouau *et al.*, 1994 ; Wang *et al.*, 2003b). They are thought to destabilize dough structure acting as a physical barrier that limits glutenin aggregation during gluten formation and development (Noort *et al.*, 2010 ; Wang *et al.*, 2003a). WU-AX (WUS) also compete with gluten for water, retaining it punctually in swollen particles, further contributing to the dough foam destabilization. Besides, their

negative influence is enhanced when particle size is reduced (Noort *et al.*, 2010). During fermentation and oven rise, WU-AX may penetrate gas cells, provoking their coalescence and gas release (Courtin *et al.*, 1999), resulting in breads with coarser, stiffer crumbs and lower volumes.

According to (Loosveld & Delcour, 2000) adding AGP (1 or 2% of the flour weight) had also been shown to slightly decrease bread volume, which is confirmed later by (Saeed *et al.*, 2015)

6.1.2.2 Effects on bread storage

As mentioned above, the texture of the crumb is heavily dependent on the amount of water retained in the product after baking and studies have highlighted the role of AX in the staling and shelf life of bread. Biliaderis *et al.* (1995) found that WE-AX addition increases moisture retention in the bread, both immediately after baking and during storage and that moisture content correlated with WE-AX molecular weight and concentration.

Biliaderis *et al.* (1995) also observed that higher WE-AX concentrations slow down bread hardening, meaning it stales more slowly, although they paradoxically accelerate the retrogradation of amylopectin, considered a major factor in bread staling. Clearly, the staling phenomenon is complex and influenced by multiple factors, making it difficult to describe by a single event like amylopectin retrogradation kinetics. Kim & D'apponia, (1977a, 1977b) also found that WE-AX can accelerate retrogradation and staling processes, particularly during the initial days of storage, but significantly reduced these effects after 5 days. In contrast, WU-AX (WUS) more strongly reduce both processes, and from the outset. They suggested that WE-AX leads to more mobile water in the bread, which initially increases retrogradation more than WU-AX. Moreover, Kim & D'apponia, (1977b) stated that while WE-AX mainly delays the retrogradation of amylopectin gels, WU-AX not only has a more substantial impact on amylopectin but also affects amylose retrogradation.

These findings align with Jankiewicz & Michniewicz (1987), who reported that the addition of water-soluble pentosans reduce bread firmness over time, thereby maintaining freshness and sensory properties. Similarly, Xiao *et al.* (2021) noted that the addition of AX reduces the retrogradation of amylopectin, which they linked to a decrease in the dough's setback during resting.

These results indicate that WU-AX does not solely have negative impacts as this fraction effectively absorbs water, causing the crumb to remain moist during baking (Schefer *et al.*, 2021).

6.2 Mechanisms by which wheat arabinoxylan and arabinogalactan protein variability in flour impact bread quality

The impacts of adding arabinoxylan fractions on the quality of wheat flour dough and bread are well documented, but the effects of natural variability in arabinoxylans—such as differences in content, physicochemical properties, or WE-AX to WU-AX ratio—have not yet been thoroughly studied. Additionally, while many studies have attempted to explain the mechanisms underlying these effects, the precise ways in which arabinoxylans interact with other flour components to influence overall bread quality remain unclear.

6.2.1 Interactions with gluten proteins

Studies on dough quality often focus on how various factors influence gluten network formation.

Gluten, the primary protein complex in wheat dough, is composed of alcohol extractable gliadins, which contribute to dough viscosity and extensibility, and non-alcohol extractable glutenins, which impart strength and elasticity. During dough development, glutenins form disulphide bridges, creating high molecular weight subunits, while gliadins are monomers that interact with glutenins through hydrophobic and hydrogen bonding (Goesaert *et al.*, 2005).

Several studies have explored potential direct interactions between AX and gluten to explain how these minor components could influence the dough's viscoelastic properties (D'Appolonia & Gilles, 1971 ; Michniewicz *et al.*, 1991 ; Vansteenkiste *et al.*, 2004). Despite extensive research, definitive evidence of these interactions remains elusive.

Oxidative enzymatic systems play a role in modulating gluten cross-linking. For instance, glucose oxidase (GOX) have been shown to increase Gluten MacroPolymer (GMP) content and strengthen the gluten network by promoting disulfide bridges formation (Liu *et al.*, 2018 ; Primo-Martín *et al.*, 2003). GOX can improve bread quality by cross-linking of proteins and/or AX in the presence of hydrogen peroxide (H₂O₂). Decamps *et al.* (2013) observed a decrease in sulfhydryl (SH) content in the presence of GOX, suggesting potential formation of disulfide bridge between AX and proteins.

Among the potential interactions between proteins and AX, those involving ferulic acid (FA) through enzymatic oxidation-reduction reactions have garnered significant attention. FA a known antioxidant, typically results in reduced dough and bread quality when directly added (Han & Koh (2011)), likely by interfering with disulfide bond formation due to its reductive capacity (Schefer *et al.*, 2021). Although the effects of free FA addition on the gluten network has been extensively studied, the precise

mechanisms underlying these effects remain not fully understood (Saulnier *et al.*, 2013 ; Schefer *et al.*, 2021).

The reaction between AX-bound FA and proteins, possibly occurs through FA-tyrosine bridges. Model studies have shown that low molecular weight adducts of tyrosine or tyrosine-rich peptides and FA can be produced under specific conditions (Figuroa-Espinoza *et al.*, 1998). AX/casein adducts have been identified (Boeriu *et al.*, 2004), and di-FA-tyrosine has been isolated from rye and wheat flour dough (Piber & Koehler, 2005). Similar linkages have been observed in rye, where Buksa (2016) found protein-AX complexes associated through FA, akin to AX-to-AX associations. However, the prevalence of these bonds in wheat is questionable, given that AX and FA are less abundant in wheat compared to rye.

Other studies, such as Labat *et al.* (2002), found no covalent bonds between AX and gluten during dough formation; however, this study was conducted using vital gluten without other flour components. Figuroa-Espinoza *et al.*, (1998) did not identify any linkage between FA and proteins, in the presence of WUS or WEP, suggesting that the concentrations of FA-AX, thiol groups and oxidative enzymes, along with the presence of other oxygen-reactive compounds in wheat flour, are not conducive to the formation of a covalent linkage between gluten proteins and AX mediated through ferulic acid.

Additionally, oxidized phenolic compounds tend to form complex polymers with themselves (Friedman, 1996), creating dehydrodimers rather than bonding with cysteines from proteins, and FA dimers are more reactive than FA monomers towards other compounds (Amić *et al.*, 2020), which could further promote AX cross-linking. Thus, a direct link between AX and proteins remains unproven, in wheat. Moreover, the potential amount of di-FA-tyrosine conjugates in wheat dough is extremely low and likely could not significantly affect dough functionality.

Wang *et al.* (2003a) found that the addition of WUS negatively affected gluten yield, a drawback that could be mitigated by increasing mixing time and water content. They also showed that adding xylanase completely reversed the negative effect of WUS on gluten yield and even enhanced it, leading them to suggest a direct interaction between WUS and gluten. However, the effect of xylanase addition does not conclusively prove this interaction, as it reflects not only the disappearance of WUS but also their conversion into soluble polysaccharides. Beyond this direct effect, Wang *et al.* (2003a) considered a potential indirect impact of WUS on the gluten network, suggesting that WUS competes with gluten for water and acts as a physical barrier, limiting glutenin aggregation. According to, Wang *et al.*, (2002) water extractable pentosans (WEP) also indirectly interfere with gluten development by competing for water, which alters conditions necessary for optimal gluten formation and negatively impacts gluten yield and its rheological properties. Similarly, Guo *et al.*, (2018) explained that hydrolysed AX reduced the competition for water and enhance the gluten network formation.

6.2.2 Interactions with starch

Different authors have shown that WE-AX impact starch retrogradation (Biliaderis *et al.*, 1995 ; Hou *et al.*, 2020 ; Kim & D'apponia, 1977b) and that this phenomenon is closely related to molecular mobility, which is significantly influenced by water content and distribution in bread. Although AX (WE-AX and WU-AX/WUS) tend to reduce the amount of available water due to their high water-binding capacity, it has been observed that staling rate actually increases in AX fortified breads. This increase in staling rate may be attributed to the higher water content in these breads, which allows for greater mobility of amylopectin chains, favoring quicker recrystallization.

Specifically (Hou *et al.*, 2020) observed that LMw WE-AX exert a stronger inhibitory effect on starch short-term retrogradation. They proposed a hypothetical mechanism in which LMw AX preferentially interact with amylose, preventing its complexation with lipids. In contrast HMw WE-AX are suggested to interact with amylopectin chain, inhibiting long-term retrogradation.

6.2.3 The complex question of the impact of AX on water distribution

There is a general consensus that both water-extractable arabinoxylans (WE-AX) and water-unextractable arabinoxylans (WU-AX) are hydrophilic polymers that trap large amounts of water, thereby impacting water distribution and dough behaviour.

In food systems, water forms hydrogen bonds with various substrates, solvate ions and polar molecules (or functional groups), keeping them apart, or can act as structural component of supramolecular clusters. Water occupying intermediate sites between solvated molecules acts as a plasticizer due to its high mobility (Slade & Levine, 1995). In dough, and subsequently in bread, water is partitioned among different phases, resulting from the preparation process or the thermodynamic incompatibility between the polymer components (such as starch, non-starch polysaccharides, and gluten proteins) of the system (Fessas & Schiraldi, 2005).

Various studies have attempted to quantify the amount of water bound to different components of dough, especially pentosans (WE-AX and WU-AX), based on water-binding measurements made on isolated components and their average concentrations in wheat bread flour. For example, Bushuk, (1966) estimated that approximately 46% of the water in dough is associated with starch, 31% with gluten, and 23% with pentosans. This calculation assumes a total water uptake of 96 grams for 100 grams of flour, which corresponds to an absorption rate of 82% based on a flour moisture content of 14%. However, this figure is much higher than the typical water absorption levels used in bread-making processes, ranging from 50% to 65%.

Neukom *et al.* provided another estimation, suggesting that in a dough with a 65% absorption rate, the pentosans (WE-AX) dissolved in the available water (23%) would reach a concentration of approximately 4%. At this concentration, WE-AX would likely exist as a soft gel rather than a viscous solution, significantly contributing to dough consistency [Neukom, H., T. Geissmann, and T. J. Painter: Bakers Digest 41 (1967) (cited in McCleary *et al.*, (1986))]. These estimations highlight the difficulty of assessing the water associated with individual components and distinguishing the contributions of WE-AX (which dissolve after swelling) and WU-AX (which swell without dissolving).

It is important to remind that water molecules occupying intermediate sites between polymer chains have relative mobility and can be displaced by relatively weak driving forces, such as mechanical stresses experienced during mixing. Clearly, this dynamic nature is overlooked in these flour hydration estimations. Moreover, most studies focus on the direct effects of WE-AX and WU-AX addition on the dough or bread properties without fully considering the potential synergistic or antagonistic interactions with other flour components.

The Solvent Retention Capacity (SRC) approach (Kweon *et al.*, 2011) has been developed to predict the functional contribution of each polymeric flour component by quantifying their swelling behaviour in different solvent (e.g. 5% w/w lactic acid in water for glutenin, 5% w/w sodium carbonate in water for damaged starch and 50% w/w Sucrose in water for pentosans). The Sucrose SRC (SuSRC) solvent is supposed to mimics the functional environment in cookie or high-sugar cracker dough and is particularly relevant for assessing arabinoxylan (AX) characteristics. However, using this methodology, which uses isolated fractions, to understand the impact of AX on water distribution in dough during the breadmaking process is not straightforward. Using 19 commercial European flours with significant variation in their SRC characteristics, Duyvejonck *et al.*, (2011) observed no significant correlation between the level of Total AX, WE-AX or WU-AX with SuSRC values. Interestingly, the addition of WE-AX to increase the AX flour content from 2.2% to 3.3% impacted only the Sucrose SRC level, while WU-AX impacted all SRC values.

The impact of arabinoxylans on water uptake has been studied extensively, yet the exact mechanisms remain unclear. It is likely that these effects are indirect, and water absorption cannot be attributed solely to these polymers. WU-AX certainly have a great capacity to absorb water, making them a significant component in the competition for water in bread dough. However, it cannot be asserted that their capacity is higher than that of WE-AX. Unlike WU-AX, which bind water in a porous network, WE-AX, as water-soluble polysaccharide, possess a hydration shell—a layer of water molecules that surrounds and interacts with the macromolecule. This interaction plays a crucial role in the solubility, stability, and function of the macromolecule in aqueous solutions. The hydration shell is dynamic, with

water molecules continuously exchanging between the shell and the bulk water. Water uptake of flour appears to correlate with both the molecular weight and concentration of WE-AX (Biliaderis *et al.*, 1995). It suggests that the effect is mediated by their viscosifying impact on the mobile water phase, reducing its mobility in the dough system, rather than by physically entrapping water molecules as suggested for WU-AX.

7 Conclusion

This review has explored the complex interactions of arabinogalactan-proteins, and primarily arabinoxylans (AX) in wheat dough and bread. These polysaccharides, originating from the grain's cell walls, significantly influence dough behaviour and bread quality due to their hydrophilic nature and impact on the viscoelastic properties of dough. However, the precise mechanisms through which AX affect bread quality, dough hydration, and starch retrogradation remain partially understood, complicated by their inherent variability in content and composition across different wheat varieties and grain tissues.

In the starchy endosperm, AX is characterized by a significant proportion of water-extractable arabinoxylans (WE-AX), although water-unextractable AX (WU-AX) remains the major fraction. The content and structure of WE-AX are largely under genetic control, with environmental factors influencing the relative proportions of WE-AX and WU-AX. Conversely, the outer layers of the grain, particularly the aleurone layer and outer pericarp, are characterized only by WU-AX, which exhibit structural diversity. This variability influences AX functionality in dough and bread, including susceptibility to enzymatic degradation, affecting water absorption, dough handling, and final bread quality.

The most notable impact of AX is related to their hydrophilic nature, which significantly affects water distribution in dough. WU-AX with its high water-binding capacity, particularly in the starchy endosperm, can alter the hydration dynamics of other dough components, such as starch and gluten. However, differentiating the contributions of WE-AX and WU-AX to overall water absorption remains challenging, especially given the variability in AX content and structure across different wheat flours. Studies have shown that endoxylanase can modulate the WE-AX to WU-AX ratio, preserving high viscosity (associated with WE-AX) and reducing water bound to the insoluble matrix by solubilizing WU-AX. However, this modulation is less effective in bran fractions, especially the outer pericarp, which are resistant to xylanase degradation due to their complex structure.

In addition, AX, particularly WU-AX, can interact with the gluten network, potentially competing with gluten for water and affecting dough rheology. The variability in AX structure, including molecular weight and degree of substitution, may also influence these interactions. While some studies suggest direct interactions between AX and gluten proteins, others propose that AX affects dough indirectly by altering water availability and distribution.

Moreover, low-molecular-weight WE-AX has been shown to inhibit starch gelatinization and short-term retrogradation, potentially improving bread freshness. However, AX can also accelerate bread staling by increasing water content, which enhances amylopectin mobility and recrystallization. The interplay between AX and starch retrogradation is complex and influenced by factors such as AX molecular weight, concentration, and type. Further research is needed to elucidate how these variables impact dough and bread properties. Understanding these factors across different wheat varieties could lead to optimized formulations for specific baking applications, enhancing bread quality and shelf life.

Quantifying the impact of AX on dough and bread properties is challenging due to their variability in flour composition, their low quantity in flour, the different extraction methods between studies, and their interactions with other dough components. The inherent variability in AX content and structure across wheat varieties adds another layer of complexity, leading to mixed findings in the literature.

The study of AX in dough and bread systems presents a multifaceted challenge that requires a nuanced approach to fully understand their role and potential benefits. Combining expertise from food science, materials science, and biochemistry could lead to a more comprehensive understanding of how AX and other non-starch polysaccharides contribute to the structure and quality of baked products.

Future research could focus on developing rapid and accurate methods for characterizing AX profiles in wheat flours. This knowledge could enable bakers to optimize dough hydration, handling properties, and final bread quality based on the AX profile (and not only) of the flour used. The insights gained from AX research could have far-reaching implications beyond conventional bread-making. For instance, manipulating AX content and structure could lead to innovations in gluten-free products, improving their texture and nutritional value. As our understanding of AX functionality deepens, it may influence wheat breeding programs. Considering AX variability, such approaches might help identify wheat varieties with desirable AX profiles for specific baking purposes. This could have significant economic implications for both farmers and the baking industry.

In conclusion, while significant progress has been made in understanding the role of AX in dough and bread, further research is essential to fully exploit their potential benefits and unravel their complex interactions. This research could enhance bread quality and drive innovation in baking science and technology, particularly by leveraging the natural variability of AX in different wheat varieties.

8 Literature cited

- Amić, A., Marković, Z., Dimitrić Marković, J. M., Milenković, D., & Stepanić, V. (2020). Antioxidative potential of ferulic acid phenoxyl radical. *Phytochemistry*, *170*(November 2019). <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2019.112218>
- Andersson, R., Westerlund, E., & Aman, P. (1995). Natural variations in content and structure of water-soluble arabinoxylans in wheat flours. In *Progress in plant polymeric, Carbohydrate research*. Behr's Verlag.
- Andersson, R., Westerlund, E., Tilly, A.-C., & Åman, P. (1993). Natural Variations in the Chemical Composition of White Flour. *Journal of Cereal Science*, *17*(2), 183–189. <https://doi.org/https://doi.org/10.1006/jcra.1993.1018>
- Andrewartha, K. A., Phillips, D. R., & Stone, B. A. (1979). Solution Properties of Wheat-Flour Arabinoxylans and Enzymically Modified Arabinoxylans. *Carbohydrate Research*, *77*(DEC), 191–204.
- Auffret, A., Ralet, M. C., Guillon, F., Barry, J. L., & Thibault, J. F. (1994). Effect of grinding and experimental conditions on the measurement of hydration properties of dietary fibres. *LWT - Food Science and Technology*, *27*(2), 166–172. <https://doi.org/10.1006/fstl.1994.1033>
- Ayala-Soto, F. E., Serna-Saldívar, S. O., & Welti-Chanes, J. (2017). Effect of arabinoxylans and laccase on batter rheology and quality of yeast-leavened gluten-free breads. *Journal of Cereal Science*, *73*, 10–17. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2016.11.003>
- Bach Knudsen, K., & Hansen, G. E. (1991). Gastrointestinal implications in pigs of wheat and oat fractions: 1. Digestibility and bulking properties of polysaccharides and other major constituents. *British Journal of Nutrition*, *65*(2), 217–232. <https://doi.org/10.1079/BJN19910082>
- Barron, C., Surget, A., & Rouau, X. (2007). Relative amounts of tissues in mature wheat (*Triticum aestivum* L.) grain and their carbohydrate and phenolic acid composition. *Journal of Cereal Science*, *45*(1), 88–96. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2006.07.004>
- Barron, Cécile, Bar-L'Helgouac'h, C., Champ, M., & Saulnier, L. (2020). Arabinoxylan content and grain tissue distribution are good predictors of the dietary fibre content and their nutritional properties in wheat products. *Food Chemistry*, *328*(May), 127111. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127111>
- Berger, M., & Ducroo, P. (2004). Arabinoxylanes et arabinoxylanases. *Industrie Des Céréales*, *140*, 3–14.
- Biliaderis, C. G., Izydorczyk, M. S., & Rattan, O. (1995). Effect of arabinoxylans on bread-making quality of wheat flours. *Food Chemistry*, *53*(2), 165–171. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0308-8146\(95\)90783-4](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0308-8146(95)90783-4)
- Boeriu, C. G., Oudgenoeg, G., Spekking, W. T. J., Berendsen, L. B. J. M., Vancon, L., Boumans, H., Gruppen, H., Van Berkel, W. J. H., Laane, C., & Voragen, A. G. J. (2004). Horseradish peroxidase-catalyzed cross-linking of feruloylated arabinoxylans with β -casein. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *52*(21), 6633–6639. <https://doi.org/10.1021/JF049622K/ASSET/IMAGES/LARGE/JF049622KF00006.JPEG>
- Bonnand-Ducasse, M., Della Valle, G., Lefebvre, J., & Saulnier, L. (2010). Effect of wheat dietary fibres on bread dough development and rheological properties. *Journal of Cereal Science*, *52*(2), 200–206. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2010.05.006>
- Bonnin, E., Le Goff, A., Saulnier, L., Chaurand, M., & Thibault, J.-F. F. (1998). Preliminary characterisation of endogenous wheat arabinoxylan-degrading enzymic extracts. *Journal of Cereal Science*, *28*(1), 53–62. <https://doi.org/10.1006/jcra.1997.0174>
- Brillouet, J.-M., & Joseleau, J.-P. (1987). Investigation of the structure of a heteroxylan from the outer pericarp (beeswing bran) of wheat kernel. *Carbohydrate Research*, *159*(1), 109–126. [https://doi.org/10.1016/S0008-6215\(00\)90009-0](https://doi.org/10.1016/S0008-6215(00)90009-0)
- Buksa, K. (2016). Application of model bread baking in the examination of arabinoxylan - Protein complexes in rye bread. *Carbohydrate Polymers*, *148*, 281–289. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.04.071>
- Buksa, K., Nowotna, A., Ziobro, R., & Gambuś, H. (2015). Rye flour enriched with arabinoxylans in rye bread making. *Food Science and Technology International*, *21*(1), 45–54. <https://doi.org/10.1177/1082013213504771>
- Bushuk, W. (1966). Distribution of Water in Dough and Bread. *The Bakers Digest*, *40*, 38–40.
- Carvajal-Millan, E., Landillon, V., Morel, M. H., Rouau, X., Doublier, J. L., & Micard, V. (2005). Arabinoxylan gels: Impact of the feruloylation degree on their structure and properties. *Biomacromolecules*, *6*(1), 309–317.
- Carvajal-Millan, Elizabeth, Guigliarelli, B., Belle, V., Rouau, X., & Micard, V. (2005). Storage stability of laccase induced

- arabinoxylan gels. *Carbohydrate Polymers*, 59(2), 181–188.
- Chateigner-Boutin, A.-L., & Saulnier, L. (2022). Ferulic and coumaric acids in the cereal grain: Occurrence, biosynthesis, biological and technological functions. In R. Sibout (Ed.), *Lignin and Hydroxycinnamic Acids: Biosynthesis and the Buildup of the Cell Wall* (Vol. 104, pp. 169–213). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/bs.abr.2022.03.005>
- Ciccoritti, R., Scalfati, G., Cammerata, A., & Sgrulletta, D. (2011). Variations in content and extractability of durum wheat (*Triticum turgidum* L. var durum) Arabinoxylans associated with genetic and environmental factors. *International Journal of Molecular Sciences*, 12(7), 4536–4549. <https://doi.org/10.3390/IJMS12074536>
- Coles, G. D., Hartunian-Sowa, S. M., Jamieson, P. D., Hay, A. J., Atwell, W. A., & Fulcher, R. G. (1997). Environmentally-Induced Variation in Starch and Non-starch Polysaccharide Content in Wheat. *Journal of Cereal Science*, 26(1), 47–54. <https://doi.org/10.1006/JCRS.1996.0102>
- Courtin, C. M., & Delcour, J. A. (1998). Physicochemical and breadmaking characteristics of low molecular weight wheat derived arabinoxylans. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 46, 4066–4073.
- Courtin, C M, & Delcour, J. A. (2002). Arabinoxylans and Endoxylanases in Wheat Flour Bread-making. *Journal of Cereal Science*, 35(3), 225–243. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2001.0433>
- Courtin, Christophe M., Roelants, A., & Delcour, J. A. (1999). Fractionation-reconstitution experiments provide insight into the role of endoxylanases in bread-making. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(5), 1870–1877. <https://doi.org/10.1021/JF981178W>
- D'Appolonia, B. L., & Gilles, K. . (1971). Pentosans associated with gluten. *American Association of Cereal Chemists*, 427–436. <https://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=US201301131999>
- De Santis, M. A., Kosik, O., Passmore, D., Flagella, Z., Shewry, P. R., & Lovegrove, A. (2018). Comparison of the dietary fibre composition of old and modern durum wheat (*Triticum turgidum* spp. durum) genotypes. *Food Chemistry*, 244, 304–310. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.09.143>
- Decamps, K., Joye, I. J., Rakotozafy, L., Nicolas, J., Courtin, C. M., & Delcour, J. A. (2013). The bread dough stability improving effect of pyranose oxidase from *trametes multicolor* and glucose oxidase from *aspergillus niger*: Unraveling the molecular mechanism. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(32), 7848–7854. <https://doi.org/10.1021/jf4021416>
- Delcour, J. A., Van Win, H., & Grobet, P. J. (1999). Distribution and structural variation of arabinoxylans in common wheat mill streams. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(1), 271–275. <https://doi.org/10.1021/jf9805294>
- Dervilly-Pinel, G., Rimsten, L., Saulnier, L., Andersson, R., & Åman, P. (2001). Water-extractable Arabinoxylan from Pearled Flours of Wheat, Barley, Rye and Triticale. Evidence for the Presence of Ferulic Acid Dimers and their Involvement in Gel Formation. *Journal of Cereal Science*, 34(2), 207–214. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2001.0392>
- Dervilly-Pinel, Gaud, Thibault, J. F., & Saulnier, L. (2001). Experimental evidence for a semi-flexible conformation for arabinoxylans. *Carbohydrate Research*, 330(3), 365–372. [https://doi.org/10.1016/S0008-6215\(00\)00300-1](https://doi.org/10.1016/S0008-6215(00)00300-1)
- Dervilly, G., Saulnier, L., Roger, P., & Thibault, J. F. (2000). Isolation of Homogeneous Fractions from Wheat Water-Soluble Arabinoxylans. Influence of the Structure on Their Macromolecular Characteristics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(2), 270–278. <https://doi.org/10.1021/JF990222K>
- Dornez, E., Gebruers, K., Delcour, J. A., & Courtin, C. M. (2009). Grain-associated xylanases: occurrence, variability, and implications for cereal processing. *Trends in Food Science & Technology*, 20(11–12), 495–510. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2009.05.004>
- Dornez, E., Gebruers, K., Joye, I. J., De Ketelaere, B., Lenartz, J., Massaux, C., Bodson, B., Delcour, J. A., & Courtin, C. M. (2008). Effects of genotype, harvest year and genotype-by-harvest year interactions on arabinoxylan, endoxylanase activity and endoxylanase inhibitor levels in wheat kernels. *Journal of Cereal Science*, 47(2), 180–189. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.03.008>
- Duyvejonck, A. E., Lagrain, B., Pareyt, B., Courtin, C. M., & Delcour, J. A. (2011). Relative contribution of wheat flour constituents to Solvent Retention Capacity profiles of European wheats. *Journal of Cereal Science*, 53(3), 312–318. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2011.01.014>
- Espinosa-Ramírez, J., Garzon, R., Serna-Saldivar, S. O., & Rosell, C. M. (2020). Exploring the potential of arabinoxylan as structuring agent in model systems for gluten-free yeast-leavened breads. *Journal of Cereal Science*, 95, 103080. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2020.103080>
- Fanuel, M., Ropartz, D., Guillon, F., Saulnier, L., & Rogniaux, H. (2018). Distribution of cell wall hemicelluloses in the wheat grain

- endosperm: a 3D perspective. *Planta*, 248(6), 1505–1513. <https://doi.org/10.1007/s00425-018-2980-0>
- Faurot, A. L., Saulnier, L., Bérot, S., Popineau, Y., Petit, M. D., Rouau, X., & Thibault, J. F. (1995). Large scale isolation of water-soluble and water-insoluble pentosans from wheat flour. *LWT - Food Science and Technology*, 28(4), 436–441. [https://doi.org/10.1016/0023-6438\(95\)90028-4](https://doi.org/10.1016/0023-6438(95)90028-4)
- Fessas, D., & Schiraldi, A. (2005). Water properties in wheat flour dough II: classical and knudsen thermogravimetry approach. *Food Chemistry*, 90(1–2), 61–68. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2004.03.017>
- Figuroa-Espinoza, M. C., Morel, M. H., & Rouau, X. (1998). Effect of cysteinyl caffeic acid, caffeic acid, and L-Dopa on the oxidative cross-linking of feruloylated arabinoxylans by a fungal laccase. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 2583–2589. <https://doi.org/10.1021/jf980723q>
- Fincher, G. B., & Stone, B. A. (1974). A Water-soluble Arabinogalactan-Peptide From Wheat Endosperm. *Australian Journal of Biological Sciences*, 27(2), 117–132. <https://doi.org/10.1071/B19740117>
- Fincher, G. B., & Stone, B. A. (1986). Cell Walls and Their Components in Cereal Grain Technology. In *Advances in Cereal Science and Technology* (Vol. 8, pp. 207–295).
- Finnie, S. M., Bettge, A. D., & Morris, C. F. (2006). Influence of cultivar and environment on water-soluble and water-insoluble arabinoxylans in soft wheat. *Cereal Chemistry*, 83(6), 617–623. <https://doi.org/10.1094/CC-83-0617>
- Freeman, J., Lovegrove, A., Wilkinson, M. D., Saulnier, L., Shewry, P. R., & Mitchell, R. A. C. (2016). Effect of suppression of arabinoxylan synthetic genes in wheat endosperm on chain length of arabinoxylan and extract viscosity. *Plant Biotechnology Journal*, 14(1), 109–116. <https://doi.org/10.1111/pbi.12361>
- Friedman, M. (1996). Food Browning and Its Prevention: An Overview†. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44(3). <https://doi.org/10.1021/JF950394R>
- Gan, Z., Ellis, P. R., & Schofield, J. D. (1995). Mini Review Gas Cell Stabilisation and Gas Retention in Wheat Bread Dough. *Journal of Cereal Science*, 21, 215–230.
- Gebruers, K., Dornez, E., Bedo, Z., Rakzegi, M., Frás, A., Boros, D., Courtin, C. M., & Delcour, J. A. (2010). Environment and Genotype Effects on the Content of Dietary Fiber and Its Components in Wheat in the HEALTHGRAIN Diversity Screen. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 9353–9361.
- Gebruers, K., Dornez, E., Boros, D., Fraś, A., Dynkowska, W., Bedo, Z., Rakzegi, M., Delcour, J. A., Courtin, C. M., Bedő, Z., Rakzegi, M., Delcour, J. A., & Courtin, C. M. (2008). Variation in the Content of Dietary Fiber and Components Thereof in Wheats in the HEALTHGRAIN Diversity Screen. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56(21), 9740–9749. <https://doi.org/10.1021/jf800975w>
- Goesaert, H., Brijs, K., Veraverbeke, W. S., Courtin, C. M., Gebruers, K., & Delcour, J. A. (2005). Wheat flour constituents: how they impact bread quality, and how to impact their functionality. *Trends in Food Science & Technology*, 16(1–3), 12–30. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2004.02.011>
- Guo, X. N., Yang, S., & Zhu, K. X. (2018). Impact of arabinoxylan with different molecular weight on the thermo-mechanical, rheological, water mobility and microstructural characteristics of wheat dough. *International Journal of Food Science and Technology*, 53(9), 2150–2158. <https://doi.org/10.1111/ijfs.13802>
- Han, H. M., & Koh, B. K. (2011). Effect of phenolic acids on the rheological properties and proteins of hard wheat flour dough and bread. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(13), 2495–2499. <https://doi.org/10.1002/JSFA.4499>
- Hemdane, S., Leys, S., Jacobs, P. J., Dornez, E., Delcour, J. A., & Courtin, C. M. (2015). Wheat milling by-products and their impact on bread making. *Food Chemistry*, 187, 280–289. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.04.048>
- Hemery, Y., Rouau, X., Lullien-Pellerin, V., Barron, C., & Abecassis, J. (2007). Dry processes to develop wheat fractions and products with enhanced nutritional quality. *Journal of Cereal Science*, 46(3), 327–347. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.09.008>
- Hoseney, R. C. (1984). Functional properties of pentosans in baked foods. *Food-Technology*, 38(1), 114–117. <https://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=US19850028270>
- Hoseney, R. C., Finney, K. F., Pomeranz, Y., & Shogren, M. D. (1969). Functional (breadmaking) and biochemical properties of wheat flour components. V. Role of total extractable lipids. In *Cereal Chemistry* (Vol. 46, Issue 6, pp. 606–613). <http://www.aaccnet.org/cerealchemistry/abstracts/1969/cc1969a81.asp>
- Hou, C., Zhao, X., Tian, M., Zhou, Y., Yang, R., Gu, Z., & Wang, P. (2020). Impact of water extractable arabinoxylan with different molecular weight on the gelatinization and retrogradation behavior of wheat starch. *Food Chemistry*, 318(August 2019),

126477. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126477>

- Ibba, M. I., Juliana, P., Hernández-Espinosa, N., Posadas-Romano, G., Dreisigacker, S., Sehgal, D., Crespo-Herrera, L., Singh, R., & Guzmán, C. (2021). Genome-wide association analysis for arabinoxylan content in common wheat (*T. Aestivum* L.) flour. *Journal of Cereal Science*, *98*(January). <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2021.103166>
- Izydorczyk, M., Biliaderis, C. G., & Bushuk, W. (1991a). Comparison of the structure and composition of water-soluble pentosans from different wheat varieties. *Cereal Chemistry (USA)*, *68*(2), 139–144.
- Izydorczyk, M., Biliaderis, C. G., & Bushuk, W. (1991b). Physical Properties of Water-Soluble Pentosans from Different Wheat Varieties. *Cereal Chem.*, *68*(2), 145–150. <http://www.aaccnet.org/publications/cc/backissues/1991/Documents/CC1991a30.html>
- Izydorczyk, M. S., & Biliaderis, C. G. (1995). Cereal arabinoxylans: Advances in structure and physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*, *28*(1), 33–48. [https://doi.org/10.1016/0144-8617\(95\)00077-1](https://doi.org/10.1016/0144-8617(95)00077-1)
- Jacobs, P. J., Hemdane, S., Dornez, E., Delcour, J. A., & Courtin, C. M. (2015). Study of hydration properties of wheat bran as a function of particle size. *Food Chemistry*, *179*, 296–304. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.01.117>
- Jankiewicz, M., & Michniewicz, J. (1987). The effect of soluble pentosans isolated from rye grain on staling of bread. *Food Chemistry*, *25*(4), 241–249. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(87\)90010-0](https://doi.org/10.1016/0308-8146(87)90010-0)
- Jelaca, S. L., & Hlynka, I. (1971). Water binding capacity of wheat flour crude pentosans and their relation to mixing characteristics of dough. *Cereal Chemistry*, *48*, 211–222.
- Jelaca, S. L., & Hlynka, I. (1972). Effect of wheat flour pentosans in dough, gluten and bread. *Cereal Chemistry*, *49*, 489–495.
- Kim, J. C., & De Ruyter, D. (1969). Bakery products with non-wheat flours. *Bakers Digest*.
- Kim, S. K., & D'apponia, B. L. (1977a). Bread staling studies. III. Effect of pentosans on dough, bread, and bread staling rate. *Cereal Chemistry*, *54*, 225–229.
- Kim, S. K., & D'apponia, B. L. (1977b). Effect of pentosans on the retrogradation of wheat starch gels. *Cereal Chemistry*, *54*, 150–160.
- Köhnke, T., Östlund, Å., Brelid, H., Köhnke, T., Östlund, Å., Brelid, H., Köhnke, T., Östlund, Å., & Brelid, H. (2011). Adsorption of arabinoxylan on cellulosic surfaces: Influence of degree of substitution and substitution pattern on adsorption characteristics. *Biomacromolecules*, *12*(7), 2633–2641. <https://doi.org/10.1021/bm200437m>
- Kulp, K., Hepburn, F. N., & Lehmann, T. (1974). Preparation of bread without gluten. *Bakers Digest*.
- Kweon, M., Slade, L., & Levine, H. (2011). Solvent Retention Capacity (SRC) Testing of Wheat Flour: Principles and Value in Predicting Flour Functionality in Different Wheat-Based Food Processes and in Wheat Breeding—A Review. *Cereal Chemistry Journal*, *88*(6), 537–552. <https://doi.org/10.1094/CCHEM-07-11-0092>
- Labat, E., Rouau, X., & Morel, M.-H. (2002). Effect of Flour Water-Extractable Pentosans on Molecular Associations in Gluten During Mixing. *Lebensmittel-Wissenschaft Und-Technologie*, *35*(2), 185–189.
- Le Bleis, F., Chaunier, L., Chiron, H., Della Valle, G., & Saulnier, L. (2015). Rheological properties of wheat flour dough and French bread enriched with wheat bran. *Journal of Cereal Science*, *65*, 167–174. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2015.06.014>
- Lempereur, I., Rouau, X., & Abecassis, J. (1997). Genetic and Agronomic Variation in Arabinoxylan and Ferulic Acid Contents of Durum Wheat (*Triticum durum*L.) Grain and Its Milling Fractions. *Journal of Cereal Science*, *25*(2), 103–110. <https://doi.org/10.1006/JCRS.1996.0090>
- Li, S., Morris, C. F., & Bettge, A. D. (2009). Genotype and Environment Variation for Arabinoxylans in Hard Winter and Spring Wheats of the U.S. Pacific Northwest. *Cereal Chemistry*, *86*(1), 88–95. <https://doi.org/10.1094/CCHEM-86-1-0088>
- Liu, L., Yang, W., Cui, S. W., Jiang, Z., Chen, Q., Qian, H., Wang, L., & Zhou, S. (2018). Effects of pentosanase and glucose oxidase on the composition, rheology and microstructure of whole wheat dough. *Food Hydrocolloids*, *84*, 545–551. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.06.034>
- Loosveld, A. M.A., & Delcour, J. A. (2000). The Significance of Arabinogalactan-Peptide for Wheat Flour Bread-Making. *Journal of Cereal Science*, *32*(2), 147–157. <https://doi.org/10.1006/JCRS.2000.0331>
- Loosveld, A., Maes, C., van Casteren, W. H. M., Schols, H. A., Grobet, P. J., & Delcour, J. A. (1998). Structural variation and levels of water-extractable arabinogalactan-peptide in European wheat flours. *Cereal Chemistry*, *75*(6), 815–819.
- Loosveld, Anne Marie A., Grobet, P. J., & Delcour, J. A. (1997). Contents and Structural Features of Water-Extractable

- Arabinogalactan in Wheat Flour Fractions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(6), 1998–2002. <https://doi.org/10.1021/JF960901K>
- Lovegrove, A., Wingen, L. U., Plummer, A., Wood, A., Passmore, D., Kosik, O., Freeman, J., Mitchell, R. A. C., Hassall, K., Ulker, M., Tremmel-Bede, K., Rakszegi, M., Bedő, Z., Perretant, M.-R., Charmet, G., Pont, C., Salse, J., Waite, M. L., Orford, S., ... Griffiths, S. (2020). Identification of a major QTL and associated molecular marker for high arabinoxylan fibre in white wheat flour. *PLOS ONE*, 15(2), e0227826. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0227826>
- MacRitchie, F. (2016). Seventy years of research into breadmaking quality. *Journal of Cereal Science*, 70, 123–131. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2016.05.020>
- Maes, C., & Delcour, J. A. (2002). Structural characterisation of water-extractable and water-unextractable arabinoxylans in wheat bran. *Journal of Cereal Science*, 35(3), 315–326. <https://doi.org/10.1006/jcsc.2001.0439>
- Marion, D., & Saulnier, L. (2020). Minor components and wheat quality: Perspectives on climate changes. *Journal of Cereal Science*, 94(December 2019), 103001. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2020.103001>
- Martinant, J.-P., Billot, A., Bouguennec, A., Charmet, G., Saulnier, L., & Branlard, G. (1999). Genetic and Environmental Variations in Water-Extractable Arabinoxylans Content and Flour Extract Viscosity As the arabinose concentration in aqueous extract. *Journal of Cereal Science*, 30. <http://www.idealibrary.comon>
- Martinant, J. P., Cadalen, T., Billot, A., Chartier, S., Leroy, P., Bernard, M., Saulnier, L., Branlard, G., Cadalen, T., Leroy, P., Bernard, M., & Saulnier, L. (1998). Genetic analysis of water-extractable arabinoxylans in bread wheat endosperm. *Theor Appl Genet*, 97, 1069–1075.
- McCleary, B. V., Gibson, T. S., Allen, H., & Gams, T. C. (1986). Enzymic Hydrolysis and Industrial Importance of Barley β -Glucans and Wheat Flour Pentosans. *Starch - Stärke*, 38(12), 433–437. <https://doi.org/10.1002/STAR.19860381209>
- Meerts, M., Cardinaels, R., Oosterlinck, F., Courtin, C. M., & Moldenaers, P. (2017). The Impact of Water Content and Mixing Time on the Linear and Non-Linear Rheology of Wheat Flour Dough. *Food Biophysics*, 12, 151–163. <https://doi.org/10.1007/s11483-017-9472-9>
- Michniewicz, J., Biliaderis, C. G., & Bushuk, W. (1991). Effect of added pentosans on some physical and technological characteristics of dough and gluten. In *Cereal Chemistry* (Vol. 68, Issue 3, pp. 252–258). <http://www.aaccnet.org/publications/cc/backissues/1991/Documents/CC1991a54.html>
- Michniewicz, J., Biliaderis, G. G., & Bushuk, W. (1992). Effect of added pentosans on some properties of wheat bread. *Food Chemistry*, 43(4), 251–257. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(92\)90208-J](https://doi.org/10.1016/0308-8146(92)90208-J)
- Morris, G. A., Adams, G. G., & Harding, S. E. (2014). On hydrodynamic methods for the analysis of the sizes and shapes of polysaccharides in dilute solution: A short review. *Food Hydrocolloids*, 42(P3), 318–334. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.04.014>
- Neukom, H., & Markwalder, H. (1975). Isolation and characterization of an arabinogalactan from wheat flour. *Carbohydrate Research*, 39(2), 387–389. [https://doi.org/10.1016/S0008-6215\(00\)86154-6](https://doi.org/10.1016/S0008-6215(00)86154-6)
- Ng, A., Greenshields, R. N., & Waldron, K. W. (1997). Oxidative cross-linking of corn bran hemicellulose: formation of ferulic acid dehydrodimers. *Carbohydrate Research*, 303(4), 459–462. [https://doi.org/10.1016/S0008-6215\(97\)00193-6](https://doi.org/10.1016/S0008-6215(97)00193-6)
- Nicks, F., Richel, A., Dubrowski, T., Wathelet, B., Wathelet, J. P., Blecker, C., & Paquot, M. (2013). Effect of new synthetic PEGylated ferulic acids in comparison with ferulic acid and commercial surfactants on the properties of wheat flour dough and bread. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(10), 2415–2420. <https://doi.org/10.1002/JSFA.6047>
- Noort, M. W. J., van Haaster, D., Hemery, Y., Schols, H. A., & Hamer, R. J. (2010). The effect of particle size of wheat bran fractions on bread quality - Evidence for fibre-protein interactions. *Journal of Cereal Science*, 52(1), 59–64. <http://www.sciencedirect.com/science/article/B6WHK-4YR8RDT-4/2/f9fd24c0f06a4db9fa211887d3bb08be>
- Olaerts, H., Roye, C., Derde, L. J., Sinnaeve, G., Meza, W. R., Bodson, B., & Courtin, C. M. (2016). Evolution and Distribution of Hydrolytic Enzyme Activities during Preharvest Sprouting of Wheat (*Triticum aestivum*) in the Field. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 64(28), 5644–5652.
- Ordaz-Ortiz, J. J., & Saulnier, L. (2005). Structural variability of arabinoxylans from wheat flour. Comparison of water-extractable and xylanase-extractable arabinoxylans. *Journal of Cereal Science*, 42(1), 119–125. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2005.02.004>
- Ordaz-Ortiz, José Juan, Devaux, M. F., & Saulnier, L. (2005). Classification of wheat varieties based on structural features of arabinoxylans as revealed by endoxylanase treatment of flour and grain. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(21), 8349–8356. <https://doi.org/10.1021/jf050755v>

- Parker, M. L., Ng, A., & Waldron, K. W. (2005). The phenolic acid and polysaccharide composition of cell walls of bran layers of mature wheat (*Triticum aestivum* L. cv. Avalon) grains. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *85*(15), 2539–2547. <https://doi.org/10.1002/JSFA.2304>
- Philippe, S., Barron, C., Robert, P., Devaux, M. F., Saulnier, L., & Guillon, F. (2006). Characterization Using Raman Microspectroscopy of Arabinoxylans in the Walls of Different Cell Types during the Development of Wheat Endosperm. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *54*(14), 5113–5119. <https://doi.org/10.1021/JF060466M>
- Piber, M., & Koehler, P. (2005). Identification of Dehydro-Ferulic Acid-Tyrosine in Rye and Wheat: Evidence for a Covalent Cross-Link between Arabinoxylans and Proteins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *53*(13), 5276–5284. <https://doi.org/10.1021/JF050395B>
- Pitkänen, L., Tuomainen, P. P. P., Virkki, L., & Tenkanen, M. (2011). Molecular characterization and solution properties of enzymatically tailored arabinoxylans. *International Journal of Biological Macromolecules*, *49*(5), 963–969. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2011.08.020>
- Pitkänen, L., Virkki, L., Tenkanen, M., & Tuomainen, P. (2009). Comprehensive multidetector HPSEC study on solution properties of cereal arabinoxylans in aqueous and DMSO solutions. *Biomacromolecules*, *10*(7), 1962–1969. <https://doi.org/10.1021/bm9003767>
- Primo-Martín, C., Valera, R., & Martínez-Anaya, M. A. (2003). Effect of Pentosanase and Oxidases on the Characteristics of Doughs and the Glutenin Macropolymer (GMP). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *51*(16), 4673–4679. <https://doi.org/10.1021/jf0257695>
- Quraishi, U. M., Murat, F., Abrouk, M., Pont, C., Confolent, C., Oury, F. X., Ward, J., Boros, D., Gebruers, K., Delcour, J. A., Courtin, C. M., Bedo, Z., Saulnier, L., Guillon, F., Balzergue, S., Shewry, P. R., Feuillet, C., Charmet, G., & Salse, J. (2011). Combined meta-genomics analyses unravel candidate genes for the grain dietary fiber content in bread wheat (*Triticum aestivum* L.). *Functional & Integrative Genomics*, *11*(1), 71–83. <https://doi.org/10.1007/s10142-010-0183-2>
- Rakszegi, M., Lovegrove, A., Balla, K., Láng, L., Bedo, Z., Veisz, O., & Shewry, P. R. (2014). Effect of heat and drought stress on the structure and composition of arabinoxylan and β -glucan in wheat grain. *Carbohydrate Polymers*, *102*(1), 557–565. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2013.12.005>
- Robertson, J. A., de Monredon, F. D., Dysseler, P., Guillon, F., Amado, R., & Thibault, J.-F. (2000). Hydration Properties of Dietary Fibre and Resistant Starch: a European Collaborative Study. *LWT - Food Science and Technology*, *33*(2), 72–79. <https://doi.org/10.1006/fstl.1999.0595>
- Roels, S. P., Cleemput, G., Vandewalle, X., Nys, M., & Delcour, J. A. (1993). Bread volume potential of variable-quality flours with constant protein level as determined by factors governing mixing time and absorption levels. *Cereal Chemistry*, *70*(3), 318–323.
- Rouau, X. (1993). Investigations into the Effects of an Enzyme Preparation for Baking on Wheat Flour Dough Pentosans. *Journal of Cereal Science*, *18*(2), 145–157. <https://doi.org/10.1006/JCRS.1993.1042>
- Rouau, X., El-Hayek, M. L., & Moreau, D. (1994). Effect of an Enzyme Preparation Containing Pentosanases on the Bread-making Quality of Flours in Relation to Changes in Pentosan Properties. *Journal of Cereal Science*, *19*(3), 259–272. <https://doi.org/10.1006/JCRS.1994.1033>
- Saeed, F., Arshad, M. U., Pasha, I., Suleria, H. A. R., Arshad, M. S., Qamar, A., Ullah, A., & Sultan, S. (2015). Effect of Arabinoxylan and Arabinogalactan on Textural Attributes of Bread. *Journal of Food Processing and Preservation*, *39*(6), 1070–1088. <https://doi.org/10.1111/JFPP.12322>
- Saeed, Farhan, Pasha, I., Anjum, F. M., & Sultan, M. T. (2011). Arabinoxylans and arabinogalactans: A comprehensive treatise. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, *51*(5), 467–476. <https://doi.org/10.1080/10408391003681418>
- Sapirstein, H., Wu, Y., Koxsel, F., & Graf, R. (2018). A study of factors influencing the water absorption capacity of Canadian hard red winter wheat flour. *Journal of Cereal Science*, *81*, 52–59. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2018.01.012>
- Sarker, D. K., Wilde, P. J., & Clark, D. C. (1998). Enhancement of Protein Foam Stability by Formation of Wheat Arabinoxylan-Protein Crosslinks. *Cereal Chemistry*, *74*(4), 493–499. <https://doi.org/10.1094/CCHEM.1998.75.4.493>
- Saulnier, L., Guillon, F., Sado, P.-E., Chateigner-Boutin, A.-L., & Rouau, X. (2013). Plant Cell Wall Polysaccharides in Storage Organs: Xylans (Food Applications). *Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering*, 1–32. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-409547-2.01493-1>
- Saulnier, L. (2019). CHAPTER 4. Types and Functionality of Polysaccharides in Cereal Grains. In T. Beta & M. E. Camire (Eds.), *Food Chemistry, Function and Analysis No. 6 Cereal Grain-based Functional Foods: Carbohydrate and Phytochemical Components* (pp. 54–84). The Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/9781788012799-00054>

- Saulnier, Luc, Guillon, F., & Chateigner-Boutin, A. L. (2012). Cell wall deposition and metabolism in wheat grain. *Journal of Cereal Science*, 56(1), 91–108. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2012.02.010>
- Saulnier, Luc, Robert, P., Grintchenko, M., Jamme, F., Bouchet, B., & Guillon, F. (2009). Wheat endosperm cell walls: Spatial heterogeneity of polysaccharide structure and composition using micro-scale enzymatic fingerprinting and FT-IR microspectroscopy. *Journal of Cereal Science*, 50(3), 312–317. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2009.05.003>
- Saulnier, Luc, Sado, P. E., Branlard, G., Charmet, G., & Guillon, F. (2007). Wheat arabinoxylans: Exploiting variation in amount and composition to develop enhanced varieties. *Journal of Cereal Science*, 46(3), 261–281. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.06.014>
- Schefer, S., Oest, M., & Rohn, S. (2021). *Interactions between Phenolic Acids, Proteins, and Carbohydrates — Influence on Dough and Bread Properties*. 1–29.
- Schooneveld-Bergmans, M. E. F., van Dijk, Y. M., Beldman, G., & Voragen, A. G. J. (1999). Physicochemical Characteristics of Wheat Bran Glucuronarabinoxylans. *Journal of Cereal Science*, 29(1), 49–61.
- Shewry, P. R., Saulnier, L., Gebruers, K., Mitchell, R. A. C., Freeman, J., Nemeth, C., & Ward, J. L. (2014). Optimising the Content and Composition of Dietary Fibre in Wheat Grain for End-use Quality. In R. T. et al. (Ed.), *Genomics of Plant Genetic Resources* (Vol. 2, pp. 455–466). Springer Netherlands. https://doi.org/10.1007/978-94-007-7575-6_19
- Slade, L., & Levine, H. (1995). Water and the glass transition — Dependence of the glass transition on composition and chemical structure: Special implications for flour functionality in cookie baking. *Journal of Food Engineering*, 24(4), 431–509. [https://doi.org/10.1016/0260-8774\(95\)90766-5](https://doi.org/10.1016/0260-8774(95)90766-5)
- Strahm, A., Amadò, R., & Neukom, H. (1981). Hydroxyproline-galactoside as a protein-polysaccharide linkage in a water soluble arabinogalactan-peptide from wheat endosperm. *Phytochemistry*, 20(5), 1061–1063. [https://doi.org/10.1016/0031-9422\(81\)83027-0](https://doi.org/10.1016/0031-9422(81)83027-0)
- Toole, G. A., Le Gall, G., Colquhoun, I. J., Nemeth, C., Saulnier, L., Lovegrove, A., Pellny, T., Wilkinson, M. D., Freeman, J., Mitchell, R. A. C., Mills, E. N. C., & Shewry, P. R. (2010). Temporal and spatial changes in cell wall composition in developing grains of wheat cv. Hereward. *Planta* 2010 232:3, 232(3), 677–689. <https://doi.org/10.1007/S00425-010-1199-5>
- Toole, G. A., Wilson, R. H., Parker, M. L., Wellner, N. K., Wheeler, T. R., Shewry, P. R., & Mills, E. N. C. (2007). The effect of environment on endosperm cell-wall development in *Triticum aestivum* during grain filling: An infrared spectroscopic imaging study. *Planta*, 225(6), 1393–1403. <https://doi.org/10.1007/S00425-006-0448-0/FIGURES/6>
- Toole, Geraldine A., Le Gall, G., Colquhoun, I. J., Johnson, P., Bedö, Z., Saulnier, L., Shewry, P. R., & Mills, E. N. C. N. C. (2011). Spectroscopic Analysis of Diversity of Arabinoxylan Structures in Endosperm Cell Walls of Wheat Cultivars (*Triticum aestivum*) in the HEALTHGRAIN Diversity Collection. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(13), 7075–7082. <https://doi.org/10.1021/jf201095m>
- Török, K., Szentmiklóssy, M., Tremmel-Bede, K., Rakszegi, M., & Tömösközi, S. (2019). Possibilities and barriers in fibre-targeted breeding: Characterisation of arabinoxylans in wheat varieties and their breeding lines. *Journal of Cereal Science*, 86, 117–123. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2019.01.012>
- Tremmel-Bede, K., Szentmiklóssy, M., Tömösközi, S., Török, K., Lovegrove, A., Shewry, P. R., Láng, L., Bedő, Z., Vida, G., & Rakszegi, M. (2020). Stability analysis of wheat lines with increased level of arabinoxylan. *PLoS ONE*, 15(5), 1–15. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0232892>
- Tryfona, T., Liang, H. C., Kotake, T., Kaneko, S., Marsh, J., Ichinose, H., Lovegrove, A., Tsumuraya, Y., Shewry, P. R., Stephens, E., & Dupree, P. (2010). Carbohydrate structural analysis of wheat flour arabinogalactan protein. *Carbohydrate Research*, 345(18), 2648–2656. <https://doi.org/10.1016/J.CARRES.2010.09.018>
- Turbin-Orger, A., Della Valle, G., Doublie, J. L., Fameau, A.-L., Marze, S., & Saulnier, L. (2015). Foaming and rheological properties of the liquid phase extracted from wheat flour dough. *Food Hydrocolloids*, 43, 114–124. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.05.003>
- Van den Bulck, K., Swennen, K., Loosveld, A.-M. A., Courtin, C. M., Brijs, K., Proost, P., Van Damme, J., Van Campenhout, S., Mort, A., & Delcour, J. A. (2005). Isolation of cereal arabinogalactan-peptides and structural comparison of their carbohydrate and peptide moieties. *Journal of Cereal Science*, 41(1), 59–67. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2004.10.001>
- Vansteenkiste, E., Babet, C., Rouau, X., & Micard, V. (2004). Oxidative gelation of feruloylated arabinoxylan as affected by protein. Influence on protein enzymatic hydrolysis. *Food Hydrocolloids*, 18(4), 557–564. <https://doi.org/10.1016/J.FOODHYD.2003.09.004>
- Veličković, D., Ropartz, D., Guillon, F., Saulnier, L., & Rogniaux, H. (2014). New insights into the structural and spatial variability of cell-wall polysaccharides during wheat grain development, as revealed through MALDI mass spectrometry imaging.

- Wang, M., Hamer, R. J., Van Vliet, T., Gruppen, H., Marseille, H., & Weegels, P. L. (2003). Effect of water unextractable solids on gluten formation and properties: Mechanistic considerations. *Journal of Cereal Science*, 37(1), 55–64. <https://doi.org/10.1006/jcsr.2002.0478>
- Wang, Mingwei, Hamer, R. J., van Vliet, T., & Oudgenoeg, G. (2002). Interaction of Water Extractable Pentosans with Gluten Protein: Effect on Dough Properties and Gluten Quality. *Journal of Cereal Science*, 36(1), 25–37.
- Wang, Mingwei, Oudgenoeg, G., van Vliet, T., & Hamer, R. J. (2003). Interaction of water unextractable solids with gluten protein: effect on dough properties and gluten quality. *Journal of Cereal Science*, 38(1), 95–104.
- Westerlund, E., Andersson, R., Åman, P., & Theander, O. (1990). Effects of baking on water-soluble non-starch polysaccharides in white bread fractions. *Journal of Cereal Science*, 12(1), 33–42. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(09\)80155-0](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(09)80155-0)
- Xiao, F., Zhang, X., Niu, M., Xiang, X., Chang, Y., Zhao, Z., Xiong, L., Zhao, S., Rong, J., Tang, C., & Wu, Y. (2021). Gluten development and water distribution in bread dough influenced by bran components and glucose oxidase. *LWT*, 137, 110427. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2020.110427>
- Yan, J., Jia, X., Feng, L., Yadav, M., Li, X., & Yin, L. (2019). Rheological and emulsifying properties of arabinoxylans from various cereal brans. *Journal of Cereal Science*, 90(33), 102844. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2019.102844>
- Yang, L., Zhao, D., Yan, J., Zhang, Y., Xia, X., Tian, Y., He, Z., & Zhang, Y. (2016). QTL mapping of grain arabinoxylan contents in common wheat using a recombinant inbred line population. *Euphytica*, 208(2), 205–214. <https://doi.org/10.1007/s10681-015-1576-z>
- Ying, R., Rondeau-Mouro, C., Barron, C., Mabile, F., Perronnet, A., & Saulnier, L. (2013). Hydration and mechanical properties of arabinoxylans and β -d-glucans films. *Carbohydrate Polymers*, 96(1), 31–38. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.03.090>
- Zhang, B., Liu, W., Chang, S. X., & Anyia, A. O. (2010). Water-deficit and high temperature affected water use efficiency and arabinoxylan concentration in spring wheat. *Journal of Cereal Science*, 52(2), 263–269. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2010.05.014>
- Zhang, Y., Pitkänen, L., Douglade, J., Tenkanen, M., Remond, C., & Joly, C. (2011). Wheat bran arabinoxylans: Chemical structure and film properties of three isolated fractions. *Carbohydrate Polymers*, 86(2), 852–859. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.05.036>

1.4.2. LES LIPIDES

Origine des lipides dans les grains de blé

Les lipides forment majoritairement les bicouches qui délimitent les cellules et les organites (Figure 4). On les retrouve au sein :

- Des **oléosomes** (structures intracellulaires des grains d'oléagineux) sous forme de lipides neutres de réserve (triacylglycérols TAG) entourés d'une monocouche de phospholipides (PL) stabilisée par des protéines appelées oléosines très hydrophobes,
- Des **corpuscules protéiques** : amas de protéines qui, lorsqu'ils disparaissent, laissent comme trace de leur existence leur membrane lipoprotéique (phospholipides + protéines membranaires en bicouche),
- De l'**amyloplaste**, qui est un organite des cellules végétales spécialisé dans le stockage de l'amidon (futur grain d'amidon). Sa bicouche lipidique est formée de glycolipides (GL) et de phospholipides.

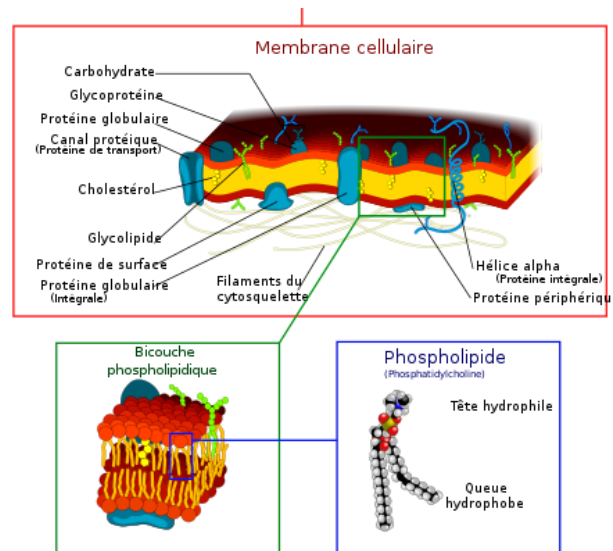


Figure 4 : schéma d'une membrane plasmique. Source : travaux de Dhatfield et Mariana Ruiz

La synthèse des acides gras se fait entre l'amyloplaste et le réticulum endoplasmique (RE) : les acides gras sont synthétisés dans l'amyloplaste puis exportés dans le RE pour la biosynthèse de TAG ou PL, et les GL sont synthétisés dans les membranes des plastes. Les protéines de réserve étant, comme les TAG et PL, synthétisées dans le RE, et l'amidon étant synthétisé dans les amyloplastes, comme les acides gras. Marion & Saulnier (2020) suggèrent qu'il existe un lien métabolique entre les lipides du grain de blé et ces autres biopolymères (protéines et amidon).

Les différentes classes de lipides du blé

Dans le grain, les lipides se répartissent dans le germe (30 à 36 %), la couche aleurone (25 à 29 %) et l'albumen (35 à 45 %) et une portion mineure dans le péricarpe (< 4%) (Hargin & Morrison, 1980). Le germe et la couche aleurone sont principalement constitués de lipides neutres (LN), les phospholipides (PL) peuvent se retrouver dans l'ensemble des compartiments de la graine, tandis que les glycolipides (GL) sont localisés dans l'albumen amylicé (Néron *et al.*, 2012 ; Pareyt *et al.*, 2011) (Figure 5). Après broyage, ces trois groupes se retrouvent répartis dans les 2 à 2,5 % de lipides totaux présents dans les farines. Les lipides sont catégorisés en différents groupes et sous-groupes (Figure 5). En haut de l'échelle, se trouvent d'abord les lipides de l'amidon et les lipides hors amidon. Les lipides liés à la surface des grains d'amidon ont parfois pu représenter un troisième groupe, mais sont aujourd'hui très souvent considérés comme des lipides de l'amidon, alors communément appelés lipides liés à l'amidon en opposition aux lipides non liés à l'amidon (Melis & Delcour, 2020). Ensuite, les lipides liés sont distingués des lipides libres, en fonction de leur solubilité dans certains solvants (solvants polaires pour les liés et non polaires pour les libres). Tandis que les lipides libres regroupent à la fois des lipides polaires et des lipides non polaires, les autres fractions ne sont constituées que de lipides polaires.

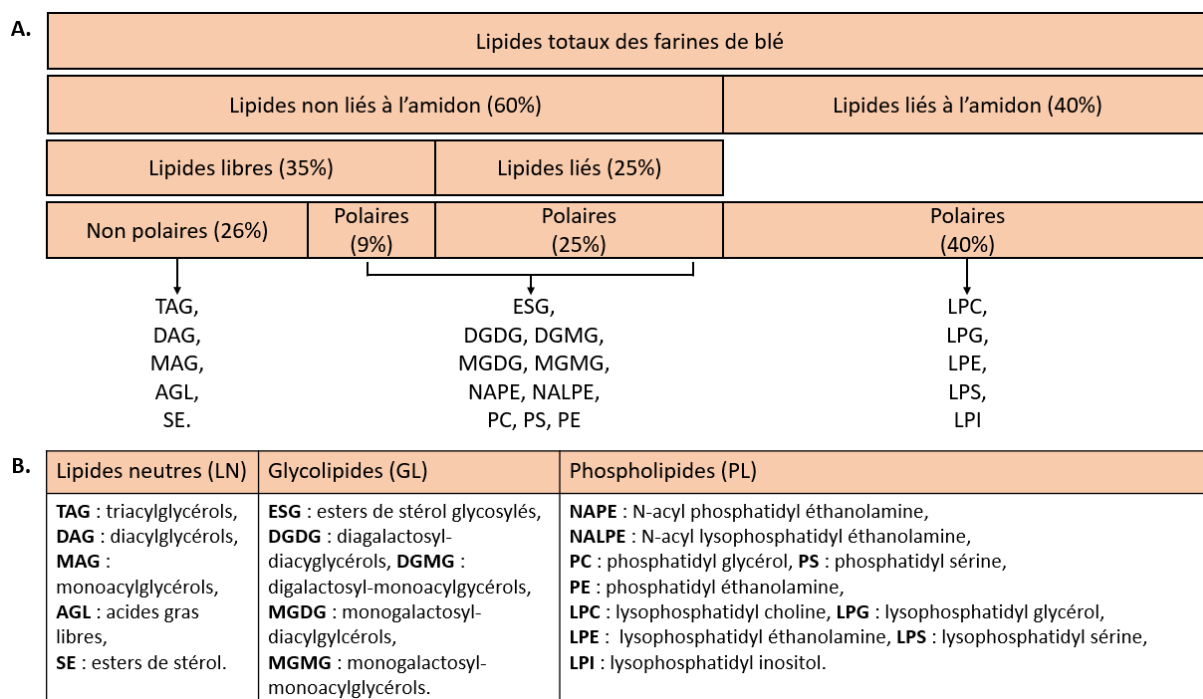


Figure 5 : Les lipides des farines de blé : A. Répartition moyenne des groupes de lipides basés sur leur liaison à l'amidon et leur extraction aux solvants polaires ou apolaires (adapté de (Pareyt et al., 2011)); B. Classification des lipides (adapté de (Néron et al., 2012))

Les LN sont les plus abondants dans les lipides non-liés à l'amidon tandis que les PL le sont les plus abondants des lipides liés à l'amidon. Les GL sont minoritaires dans la farine totale.

Chacun de ces groupes possède un certain nombre de classes. La plus représentée, appartenant aux LN, est celle des Triacylgérides (TAG) dont la quantité totale dans les farines varie selon les auteurs : de 30 à 36 % des lipides totaux pour MacMurray & Morrison (1970), 27 % pour Néron *et al.* (2012) ou encore moins de 26 % pour Pareyt *et al.* (2011). Cinquante pour cent (50 %) des TAG proviendraient des gouttelettes d'huile enrichies en TAG concentrées dans les régions sub-aleuroniques, elles-mêmes transférées du germe (Morrison & Hargin, 1981). Ensuite viennent les lysophosphatidyl choline (LPC) du groupe PL à hauteur de 26 % dans les farine d'après Néron *et al.* (2012) ou moins de 25 % d'après Pareyt *et al.* (2011). Les lyso-PL sont probablement des lipides liés à l'amidon libérés lors de leur endommagement (Morrison & Hargin, 1981). Enfin, on trouve les digalactosyl-diacylglycérols (DGDG) appartenant aux GL, qui représentent environ 8 % des lipides totaux dans les farines d'après Néron *et al.* (2012).

Variabilité des lipides du blé

Non seulement les lipides possèdent un grand nombre de classes différentes, mais celles-ci peuvent varier en proportion d'une farine à une autre. Cette variabilité pourrait notamment expliquer les différences observées dans les valeurs rapportées dans la littérature concernant la proportion de ces classes. Par exemple, des conditions de sécheresse impacteraient le remplissage des grains pendant la maturation, induisant une réduction de la quantité de lipides libres au niveau des enveloppes extérieures, et donc impactant leur concentration dans les farines complètes (Panozzo *et al.*, 1990).

Une autre étude (Konopka *et al.*, 2006), met en avant des différences de composition lipidique, notamment en acides gras et en caroténoïdes, entre les blés d'hiver (6 variétés différentes) et les blés de printemps (5 variétés différentes) cultivés dans les mêmes conditions. Les blés de printemps seraient également plus riches en lipides libres et spécifiquement en fraction non-polaire et en phospholipides.

La particularité des lipases endogènes

Avant de parler de panification, il est important d'évoquer l'action des lipases durant le stockage des farines. En effet, une farine dégermée, donc en général réalisée sur cylindres, peut se conserver environ 2 ans. Tandis qu'une farine réalisée sur meule de pierre, incluant le germe, se conserve en général seulement 6 mois. De même, une farine complète, incluant des sons ne se conserve pas plus de 6 mois. Cette différence, dépendante de la présence du germe et des sons, est liée à la forte concentration en lipides oxydables.

En effet, les lipases endogènes des blés sont présentes dans le germe et les sons ce qui rend leur activité dans les farines blanches bien plus faible que dans les farines complètes (De Almeida *et al.*, 2014). Ces lipases agissent presque exclusivement sur les TAG, source majeure d'acides gras libres, qui se forment au cours du stockage (Clayton & Morrison, 1972). Or, leur concentration croissante dans les farines est synonyme de rancissement, et leur augmentation au détriment de TAG est pénalisante pour la qualité en panification (Bell *et al.*, 1979 ; Doblado-Maldonado *et al.*, 2012).

Rôle des lipides en panification

Un certain nombre de travaux mettent en évidence l'impact des lipides en panification.

Pour commencer, les effets sur la stabilisation des interfaces ont été mis en évidence. En effet, la stabilisation des bulles de gaz dans les pâtes de farine de blé ne peut être seulement attribuée à la matrice gluten-amidon, qui présente des discontinuités autour des bulles de gaz, et la présence d'un film liquide séparant les bulles de gaz a été mise en évidence (Gan *et al.*, 1990). Ce film est à la fois consolidé par des protéines de surface mais également par des lipides amphiphiles jouant leur rôle de tensioactif. En l'absence de lipides (farine dégraissée), les protéines forment un film de stabilité moyenne qui emprisonne l'air au sein du réseau de gluten. Avec l'ajout de lipides polaires, les interfaces sont initialement déstabilisées, mais lorsque leur concentration augmente, la stabilité des films augmente, ce qui permet de maîtriser, pendant la fermentation, l'emprisonnement des bulles de gaz qui formeront, après cuisson, les alvéoles de la mie de pain (Marion *et al.*, 2003). Les lipides polaires qui seraient les plus impliqués dans ce rôle de stabilisation sont des GL, plus particulièrement les DGDG et MGDG (Salt *et al.*, 2017). Les alvéoles de la mie de pain étant étroitement liées au volume du pain, une meilleure stabilisation du film au sein de la pâte permettrait de mieux maîtriser le volume final du pain (Marion *et al.*, 2003). Ceci explique que le volume du pain diminuerait avec l'ajout de lipides non-polaires et inversement avec l'ajout de lipides polaires au-delà d'une certaine quantité dans la limite des concentrations naturelles (MacRitchie, 1981 ; Sloan & MacRitchie, 2009). Bekes *et al.*, (1986) ont proposé de déterminer le volume du pain en se basant sur le ratio des lipides non polaires par rapport aux lipides polaires de la farine, bien que ce ratio n'explique que 11% de la variation du volume (McCormack *et al.*, 1991). Ainsi même si la viscoélasticité du gluten a un rôle clé dans le développement de la pâte et l'homogénéité des bulles de gaz, d'autres composants tels que les lipides sont nécessaires pour les stabiliser.

L'oxydation des acides gras polyinsaturés et des cystéines (groupes SH libres du gluten) par lipoxygénases (LOX) améliorerait les propriétés rhéologiques des pâtes (augmentation de leur stabilité, assouplissement et résistance à l'extension), et également le volume final du pain (Bahal *et al.*, 2013 ; Frazier *et al.*, 1973 ; Wang *et al.*, 2014). L'oxydation en particulier des caroténoïdes (pigment qui apportent la couleur crème de la pâte) est par ailleurs responsable du phénomène de blanchissement des pâtes (Marion *et al.*, 2003 ; Nicolas & Drapron, 1983; Zhang *et al.*, 2013).

Les études portant sur l'impact des lipides, très souvent limitées à l'impact sur le volume du pain ou l'apparence de la mie en panification, focalisent la plupart du temps sur les lipides non-liés à l'amidon. En effet, les lipides liés à l'amidon, de par leur location, seraient moins susceptibles d'interagir avec les autres composants de la pâte lors du procédé de panification (Melis & Delcour, 2020) et n'auraient d'impact que sur la gélatinisation de l'amidon, son absorption d'eau, et, indirectement, sur la fermeté de la mie (Chung *et al.*, 1978).

Cependant, la majorité des études ont été réalisées à partir de farines dégraissées puis reconstituées avec ajouts de différentes fractions lipidiques, avec un impact irréversible sur les propriétés rhéologiques des farines (Melis & Delcour, 2020), ou alors avec l'utilisation de lipases hydrolysant spécifiquement certains lipides. Les quelques études qui ont examiné la variabilité naturelle des lipides ont conduit à des résultats contrastés, probablement en raison de variations non maîtrisées des autres composants de la farine. Finalement, l'impact des variabilités naturelles des teneurs en lipides sur la panification n'est pas clairement établi et encore moins leurs mécanismes d'action. Par exemple, Panozzo *et al.* (1990) ont trouvé des corrélations entre lipides et paramètres rhéologiques, obtenus avec des outils tels que le farinographe ou l'extensographe, mais qui ne sont pas répétables d'une année à l'autre. Ceci s'expliquerait par des interactions complexes entre les lipides et les autres composants de la farine de blé durant le pétrissage, réclamant la mise en place d'une approche multifactorielle plutôt que de s'en tenir à de simples corrélations entre 2 variables.

Interactions entre les lipides et les autres constituants majoritaires du grain de blé

Chaque classe de lipides peut être extraite grâce à un solvant spécifique. Cela rend compte de la diversité de leurs propriétés et de leurs interactions avec les différents composants de la farine.

Des travaux antérieurs mettent en évidence des interactions spécifiques entre les lipides et les composants majoritaires du blé, soit lipides-amidon, soit lipides-protéines. Les composants majoritaires ayant un impact indéniable sur la qualité technologique des blés, les lipides pourraient, à travers ces interactions, avoir un impact indirect sur cette qualité.

Un certain nombre d'interactions ont été relevés avec les protéines. Les puroindolines et les protéines de transfert de lipides stabiliseraient les mousses au niveau des interfaces (Cooper *et al.*, 2002 ; Dubreil *et al.*, 1997 ; Marion *et al.*, 2003). Également, l'interaction entre les lipides et les puroindolines pourrait jouer un rôle sur la dureté des grains en empêchant l'adhésion de la matrice protéique à la surface des grains d'amidon (Geneix *et al.*, 2020). Les lipopurothionines, qui sont des complexes entre polypeptides basiques et lipides polaires, ont également été observés (Fernandez *et al.*, 1976), mais sans impact identifié en panification.

La formation de complexes entre les lipides et les protéines, notamment du gluten, a été discutée. Alors que ces complexes apparaissent dans les membranes lipidiques, Marion *et al.* (1987), grâce à une observation de cryo-coupes en microscopie électronique, suggèrent que ce ne serait pas le cas du gluten, qui engloberait plutôt physiquement les vésicules de lipides dans sa matrice qui contient ainsi des microémulsions stabilisées. McCann *et al.* (2009) confirment cette hypothèse pour les lipides non-polaires mais suggèrent plutôt des interactions spécifiques entre le gluten et les lipides polaires, et plus précisément les GL avec les gluténines par interaction hydrophobe et hydrogène, et les PL avec les gliadines.

Les lipides interagissent également avec l'amidon et joueraient un rôle significatif sur ses propriétés fonctionnelles en formant notamment des complexes avec l'amylose (Morrison, 1988). Ces complexes se formeraient avec les lysophospholipides et les monoglycérides et pourraient entre autres impacter les propriétés rhéologiques des pâtes (Nierle & El Bayâ, 1990), ou retarder la rétrogradation de l'amidon et par conséquent le rassissement des produits de panification (Mariscal-Moreno *et al.*, 2019). Ces complexes peuvent être quantifiés en utilisant des études compétitives, mesurant la réduction de la couleur de liaison à l'iode lors de la formation des complexes (Tang & Copeland, 2007). Les études utilisant la RMN et la modélisation moléculaire des complexes amylose-lipides ont également été réalisées pour étudier la conformation de ce complexe (Buléon *et al.*, 1998). Elles indiquent que la chaîne hydrophobe des acides gras est incluse à l'intérieur de l'hélice d'amylose, tandis que les groupes polaires des acides gras et les monoglycérides sont trop volumineux pour entrer dans l'hélice. De ces

résultats, un modèle est proposé (Buléon *et al.*, 1998), où la partie aliphatique d'un lipide peut être insérée à chaque extrémité d'une chaîne d'amylose (Figure 6).

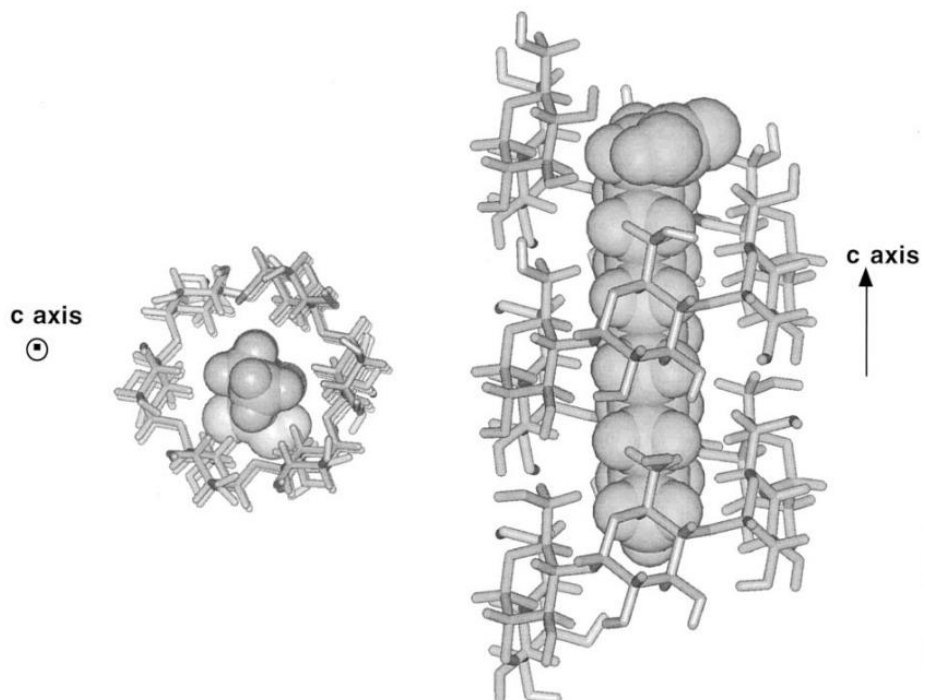
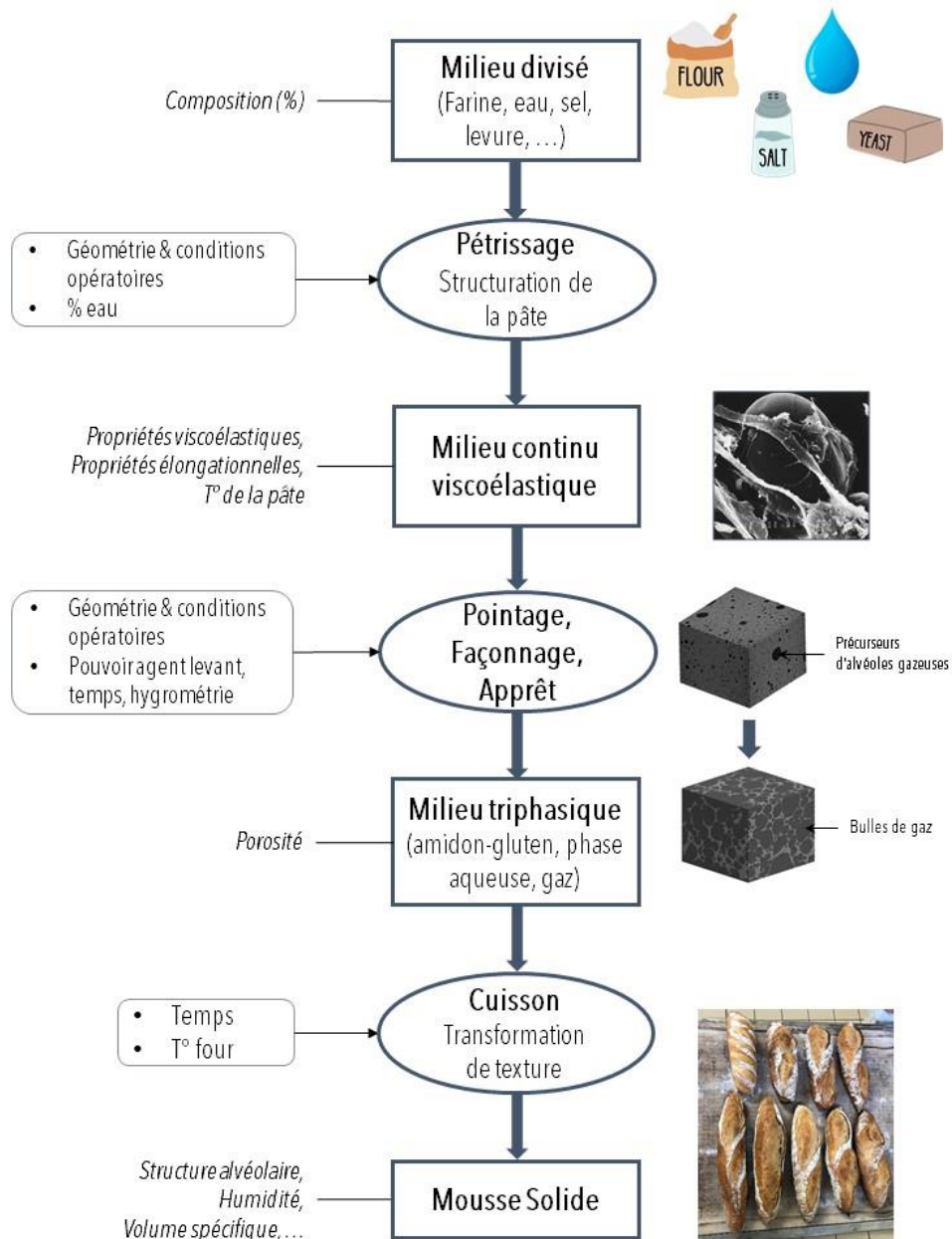


Figure 6 : Représentation par modélisation moléculaire de complexes amylose-lipide montrant l'inclusion de la partie aliphatique (C12) de l'acide gras dans la cavité hydrophobe de la simple hélice de l'amylose (Buléon *et al.*, 1998)

2. DE LA FARINE AU PAIN

2.1. LE PROCÉDE DE PANIFICATION

Le procédé de panification englobe un certain nombre d'étapes comme l'illustre la Figure 7 pour transformer la farine, mélangée à du sel, de l'eau, de la levure ou du levain et éventuellement d'autres ingrédients (sucre, matières grasses, améliorants), en pain.



Légende :



Figure 7 : Diagramme simplifié du processus de panification. D'après (Della Valle *et al.*, 2020; Dufour, 2023). EMS : Energie Mécanique Spécifique, T° : Température. Images INRAE, sauf pour les alvéoles gazeuses (ERF Grenoble)

Trois étapes principales sont distinguées : le pétrissage, la fermentation/façonnage et la cuisson.

Durant l'étape de pétrissage, toutes les particules de la farine s'hydratent et se distribuent à tel point qu'ils n'existent plus, à l'œil nu, en tant qu'élément distinct ; la farine passe alors d'un solide divisé à un milieu continu, la pâte. Cette étape a pour rôle de former une pâte homogène et développer le réseau de gluten qui enchâsse les grains d'amidon, tout en incorporant de l'air. Le gluten forme une phase protéique continue aux propriétés viscoélastiques marquées, qui confèrera une certaine résistance et élasticité à la pâte, lui permettant de retenir les bulles de gaz. La réticulation optimale du réseau de gluten est notamment dépendante de l'hydratation et de l'énergie mécanique spécifique (EMS) appliquée au cours du pétrissage (Dufour *et al.*, 2024 ; Shehzad *et al.*, 2012).

Durant la première fermentation, appelée pointage, les bulles de gaz formées lors du pétrissage croissent grâce au pouvoir fermentaire des levures, faisant lever la pâte et sont à l'origine de la structure alvéolaire des pains. Des pétrissages intensifs apportent un tel niveau d'EMS qu'ils raccourcissent généralement cette étape tout en augmentant la température des pâtes. L'hygrométrie et la température ambiante sont aussi des facteurs qui peuvent influencer cette étape. Lorsque le volume de la pâte a doublé, celle-ci est ensuite dégazée, divisée et façonnée pour obtenir la taille et la forme souhaitée. Le façonnage modifie la structure alvéolaire de la pâte. La deuxième fermentation, nommée apprêt, démarre et se termine par une prise de volume du pâton qui va en général jusque trois fois son volume initial. La durée de cette étape est moins longue que le pointage mais dépend à nouveau des mêmes facteurs. A ce stade, les bulles de gaz sont interconnectées et uniquement séparées par des films liquides (cf section 1.4.2, Gan *et al.*, 1990). La stabilisation de ces bulles est souvent un critère recherché, car elle prévient leur coalescence, un phénomène qui peut entraîner des structures alvéolaires grossières (Hayman *et al.*, 1998) ou hétérogènes (Babin *et al.*, 2006) parfois indésirables, notamment pour les pains de mie. Cette stabilisation est dépendante du réseau viscoélastique de gluten et du film liquide séparant les alvéoles. A la fin de cette étape, la pâte peut alors être considérée comme un milieu triphasique, composé de gaz, d'une phase liquide, et d'une matrice viscoélastique.

Les pâtes sont ensuite prêtes à être enfournées et peuvent être préalablement scarifiées avec des coups de lame afin de contrôler l'expansion du pain à la cuisson et créer des décorations. La cuisson transforme la pâte, solide visco-élastique, en une mousse solide grâce à la gélatinisation de l'amidon et à la réticulation des protéines. Bien que cette étape entraîne une prise de volume, la structure alvéolaire obtenue en fin de fermentation évolue peu (Babin *et al.*, 2008)..

Un certain nombre de paramètres est ajustable par le boulanger tout au long du procédé de panification afin d'assurer un produit final convenable comme indiqué sur la Figure 7.

Celui-ci peut par exemple, en fonction de la structure/consistance de pâte recherchée, jouer sur le pétrissage, durée et intensité/vitesse du cisaillement, sur l'hydratation, ou encore la température des ingrédients.

2.2. LA DISTRIBUTION DE L'EAU

L'eau joue un rôle essentiel dans l'organisation spatiale des différents composants de la farine au sein de la pâte. Sa distribution est notamment facilitée par l'EMS lors du pétrissage. Tandis que l'eau liée établit des liaisons entre toutes les molécules, l'eau libre confère à la pâte sa plasticité en rendant possible la mobilité des molécules les unes par rapport aux autres. Un bon dosage de l'eau est essentiel pour obtenir un équilibre optimal entre l'eau libre et l'eau liée. Une trop grande quantité d'eau entraîne un excès d'eau libre, rendant la pâte collante et difficile à manipuler. A l'inverse, une quantité insuffisante d'eau aboutit principalement à de l'eau liée, rendant le pâte trop rigide et difficile à pétrir.

Les propriétés rhéologiques de la pâte sont attribuées majoritairement au réseau de gluten, et les protéines ont besoin d'une certaine quantité d'eau pour son bon développement. Cependant d'autres molécules se lient à l'eau, entraînant une compétition en fonction des affinités des constituants. L'amidon endommagé est notamment connu pour absorber beaucoup d'eau par rapport à l'amidon natif. Outre ces constituants majeurs, les pentosanes, comme décrit en 1.2.1, absorbent également beaucoup d'eau par rapport à leur masse. D'après Bushuk, (1966), 46 % de l'eau dans les pâtes est associée à l'amidon, 31 % au gluten et 23 % aux pentosanes, tandis que Roman-Gutierrez *et al.* (2002) définissent une répartition de l'eau théorique de 88% pour l'amidon, 10% pour le gluten et 2% pour les pentosanes. Bien que ces deux auteurs s'accordent pour attribuer la grande majorité de l'eau à l'amidon, les différentes proportions d'eau attribuées aux composants attestent de la difficulté à définir les différents types de liaisons à l'eau. Les lipides ne se lient pas directement à l'eau mais ils peuvent influencer sa distribution grâce à leur rôle aux interfaces en agissant comme des tensioactifs.

Un équilibre optimal de ces interactions est déterminant pour obtenir une pâte de qualité et un produit final réussi.

La distribution de l'eau ne joue pas seulement un rôle clé pendant le pétrissage. En effet, sa teneur influence les températures de gélatinisation de l'amidon et de réticulation du gluten lors de la cuisson, qui dépendent également de la présence d'autres molécules telles que les pentosanes.

3. EVALUATION DE LA QUALITE TECHNOLOGIQUE DES BLES

L'évaluation de la qualité technologique ou valeur boulangère des blés tendres est importante pour les meuniers et les entreprises de la boulangerie car elle détermine sa valeur d'usage (selon le produit final associé) et elle permet notamment d'appréhender le comportement rhéologique des pâtes et son éventuel impact sur le produit final. Un certain nombre d'évaluations est réalisé afin de classer les blés et répondre aux cahiers des charges des différentes entreprises (fabricant des produits de panification, des pizzas ou encore des biscuits), de la composition au comportement rhéologique de la pâte, en finissant systématiquement par un test de panification normalisé.

3.1. CARACTERISATION DU GRAIN ET DE LA FARINE

Quelques mesures peuvent être réalisées sur grains pour évaluer la qualité du blé. Des valeurs de poids de mille grains élevées sont par exemple souvent associées à de bons rendements, eux même souvent associés à une moins bonne qualité boulangère du blé. La dureté ou la résistance à l'écrasement des grains de blés, est également un critère de qualité catégorisant les blés en « hard », « medium hard » ou « soft ». Ces catégories permettent d'avoir une première idée des propriétés qu'auront les farines. Notamment, des blés de dureté élevée « hard » auront tendance à produire plus d'amidon endommagé à la mouture et donc des farines qui absorbent plus d'eau. Les

blés « soft » sont, par exemple, caractéristiques des blés biscuitiers, où l'on cherche à obtenir des farines qui absorbent moins d'eau pour ne pas former de réseau de gluten et obtenir des textures plus croustillantes et friables.

La quantité de protéines est probablement le critère de qualité le plus surveillé sur le marché. Plusieurs méthodes analytiques existent pour déterminer la quantité de protéines des grains. La méthode de Kjeldahl (ISO 20483 :2013) mesure la teneur en azote après minéralisation des échantillons avec de l'acide sulfurique, tandis que la méthode de Dumas (ISO 16634-2:2016) mesure la teneur en azote après combustion totale des échantillons. Le un taux de conversion azote/protéine utilisé pour quantifier les protéines de réserve du blé est de 5.7. Ces mesures de protéines sont aujourd'hui réalisées en routine par Spectroscopie proche infra-rouge (NIRS) (ISO 12099:2017) en utilisant des droites de calibration préalablement établies à partir des méthodes Kjeldahl ou Dumas.

De la même manière, des mesures NIRS sont également utilisées sur le grain pour déterminer rapidement la teneur en humidité, la teneur en amidon ou encore la teneur en cendres. La teneur en cendres permet de juger de la blancheur d'une farine, car les matières minérales se retrouvent essentiellement dans les enveloppes externes du grain et donc des sons. Cette teneur permet ainsi de classer les farines des plus blanches (T45) aux plus complètes (T155). Sur les farines, l'humidité est également souvent mesurée pas dessiccation.

Le taux d'amidon endommagé des farines peut être mesuré de manière indirecte par plusieurs méthodes. Certaines reposent sur l'utilisation d'enzymes (α -amylase) pour hydrolyser l'amidon avant de quantifier les sucres réducteurs par spectrophotométrie (AACC Method 76-31.01, Megazyme). D'autres méthodes, plus rapides à mettre en œuvre, mesurent la cinétique d'absorption de l'iode par ampérométrie (ISO 17715 :2015), principe utilisé par le SDmatic® (Chopin, France).

Enfin, certaines mesures rendent compte de l'activité enzymatique des farines et notamment de l'activité α -amylasique. La création d'un empois d'amidon est nécessaire. L'indice de chute d'Hagberg est la mesure du temps mis par un agitateur pour descendre au travers de cet empois, tandis que l'amylographe (Brabender, Allemagne) équipé d'un viscosimètre rotatif établit une courbe de gélification.

Des mesures sont réalisées pour rendre compte de la qualité du réseau de gluten. Par exemple, l'indice de Zélény est basé sur l'absorption d'eau du réseau en mélangeant de la farine avec une solution diluée d'acide lactique. La valeur de sédimentation obtenue jugera de la convenance d'une farine selon son usage. Laver une pâte sous un filet d'eau pour éliminer toutes les molécules solubles, en éliminant l'amidon par lixiviation permet d'isoler le gluten et de pouvoir quantifier par pesée le gluten humide, le gluten sec après dessiccation, puis le rapport des deux (Gluten index). Ce protocole est semi-automatisé avec un appareil tel que le Glutomatic® (PerkinElmer, USA).

Bien que ces différentes mesures permettent d'évaluer plusieurs aspects cruciaux de la qualité du blé et des farines, elles présentent des limites. Premièrement, ces méthodes ont tendance à se focaliser sur une seule propriété à la fois, souvent en relation directe avec les protéines ou avec l'amidon ; elles n'intègrent pas les différents composants du grain ou de la pâte, notamment les composants minoritaires tels que les arabinoxylanes et les lipides, dont l'influence sur la qualité finale du pain est pourtant avérée (cf section 1.4). De plus, bien que ces méthodes offrent des informations pertinentes sur des propriétés isolées, cette approche *via* des critères spécifiques conduit à une multiplication de tests individuels qui ne donnent qu'une vision partielle de la performance réelle en panification. Ces tests ne permettent pas de prédire avec précision le comportement global de la farine au cours du procédé de panification, où plusieurs facteurs doivent être pris en compte de manière simultanée. En effet, les interactions entre les différents composants peuvent avoir des effets significatifs sur la formation du réseau de gluten, la rétention d'eau ou encore le comportement rhéologique de la pâte. Nous détaillons dans la prochaine section les évaluations du comportement de la pâte qui déterminent finalement la qualité du blé.

3.2. EVALUATION DU COMPORTEMENT DES PÂTES DURANT LE PETRISSAGE

3.2.1. STANDARDS DE MESURE

Le comportement de la pâte est étudié par les meuniers grâce à des outils standardisés sous la forme de « mini-pétrin ». Différents équipements permettent de réaliser un pétrissage dans des conditions contrôlées, mais éventuellement différentes de celle de pétrins industriels, et de déterminer des paramètres rhéologiques empiriques sur la pâte, afin de comparer les farines et d'en prévoir le comportement technologique.

L'alvéographe (Chopin, France) évalue la capacité de déformation des pâtes sous pression d'air, à l'image de la déformation de la pâte soumise au dioxyde de carbone pendant la fermentation. En pratique, une pâte est formée avec un temps de pétrissage et une hydratation constante (50%). Sous pression d'air, la pâte est ensuite transformée en bulle jusqu'à rupture. Pendant cette opération, l'appareil mesure la pression en fonction du temps pour former le diagramme de déformation (Figure 8) reflétant la capacité de rétention d'air de la pâte à débit d'air constant, simulant sa capacité à former une pâte élastique et résistante, essentielle pour la panification. Les paramètres alvéographiques ainsi recueillis représentent des propriétés physiques de la pâte. L'aire sous la courbe correspond à la force boulangère W , qui représente le travail de déformation nécessaire pour former la bulle jusqu'à sa rupture. En pratique, il s'agit probablement du paramètre alvéographique le plus utilisé. La pression maximale P correspond à la ténacité ou résistance de la pâte. Ainsi une valeur P élevée indique une pâte difficile à étirer. L'extensibilité L est déterminée par la taille de la bulle à sa rupture et indique la capacité de la pâte à s'étirer sans se rompre. Le rapport de ces deux derniers indices P/L permet d'évaluer l'équilibre d'une farine, et est souvent plus utilisé que les deux indices seuls. Enfin, l'Indice d'Elasticité le correspond au rapport entre la pression pour un volume de bulle de 200 mL (P_{200}) et la pression maximale (P) ; il exprime la rapidité et la capacité de la pâte à revenir à sa forme originale après déformation

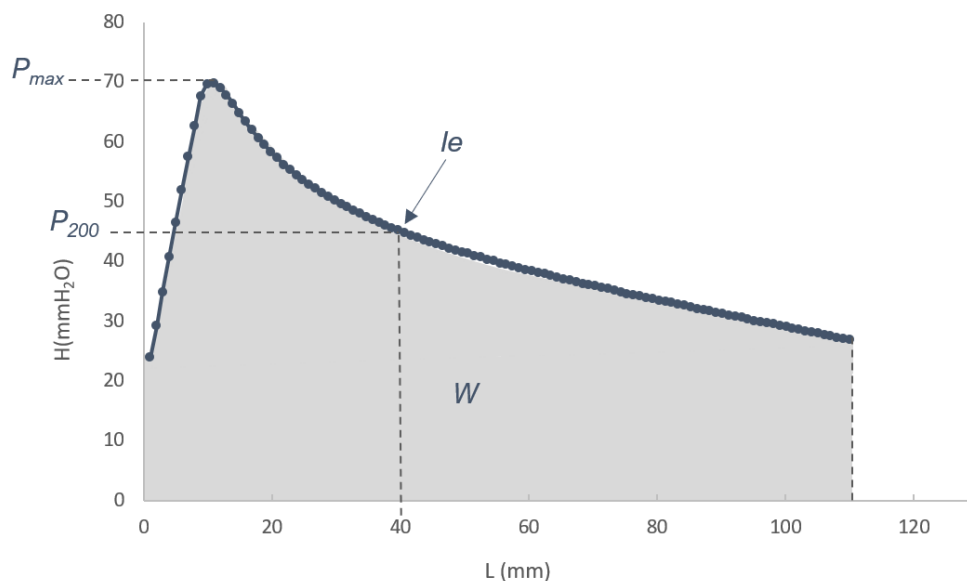


Figure 8 : Alvéogramme (Chopin, France)

Le farinographe (Brabender, Allemagne) mesure la capacité d'absorption d'eau et la tolérance des pâtes au pétrissage à une consistance constante considérée comme optimale de 500 Unité Brabender (UB) (Figure 9). Le couple est mesuré lors du pétrissage et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 500 UB correspond à l'absorption d'eau (W_A) des farines. Le temps de stabilité est la durée pendant laquelle la pâte conserve sa consistance optimale, le temps de développement est le temps nécessaire pour atteindre la consistance maximale, et l'indice de tolérance mesure la perte de consistance à 12 minutes de pétrissage après avoir atteint 500 UB.

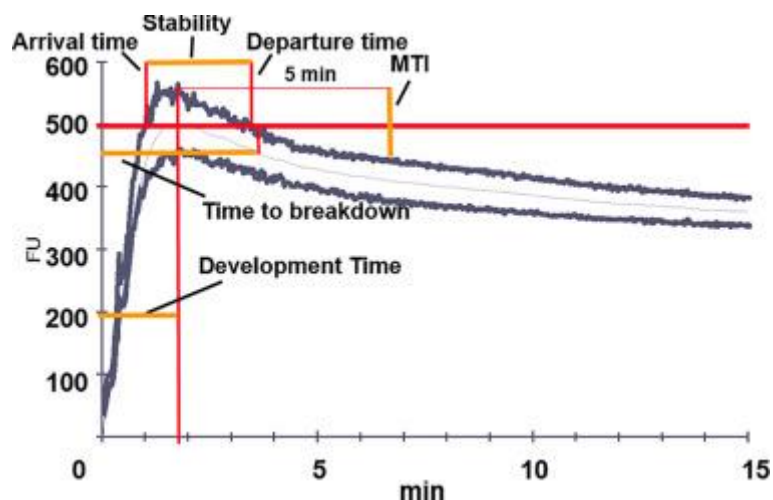


Figure 9 : Courbe de farinographe (Brabender, Allemagne)

D'autres outils, moins utilisés, ont également été développés pour étudier le comportement des pâtes. Le consistographe peut se rapprocher du farinographe car il permet de déterminer une hydratation optimale et la stabilité de la pâte mais se concentre sur la consistance et fermeté. L'extensographe, quant à lui, mesure la résistance d'une pâte à l'étirement. Le rhéofermentomètre mesure l'activité fermentaire de la pâte avec la production de gaz et l'expansion de la pâte. Et enfin, le mixolab analyse les propriétés rhéologiques de la pâte pendant le pétrissage et la cuisson.

3.2.2. EVALUATION SENSORIELLE DURANT LE PROCESSUS DE FABRICATION DU PAIN

Malgré toutes les mesures décrites précédemment, le test de panification français demeure le critère incontournable de la qualité des farines. Ce test permet d'évaluer la qualité boulangère des farines en conditions réelles de fabrication d'un pain de tradition française. Une grille de notation est remise à un boulanger pour attribuer des notes tout au long des étapes de panification. Chaque critère est noté soit normal (note de 10), ou avec un défaut plutôt en « excès » ou en « insuffisance » pour générer un profil de qualité. Chaque défaut peut être noté avec 3 niveaux d'intensité (le moins intense 7, puis 4, le plus intense 1). Ce test est cependant long à mettre en œuvre et demeure subjectif car il a beau être réalisé par un boulanger spécialement formé, les notes restent qualitatives et dépendent de son savoir-faire.

L'extrait d'un exemple de grille de notation BIPEA (Norme AFNOR NF V03-716) est donné sur la Figure 10.

		Insuffisant				Excès								
		1	4	7	10	7	4	1						
PETRISSAGE														
	LISSAGE								x	0,5	=	#N/A		
	<u>COLLANT DE LA PATE</u>								x	0,5	=	#N/A		
	CONSISTANCE													
	EXTENSIBILITE								x	0,5	=	#N/A		
	ELASTICITE								x	0,5	=	#N/A		
	<u>RELACHEMENT</u>								x	0,5	=	#N/A		
POINTAGE														
	DETENTE : RELACHEMENT								x	1	=	#N/A	/10	POINTAGE
FACONNAGE														
	<u>ALLONGEMENT</u>								x	0,5	=	#N/A		
	DECHIREMENT								x	0,5	=	#N/A		
	ELASTICITE								x	0,5	=	#N/A		
	<u>COLLANT DE LA PATE</u>								x	1	=	#N/A		
APPRET														
	ACTIVITE FERMENTAIRE								x	0,5	=	#N/A	/10	APPRET
	PATE : DECHIREMENT								x	0,5	=	#N/A		
MISE AU FOUR														
	<u>COLLANT DE LA PATE</u>								x	1	=	#N/A		
	<u>TENUE DE LA PATE</u>								x	2	=	#N/A	/30	MISE AU FOUR

Figure 10 : Extrait d'une grille de notation BIPEA (Norme AFNOR NF V03-716) « Pain courant français »

Ce test est complètement adapté à la fabrication de pains français. D'autres tests de panification sont utilisés à l'étranger pour juger de la qualité des farines, en fonction de la fabrication de pain adapté à chaque culture.

Pour conclure, bien que ces méthodes empiriques, telles que l'alvéographe, le farinographe et le test de panification, soient couramment utilisées dans le secteur professionnel, leur approche se révèle limitée. En effet, bien qu'ils fassent office de références, ces tests n'offrent pas une compréhension approfondie des interactions complexes entre les différents constituants de la farine et ne permettent pas toujours de guider efficacement l'utilisateur final. De plus, les mesures des équipements qui visent à mimer les conditions de pétrissage sont souvent exprimés en unités arbitraires, ce qui restreint leur usage à des comparaisons relatives. Par ailleurs, le test de panification, bien qu'il reste incontournable en matière de qualité boulangère, est à la fois long à réaliser et est empreint d'une certaine subjectivité. Ces remarques soulignent la nécessité d'approfondir l'analyse par des méthodes scientifiques, qui explorent les propriétés rhéologiques de manière plus rigoureuse et objective, notamment pour déterminer des relations entre la structure, la composition et les propriétés des pâtes.

3.2.3. MESURES RHEOLOGIQUES EN FAIBLES ET GRANDES DEFORMATIONS

La rhéologie étudie la déformation et l'écoulement des matériaux sous l'effet de contraintes. Elle permet de caractériser le comportement mécanique des matériaux visqueux, élastiques et viscoélastiques en réponse à des forces appliquées. La rhéologie de la pâte à pain peut être évaluée à l'aide d'une large gamme de tests, chacun d'entre eux étant conçu pour traiter des aspects spécifiques de son comportement. Ces essais peuvent être classés en fonction du type de déformation appliquée, cisaillement ou extension. La dimension temporelle joue également un rôle crucial, permettant des analyses en régime dynamique (oscillatoire) ou en régime permanent.

Rhéologie en faibles déformations

Les mesures rhéologiques effectuées en faibles déformations appartiennent au domaine viscoélastique linéaire et permettent d'obtenir des informations sur l'état de structure des pâtes. Elles ont tout d'abord permis de montrer que la pâte se comporte davantage comme un solide qu'un liquide ($G' > G''$). Elles ont mis en évidence le rôle des gluténines de haut poids moléculaires dans la performance boulangère, en lien avec leurs degré de ramification et leurs enchevêtrements dans la création du réseau de gluten (Dobraszczyk, 2004). De plus, la pâte à pain, comme beaucoup d'autres systèmes alimentaires, peut être, en première approche, assimilée à un gel, caractérisé par un réseau tridimensionnel maintenu par des liaisons faibles. Ainsi le module élastique de la pâte en cisaillement (G') peut être modélisé par une loi puissance où l'exposant représente la connectivité du réseau de gluten (Gabriele *et al.*, 2001). Dans le domaine viscoélastique linéaire, l'Analyse Thermomécanique Dynamique (DMTA) permet notamment de simuler le comportement des pâtes lors de la cuisson en suivant la variation, en compression, du module de stockage E' avec la température. De manière générale, cette variation présente une valeur minimale (E'_{\min}) autour de 45 °C et une valeur maximale (E'_{\max}) proche de 70 °C. La croissance du module entre ces deux températures a été attribuée en premier lieu à la réticulation du gluten, et en second lieu au gonflement des granules d'amidon (Rouillé *et al.*, 2010).

Cependant ces mesures en faibles déformations ne permettent en général pas de conduire à des corrélations directes entre propriétés viscoélastiques des pâtes et leurs performances en boulangerie (Stojceska & Butler, 2012). En effet, l'ampleur des déformations appliquées lors de ces mesures est de moins de 1%, des conditions bien éloignées de celles rencontrées dans le procédé de panification. Il est donc intéressant de compléter ces mesures avec celles en grandes déformations (Amemiya & Menjivar, 1992).

Rhéologie en grandes déformations

Les mesures rhéologiques effectuées en grandes déformations peuvent être reliées au comportement réel de la pâte au cours du processus de panification car les conditions sont proches des déformations subies au cours du procédé de panification, en pétrissage, façonnage et en fermentation. L'élongation, ou extension, est impliquée dans de nombreux processus alimentaires et induit une déformation qui implique l'allongement des entités structurales (molécules, agrégats, gouttelettes, etc.) le long des lignes de courant. En fonction de la déformation résultante, l'écoulement en extension peut être classé comme uniaxial ou biaxial (Rodríguez-González & Bello-Perez, 2016). Le test d'étirement de l'anneau (ring stretch), popularisé sous le nom du test de Kieffer, permet de mesurer la viscosité d'élongation uniaxiale (Tschoegl *et al.*, 1970), tandis que le test appelé « Extensional Viscosity Fixture » est utilisé pour caractériser le comportement rhéo-durcissant de la pâte de manière précise (Meerts *et al.*, 2017). La viscosité bi-extensionnelle η_e reflète la résistance de la pâte à la croissance des bulles et rend compte du comportement rhéo-durcissant de la pâte. Elle est habituellement déterminée par un test de compression uniaxiale en conditions lubrifiées (LSF) (Chatraei *et al.*, 1981 ; Launay & Michon, 2008). Les mesures de la contrainte σ , de la déformation équi-biaxiale ϵ_b , et de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_b$ conduisent à la détermination de η_e selon :

$$\eta_e = k \cdot \dot{\epsilon}_b^{n-1} = k_0 \cdot \dot{\epsilon}_b^{n-1} \cdot \exp(SHI \cdot \epsilon_b) \quad (1.1)$$

Où k et n sont les indices de consistance et d'écoulement, respectivement, définis pour une déformation constante. k_0 est une constante de k et SHI est l'indice de rhéo-durcissement (>1).

Ces mesures rhéologiques en faibles et en grandes déformations ont permis notamment de montrer que les mélanges amidon-gluten ne parviennent pas à reproduire à eux seuls les propriétés rhéologiques des pâtes de farine de blé, indiquant que la présence d'autres composants de la farine telles que les protéines solubles dans l'eau, les pentosanes et les lipides, influencent la rhéologie de la pâte (Uthayakumaran *et al.*, 2002).

4. CONCLUSION

Cet état de l'art montre que les évaluations technologiques de la qualité des blés tendres reposent encore largement sur des procédés empiriques. Bien que ces méthodes soient couramment utilisées par les professionnels de la boulangerie, elles présentent des limitations significatives. En effet, elles sont encore loin de pouvoir expliquer les causes sous-jacentes de leurs résultats et ne tiennent pas compte de l'ensemble de la composition des farines, notamment des composants minoritaires tels que les lipides et les pentosanes, ainsi que de leur variabilité inhérente.

Pour répondre à cette problématique, le projet EVAGRAIN a entrepris une démarche visant à collecter les résultats de ces diverses évaluations empiriques sur un vaste ensemble d'échantillons (290) représentatifs de la variabilité des blés français, de faire une caractérisation biochimique spécifique des farines, ainsi qu'une évaluation rhéologique des pâtes. La Figure 11 illustre les relations entre la composition, la structure et les propriétés des pâtes de blé. Elle met en évidence l'objectif central du travail de thèse au sein du projet EVAGRAIN : établir des liens entre la variabilité naturelle des composants, en se focalisant sur les composants minoritaires, leur influence sur les critères de qualité utilisés en panification (comportement de la pâte), ainsi que la rhéologie de la pâte, et en déduire la structure en s'appuyant sur l'étude de la mobilité de l'eau.

L'ensemble des données collectées par les divers partenaires du projet a permis de mener un traitement statistique approfondi, basé sur des méthodes de régressions linéaires multiples, afin de mettre en lumière ces relations, et notamment l'impact de la variabilité naturelle des composants minoritaires en panification.

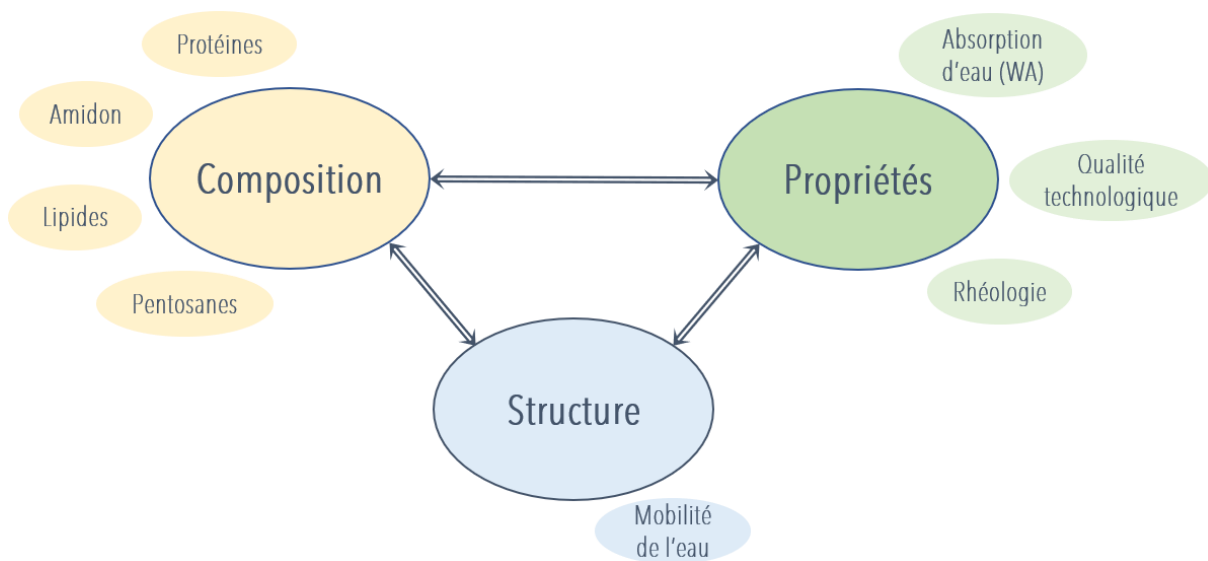


Figure 11 : Schéma général sur les relations entre composition des farines, structure et propriétés des pâtes à pain

CHAPITRE II :
MATERIELS ET METHODES

Les différentes évaluations et mesures réalisées dans le cadre du projet sont présentées sur les Figure 12 et Figure 13. Hormis le test biscuitier et le test pain de mie, dont les résultats n'ont pas été exploités dans cette thèse, l'ensemble des méthodes présentées sur ces figures sont détaillées dans ce chapitre.

La Figure 12 illustre les mesures réalisées par les partenaires du projet EVAGRAIN qui regroupe l'ensemble des évaluations de la qualité traditionnellement effectuées, tandis que la Figure 13 rassemble l'ensemble des évaluations effectuées dans le cadre de cette thèse au sein de l'unité de recherche BIA.

Les rectangles de couleur au sein des figures 12 et 13 regroupent les évaluations innovantes et avancées du projet, distinctes des évaluations traditionnelles et empiriques. Les finalités des flèches simples indiquent les principaux résultats (variables) de chaque méthode qui seront détaillés dans ce chapitre Matériels et Méthodes. Les évaluations dans le cadre de la thèse regroupent notamment la caractérisation des lipides et des pentosanes, l'évaluation rhéologique des pâtes, ainsi que le suivi de la mobilité de l'eau au sein des pâtes.

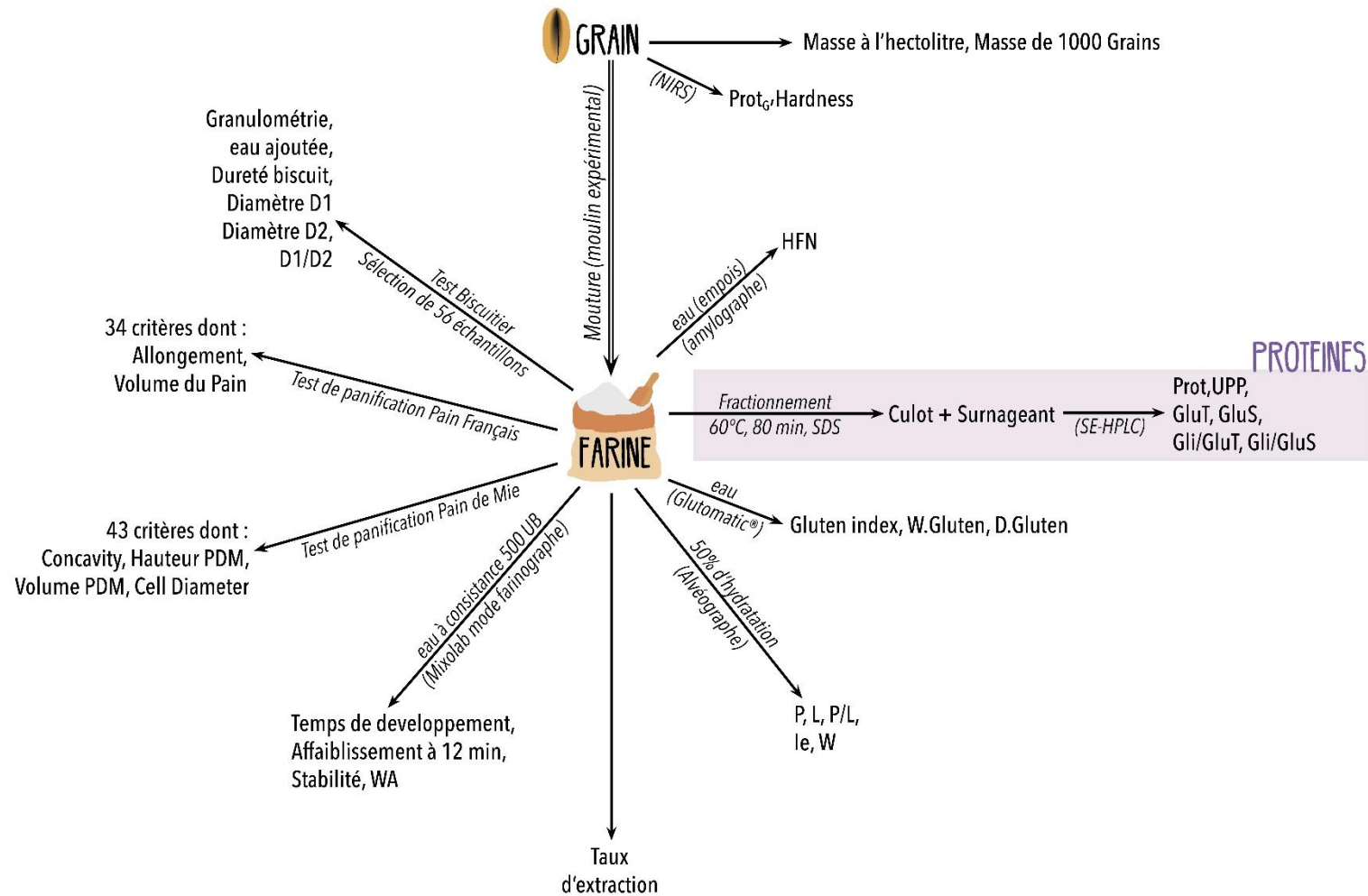


Figure 12 : schéma conceptuel des mesures réalisées dans le cadre du projet Evagrain par les partenaires (hors thèse). Le rectangle de couleur montre une évaluation avancée réalisée dans le cadre du projet, non traditionnelle. Prot_G : Protéines du grain, Prot : Protéine de la farine, UPP : Unextractable Polymeric Protein, GluT : Glutenine Totale, GluS : Glutenine Soluble, Gli/GluT : Rapport Gliadine sur GluT, Gli/GluS : Rapport Gliadine sur GluS, P : Tenacité, L : Extensibilité, P/L : Ratio P sur L, le : Index d'Elasticité, W : Force Boulangère, WA : absorption d'eau (Water Absorption), PDM : Pain De Mie.

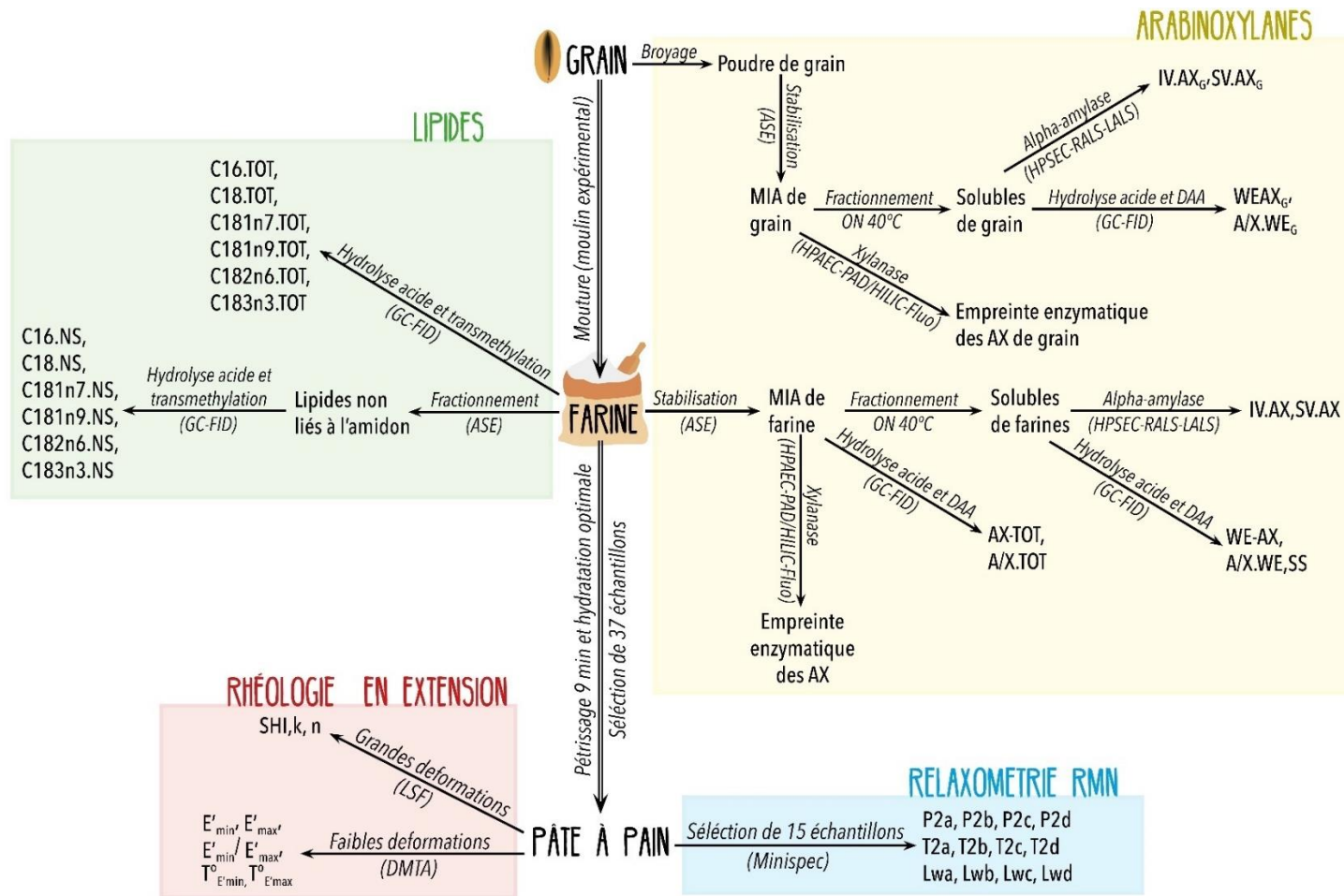


Figure 13 : schéma conceptuel des mesures réalisées dans le cadre de la thèse. ASE : Extraction accélérée par solvant, AX : Arabinoxylyanes, AX-TOT : AX totaux, A/X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AX-TOT, A/X.WE : Rapport Arabinose sur Xylose des WE-AX, A/X.WE_G : Rapport Arabinose sur Xylose des WE-AX_G, C16.NS : Acide palmitique non lié à l'amidon, C18.NS : Acide stéarique non lié à l'amidon, C181n7.NS : Acide vaccénique non lié à l'amidon, C181n9.NS : Acide oléique non lié à l'amidon, C182n6.NS : Acide linoléique non lié à l'amidon, C183n3.NS : Acide linoléique non lié à l'amidon, C16.TOT : Acide palmitique total, C18.TOT : Acide stéarique total, C181n7.TOT : Acide vaccénique total, C181n9.TOT : Acide oléique total, C182n6.TOT : Acide linoléique total, C183n3.TOT : Acide linoléique total, DAA : Dérivation en Acétate d'Alditol, DMTA : Dynamic Mechanical Thermal Analysis, E'_{min} et E'_{max} : modules de stockage minimum et maximum, E'_{min}/E'_{max} : Rapport des modules de stockage minimum et maximum, $T^{\circ}_{E'_{min}}$ et $T^{\circ}_{E'_{max}}$: Température correspondantes aux modules de stockage minimum et maximum, IV.AX : Viscosité Intrinsèque des WE-AX, IV.AX_G : Viscosité Intrinsèque des WE-AX_G, k : Consistance, LSF : Lubricated Squeezing Flow, Lwi : Largeur de la ligne du pic i (a, b, c ou d) correspondant au temps de relaxation T2i, MIA : Matériel Insoluble à l'Alcool, n : indice d'écoulement, ON : 16h (OverNight), P2i : Populations i (a, b, c ou d) associée au temps de relaxation T2i, SS : Amidon soluble, SHI : Indice de rhéodurcissement, SV.AX : Viscosité Spécifique des WE-AX, SV.AX_G : Viscosité Spécifique des WE-AX_G; T2i : Temps de relaxation de la population i (a, b, c ou d) ; WE-AX : AX solubles des farines, WEAX_G : AX solubles des grains

1. ORIGINE ET CONSERVATION DES ECHANTILLONS

1.1. ECHANTILLONNAGE SUR DEUX ANNEES DE RECOLTE

Un ensemble de 290 lots de blés ont été fournis par ARVALIS, AXIANE, LIMAGRAIN et WALAGRI, sur deux campagnes. Une première campagne contenait 150 lots de blé sur deux années de récolte (2020-2021) et une deuxième contenait 140 lots comprenant sur une année de récolte (2022). Ces lots ont été sélectionnés de manière à maximiser la variabilité en croisant 99 différentes variétés et 39 différents lieux de culture (Figure 14).

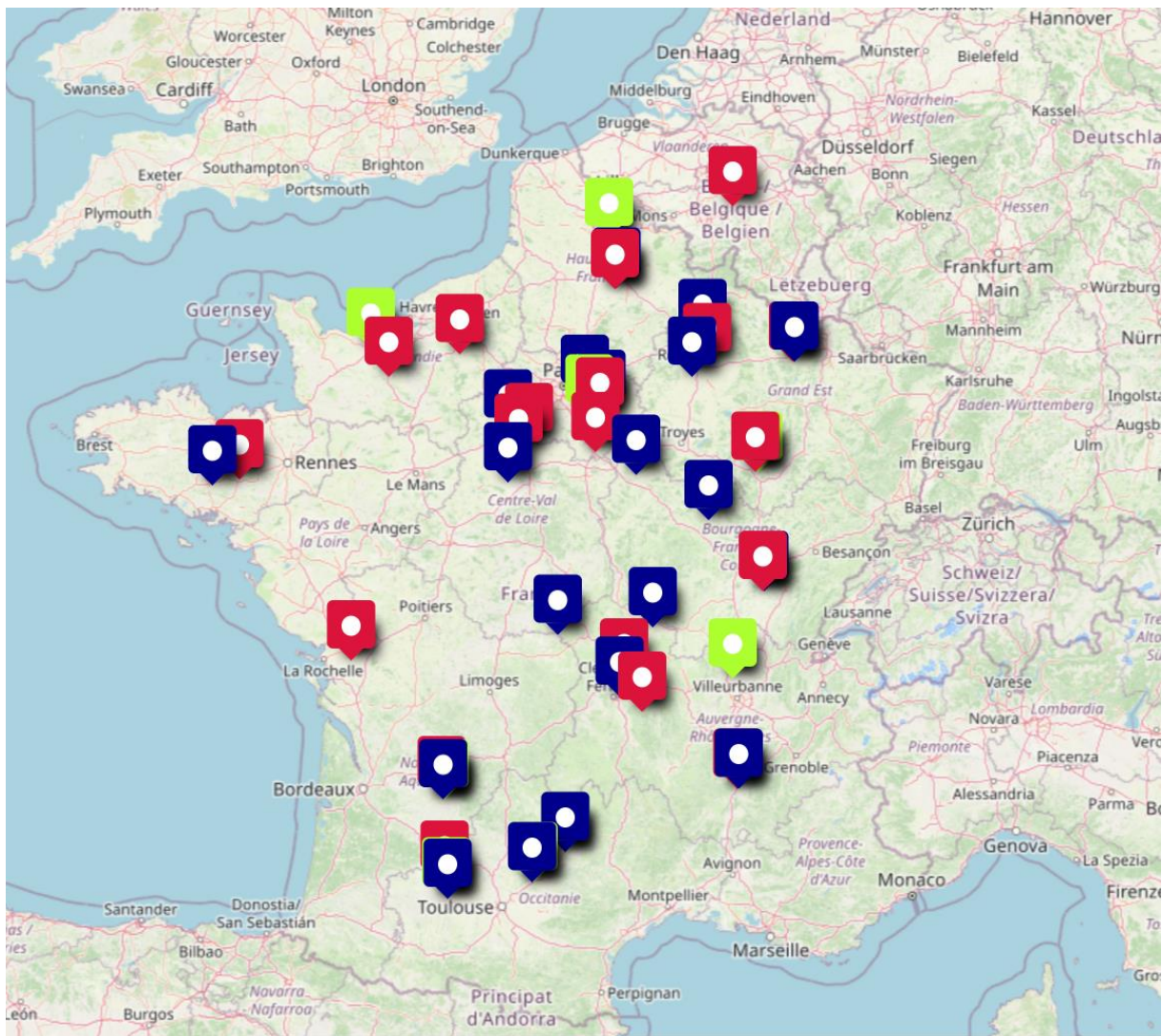


Figure 14 : Lieux de récolte des 290 échantillons de blé Evagrain. Vert : année de récolte 2020, Bleu : année de récolte 2021, Rouge : année de récolte 2022 (Source : Arvalis)

1.2. CONSERVATION DES ECHANTILLONS DE BLE

Les grains de blés réceptionnés sont conservés dans des sachets hermétiques et individuels à 4°C.

Les farines de blés, sur une quantité de 100 à 200 g par échantillon, sont réceptionnées dans des sachets hermétiques et sont conservées à température ambiante jusqu'à 20 jours après mouture, avant d'être conservées à -20°C. Elles sont décongelées à température ambiante dans leur emballage hermétique la veille de chaque analyse ou au moins 4h avant chaque utilisation (le même protocole de décongélation étant appliqué pour une même analyse). Après une première analyse sur les farines, celles-ci sont transférées dans des pots avec bouchon à vis, et après chaque analyse conservée à nouveau à -20°C. Le transfert dans les pots facilite l'utilisation des farines pour les analyses suivantes.

1.3. PREPARATION DU MATERIEL INSOLUBLE A L'ALCOOL

Pour les analyses des polysaccharides (section 3.3.1), la formation d'un matériel insoluble à l'alcool (MIA) a été réalisé afin de stabiliser la matière première à température ambiante et éliminer les petits sucres.

Les échantillons de farine sont transformés en MIA à l'aide d'une méthode automatisée utilisant une unité d'extraction accélérée par solvants ASE® 350 (THERMO, CA, USA). Les échantillons (2 g) sont extraits avec de l'éthanol à 80 % à un débit de 2 mL/min dans des cellules de 22 mL de l'ASE® 350. Les conditions d'extraction ont été fixées à 100°C pendant 20 minutes, suivi d'un volume de rinçage de 150 % et d'un temps de purge à l'azote N₂ de 30 secondes. Les MIA récupérés sont ensuite séchés à 40 °C pendant trois heures, puis pendant une nuit sous vide en présence de P₂O₅, avant d'être pesés pour estimer le rendement d'extraction et enfin broyés avec un broyeur à couteaux (IKA, Tube Mill 100 control, 30 secondes).

2. CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES DES GRAINS (ARVALIS)

Les caractérisations chimiques du grain regroupent la teneur en protéines totales et la teneur en eau déterminée par spectroscopie proche infrarouge (infratec™) selon la norme NF EN 15948.

Les caractérisations physiques mesurés regroupent la masse volumique (ou masse à l'hectolitre) selon la norme NF EN ISO 7971-3, la masse de 1000 grains selon la norme NF EN ISO 520, et également la dureté mesurée par spectroscopie proche infrarouge (calibré selon l'index de taille des particules) selon la norme AACC 39-70.02.

3. CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES FARINES

3.1. CARACTERISATIONS D'USAGE REALISEES PAR LES PARTENAIRES DU PROJET EVAGRAIN

Le dosage de l'eau des farines est réalisé par spectrométrie proche infrarouge avec calibration selon la norme NF EN ISO 712 par Arvalis.

Le taux d'amidon endommagé (SD) est mesuré par une méthode ampérométrique selon la norme NF V03-731, à l'aide de l'instrument SD-Matic (Chopin, France) et exprimé en Unités Chopin Corrigé par le taux de protéines et d'humidité. L'activité amylasique est suivie grâce au temps de chute d'Hagberg (HFN) mesuré avec un Falling Number 1500 selon la norme ISO 3093 :2009. Les valeurs HFN et SD des 290 échantillons ont été déterminés par Axiane Meunerie.

3.2. CARACTERISATIONS APPROFONDIES DES PROTEINES (PARTENAIRE IATE, INRAE, MONTPELLIER)

La distribution de la taille moléculaire des protéines de gluten a été étudiée par chromatographie d'exclusion stérique à haute performance (HPLC Alliance, Waters), selon la méthode décrite par Morel *et al.* (2000), en effectuant deux extractions séquentielles. Pour cela, 160 mg de farine ont été placés dans un tube de centrifugation Nalgene de 50 mL, avec 20 mL de solution tampon d'extraction (solution tampon phosphate de sodium 0,1 M, pH 6,9, avec 1 % de dodécylsulfate de sodium). Le tube a été agité pendant 80 minutes à 60°C (Heidolph Reax 2, réglage 5) avant centrifugation à 25°C, 18 000 tr/min (Beckman, JA 20, rotor fixe à angle). Le surnageant a été recueilli, et 2 mL ont été conservés dans un vial pour HPLC à -18°C. Le résidu de farine restant a été dispersé dans 5 mL de solution tampon d'extraction, puis soniqué à température ambiante pendant 180 secondes à 30 % de la puissance nominale (50 W, 20 Hz) (VibraCell 72434; Bioblock, Illkirch, France). Le tube a ensuite été centrifugé comme précédemment, et 2 mL de ce second extrait ont été également conservés à -18°C. Les deux surnageants ont été injectés (20 µL) dans une colonne d'exclusion stérique TSKgel® G4000-SWXL (7,5 mm × 30 cm, Tosoh), couplée à une colonne de garde TSKgel G2000SWxl-G4000SWxl (6 mm, 4 cm). L'élution a été réalisée à un débit de 0,7 mL/min avec une solution tampon phosphate de sodium 0,1 M (pH 6,9) contenant 0,1 % de SDS. La colonne a été calibrée avec sept standards protéiques (PSS-PROKIT, Agilent). Le signal UV à 214 nm a été enregistré et exprimé en g/L, en tenant compte d'un coefficient d'extinction spécifique de 18,51 L/g/cm pour la protéine de blé. Le chromatogramme du premier extrait a été intégré en considérant cinq fractions correspondant à des temps d'élution croissants (F1 à F5). Les fractions F1 et F2, attribuées aux polymères de gluténine solubles dans le SDS (GluS), sont éluées entre le volume mort et le volume d'élution correspondant à des protéines de masse 630 000 g/mol (F1), puis entre le le volume d'élution de protéines de masse 630 000 g/mol à 116 000 g/mol (F2). Les espèces protéiques comprises entre 116 000 et 65 000 g/mol (F3) et entre 65 000 et 21 000 g/mol (F4) ont été attribuées respectivement aux gliadines ω , γ , β et α , dont la totalité est nommée Gli. La dernière fraction d'élution (F5, $M_w < 21\ 000$ g/mol) regroupe les protéines solubles dans l'eau. La fraction des polymères de gluténine insolubles dans le SDS (Fi) a été obtenue à partir de l'aire totale du chromatogramme du second extrait qui ne contient que des fractions F1 et F2. Le pourcentage de protéines polymériques non extractibles (UPP) correspond au rapport $GluS/F_i$. En raison du grand nombre d'échantillons et du temps requis pour les analyses, une seule analyse a été réalisée par échantillon. Pour garantir la répétabilité et la fiabilité des mesures, une farine de référence a été analysée à plusieurs reprises, confirmant que le coefficient de variation (CV) des mesures était inférieur à 5 %.

Les données finalement fournies par IATE sont les suivantes : la teneur en protéines totales (Prot), la teneur en gluténines totales (GluT), la teneur en gluténines solubles (GluS), la teneur en gluténines insolubles (Fi), le pourcentage de protéines polymériques non extractibles (UPP) et les rapports gliadines sur gluténines totales (Gli.GluT) et gliadines sur gluténines solubles (Gli.GluS).

3.3. CARACTERISATIONS APPROFONDIES REALISEES DANS LE CADRE DE LA THESE

3.3.1. ANALYSE DES POLYSACCHARIDES

Extraction des solubles

Chaque MIA a été pesé (1 g) dans des tubes falcon de 15 ml. De l'eau ultra-pure (MiliQ, 4 mL) a été ajoutée et le contenu du tube a été mélangé à l'aide d'un vortex. Les tubes ont ensuite été agités pendant une nuit (16h) à l'aide d'un agitateur vortex (Multi reax, Heidolph ; à 1700 rpm) placé dans une étuve à 40°C. Les tubes sont récupérés et centrifugés (2200 g, 30 minutes, 25°C). Deux mL de surnageant (fractions solubles) sont été immédiatement transférés () dans des Eppendorf de 2 mL. Le contenu restant des tubes a été jeté.

Dosages des oses neutres

Les oses constitutifs des polysaccharides ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse (GLC) selon la méthode d'Englyst & Cummings (1988) après hydrolyse acide des MIA et de la fraction soluble du MIA.

Pour la teneur en oses constitutifs des arabinoxyanes totaux, 5 mg de MIA ont été pesés et hydrolysés avec du H₂SO₄ 1M à 100°C pendant 2 heures. Pour la teneur en oses constitutifs des arabinoxyanes solubles, 0,2 mL d'extraits aqueux de MIA ont été hydrolysés dans les mêmes conditions. L'inositol a été utilisé comme étalon interne.

Les monosaccharides libérés ont ensuite été convertis en leurs équivalents acétate d'alditol comme décrit précédemment (Hoebler *et al.*, 1989) puis analysés par GLC sur une colonne TG-225MS (Trace GC Ultra, THERMO ; 205 °C, H₂). Chaque échantillon a été analysé en triple et la teneur totale en arabinoxyanes (TOT-AX) ainsi que la teneur en arabinoxyanes solubles (WE-AX) ont été calculées comme la somme des résidus arabinose et xylose. La teneur en résidu arabinose a été corrigée pour tenir compte de la présence d'arabinogalactane-protéine (AGP) sur la base d'un rapport arabinose/galactose de 0,7, et en supposant que tous les résidus arabinose de l'AGP sont présents dans l'extrait aqueux. La quantité d'AGP a donc également pu être calculée en additionnant les résidus arabinose non attribués aux AX et la quantité totale de résidus galactose dans l'extrait aqueux. La teneur en arabinoxyanes insolubles (WU-AX) a été calculée en soustrayant WE-AX de TOT-AX. La teneur en résidus glucose dans l'extrait soluble, ici nommée amidon soluble (SS), a également été mesurée pendant cette analyse.

Le rapport arabinose/xylose (A/X) a été calculé pour les arabinoxyanes totaux, les solubles et les insolubles (respectivement A.X.TOT, A.X.WU et A.X.WE). Le rapport A/X indique le degré de substitution du squelette de résidus xylose liés en $\beta(1\rightarrow4)$ par des résidus d'arabinose. Il peut être considéré comme une première caractéristique structurale des arabinoxyanes. Des analyses structurales plus fines ont été réalisées par profilage enzymatique.

Caractérisation structurale des arabinoxyanes par profilage enzymatique

Cette méthode basée sur l'utilisation d'une endo-1,4- β -xylanase commerciale (GH11) permet d'obtenir, par l'analyse des oligosaccharides (Arabino-Xylo-Oligo-Saccharides = AXOS) résultant de la digestion enzymatique des AX, une « empreinte » spécifique de la structure des arabinoxyanes appelée « empreinte enzymatique » ou « empreinte structurale ».

L'analyse des AXOS issus de la digestion enzymatique des AX par une xylanase commerciale est classiquement réalisée par chromatographie échangeuse d'anions avec détection par ampérométrie pulsée (HPAEC-PAD). Toutefois, cette méthode présentant des limitations en termes d'efficacité de séparation, d'identification et de quantification des oligosaccharides, l'utilisation de la chromatographie d'interactions d'hydrophiles (HILIC) couplée à un détecteur fluorimétrique et un spectromètre de masse, a été préférée. Ce choix implique une étape de préparation chimique supplémentaire des échantillons après hydrolyse enzymatique pour coupler les AXOS à

un fluorochrome (2AB (2-aminobenzamide)). L'intérêt pour cette méthode chromatographique est lié à une sensibilité plus élevée, à l'absence de soude dans les éluants, nécessaire à la détection et à la séparation en HPAEC qui conduit à la perte des groupements chimiques, à des temps de rétention plus stables au cours du temps d'analyse, ainsi qu'à la possibilité, par l'information sur la masse (m/z) des AXOS, de les identifier *a minima* par leur degré de polymérisation (DP).

En pratique, par échantillon, 50 mg de MIA (en triplicat) sont d'abord déposés dans des vials de 8 mL et mélangés au vortex avec de l'eau ultra-pure (MiliQ, 750 µL) avant d'être agités pendant 3h à 40°C l'aide d'un automate de préparation chimique SwingXL (Chemspeed® technologies AG). Une xylanase (NP, E-XYLNP, Megazyme) a ensuite été ajoutée à raison de 20 U pour obtenir un volume total de 1 mL. Les vials sont ensuite agités pendant 16h à 40°C sur l'automate de préparation chimique SwingXL. 0,8 mL de chaque échantillon est prélevé puis déposé sur une plaque GF 96 puits (3960, Corning®) avant d'être filtré par centrifugation (344 g, 3 minutes). Les plaques GF sont ensuite disposées, couvertes dans une étuve sous vide à 90°C, pour stopper la réaction enzymatique.

Une gamme est préparée avec 9 points de dilution à partir de A^{2,3}XX (O-A23XX-30MG, Megazyme) (0,737 mmol/L ; 0,369 mmol/L ; 0,147 mmol/L ; 0,074 mmol/L ; 0,037 mmol/L ; 0,015 mmol/L ; 0,007 mmol/L ; 0,004 mmol/L ; 0,001 mmol/L) et un étalon interne à 0,03 mmol/L.

Les échantillons correspondant aux farines et à la gamme sont ensuite couplés au 2AB avec une solution préparée depuis un mélange de 100 mg/mL de 2AB et 126 mg/mL de BCN (Cyanoborohydrure de sodium) dans un mélange DMSO/Acide acétique (70:30, v/v). Pour le couplage, 50 µL de la solution 2AB/BCN sont déposés dans des tubes eppendorf de 2 mL avec 50 µL d'échantillon. L'ensemble est ensuite vortexé puis mis 4h sous agitation avec un agitateur vortex (Multi reax, Heidolph) à 1500 rpm dans une étuve à 60°C.

La gamme est ensuite diluée par 6,25 et les échantillons par 12,5 dans un mélange acétonitrile/eau (78 :22, v/v) puis l'ensemble est filtré (0,22µm, PVDF).

La séparation chromatographique a été réalisée par UPLC Acquity H Class (Waters) avec injection sur une colonne Glycan BEH Amide 130A (ref 186004742, Waters) maintenue à 30°C. La phase mobile est constituée d'une combinaison d'un solvant A composé à 100% d'eau et 16 mM de formate d'ammonium et d'un solvant B composé à 100% d'acétonitrile et 0,1 % d'acide formique avec un débit de 0,56 mL/min et une température maintenue à 30°C. La séquence chromatographique pour un échantillon est de 65 minutes en mode isocratique avec un départ à 85% de solvant A et 15% de solvant B.

La détection est assurée par un détecteur de fluorescence dont les longueurs d'ondes d'excitation et d'émission sont réglées respectivement à 330 et 420 nm pour la détection du 2-AB greffé sur les oligosaccharides. Les oligosaccharides sont identifiés à partir de spectres MS acquis en mode ionisation positive et négative, à l'aide d'une base de données contenant les informations m/z.

Ce travail a été réalisé uniquement sur les échantillons de la première campagne de récolte.

Caractérisation Physico-chimique des arabinoxylanes solubles

Les extraits aqueux du MIA (1,8 mL) ont été traités avec 3 U d' α -amylase thermostable (*Bacillus* sp., code produit E-BSTAA, Megazyme) pendant une nuit à 30°C. Ils ont ensuite été filtrés sur une membrane de 0,45 µm et injectés sur un système de chromatographie d'exclusion stérique haute performance (OMNISEC RESOLVE-REVEAL - Malvern Panalytical) munie d'une pré-colonne Viscotek AGuard (50 x 6 mm) et d'une colonne Viscotek A4000 (300 x 8 mm - Malvern Panalytical) maintenue à 35°C et éluée avec du nitrate de sodium 50 mM à un débit de 0,7 mL/min. Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un réfractomètre différentiel (OMNISEC REVEAL), d'un détecteur de diffusion de lumière laser multi-angles ($\lambda = 660$ nm, 44°, 60°, 76°, 90°, 108°, 124°, 140°, VISCOTEK SEC-MALLS 9) et d'un viscosimètre à pression différentielle (OMNISEC REVEAL). Les réponses des détecteurs ont été calibrées avec un standard de pullulane ayant une distribution de masse moléculaire faible (masse molaire moyenne en poids = 40 611 Da, masse molaire moyenne en nombre = 38 931 Da, IV = 23,6 mL/g à 30°C dans du nitrate de sodium 0,1 M, incrément d'indice de réfraction $dn/dc = 0,147$ mL/g). Les données ont été analysées à l'aide du logiciel OmniSec version 11.32 (Malvern Panalytical) et une valeur dn/dc de 0,146 mL/g a été utilisée pour les AX solubles (Dervilly *et al.*, 2000).

Le pic élué entre 5,4 et 8,1 mL a été intégré pour calculer la concentration d'arabinoxylanes solubles ($WEAX_{HPSEC}$) à partir du signal de l'indice de réfraction (Figure 15). $WEAX_{HPSEC}$ est fortement corrélé avec la concentration de WE-AX déterminée par dosage des oses neutres ($R^2=0,83$). L'indice de polydispersité I est défini par le rapport M_w/M_n . Avec M_w la masse molaire moyenne en poids et M_n la masse molaire moyenne en nombre obtenus grâce aux angles de diffusion de la lumière. La pression différentielle mesurée à travers le pont capillaire du viscosimètre SV.AX a été intégrée dans la plage d'élution de 5,4-8,1. Cette pression est liée à la viscosité spécifique η_{sp} de l'extrait aqueux du MIA, à la viscosité intrinsèque de WE-AX (IV.AX) et à $WEAX_{HPSEC}$ selon les équations suivantes (Haney, 1985):

$$\eta_{sp} = \frac{4SV.AX}{IP-2SV.AX} = IV.AX * WEAX_{HPSEC} \quad (2.1)$$

Où IP est la pression d'entrée du viscosimètre. Comme IP est presque constante, et bien plus élevée que SV.AX, $\eta_{sp} \propto SV.AX$. Par la suite, SV.AX est donc considérée comme la viscosité spécifique associée aux arabinoxylanes. Ces données sont le résultat d'une seule répétition pour l'ensemble des échantillons en raison du grand nombre d'échantillons et du temps nécessaire à l'analyse. Pour garantir la répétabilité et la fiabilité, une farine de référence a été analysée à plusieurs reprises, ce qui a permis de confirmer que les valeurs de SV.AX et IV.AX avaient un coefficient de variation (CV) inférieur à 5 %.

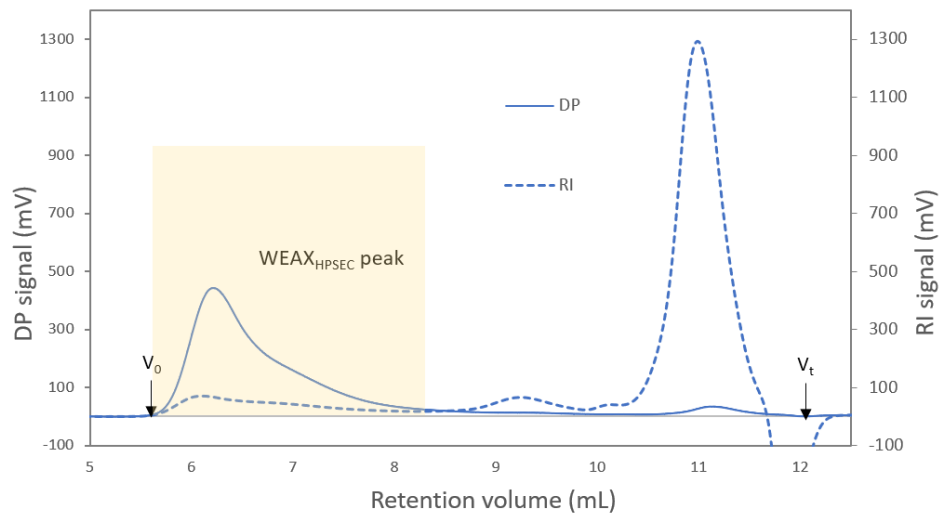


Figure 15 : Exemple d'un chromatogramme obtenu par HPSEC et plage d'intégration des pics élués correspondant aux $WEAX_{HPSEC}$ indiqué par un carré jaune.

Le pic élué entre 8,5 mL et 9,9 mL correspond aux AGP, et son intégration a également permis d'obtenir sa concentration, sa masse molaire moyenne en poids, masse molaire moyenne en nombre, sa viscosité intrinsèque et sa viscosité spécifique.

3.3.2. ANALYSE DES LIPIDES

Les teneurs en lipides totaux et les lipides non-liés à l'amidon sont dosés, tandis que celle des lipides liés à l'amidon sont déduits. Pour cela les lipides totaux et les lipides non-liés à l'amidon sont extraits et après hydrolyse acide, les acides gras sont analysés par chromatographie en phase gazeuse (GLC).

Extraction des lipides non-liés à l'amidon

Les lipides non-liés à l'amidon, sont isolés par une méthode d'extraction semi-automatique mise en place dans le cadre de cette thèse à l'aide de l'unité d'extraction accélérée par solvants ASE® 350 (THERMO, CA, USA). Les échantillons de farine (500 mg) sont traités avec un solvant hexane/propanol (3:2, v/v) à un débit de 2 mL/min dans des cellules de 22 mL de l'ASE 350. Les conditions d'extraction de l'ASE sont réglées à température ambiante, avec un temps d'écoulement de 3 minutes. Le volume de rinçage à la fin de l'extraction est de 100 % du volume de la cellule et le temps de purge de 30 secondes.

Les lipides non-liés à l'amidon sont récupérés dans la fraction hexane/propanol de 50 mL après extraction. Les lipides liés à l'amidon sont présents dans la phase solide restante, dans les cellules, mais pour des questions de temps et de facilité, cette phase est jetée et seuls les lipides non-liés à l'amidon sont dosés.

Cinq mL de la fraction hexane/propanol sont transférés dans un tube à bouchon à vis de 8 mL puis séchés sous pression réduite à 45°C, à l'aide d'un Genevac (SP Scientific, Warminster, PA, USA). Trois fractions de chaque extrait sont récupérées pour permettre des analyses en triplicat.

Dosage des acides gras constitutifs des lipides

La teneur en acides gras totaux et acides gras non-liés à l'amidon de chaque farine est déterminée par GLC après transméthylation des lipides, comme décrit par Welch (1977). Une quantité de 10-12 mg de farine par échantillon est pesée dans des tubes de 8 mL munis d'un bouchon à vis. Du 2,2-diméthoxypropane (100 µL) est ajouté et incubé avec l'échantillon pendant 30 minutes pour chasser l'eau résiduelle des farines. Un étalon interne (acide margarique, 1 mg/mL) est ensuite ajouté puis mélangé à de l'acide sulfurique à 2 % dans du méthanol (4 mL). Les tubes sont ensuite scellés puis chauffés pendant deux heures à l'aide d'un automate Swing XL (Chemspeed® technologies AG) permettant d'effectuer 3 agitations toutes les 20 minutes pendant la première heure. Une procédure similaire est appliquée aux extraits séchés d'hexane/propanol en commençant directement à l'étape d'ajout de l'étalon interne.

De l'eau ultra-pure (2 mL, milli-Q) et du cyclohexane (1,5 mL) sont ensuite ajoutés et chaque tube est mélangé pendant 10 secondes à l'aide d'un vortex. Après refroidissement pendant une nuit à 4°C, deux phases se séparent et 1 mL de la couche supérieure (cyclohexane) est prélevé, transféré dans des flacons. Un µL du mélange est injecté sur une colonne capillaire (longueur : 30 m ; diamètre : 0,32 mm ; épaisseur phase : 0,25µm ; DB225 J&W Scientific) maintenue à 250°C (Clarus 690 GC, PerkinElmer, gaz vecteur H₂), qui permet la séparation et la quantification des pics d'ester méthylique d'acide gras.

La teneur en acides gras liés à l'amidon est calculée en déduisant de la quantité totale celle des acides gras non-liés à l'amidon.

Le dosage des acides gras non-liés à l'amidon n'a été réalisé que pour la première campagne de récolte.

4. CARACTERISATION DES PATES ET DU PAIN PAR ECHANTILLON DE FARINE

4.1. CARACTERISATIONS D'USAGE REALISEES PAR LES PARTENAIRES DU PROJET ANR

Le test de panification pour un pain de tradition français est réalisé pour tous les échantillons selon la norme NF V03-716. Ce test a été réalisé par le boulanger expert d'ARVALIS. Il établit pour chaque lot 34 notes permettant de qualifier le comportement des farines aux différents étapes du procédé de fabrication.

L'évaluation de la qualité du réseau de gluten a été réalisé par Axiane Meunerie et comprennent les valeurs de gluten index, gluten sec et gluten humide obtenues grâce au Glutomatic® (PerkinElmer, USA) selon la norme NF EN ISO 21415-2.

Les mesures à l'alvéographe comprenant la force boulangère W, la tenacité P, l'extensibilité L, le rapport P/L et l'indice d'élasticité le ont été réalisés par ARVALIS sur l'ensemble des échantillons selon le protocole NF EN ISO 27971 (Chopin Technologies, France).

Les mesures au farinographe comprenant l'absorption d'eau, la stabilité, l'affaiblissement à 12 minutes ont été réalisés par Limagrain Ingredients avec un Mixolab® (Chopin Technologies, France) selon le protocole ISO 5530-1:1997.

4.2. CARACTERISATIONS REALISEES DANS LE CADRE DU PROJET DE THESE

Pour ces tests, les pâtes ont été préparées à partir de 55g de farine, de l'eau à hydratation optimale (de 50,2 à 62,1 % du poids de la farine) établie à partir des données d'absorption d'eau déterminées au Mixolab, et 2% de sel. Le pétrissage a été réalisé à l'aide du pétrin d'un farinographe Brabender à une vitesse de rotation de 80 rpm pendant 9 minutes, un temps de pétrissage considéré optimal.

4.2.1. CARACTERISATION RHEOLOGIQUE PAR COMPRESSION EN FAIBLES DEFORMATIONS : DMTA

Les propriétés thermomécaniques des pâtes ont été mesurées en faible déformations par DMTA (Dynamic Thermo-Mechanical Analyser, DMA, MK IV, Rheometric Scientific, USA) en mode compression avec une fréquence de 1 Hz et une déformation d'amplitude 0,1%. Les pâtes réalisées au farinographe sont directement utilisées pour préparer des petits échantillons de 0,9 g laissés ensuite au repos à l'abri de l'air et à température ambiante pendant 30 minutes. Chacun de ces morceaux de pâte a ensuite été placé sur l'appareil entre deux plaques de 17 mm de diamètre resserrées ensuite pour obtenir une hauteur (GAP) $H_0 = 3,2$ mm (Figure 16). De la graisse de silicone (SuperLube, Bohemia, NY, USA) est déposée sur les bords de la pâte pour éviter qu'elle ne sèche. Une force statique constante de 1.10^{-2} N, considérée comme négligeable eu égard aux modules mesurés, est appliquée sur l'échantillon pendant toute la durée de l'analyse. Après quelques minutes, la pâte est relaxée et les mesures peuvent commencer. Le four est refermé sur le mécanisme et un gradient de température de 3°C/min est appliqué pour passer de 22°C à 120°C et l'évolution du module de stockage E' est mesurée. L'ensemble est géré et suivi par le logiciel RSI Orchestrator (Rheometric Scientific, USA) qui permet également d'enregistrer les mesures pendant l'expérience.

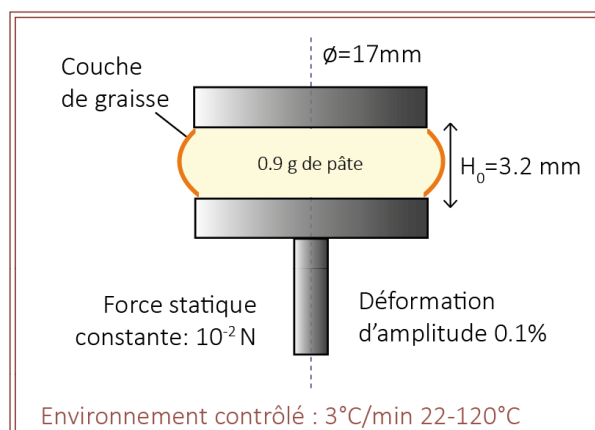


Figure 16 : Schéma représentant le test de compression en faible déformation (DMTA : Dynamic Thermo-Mechanical Analyser) réalisé sur les pâtes

Après étalonnage grâce à un thermocouple placé dans la pâte, la température à l'intérieur de la pâte a été corrigée avec la température du four (T) recueillie au cours du chauffage selon l'équation :

$$T = 3.4 * 10^{-3} * T_{oven}^2 + 0.29 * T + 13.2 \quad (2.2)$$

Les mesures en DMTA ont été réalisées sur 3 morceaux de pâte par échantillon et pour un ensemble de 68 échantillons (37 sur la première campagne de récolte et 31 sur la deuxième) sélectionnés par rapport aux protéines et aux arabinoxylanes. La manière dont est réalisée cette sélection est décrite dans la section 5.1.

4.2.2. CARACTERISATION RHEOLOGIQUE PAR COMPRESSION EN GRANDES DEFORMATIONS : LSF

Les propriétés extensionnelles des pâtes ont été mesurées en grandes déformations par compression uniaxiale en conditions lubrifiées, soit LSF (*Lubricated squeezing Flow*) comme schématisé en Figure 17. A partir de la pâte tout juste réalisée au farinographe, douze pâtons de 5 g (+/- 0,1 g) ont été moulés dans des cylindres (diamètre = 20 mm) en Téflon lubrifiés avec de l'huile de paraffine et laissés reposer à température ambiante pendant 30 minutes (photo gauche de la Figure 18). Les pâtons sont ensuite démoulés délicatement sur un plateau en Téflon lubrifié (photo droite de la Figure 18), leur hauteur initiale est d'environ 13 mm (H_0). Un piston, dont la hauteur initiale est de 15 mm est ensuite abaissé à une certaine vitesse $v = 5, 10$ ou 100 mm/min sur le pâton. Cette analyse étant destructive, chaque vitesse sera répétée quatre fois sur quatre pâtons différents (Turbin-Orger *et al.*, 2016).

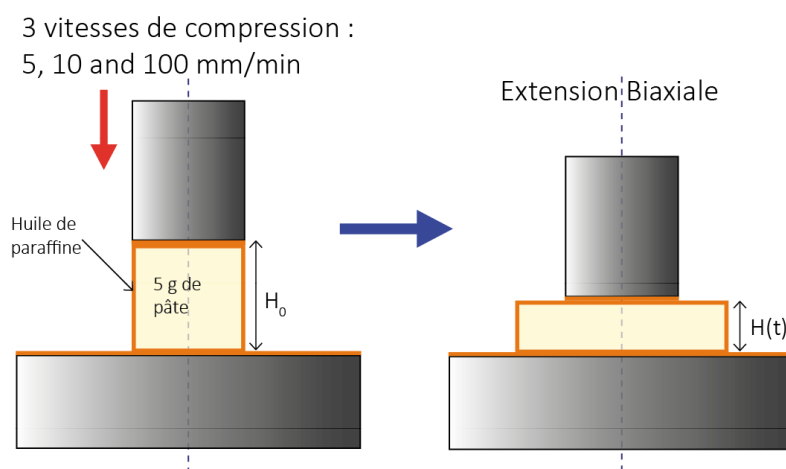


Figure 17 : Schéma représentant le test de compression en grande déformation (LSF : *Lubricated Squeezing Flow*) réalisé sur les pâtes



Figure 18 : Photos des moules cylindriques en Téflon (à gauche) et d'un pâton déformé entre le plateau et le piston en Téflon (à droite)

Les données ont été traitées comme décrit dans (Launay & Michon, 2008 ; Van Vliet, 2008). Ainsi, la force F appliquée aux échantillons, et enregistrée en fonction du déplacement ($H_0 - H(t)$), $H(t)$ étant l'épaisseur du pâton à l'instant t , est convertie en contrainte σ :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (2.3)$$

Où S est la surface de la plaque supérieure mobile ($\varnothing=20$ mm).

La déformation biaxiale ε_b est déterminée par :

$$\varepsilon_b = \frac{1}{2} \ln \left(\frac{H(t)}{H_0} \right) \quad (2.4)$$

Par conséquent, les taux de déformation biaxiale $\dot{\varepsilon}_b$ peuvent être calculés pour des déformations ε_b données [0,1, 0,25, 0,5, 0,75, 1,0, 1,25] :

$$\dot{\varepsilon}_b = \frac{v}{2H(t)} \quad (2.5)$$

La pente de la courbe représentant $\ln(\sigma)$ en fonction de ε_b , pour une valeur $\dot{\varepsilon}_b$ donnée, définit l'indice de rhéodurcissement (ou Strain Hardening Index, SHI). Dans cette étude, il est calculé pour $\dot{\varepsilon}_b = 0,01 \text{ s}^{-1}$:

$$SHI = \left(\frac{d \ln \sigma}{d \varepsilon_b} \right)_{\dot{\varepsilon}_b = 0,01 \text{ s}^{-1}} \quad (2.6)$$

Enfin, pour une valeur de déformation constante, la viscosité bi-extensionnelle η_E est déterminée par la loi d'Ostwald-de Waele (ou loi de puissance) comme suit :

$$\eta_E = \frac{\sigma}{\dot{\varepsilon}_b} = K \cdot \dot{\varepsilon}_b^{n-1} \quad (2.7)$$

L'équation 2.7 permet de calculer l'indice de consistance K et l'indice d'écoulement n pour toute valeur de déformation biaxiale ε_b . Dans cette étude, ils seront calculés pour $\varepsilon_b=1$.

Les mesures ont été répétées sur 4 pâtons provenant d'une même préparation de pâte, pour chaque taux de compression. Elles sont réalisées sur les mêmes 68 échantillons que pour la DMTA. Les deux types de mesures sont d'ailleurs réalisées simultanément sur une même pâte pour chaque échantillon.

4.2.3. ETUDE DE LA MOBILITE DE L'EAU PAR RELAXOMETRIE RMN (TD-NMR)

Les analyses par TD-NMR ont été réalisées sur une sélection de 15 de la première campagne de récolte. Cette sélection est décrite en section 5.1.

Les mesures de relaxométrie RMN ont été réalisées à l'aide d'un Minispec (mq20, Bruker Biospin) en suivant la procédure et le traitement du signal décrits par Dufour *et al.* (2023). Environ 0,9 g de pâte est déposée dans un tube RMN de 10 mm de diamètre puis comprimée à une hauteur d'environ 10 mm. Les tubes sont scellés avec un bouchon pour empêcher la perte d'humidité, puis stockés pendant 24 heures à 4°C, avant analyse. La séquence Carr-Purcell-Meilboom-Gill (CPMG) a été utilisée pour déterminer la distribution des temps de relaxation T_2 et visualiser les protons mobiles attribués à l'eau. Alors que 2500 points de données ont été acquis en ne prenant que les échos appariés, 64 scans ont été effectués pour assurer un temps d'acquisition total de 10 minutes au lieu de 20 minutes, comme indiqué par Dufour *et al.* (2023). La méthode de préparation des pâtes est identique à celle utilisée pour les mesures rhéologiques afin de garantir des conditions expérimentales comparables.

La teneur en eau totale du système est calculée à partir de la teneur en eau de la farine et de l'eau ajoutée pour le mélange. La teneur en eau précise de chaque échantillon passé en RMN a été déterminée après l'acquisition par déshydratation de l'échantillon dans une étuve à 105 °C pendant 72 h.

Le signal de relaxation obtenu à partir de la séquence CPMG est converti en une distribution continue des composantes de relaxation T_2 à l'aide d'une transformation de Laplace inverse (ILT), comme décrit par Lahaye *et al.* (2018). Cette transformation est réalisée à l'aide d'un algorithme primal-dual de points intérieurs pour l'estimation pénalisée des cartes d'abondance (*primal-dual interior method for convex objectives*, PDCO) mise en œuvre dans MATLAB® (MathWorks, Inc., Natick, MA, États-Unis). L'analyse quantitative de la distribution continue est réalisée à l'aide d'une routine MATLAB® précédemment développée dans l'unité BIA.

Cette transformation produit une représentation graphique de la distribution du temps de relaxation T_2 sous la forme de pics distincts. Ces pics peuvent ensuite être analysés individuellement pour obtenir des informations détaillées sur les différentes populations de protons dans l'échantillon : surface relative du pic (P_2), largeur/dispersion du pic (LW) et temps de relaxation transversale (T_2). Chaque pic correspond à une population de protons spécifique présentant des caractéristiques de mobilité distinctes.

Les mesures T_2 sont répétées sur 5 pâtons provenant d'une même préparation de pâte.

5. CHOIX DES VARIABLES ET TRAVAIL DE SELECTION

5.1. CHOIX DES VARIABLES ET DES ECHANTILLONS

Dans le cadre du projet EVAGRAIN et de cette thèse en particulier, de nombreuses mesures ont été effectuées afin d'explorer les liens entre les variables. Plus de 50 variables étaient à disposition, mais il a été nécessaire de procéder à une sélection pour l'analyse statistique.

Dans un premier temps, certaines variables ont été écartées en raison de leur nature, de la fiabilité supposée de la mesure ou des critères statistiques. Voici une liste non exhaustive du type de sélections effectuées :

- Dans le groupe de variables relatives aux pentosanes, celles concernant les arabinogalactanes ont été retirées car elles présentaient une faible variabilité et ne ressortaient pas des analyses statistiques préliminaires.
- Pour les mesures d'HPSEC des AX, les valeurs de masses molaires en nombre M_n et de masse molaire en poids M_w n'ont pas été intégrées pour les analyses statistiques car jugées peu fiables en raison de la tendance à l'agrégation de AX au cours du temps.
- Pour les lipides, 16 acides gras ont été caractérisés pour chaque farine ; seuls les 6 principaux, aussi les plus étudiés selon Macmurray & Morrison, (1970) et Morrison *et al.*, (1975) ont été retenus pour les analyses statistiques, soit C16, C18, C18:1n-7, C18:1n-9, C18:2n-6 et C18:3n-3.
- Toutes les variables sensorielles qualitatives déterminées par les partenaires du projet (notamment issues du test de panification) n'ont pas été prises en compte.

Dans un second temps, les variables fortement corrélées ou redondantes avec d'autres ont été exclues :

- Pour les protéines, entre la quantité de protéines dans le grain (ProtG) et dans la farine (Prot), Prot a été retenue afin d'être cohérent avec d'autres mesures de composition effectuées sur farine. La quantité de gluténine totale est déduite de la quantité de gluténines insolubles (GluI) et des gluténines solubles (GluS). Comme la quantité d'insoluble était corrélée à celle des totaux, GluI et GluS ont été conservées, car mesurées directement.
- Pour les lipides, les teneurs en acides gras liés à l'amidon sont déduites des teneurs totales et des teneurs d'acides gras non-liés à l'amidon. Les teneurs des AG liés étaient corrélées avec leur teneur en acides gras totaux correspondants, et seuls les acides gras totaux ainsi que les non-liés ont été inclus dans les analyses, car mesurés directement.
- Pour les polysaccharides, les arabinoxyanes insoluble (WUAX) sont déduits des totaux (AXTOT) et des solubles (WE-AX). Les WU-AX sont très corrélés aux totaux, et seul AXTOT et WE-AX ont été gardés, car mesurés directement. De la même manière, les ratios arabinose sur xylose (A/X) des insolubles étant très corrélés à ceux des totaux, seul le ratio (A/X) des AX totaux a été gardé.

Lorsqu'un échantillon présentait une/des donnée(s) manquante(s) ou une/des mesure(s) manifestement aberrante(s), il était retiré de l'analyse.

5.2. TRAVAIL DE SÉLECTION D'ÉCHANTILLONS

Certaines analyses, telles que la rhéologie et la RMN, ne pouvaient pas être réalisées sur l'ensemble des échantillons, pour des raisons de temps et de mobilisation des machines, ce qui a demandé la mise en place d'un processus de sélection.

Les résultats des mesures de l'alvéographe et du farinographe ont guidé cette sélection, car il s'agit de méthodes largement reconnues pour la caractérisation des pâtes. En particulier, l'indice d'élasticité (Ie) et l'absorption d'eau (WA) qui ont montré de bonnes corrélations avec la teneur en protéines (Prot) ($r=0,78$ et $r=0,69$, respectivement) ont été pris en compte dans le processus de sélection.

Quatorze échantillons (8 pour la première campagne de récolte R1 et 6 pour la deuxième campagne de récolte R2) qui suivaient la relation linéaire entre la teneur en protéines (Prot) et Ie, et qui étaient répartis en fonction de leur teneur en protéines, ont été retenus, c'est la sélection notée « P ». De plus, 24 échantillons (14 pour R1 et 10 pour R2) s'écartant positivement ou négativement de la relation linéaire entre Prot et Ie, et distribués en fonction de leur teneur en protéines ont été sélectionnés pour mettre en évidence l'impact des composants autres que les protéines sur Ie ; ces échantillons constituent la sélection « PP ». La Figure 19 illustre ces deux types de sélections, avec les échantillons correspondants répartis tout le long de l'axe des Prot et de l'Ie. Enfin, trente échantillons (15 pour R1 et 15 pour R2) présentant des variations de WA, et ayant une teneur en protéines peu variable et proche de la moyenne, ont été sélectionnés pour étudier l'influence des composants autres que les protéines sur WA. Ces échantillons constituent la sélection « PS » et pour se focaliser sur l'impact des arabinoxylanes (AX), ils ont été sélectionnés avec des teneurs en arabinoxylanes solubles (WEAX) différents, comme le montre leur distribution le long de l'axe des WEAX sur la Figure 19.

Au total, 37 échantillons ont été sélectionnés pour R1, et 31 pour R2, soit un total de 68 échantillons représentatifs de la diversité des 290 blés de départ pour effectuer des analyses complémentaires. L'ensemble de la sélection a été utilisée pour les mesures de rhéologie et les résultats du travail effectué sur les 37 échantillons de R1 sont relatés dans un article soumis au journal *Food Hydrocolloid*, disponible au chapitre V, qui inclut dans un second temps les résultats sur R2. Les 15 échantillons de la sélection « PS » de R1 ont été utilisés pour réaliser les analyses de relaxométrie RMN.

PCA - Biplot

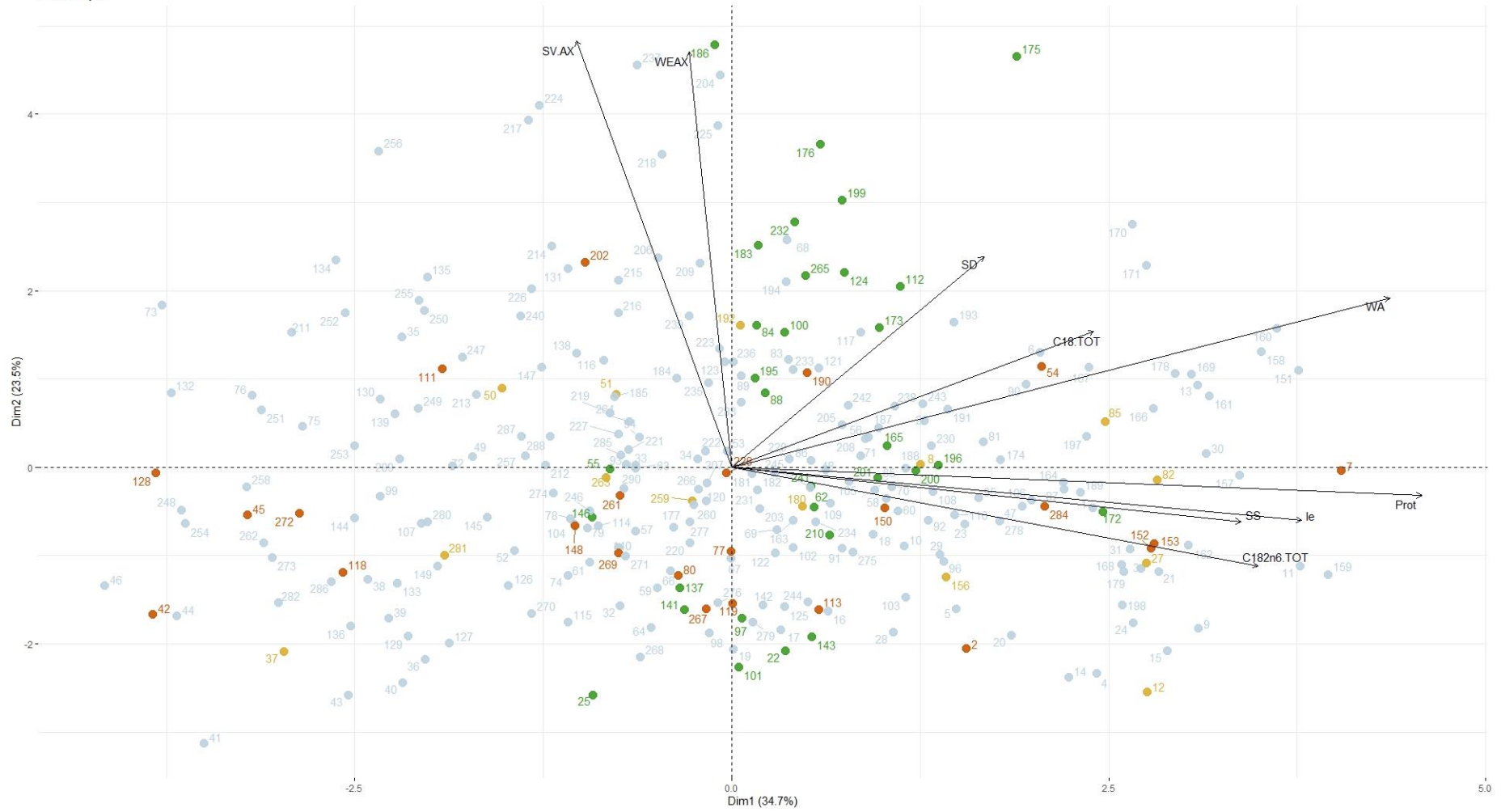




Figure 19 : Sélection des échantillons pour des analyses supplémentaires sur les 2 campagnes de récolte Evagrain. Non sélectionnés ● ; P-Sélection ● ; PP-Sélection ● ; PS-Sélection ●.

SV.AX : Viscosité Spécifique des Arabinoxylanes ; WEAX : Arabinoxylanes solubles dans l'eau ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode (SD-matic) ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; WA : Absorption d'eau mesurée au farinographe ; Prot : Protéines ; le : Indice d'élasticité mesuré par alveographe ; SS : Amidon soluble ; C182n6.TOT : Acide linoléique C18 :2n-6 total

6. METHODES D'ANALYSES STATISTIQUES

Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide du logiciel R v4.1.3.

Dans un premier temps, nous avons réalisé une classification hiérarchique des corrélations entre les variables, dont le résultat est une matrice des corrélations avec les colonnes ordonnées par la classification. Pour des raisons de lisibilité la matrice des corrélations est représentée sous la forme d'une heatmap, le gradient de couleur correspondant au niveau de corrélation. Ces visualisations permettent de mettre en évidence les variables du dataset qui présentent des corrélations avec les autres variables similaires. Le script pour les réaliser utilise la fonction `heatmap.2()`.

Dans un second temps, nous avons mis en œuvre une sélection de modèles basée sur des régressions linéaires multiples afin de mettre en évidence les relations entre les variables de composition (variables explicatives) et les variables métier/qualité (variables à expliquer) qui permettraient une bonne prédiction de ces dernières. La régression linéaire présente l'intérêt de fournir une interprétation relativement directe et simple des relations linéaires entre les variables du modèle.

Le modèle de régression linéaire multiple est de la forme : $Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_n X_n + \varepsilon$

Où Y représente la variable à expliquer, X_1, X_2, \dots, X_n la combinaison des n variables explicatives et leurs coefficients associés $\beta_1, \beta_2, \beta_n$, et ε l'erreur.

Le principe de la sélection de modèles que nous avons mis en œuvre consiste à sélectionner les modèles les plus prédictifs avec un nombre adéquat de variables explicatives et un niveau suffisamment faible de colinéarité entre ces variables. Pour cela nous avons examiné successivement trois critères :

1. Le BIC (Bayesian Information Criterion) score, qui sert d'indicateur de performance générale du modèle en tenant compte du nombre de variables ;
2. Le facteur VIF (Variance Inflation Factor) qui indique un niveau de multi-colinéarité entre les variables, selon le modèle ;
3. Le nombre total de variables dans le modèle.

Le BIC score permet de classer les modèles de régression possibles selon le principe du maximum de vraisemblance, tout en pénalisant les modèles comportant trop de variables, pour éviter le sur-apprentissage.

Pour chaque modèle (i) le score BIC est défini comme suit :

$$BIC_i = -2\log(L_i) + p_i \log(m) \quad (2.8)$$

où L_i et p_i sont respectivement la vraisemblance et le nombre de paramètres pour chaque modèle, et m le nombre d'observations. Ainsi pour deux modèles candidats, le meilleur aura la valeur de BIC plus petite. Nous avons utilisé le BIC pour sélectionner les meilleurs modèles compte tenu du nombre de variables explicatives qui le composent.

Sur cet ensemble de modèles, la multi-colinéarité a été vérifiée à l'aide du facteur VIF donné par la fonction `VIF()` du package `car` du logiciel R. Tous les modèles présentant un VIF plus élevé que 5 pour une des variables étaient exclus de l'analyse.

Les modèles sont ensuite triés sur d'autres critères, tels le R^2 qui mesure la proportion de variance expliquée, ou le nombre de variables explicatives.

La performance prédictive des modèles retenus a été évaluée à l'aide d'une validation croisée, ou K-fold répétée. Cette méthode consiste à répartir aléatoirement les échantillons en k groupes (fold) de taille égale (si possible). (k-1) groupes sont consacrés à l'entraînement du modèle de régression, tandis que le groupe restant (k-1) est

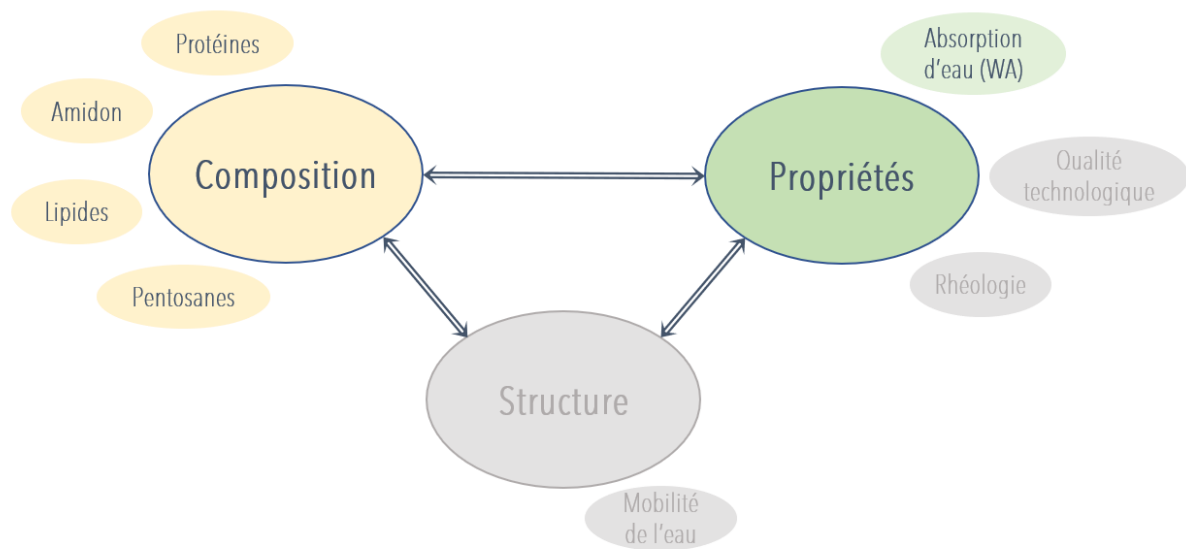
utilisé pour la validation. Cette procédure est répétée k fois, avec chaque itération utilisant un groupe différent pour la validation.

La fonction *trainControl()* utilisant la méthode *repeatedcv* de la bibliothèque *caret* de R a été employée pour effectuer une validation croisée avec 10 *fold* et 3 répétitions afin d'explorer des divisions alternatives en 10.

Cette analyse a été réalisée en utilisant un ensemble de packages du logiciel R (*tidyverse*, *FactoMineR*, *factoextra*, *leaps*, *car*).

CHAPITRE III :

IMPACT DE LA VARIABILITE NATURELLE DES COMPOSANTS MINORITAIRES SUR L'ABSORPTION D'EAU



Ce chapitre présente dans premier temps l'étude de l'impact de la variabilité des composants de la farine de blé, sur l'absorption d'eau, en se focalisant sur les composants minoritaires, à partir de la première campagne de récolte du projet ANR Evagrain. Cette étude, qui a fait l'objet d'une publication scientifique : « *The role of wheat flour minor components in predicting water absorption* » dans *Food Chemistry* (Rezette et al., 2025) a permis de démontrer l'impact significatif de la variabilité des arabinoxylanes solubles sur l'absorption d'eau. Dans un second temps, nous avons appliqué la même approche aux données issues de la deuxième campagne de récolte du projet ANR Evagrain afin de valider nos résultats. Enfin, les données de caractérisation des arabinoxylanes solubles réalisée directement à partir des grains, sont discutées et comparées à celles des farines.

1. EXPLORATION DE LA VARIABILITE NATURELLE DES COMPOSANTS MINORITAIRES ET SON IMPACT SUR L'ABSORPTION D'EAU

1.1. RESUME DE L'ARTICLE

L'absorption d'eau (WA : *water absorption*) dans la farine de blé est un paramètre crucial pour optimiser les processus de panification. L'eau interagit avec tous les composés de la farine et c'est un ingrédient que les professionnels peuvent facilement ajuster pour obtenir des produits de qualité constante. Dans cet article, nous avons étudié les déterminants de l'absorption d'eau en analysant 28 propriétés compositionnelles et technologiques à partir de 150 échantillons de blé cultivés en France sur 2 années de récolte (2020 et 2021), couvrant 67 variétés et 26 lieux de culture. Parmi ces propriétés, certaines proviennent de caractérisations classiques couramment utilisées, tandis que d'autres sont issues de caractérisations biochimiques spécifiques envisagées comme nouveaux critères d'intérêt. Ces caractérisations biochimiques comprennent la caractérisation compositionnelle des différentes classes de protéines réalisée par l'unité de recherche IAte (INRAE, Montpellier) et celle des composés minoritaires du blé dans le cadre de cette thèse au sein de l'unité de recherche BIA (INRAE, Nantes).

Une régression linéaire multiple a été utilisée pour prédire WA, en sélectionnant le meilleur modèle grâce à des critères comme le *Bayesian Information Criterion* (BIC) et le *Variance Inflation Factor* (VIF), et en suivant le principe du meilleur compromis entre nombre de variables et performance du modèle.

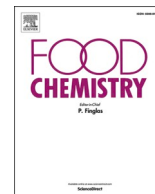
Dans un premier temps, cette approche nous a permis de mettre en avant une nouvelle variable pour l'évaluation de l'amidon endommagé. Bien que ce ne soit pas le but principal de la thèse, cette variable, nommée SS pour « soluble starch » correspond en fait à la quantité de glucose mesurée au cours de l'analyse des arabinoxylanes dans la fraction soluble. SS pourrait vraisemblablement être un bon marqueur de l'amidon endommagé, un composant toujours mesuré de manière indirecte.

Dans un second temps, l'article décrit le modèle prédictif optimal pour WA, incluant la teneur en protéines (Prot), la mesure d'amidon endommagé par absorption d'iode (SD), la viscosité spécifique des arabinoxylanes solubles dans l'eau (SV.AX) et la teneur en amidon soluble dans l'eau (SS). Ce modèle, offrant un bon compromis entre le nombre de variables et les performances prédictives, est exclusivement composé de variables très significatives (p -value < 0.001).

Cette étude démontre ainsi que WA est influencée par plusieurs composants de la farine, notamment les protéines et l'amidon endommagé, deux composants déjà connus pour leur forte corrélation avec l'absorption d'eau, mais aussi les arabinoxylanes solubles. De plus, en prenant compte de leur variabilité naturelle, ce travail met en lumière leur rôle en conditions natives. Bien que la capacité d'absorption d'eau des arabinoxylanes soit connue, son impact, au travers de la viscosité spécifique des arabinoxylanes solubles et à l'échelle d'une variabilité naturelle n'avait jamais été démontré. A noter que les variables étudiées correspondant aux lipides ne font pas parti des

variables retenues dans le modèle sélectionné, suggérant que les lipides de la farine ne sont pas impliqués dans WA.

1.2. ARTICLE



The role of wheat flour minor components in predicting water absorption

Laura Rezette^a, Kamal Kansou^a, Guy Della Valle^a, Sophie Le Gall^{a,b}, Luc Saulnier^{a,*}

^a INRAE, UR 1268, Biopolymers, Interactions & Assemblies (BIA), F-44316 Nantes, France

^b INRAE, PROBE Research Infrastructure, BIBS Facility, F-44316 Nantes, France

ARTICLE INFO

Keywords:

Wheat
Water absorption
Bread-making
Lipids
Arabinoxylans
Damaged starch
Multi-factorial analysis

ABSTRACT

Water absorption in wheat flour is a crucial parameter for optimizing bread-making processes. The determinants of wheat flour water absorption were investigated through the analysis of 28 compositional and technological properties of 150 wheats grown in France. A multiple linear regression approach was used to predict the water absorption, selecting the best model through successive examination of Bayesian Information Criterion, Variance Inflation Factor and minimizing the total number of variables.

A model with protein content, soluble starch, damaged starch and specific viscosity from water extractable arabinoxylans was identified as the best trade-off between the number of variables and the predictive performances among all possible models. Soluble Starch, varying between 1.11 and 6.21 g/100 g flour a new criterion measured alongside water-extractable arabinoxylans content, varying between 0.26 and 0.86 g/100 g flour, shows significant potential to predict water absorption compared to damaged starch.

1. Introduction

The distribution of water within the flour components is important due to its impact on gluten network development, which primarily governs dough properties. Even small changes in water content can affect significantly the dough behaviour, underscoring the importance of precise control over water addition during mixing. Water absorption (WA) is a key parameter for assessing wheat flour and is commonly determined using farinograph or similar devices to achieve a mixing consistency considered optimal.

WA can vary from 53.9 % to 65.5 % (Sapirstein et al., 2018) and both proteins and damaged starch significantly impact it. According to (Greer & Stewart, 1959), WA is positively correlated with protein and damaged starch contents, with these two variables collectively accounting for 90

% of its variation. Notably, damaged starch exerts a stronger influence on water absorption, a finding supported by other authors (Dodds, 1971; Tara et al., 1972; Tipples et al., 1978). Most studies also found a significant correlation between protein levels and damaged starch. However, Tara et al. (1972) and Dexter et al. (1994) reported that WA is only slightly affected by protein content. These studies are limited to total protein content, making no distinction between gliadins and glutenins which built the gluten network. Each of these fractions has different properties and impacts on the gluten-network (Barak et al., 2013; Dhaka & Khatkar, 2015; Park et al., 2006), which may affect flour water absorption.

WA is also influenced by other components as recently confirmed by Sapirstein et al. (2018) who found that water-extractable arabinoxylans (WE-AX) positively impact WA. This finding aligns with insights from

Abbreviations: A, Arabinose; AGP, Arabinogalactan Peptide; AIM, Alcohol Insoluble Material; AX, Arabinoxylans; A.X.TOT, Arabinose on Xylose ratio from Total Arabinoxylans; AX-TOT, Total Arabinoxylans content; A.X.WE, Arabinose on Xylose ratio from Water-Extractable Arabinoxylans; A.X.WU, Arabinose on Xylose ratio from Water-Unextractable Arabinoxylans; C16.TOT, Total palmitic acid C16 content; C18.TOT, Total stearic acid C18 content; C181n7.TOT, Total vaccenic acid C18:1n-7 content; C181n9.TOT, Total oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.TOT, Total linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.TOT, Total alpha-linolenic acid C183n-3 content; C16.NS, Non-Starch palmitic acid C16 content; C18.NS, Non-Starch stearic acid C18 content; C181n7.NS, Non-Starch vaccenic acid C18:1n-7 content; C181n9.NS, Non-Starch oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.NS, Non-Starch linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.NS, Non-Starch alpha-linolenic acid C183n-3 content; CV, Coefficient of Variation; D.Gluten, Dry Gluten; EI, Elasticity Index; FA-TOT, Total Fatty Acid; Gli, Gliadins; GluS, Soluble Glutenins; GluT, Total Glutenins; HFN, Hagberg Falling Number; IV.AX, Intrinsic Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans; Prot, Protein content in wheat flour; Prot_c, Protein content in wheat grain; SS, Soluble Starch content; SD, Damaged Starch measured with iodine absorption; SV.AX, Specific Viscosity from Water-Extractable Arabinoxylan; TWG, Thousand Weight Grain; UPP, Unextractable Polymeric Protein; W, Baking Strength; WA, Water Absorption; WE-AX, Water-Extractable Arabinoxylan content; W. Gluten, Wet Gluten; WU-AX, Water-Unextractable Arabinoxylans; X, Xylose.

* Corresponding author.

E-mail address: luc.saulnier@inrae.fr (L. Saulnier).

<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.141232>

Received 17 April 2024; Received in revised form 14 August 2024; Accepted 9 September 2024

Available online 11 September 2024

0308-8146/© 2024 The Author(s). Published by Elsevier Ltd. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

Andersson et al. (1994), who first emphasized that the content and the composition of arabinoxylans (AX) play a crucial role in WA. AX are known for their influence in bread-making (Courtin & Delcour, 2002; Marion & Saulnier, 2020; Zhang et al., 2019). More precisely, the water-unextractable fraction (WU-AX) has a high-water retention capacity (Jelaca & Hlynka, 1971; Meuser & Suckow, 1986), while the WE-AX fraction is recognized for its high viscosifying properties (Saulnier, 2019). However, AX are credited with various effects on water absorption and bread-making in general, yet the precise impact of the variability in their amount in wheat flour remains unclear. Most studies on the topic artificially introduce these components into the flour at high concentrations (Biliaderis et al., 1995; Zhang et al., 2019) or modify them with the addition of xylanases (Courtin & Delcour, 2002; Rouau et al., 1994) during the process. Studying their natural impact on WA without modification proves challenging due to the low concentration of AX in flours, 1.3 to 2.7 % (Saulnier, 2019), compared to the major components.

In addition to AX, other minor component of flour, lipids, ranging from 2 to 2.5 % (Pareyt et al., 2011), have been shown to influence bread-making. In particular, lipids interact with proteins, such as pur-oidolines (Marion et al., 2003) and the gluten network where they alter disulphide bridges (Nishiyama & Kuninori, 1987). They also interact with starch, forming complexes with amylose (Morrison, 1988). Lipids could have an indirect effect on water absorption through their interactions with proteins and starch.

Our hypothesis is that flour minor components explain a significant fraction of the natural variability of the flour water absorption, even though proteins and starch are the main contributors. The main objective of this work is to improve WA prediction and to ascertain the role of each flour component, especially how the natural variability of minor components can affect WA, which is important parameter for the control of the breadmaking process. To this end, 150 wheat samples (harvested in 2020 and 2021) were characterized for their content in minor components (lipids and AX), as well as the detailed composition of proteins, in addition to protein and damaged starch contents, and classical technological parameters. Linear regressions were performed in combination with a variable selection methodology based on the Bayesian Information Criterion score (BIC), to identify the most significant variables to predict WA.

This work should help identifying whether assessment of lipids and AX, can provide valuable insights for controlling wheat flour properties.

2. Materials and methods

2.1. Plant material

A total of 150 wheat samples harvested in 2020 and 2021, originating from 67 different varieties and 26 growing locations across France with diverse agro-pedo-climatic conditions were used to cover a wide range of end-use quality. Among the 67 wheat varieties, 11 are classified for biscuit applications, 32 as 'improver wheat' with a high protein content, and the remaining varieties, which comprise the majority of samples, are classified for bread production. These samples were provided by Arvalis (Boigneville, France), Limagrain (Riom, France), and Axiane Meunerie (Val d'Arnast, France). The grains were milled into white flour (0.55 % of ashes in average, corresponding to Euro 550 flour type and American all-purpose flour, containing almost exclusively grain endosperm) with an experimental mill (MCKA, Bülher, Switzerland) in batches of 10 kg.

The flours were kept for 20 days at room temperature after milling and then were frozen at $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ until use.

The samples were unfrozen overnight at room temperature prior to analysis.

2.2. Flour and dough classical characterization

The usual analyses of grain, including protein content (Prot_c) and Hardness, were carried out using near-infrared spectroscopy (NIRS). The protein content was determined by NIRS according to NF EN 15948 and the NIRS calibration for Hardness was conducted using the Particle Size Index (PSI). The Hagberg Falling Number (HFN) was determined using Falling Number PERTEN FN 1500 equipment according to ISO 3093:2009. Damaged starch measurements (SD) was measured with the SDmatic (SDmatic, Chopin Technologies, Villeneuve la Garenne, France) using the amperometric method according to NF EN ISO 17715:2015, with results expressed in Chopin Units corrected based on protein and moisture content (UCDc). The Glutomatic® system (PerkinElmer, Waltham, USA) was used to determine Wet Gluten (W.Gluten), Dry Gluten (D.Gluten) and Gluten Index according to NF EN ISO 21415-2). The Alveograph® (Chopin Technologies, Villeneuve la Garenne, France) was used to determine dough characteristics: tenacity (P), extensibility (L), tenacity to extensibility ratio (P/L), baking strength (W), and elasticity index (IE), according to NF EN ISO 27971. Mixolab (Chopin Technologies, Villeneuve la Garenne, France) was used to determine water absorption (WA), Development Time, Stability and Weakening degree according to NF V 03-765. The Mixolab equipment allows for obtaining values comparable with existing Farinograph® equipment, with a much smaller sample size. WA is defined as the percentage of water required for the dough to produce a torque of 1.1 Nm.

2.3. Advanced characterization of flour composition

2.3.1. Polysaccharides analysis

2.3.1.1. Alcohol Insoluble Materials extraction. Flour samples were prepared as Alcohol Insoluble Materials (AIMs) using an automated extraction method with an accelerated solvent extraction unit ASE® 350 (THERMO, CA, USA). Flour samples (2 g) were extracted using 80 % ethanol at a flow rate of 2 mL/min in 22 mL cells of ASE® 350. The conditions for the ASE extraction were set at $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ with a flow time of 20 min, followed by a rinse volume of 150 %, and a purge time (N₂) of 30 s. AIMs were recovered and dried at $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ for three hours and then overnight under vacuum over P₂O₅ before grinding with a knife grinder (IKA Tube Mill 100 control, IKA-werke GmbH & Co. KG, Staufen, Germany) for 30 s and weighing.

2.3.1.2. Aqueous extracts. Each AIM was weighted (1 g) in 15 mL falcon tubes. Ultrapure water (4 mL) was added and the contents of the tube were thoroughly mixed using a vortex mixer. The tubes were then shaken overnight (16 h) using a circular shaker (Multi reax, Heidolph; at 1700 rpm) placed in an oven at $40\text{ }^{\circ}\text{C}$. The tubes were then mixed again using a vortex and centrifuged (2200 g, 30 min, $25\text{ }^{\circ}\text{C}$). The supernatant (2 mL) was immediately transferred to 2 mL Eppendorf.

2.3.1.3. Determination of polysaccharides content. Constitutive monosaccharides were analysed by gas chromatography (GC) based on (Englyst & Cummings, 1988) method after AIM acid hydrolysis.

For the total carbohydrate content, 5 mg of AIM were weighed and hydrolysed with 1 M H₂SO₄ at $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 2 h. For the water-soluble carbohydrate content, AIM aqueous extracts were hydrolysed in the same conditions using 0.2 mL of centrifuged supernatant. Inositol was used as internal standard.

Released monosaccharides were then converted into their alditol acetate equivalents as previously described (Hoebler et al., 1989) and analysed by GLC on a TG-225MS column (Trace GC Ultra, THERMO; temperature $205\text{ }^{\circ}\text{C}$, carrier gas H₂). Each sample was analysed in triplicate and the total arabinoxylan content (TOT-AX) and water-extractable arabinoxylan content (WE-AX) was calculated as the sum

of arabinose and xylose. The arabinose content was corrected for the presence of arabinogalactan peptide (AGP) on the basis of an arabinose to galactose ratio of 0.7 and with the assumption that all of the arabinose of AGP is present in the aqueous extract (Fincher & Stone, 1974; Loosveld et al., 1998). The water-unextractable arabinoxylan content (WU-AX) was calculated by subtracting WE-AX from TOT-AX. The water-extractable glucose or soluble starch (SS) was measured from the AIM aqueous extracts. Note that the small fraction of water-extractable glucose originating from mixed-linked beta-glucan is considered negligible. Arabinose / Xylose ratio (A/X) was also calculated for total, water-unextractable and water-extractable arabinoxylans (respectively A.X.TOT, A.X.WU and A.X.WE). A/X indicates the degree of substitution of the xylan backbone with arabinose residues.

2.3.1.4. Determination of polysaccharides physicochemical characteristics. AIM aqueous extracts (1.8 mL) were treated with 3 units of α -amylase thermostable (*Bacillus* sp., product code E-BSTAA, Megazyme) overnight at 30 °C. Then, aqueous extract were filtered over 0.45 μ m membrane and injected on a high-performance size exclusion chromatography (HPSEC) system (OMNISEC RESOLVE-REVEAL - Malvern Panalytical- Malvern, UK) using a Viscotek AGuard precolumn (50 \times 6 mm) and a Viscotek A4000 column (300 \times 8 mm - Malvern Panalytical- Malvern, UK) maintained at 35 °C and eluted with 50 mM sodium nitrate at a flow rate of 0.7 mL/min. Measurements were performed using a differential refractometer (OMNISEC REVEAL), a multi angle laser light scattering detector (λ = 660 nm, 44°, 60°, 76°, 90°, 108°, 124°, 140°, VISCOTEK SEC-MALLS 9) and a differential pressure viscometer (OMNISEC REVEAL). Detectors responses were calibrated with a pullulan standard having narrow molecular mass distribution (weight-average molar mass = 40,611 Da, number-average molar mass = 38,931 Da, IV = 23.6 mL/g at 30 °C in 0.1 M sodium nitrate, refractive index increment dn/dc = 0.147 mL/g). Data analyses were carried out using OmniSec version 11.32 software (Malvern Panalytical) and a dn/dc value of 0.146 mL/g was used for WE-AX (Dervilly et al., 2000).

The peak eluted within the range of 5.4–8.1 mL was integrated to calculate the concentration of water-extractable arabinoxylans (WEAX_{HPSEC}) from the refractive index signal. WEAX_{HPSEC} is highly correlated with WE-AX concentration determined by chemical analysis (r = 0.91). SV.AX, the Differential Pressure (DP) measured across the capillary bridge of the viscometer was integrated within the elution range of 5.4–8.1. SV.AX is related to the specific viscosity η_{sp} of the AIM aqueous extract, intrinsic viscosity of WE-AX (IV.AX) and WEAX_{HPSEC} according to the following equations (Haney, 1985):

$$\eta_{sp} = \frac{4SV.AX}{IP - 2SV.AX} = IV.AX * WEAX_{HPSEC}$$

where IP is the inlet pressure of the viscosimeter. Since IP is almost constant and far higher than SV.AX, $\eta_{sp} \propto SV.AX$. Hereafter, SV.AX is considered as the specific viscosity associated with arabinoxylans. Due to the large number of samples and the time required for analysis, single analyses were performed. To ensure repeatability and reliability, reference flour was repeatedly analysed, confirming that values for SV.AX and IV.AX had a coefficient of variation (CV) of less than 5 %.

2.3.2. Lipids analysis

2.3.2.1. Extraction of non-starch fatty acids. Lipid were isolated with a semi-automated extraction method using accelerated solvent extraction unit ASE® 350 (THERMO, CA, USA). Flour samples (500 mg) were treated using hexane/propanol solvent (3:2, v/v) at a flow rate of 2 mL/min in 22 mL cells of ASE 350. The conditions for the ASE extraction

were set at room temperature with a flow time of 3 min. The rinse volume at the end of the extraction was 100 % of cell volume, and the purge time (N₂) was set to 30 s.

The non-starch (NS) fatty acids were recovered in the 50 mL hexane/propanol fraction after ASE extraction.

Subsequently, 5 mL of the fraction was transferred into 8 mL screw cap tube and dried under reduced pressure at 45 °C, using a Genevac (SP Scientific, Warminster, PA, USA). Three fractions in each extract were recovered to enable triplicate analyses.

2.3.2.2. Determination of fatty acid content. The non-starch (NS) and total (TOT) fatty acids content of each flour was determined by gas chromatography following transmethylation of lipids as described by Welch (1977). An amount of 10–12 mg of flour samples was weighted into 8 mL screw cap tube. 2,2-dimethoxypropane (100 μ L) was added and incubated for 30 min to chase water. Internal standard (margaric acid, 1 mg/mL) was then added and mixed with 2 % sulphuric acid in methanol (4 mL). The tubes were sealed and heated for two hours using a Swing XL workstation (Chemspeed® technologies AG) to make 3 shaking every 20 min during the first hour. A similar procedure was applied on dried hexane/propanol extracts but without the 2,2-dimethoxypropane step.

Ultrapure water (2 mL) and cyclohexane (1.5 mL) were added and each tube was mixed for 10 s using a vortex mixer. After cooling overnight at 4 °C, 1 mL of the upper layer was withdrawn, transferred into vials and then 1 μ L was analysed by GLC (Clarus 690 GC, PERKINELMER, temperature 250 °C, carrier gaz H₂) on a DB225 J&W Scientific column, for the separation and measurement of the fatty acid methyl ester peak.

The amount of fatty acids bound to starch was calculated by subtracting the amount of non-starch fatty acids as detected in the hexane/propanol extracts from the total fatty acid content measured in the flour.

2.3.3. Proteins analysis

Molecular size distribution of gluten proteins was studied by high-performance size exclusion chromatography (HPLC Alliance, Waters) as described by (Morel et al., 2000) by performing two sequential extractions. Flour (160 mg) was placed in a 50 mL Nalgene centrifuge tube with 20 mL of extracting buffer solution (0.1 M sodium phosphate buffer solution (pH 6.9), 1 % sodium dodecyl sulphate). Tube was shaken 80 min at 60 °C (Heidolph Reax 2, setting 5) before centrifugation at 25 °C, 18,000 rpm (Beckman, JA 20, fixed-angle rotor). The supernatant was collected and 2 mL stored in HPLC vial at -18 °C. The remaining flour pellet was dispersed in 5 mL of extracting buffer and sonicated at ambient temperature during 180 s at 30 % of the nominal power (50 W, 20 Hz) (VibraCell 72,434; Bioblock, Illkirch, France). The tube was centrifuged as above and 2 mL of this second extract was stored at -18 °C. The two supernatants were injected (20 μ L) onto a size exclusion column TSKgel® G4000-SW_{XL} (7.5 mm \times 30 cm, Tosoh) coupled to a TSKgel G2000SW_{XL}-G4000SW_{XL} guard column (6 mm, 4 cm). Elution was performed at 0.7 mL/min with 0.1 M sodium phosphate buffer solution (pH 6.9), 0.1 % SDS. The column was calibrated with seven protein standards (PSS-PROKIT, Agilent). The UV signal at 214 nm was recorded and expressed in g/L considering a specific extinction coefficient of 18.51 L/g/cm for the wheat protein. The chromatogram of the first extract was integrated considering five fractions of increasing elution times (F1 to F5). Fractions F1 and F2, assigned to the SDS-soluble glutenin polymers, comprised elution times from the void volume to 630,000 g/mol and from then to 116,000 g/mol. Protein species in the range of 116,000 to 65,000 (F3) and 65,000 to 21,000 g/mol (F4) were assigned to omega and then to gamma, beta and alpha gliadins. The last eluting fraction (F5, Mw < 21,000 g/mol) gathered the flour water-soluble proteins. The SDS-insoluble glutenin polymers fraction (F1)

was obtained from the total area of the second extract chromatogram. The total, soluble and insoluble glutenin polymers (referred to as GluT, GluS, and GluI respectively) contents in flour, along with the gliadins content (Gli), and unextractable polymeric protein (UPP) were determined as outlined by Baudouin et al. (2020). Due to the large number of samples and the time required for analysis, single analyses were performed. To ensure repeatability and reliability, reference flour was repeatedly analysed, confirming that measurements had a coefficient of variation (CV) of less than 5 %.

2.4. Data treatment for WA prediction

2.4.1. Variable pre-selection

The raw dataset with composition and technological data for 150 wheat samples, was reduced to 144 due to missing data and obviously aberrant measurements for six wheat samples.

A wide range of flour composition analyses was performed on the wheat samples, of which twenty-four measurements were selected to compose the working dataset. The selection process basically removed the factors highly correlated with another. The detailed selection process is available in supplementary data (Fig. S1).

Finally, the composition variables considered for the study were:

- For proteins: Protein content (Prot), Total Glutenin content (GluT), Soluble Glutenin content (GluS), Unextractable Polymeric Protein (UPP), Gliadin to total Glutenin ratio (Gli.GluT) and Gliadin to soluble Glutenin ratio (Gli.GluS);
- For lipids: C16.TOT, C18.TOT, C181n7.TOT, C181n9.TOT, C182n6.TOT, C183n3.TOT representing the total (TOT) content of palmitic acid, stearic acid, vaccenic acid, oleic acid, linoleic acid and alpha-linolenic acid respectively, and C16.NS, C181n7.NS, C182n6.NS, C183n3.NS representing the Non-Starch (NS) content of palmitic acid, vaccenic acid, linoleic acid and alpha-linolenic acid respectively.
- For non-starch polysaccharides: Total arabinoxylan content (TOT-AX), Water-Extractable arabinoxylan content (WE-AX) and their respective Arabinose / Xylose ratio (A.X.TOT and A.X.WE), Intrinsic Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans (IV.AX) and Specific Viscosity from Water-Extractable Arabinoxylans (SV.AX)
- For starch: damaged starch measured by iodine absorption (SD) and Soluble Starch (SS)

2.4.2. Model selection

Statistical analyses were performed with R v4.1.3. The model selection was carried out with the help of the *regsubset* function of the *leaps* R package. The principle consists in selecting the best multiple linear regression models of the form $Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_n X_n + \varepsilon$ where Y represents the flour Water Absorption (WA) and X_1, X_2, \dots, X_n the combination of standardized wheat variables and their associated coefficients $\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_n$, and ε the error.

The best model was selected through a successive examination of three criteria:

1. Minimizing the BIC (Bayesian Information Criterion) score, which serves as a model general performance indicator accounting for the number of variables;
2. A VIF (Variance Inflation Factor) value below five, ensuring a low multicollinearity level among the variables, in agreement with the general usage;
3. Minimizing the total number of variables, when the two first criteria are met. The goal is to avoid over-learning due to an excess of variables.

The BIC allows ranking the possible regression models according to maximum likelihood principle, while penalising models with too many variables.

For each model (i) separately, the BIC score is defined as:

$$BIC_i = -2 \log L_i + p_i \log n$$

where L_i and p_i are the likelihood and the number of parameters for each model, and n is the number of observations. A smaller value indicates a preferable model.

The models were checked for multi-collinearity using the VIF function of *car* R package. In addition, the R^2 is provided to indicate the proportion of variance explained by the regression model.

Finally, the predictive performance was assessed with a repeated K-fold cross validation. This method involves randomly partitioning the samples into k groups (folds) of equal size (when possible). (k-1) groups are dedicated for training the regression model, while the remaining group is used for validating. This procedure is repeated k times, with each iteration using a different group for validation. The *trainControl* function using the *repeatedcv* method from the *caret* library in R was employed to conduct 10-fold cross validation with 3 repetitions to explore alternative divisions into 10 folds.

3. Results and discussion

3.1. Sample variability

Descriptive statistics of the dataset are provided in Table 1. The rather wide range of values and the variability indicate that the wheat displays various technological behaviors and compositions, which are sought-after characteristics for this study.

In terms of composition, the flour protein content Prot (6.1–14.0 g/100 g) and grain protein content ProtG (8.9–17.6 g/100 g) are highly correlated ($r = 0.98$), which is commonly observed. The range of ProtG is similar to Dexter et al. (1994) measurements with 10.8–18.5 g/100 g for approximately 200 individual farmers' deliveries but is wider than those reported by Dowell et al. (2008) (11.4–15.8 g/100 g; 148 samples with a broad spectrum of bread quality) or by Sapirstein et al. (2018) (11.1–15.1 g/100 g; 78 samples comprising 59 different genotypes). The range of values for Gliadin to total Glutenin ratio Gli.GluT (0.86–1.46) is wider than in Dhaka and Khatkar (2015) who reported values from 0.75 to 1.16 for 15 varieties presenting distinct performances for bread-making.

The range of values for damaged starch measured by iodine absorption SD (8.7–23.9 UCDC) are in line with Dragan et al. (2012) and Golea et al. (2023). They reported, respectively, SD values from 19.55 to 29.05 UCDC for 18 different wheat varieties and from 1.40 to 14.60 UCDC for 66 wheat samples collected in different regions.

The total arabinoxylan content AX-TOT (1.27–2.69 g/100 g), as well as the water-extractable fraction content WE-AX (0.26–0.86 g/100 g), are consistent with the results obtained by Gebruers et al. (2008) (AX-TOT: 1.35–2.75, WE-AX: 0.15–1.40; 176 different varieties) and Sapirstein et al. (2018) (1.08–1.80 g/100 g for AX-TOT and 0.23–0.46 g/100 g for WE-AX). Moreover, mean values for AX-TOT (1.83 g/100 g) and WE-AX (0.5 g/100 g) are close to those reported by Selga et al. (2023) with 197 wheat samples.

The proportion of each fatty acids is in line with previous works (De La Roche et al., 1975; Prabhasankar & Haridas Rao, 1999). Palmitic acid (C16.TOT) and linoleic acid (C182n6.TOT) are the most abundant fatty acids in the wheat flour but C16.TOT has one of the lowest Coefficient of Variation (CV) among fatty acids.

In terms of technological characteristics, range of values for W. Gluten (10.5–40.6 g/100 g) and Dry Gluten (3.5–13.5 g/100 g) was also wider than in Dhaka and Khatkar (2015) who reported the following intervals: W.Gluten: 21.5–35.5 g/100 g, D.Gluten: 8.4–12.4 g/100 g. The range of values for Hardness corresponds to what is found in the literature, by encompassing soft and hard grains (Rakszegi et al., 2010). The range of values for the Hagberg Falling Number HFN is rather large (190–462 s), although narrower at the lower limit when compared to the

Table 1
Technological characteristics and flour composition obtained from the 144 sample.

	Technological variables							
	WA	Hardness	HFN	W.Gluten	D.Gluten	P/L*	W*	Ie*
Unit	%	/	seconds	g/100 g	g/100 g	/	10 ⁻⁴ J	%
Min-Max	50.4–63	18–100	190–462	10.5–40.6	3.5–13.4	0.13–2.54	68–546	32.8–73
Mean	55.9	66	348	26.4	8.4	0.83	229	54.7
CV (%)	4.6	27.9	18.7	19.2	19.4	50.6	36.6	15.7
	Flour composition variables							
	Prot	UPP	GluT	GluS	Gli.GluT	Gli.GluS	SS	SD
Unit	g/100 g	/	g/100 g	g/100 g	/	/	g/100 g	UCDc
Min-Max	6.1–14.0	0.21–0.60	2.48–5.50	1.30–2.77	0.86–1.46	1.41–2.71	1.11–6.21	8.7–23.9
Mean	9.4	0.46	3.87	2.07	1.08	2.01	3.22	17.5
CV (%)	16.7	14.1	18.0	14.9	10.5	13.0	31.2	14.9
	AX-TOT	WE-AX	A.X.TOT	A.X.WE	IV.AX	SV.AX	C16.TOT	C18.TOT
Unit	g/100 g	g/100 g	/	dL/g	mV.mL	C181n7.NS	C182n6.NS	C183n3.NS
Min-Max	1.27–2.69	0.26–0.86	0.56–0.89	0.44–0.71	4.14–8.18	201–834	0.24–0.36	0.008–0.027
Mean	1.83	0.50	0.72	0.60	5.86	432	0.29	0.015
CV (%)	15.5	25.7	8.5	9.2	13.4	31.3	8.75	22.0
	C181n7.TOT	C181n9.TOT	C182n6.TOT	C183n3.TOT	C16.NS	C181n7.NS	C182n6.NS	C183n3.NS
Unit	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g
Min-Max	0.007–0.015	0.073–0.176	0.42–0.89	0.020–0.070	0.088–0.158	0.004–0.013	0.31–0.55	0.016–0.040
Mean	0.010	0.106	0.62	0.039	0.116	0.006	0.40	0.024
CV (%)	14.0	18.4	15.2	25.1	12.3	18.4	12.1	15.2

HFN: Hagberg Falling Number; W.Gluten: Wet Gluten; D.Gluten: Dry Gluten; P/L: Tenacity to extensibility ratio; W: Baking strength; Ie: Elasticity Index; Prot: Protein content; UPP: Unextractable Polymeric protein; GluT: Total Glutenin content; GluS: Soluble Glutenin content; Gli.GluT: Gliadin to GluT ratio; Gli.GluS: Gliadin to GluS ratio; SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; AX-TOT: Total Arabinoxylan content; WE-AX: Water-Extractable Arabinoxylan content; A.X.TOT: Arabinose to Xylose ratio from AX-TOT; A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from WE-AX; IV.AX: Intrinsic Viscosity of WE-AX; SV.AX: Specific Viscosity from WE-AX; C16.TOT: Total C16 content; C18.TOT: Total C18 content; C181n7.TOT: Total C18:1n-7 content; C181n9.TOT: Total C18:1n-9 content; C182n6.TOT: Total C18:2n-6 content; C183n3.TOT: Total C18:3n-3 content; C16.NS: Non-Starch C16 content; C181n7.NS: Non-Starch C18:1n-7 content; C182n6.NS: Non-Starch C18:2n-6 content; C183n3.NS: Non-Starch C18:3n-3 content.

* Complementary technological variables, not used in modelling.

results of Mangan et al. (2016) who observed values below 190 s with a dataset of about the same size. These technological variables are included in the analysis as they take into account parameters that may have an impact on Water Absorption (WA), such as grain characteristics and particle size for Hardness, amylase activity for HFN, and the quality of the gluten network for W.Gluten and D.Gluten. Moreover, the lower bound of the range of values for WA (50.4–63 %) is rather noteworthy, compared with results from the literature (53.9–65.5 % in Sapirstein et al. (2018)).

Alveograph parameters are excluded from the analysis as they are determined with a fixed amount of water added to the dough (50 %). However, they are given as complementary technological variables to illustrate the variability of the dataset's breadmaking potential (see Table 1). Indeed, the ranges of values for P/L (0.13–2.54), W (68.10⁻⁴ J – 546.10⁻⁴ J) and Ie (32.8–73 %) are equivalent to, or even broader than, those reported by Jødal & Larsen (2021) (P/L: 0.15–2.28, W: 62.10⁻⁴ J – 352.10⁻⁴ J, Ie: 31.1–61.5) with 532 individual pressure curves.

These results highlight the high variability of the wheat samples in terms of composition and technological properties, and therefore the richness of the working dataset for investigating the potential of wheat for breadmaking.

3.2. Wheat composition determinants of the water absorption

3.2.1. Exploring correlations in the dataset

At first, a heatmap illustrating the correlations between all variables in the dataset was generated (Fig. S2). The strongest correlations of WA with composition variables are found for Proteins (Prot), Damaged Starch (SD) and Soluble Starch (SS); corresponding scatter plots are presented in Fig. 1a, b and c, respectively.

The rather high correlations of WA with Prot and SD are expected, since both are commonly used variables to predict WA. Damaged starch typically absorbs 2 to 4 times its weight in water, compared to only 0.4 times for intact granular starch. It is the primary variable associated with WA in many studies (Dodds, 1971; Greer & Stewart, 1959; Tara et al., 1972; Tipples et al., 1978). No direct correlation was found between Prot and damaged starch (SD) ($r = -0.07$), in agreement with results previously reported by Tara et al. (1972).

Proteins (Prot) exhibits a stronger correlation with WA ($r = 0.63$, Fig. 1a) than SD ($r = 0.56$, Fig. 1b), which appears in contradiction with most previous results (Dodds, 1971; Greer & Stewart, 1959; Tara et al., 1972; Tipples et al., 1978). Surprisingly, soluble starch (SS) presents the highest correlation with WA ($r = 0.72$, Fig. 1c). SS is actually a measurement performed in our laboratory, and would correspond to the glucose originating from starch solubilized during the overnight water extraction of flour AIM (unpublished results). Interestingly, SS correlates much better with hardness ($r = 0.76$, Fig. 1e) than SD does ($r = 0.54$, Fig. 1f), despite the significant influence of hardness on damaged starch formation (Rakszegi et al., 2010). These results suggest that SS could serve as a reliable marker for damaged starch. SS and SD are correlated ($r = 0.7$; Fig. 2d) but the correlation level was lower than expected, meaning that they likely measure different characteristics of the damaged starch. The heatmap (Fig. S2) complemented with hierarchical clustering, actually groups Hardness, WA and SS, indicating a strong connection between them.

In addition, to protein and damaged starch contents, correlations were observed between WA and other composition variables (see Fig. S2). For example, C182n6.TOT ($r = 0.58$), and C183n3.TOT ($r = 0.58$), exhibited slightly better correlations with WA than SD. These two fatty acids are mainly coming from polar lipids associated to starch.

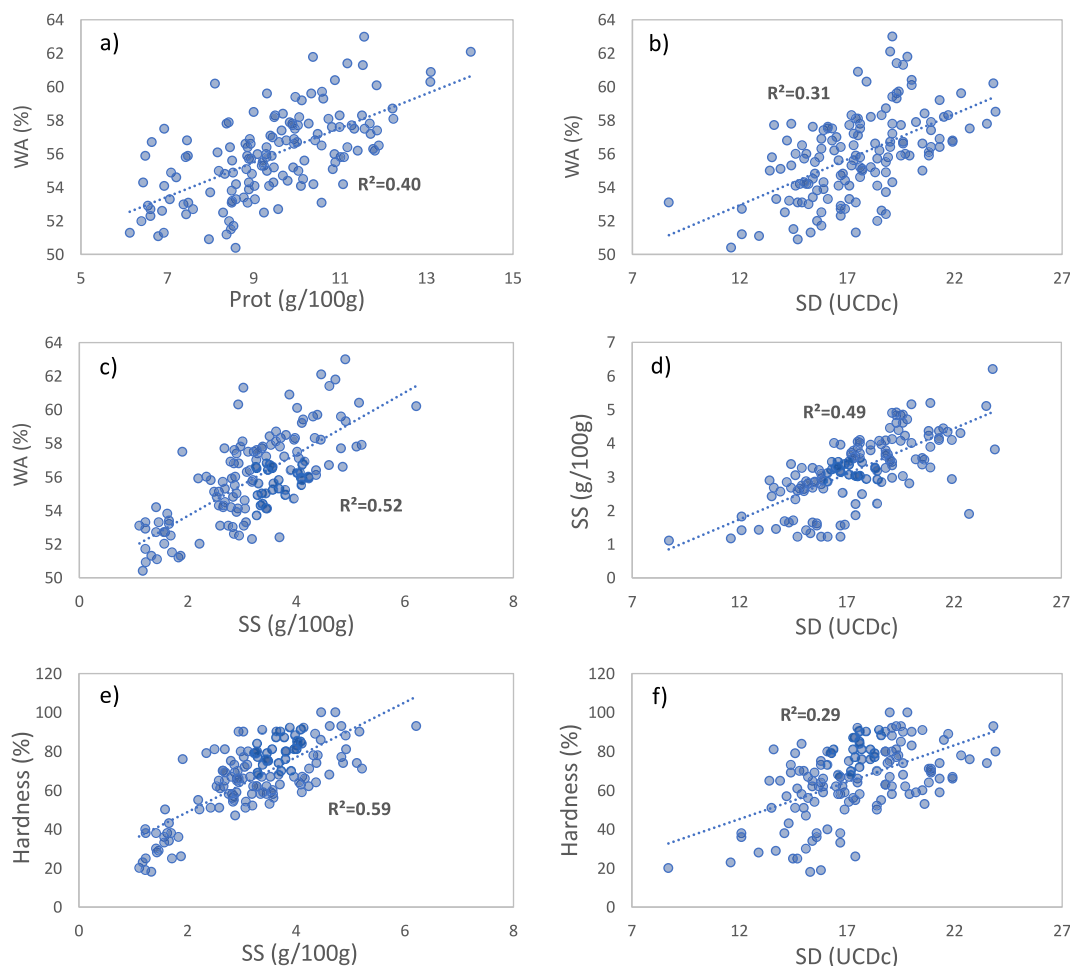


Fig. 1. Simple linear regression between: a) Water Absorption (WA) and Protein content (Prot); b) WA and damaged starch measured by iodine absorption (SD); c) WA and Soluble Starch (SS); d) SD and SS; e) SS and Hardness; f) SD and Hardness. Dots are coloured transparently so that any overlapping ones can be discerned.

3.2.2. Modelling the influence of damaged starch and of protein content on water absorption

The effect of wheat components on WA was analysed through multiple linear regression models. Since the dataset contains measurements with different units and scales, the values were first standardized so that to compare the relative significance of each influence. The resulting coefficients assigned to these variables, as well as the metrics values for model prediction, are reported in Table 2.

The simple linear regressions between WA and composition variables SD, SS and Prot are the **primary models**, noted M_{SD} , M_{SS} and M_{Prot} respectively.

M_0 , $M_{0.1}$, $M_{0.2}$, and $M_{0.3}$, named **usual models**, are multiple linear regression models combining Prot, SD and SS. M_0 which includes SD and Prot plays the role of benchmark, since Prot and SD are commonly used to predict WA. $M_{0.2}$ is a version of this model, combining Prot and SS, assuming that SS is also representative of damaged starch. $M_{0.1}$ combines the two variables related to damaged starch and finally, $M_{0.3}$ brings the Prot, SS and SD together.

As expected, the four usual models exhibit much better performances than the primary models as shown by the R^2 and BIC values on Table 2. Among the usual models, M_0 and $M_{0.3}$, exhibit the best performances ($R^2 = 0.76$ and 0.78 respectively). $M_{0.1}$ has the worst predictive performance, it is also the only models without Prot, the primary driver of WA prediction, as its regression coefficient is the highest in the more complete model, $M_{0.3}$. With the exception of $M_{0.3}$, SS demonstrates the highest regression coefficients among the models in which it is included, but although SS provides also the most effective primary model, M_{SS} , it

does not improve the model's performances when combined with Prot and/or SD. Indeed, M_0 (only usual model without SS) performs better than $M_{0.2}$, and $M_{0.3}$ (most complete usual model) fails to improve significantly the prediction compared to M_0 .

3.2.3. Modelling the influence of composition variables on water absorption

In addition to the usual variables, Prot, SD and SS, the dataset contains measurements for protein-related variables (GluT, GluS, UPP, Gli, GluS, Gli.GluT), arabinoxylans-related variables (WE-AX, AXTOT, A.X. WE, A.X.TOT, IV.AX, SV.AX) and lipid-related variables (C16.TOT, C18.TOT, C181n7.TOT, C181n9.TOT, C182n6.TOT, C183n3.TOT, C16.NS, C181n7.NS, C182n6.NS, C183n3.NS), which are potential determinants for WA. A large number of regression model can be produced by combining all these variables. To select relevant models, the selection model method, based on the BIC score and described in section 2.4.2., has been applied and a graphical representation of the main results is presented in Fig. 2. The main guides for model selection are: 1) a small BIC value (negative index) which indicates a better modelling performance, 2) a VIF score < 5 to avoid strong multicollinearity among the variables, 3) a minimal number of variables when the two first criteria are met.

Following this method, a total of nine regression models has been selected, including M_{SS} and M_0 . The other models, numbered from M_1 to M_7 are arranged in ascending order based on the number of explanatory variables, from three variables in M_1 to nine in M_7 . In Table 2, M_1 to M_7 are categorized as **composition models** and all their variables are significant (p -value < 0.05). Additionally, an extra model, M_x , is provided to

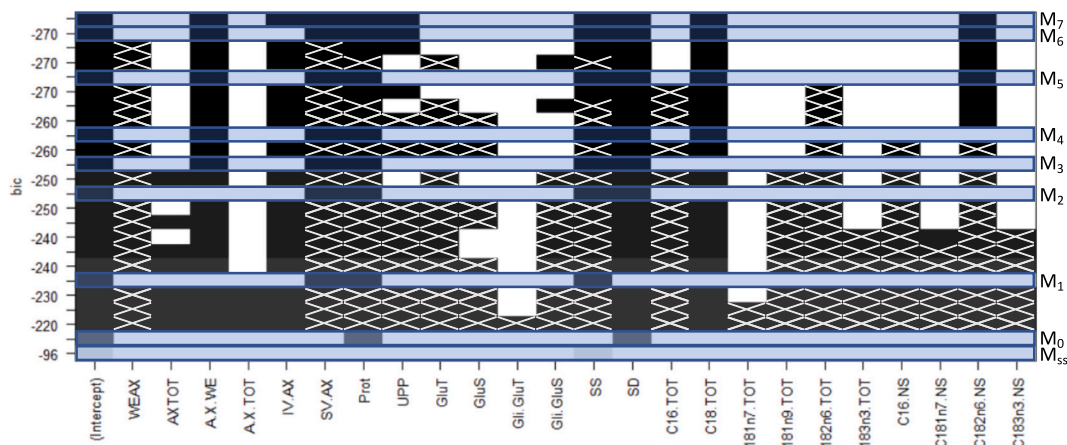


Fig. 2. Results of the Bayesian Information Criterion (BIC) test with composition variables. Each row represents a model, each column represents a variable. The models studied, i.e. without multi-collinearity are highlighted in blue and identified (M₁, M₂ ...) on the right.

Figure caption: ■ variable included in the model; ▣ variable included in the model but collinear with another variable from the model (VIF score > 5).

WEAX: Water-Extractable Arabinoxylan content; AXTOT: Total Arabinoxylan content; A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from WEAX; A.X.TOT: Arabinose to Xylose ratio from AXTOT; IV.AX: Intrinsic Viscosity of WEAX; SV.AX: Specific Viscosity from Water-Extractable Arabinoxylans; Prot: Protein content; UPP: Unextractable Polymeric protein; GluT: Total Glutenin content; GluS: Soluble Glutenin content; Gli.GluT: Gliadin to GluT ratio; Gli.GluS: Gliadin to GluS ratio; SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; C16.TOT: Total palmitic acid C16 content; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C181n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content; C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; C16.NS: Non-Starch palmitic acid C16 content; C181n7.NS: Non-Starch vaccenic acid C18:1n-7 content; C182n6.NS: Non-Starch linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.NS: Non-Starch alpha-linolenic acid C18:3n-3 content. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

Table 2

Summary of models tested to predict WA with standardized variables and their corresponding coefficients and statistical metrics for prediction. All the terms of the models are statistically significant (p -value < 0.05).

	Proteins variables			Starch variables			Arabinoxylans variables			Lipids variables			Statistical metric values			
	Prot	UPP		SD	SS		SV.AX	A.X.WE	IV.AX	C18.TOT	C182n6.NS	C16.NS	Hardness	n*	R ²	BIC score
Primary models																
M _{SD}				0.55										1	0.31	-43
M _{Prot}	0.63													1	0.40	-63
M _{SS}					0.72									1	0.52	-96
Usual models																
M _{0,1}				0.10	0.66									2	0.53	-92
M _{0,2}	0.44				0.58									2	0.69	-156
M ₀	0.68			0.60										2	0.76	-192
M _{0,3}	0.60			0.45	0.21									3	0.78	-197
Composition models																
M _X	0.74			0.57		0.22								3	0.81	-218
M ₁	0.53				0.61	0.38								3	0.83	-232
M ₂	0.61			0.28	0.38	0.31								4	0.85	-251
M ₃	0.64			0.28	0.41	0.25	-0.14							5	0.86	-258
M ₄	0.61			0.28	0.40	0.24	-0.14		0.09					6	0.87	-261
M ₅	0.63			0.34	0.35	0.22	-0.15		0.13	-0.11				7	0.88	-268
M ₆	0.68	-0.10		0.32	0.36	0.25	-0.15		0.13	-0.12				8	0.89	-273
M ₇	0.65	-0.09		0.35	0.35	0.29	-0.14	-0.09	0.13	-0.12				9	0.89	-273
Models with all variables																
M _H													0.77	1	0.59	-117
M _{H1}	0.59			0.25	0.32	0.23	-0.16					0.18		6	0.87	-265
M _{H2}	0.56			0.32	0.22	0.19	-0.18		0.12		-0.14	0.22		8	0.90	-280
M _{H3}	0.61	-0.12		0.30	0.23	0.22	-0.17		0.12		-0.15	0.24		9	0.90	-289

* number of variables included in the model. Prot: Protein content; UPP: Unextractable Polymeric protein; SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; SV.AX: Specific Viscosity from Water-Extractable Arabinoxylans; A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from Water-Extractable Arabinoxylans; IV.AX: Intrinsic Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans; C18.TOT: Total C18 content; C182n6.NS: Non-Starch C18:2n-6 content; C16.NS: Non-Starch C16 content.

illustrate the best three-variable model that complements the reference model M₀. The recurring inclusion of variables across the selected models provides an indication of their relative importance as determinants for WA. Specifically, all composition models except M_X

include Prot, SS and SV.AX as explanatory variables.

Subsequently, SD appears in all models except M₁, while the Arabinose to Xylose ratio from Water-Extractable Arabinoxylans (A.X.WE) is present in all the models except M₁ and M₂. The total stearic acid content

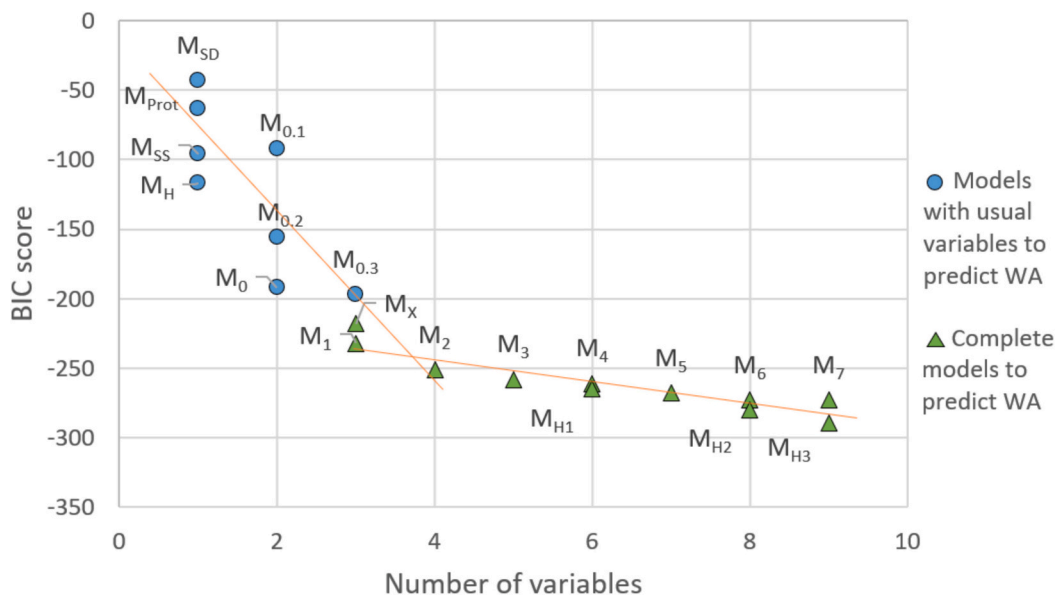


Fig. 3. Comparison of the models studied for predicting WA according to their BIC values and number of variables.

(C18.TOT) is absent from M_1 to M_3 , followed in order of importance by the Non-starch linoleic acid content (C182n6.NS), Unextractable Polymeric Protein (UPP) and the Intrinsic Viscosity of Water-Extractable

Arabinoxylans (IV.AX).

Fig. 3 displays the BIC score against the number of variables for all the models. From one to three variables the BIC score decreases steeply,

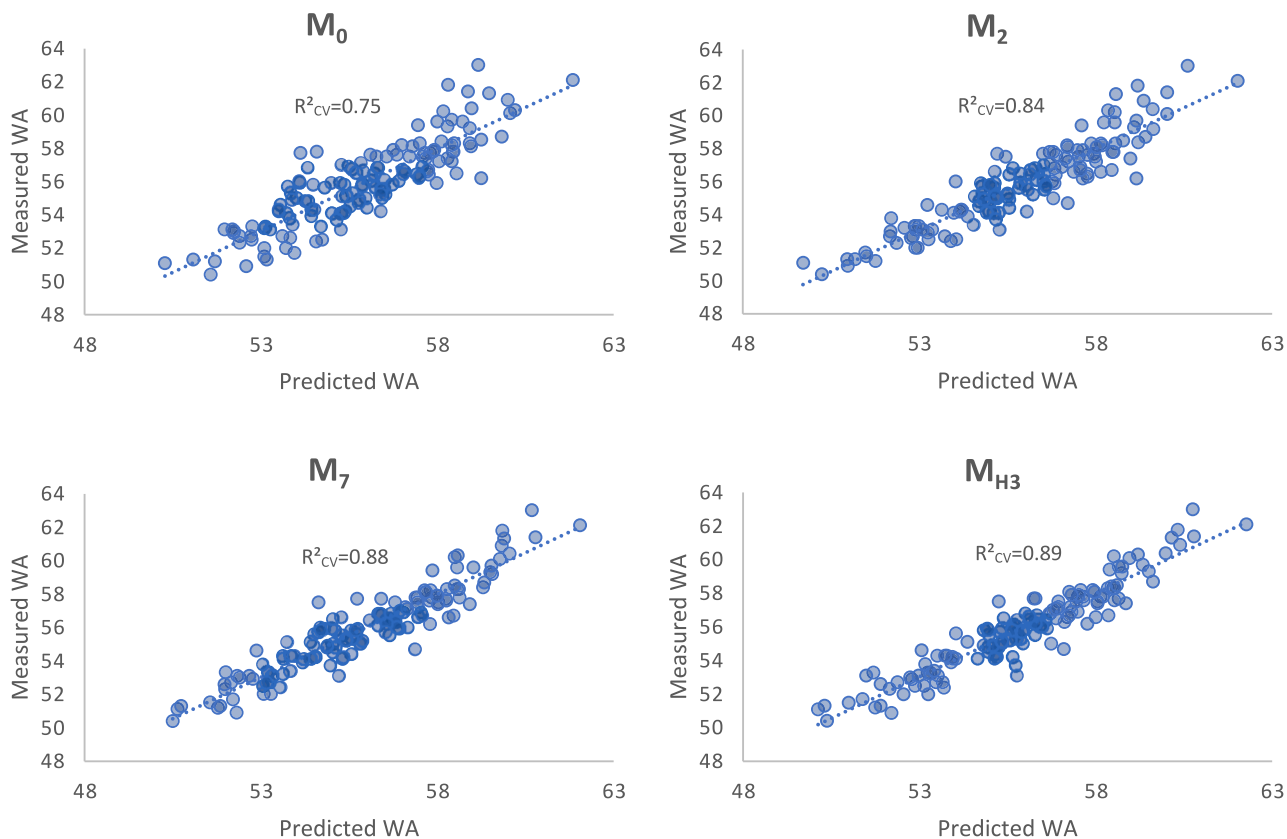


Fig. 4. Comparison of the models M_0 , M_2 , M_7 and M_{H3} for their predicted Water Absorption (WA) by K-fold cross validation versus the measured WA for a single repeat of the K-fold cross validation. Dots are coloured transparently so that any overlapping ones can be discerned.

$M_0 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SD}$; $M_2 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SS} + \beta_3 \text{SV.AX} + \beta_4 \text{SD}$; $M_7 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SD} + \beta_3 \text{SS} + \beta_4 \text{SV.AX} + \beta_5 \text{A.X.WE} + \beta_6 \text{C18.TOT} + \beta_7 \text{C182n6.NS} + \beta_8 \text{IV.AX} + \beta_9 \text{UPP}$; $M_{H3} = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SD} + \beta_3 \text{Hardness} + \beta_4 \text{SS} + \beta_5 \text{SV.AX} + \beta_6 \text{A.X.WE} + \beta_7 \text{C16.NS} + \beta_8 \text{C18.TOT} + \beta_9 \text{UPP}$.

A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from Water-Extractable Arabinoxylans; IV.AX: Intrinsic Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans; SV.AX: Specific Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans; Prot: Protein content; UPP: Unextractable Polymeric protein; SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; C16.NS: Non-Starch palmitic acid C16 content.

and above three variables, around a BIC score of -250 , the decrease is moderate. The model M_2 achieve an interesting trade-off between the number of variables and the BIC score. With four variables, M_2 reaches a BIC score of -252 and a R^2 of 0.85 .

Surprisingly, the M_2 includes both SD and SS, which strengthens the idea that both measurements capture distinct aspects of the damaged starch and that both are determinants of WA. The contribution of SS is slightly higher than of SD in the composition models as indicated by the regression coefficients (Table 2). M_2 is also a model that includes an arabinoxylan variable, via SV.AX, besides starch and protein. SV.AX is also included in M_1 , which is close to M_2 in Fig. 3. M_1 performs slightly less well than M_2 ($R^2 = 0.83$ against $R^2 = 0.85$) and represents the best three-variable model with a significant improvement compared to $M_{0,3}$ ($R^2 = 0.78$), which includes SD instead of SV.AX. Therefore, SV.AX is a minor component characteristic that has clearly improved the prediction of WA.

Fig. 4 reports the predictions of selected models computed through cross-validation. It is evident that M_2 significantly reduces the prediction error over the full range of WA compared to M_0 , especially for low WA. The nine-variable composition model, M_7 , improves the prediction of high WA compared to M_2 . However, relative to the number of variables, it does not significantly improve the global prediction ($R_{CV}^2 = 0.88$ for M_7 compared to 0.84 for M_2).

3.2.4. Including technological properties of wheat in the model

The contributions to WA of the following technological measurements are examined in addition to the wheat composition:

- Hardness, usually strongly related to damaged starch
- Hagberg falling Number (HFN), often associated the amylase activity of the wheat grain
- Wet gluten (W.Gluten), and dry gluten (D.Gluten), which characterize the quality of the gluten network

The same model selection procedure has been applied. First, the BIC score is computed for generated models and results are reported in Fig. 5. It shows that HFN is not included in most models, suggesting that its contribution to WA is negligible.

Following the model selection explained in section 2.4.2, several models were discarded because of multicollinearity, i.e. $VIF > 5$. The eight remaining models (highlighted on Fig. 5) include the models M_0 , M_1 , M_2 and M_3 and four new models, M_H , M_{H1} , M_{H2} and M_{H3} of respectively 1, 6, 8 and 9 explanatory variables. These four models all incorporate hardness, M_H being actually the simple linear regression between hardness and WA. With the exception of M_H , Prot has been systematically included in all models, resulting in the exclusion of D. Gluten and W.Gluten due to their VIF score exceeding five when Prot is involved. This reflects the high correlation among these three variables (Fig. S2). This result suggests that Prot exerts a more substantial influence on WA than D.Gluten or W.Gluten. Furthermore, it suggests that WA is more dependent on the quantity of protein rather than its quality within the gluten network.

In agreement with the strong correlation between hardness and WA ($r = 0.77$, Fig. S2), hardness comes out as a good explanatory variable for WA (Table 2). In M_{H1} , M_{H2} and M_{H3} , hardness is associated with SD and SS. The link between these three variables is further highlighted by the heatmap shown in Fig.S2). SS and SD remain important explanatory variables after Prot and before Hardness in M_{H1} , whereas SS is less significant than Hardness in M_{H3} (Table 2). The coefficients of SS in M_{H1} , M_{H2} and M_{H3} are lower than in the composition models, meaning that part of SS contribution to WA is now captured by Hardness. SD contribution in these models is not affected to the same extent.

Finally, except for M_H , incorporating Hardness in the models has not significantly improve the prediction of WA as shown in Fig. 3. Indeed, M_{H1} , M_{H2} and M_{H3} perform only slightly better (BIC score = -289 , and $R^2 = 0.90$ for the most complete model M_{H3}) than the composition models with the same number of variables, respectively M_4 , M_6 and M_7 . Prediction results displayed in Fig. 5 confirms that M_7 and M_{H3} perform similarly. To minimise the number of variables, the best regression model remains M_2 , including Prot, SS, SD and SV.AX. This suggests that this combination of composition variables offers an effective solution to predict and explain WA, while the technological criteria investigated did not significantly enhance the accuracy of the model predictions.

3.2.5. Towards new predictor of WA

The water absorption of wheat flour is a complex and multifactorial

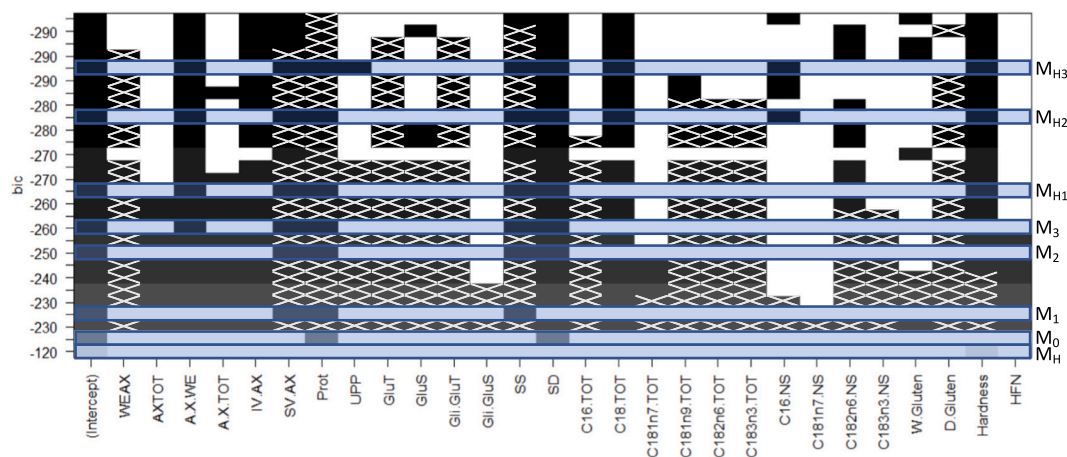


Fig. 5. results of the BIC test with composition and technological quality variables. Each row represents a model, each column represents a variable. A model is made up of the shaded variables. The models without multi-collinearity are highlighted and their correspondence is shown on the right.

Figure caption: ■ variable included in the model; ▣ variable included in the model butcollinear with another variable from the model ($VIF > 5$). WEAX: Water-Extractable Arabinoxylan content; AXTOT: Total Arabinoxylan content; A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from WEAX; A.X.TOT: Arabinose to Xylose ratio from AXTOT; IV.AX: Intrinsic Viscosity of WEAX; SV.AX: Specific Viscosity of WEAX; Prot: Protein content; UPP: Unextractable Polymeric protein; GluT: Total Glutenin content; GluS: Soluble Glutenin content; Gli.GluT: Gliadin to GluT ratio; Gli.GluS: Gliadin to GluS ratio; SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; C16.TOT: Total palmitic acid C16 content; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C181n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content; C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; C16.NS: Non-Starch palmitic acid C16 content; C181n7.NS: Non-Starch vaccenic acid C18:1n-7 content; C182n6.NS: Non-Starch linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.NS: Non-Starch alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; W.Gluten: Wet Gluten; D.Gluten: Dry Gluten; HFN: Hagberg Falling Number.

phenomenon. Thus, any model relying on a single explanatory variable has exhibited low predictive performances. M_{SS} stands out as the most robust single-variable model with a R^2 of 0.52 (Table 2), while the four-variable model M_2 , a good compromise between the number of variables and the predictive performance, achieve a R^2 of 0.85. M_2 includes the Protein content (Prot) and the damaged starch measured by iodine absorption method (SD), two usual measurements employed for WA prediction in the domain literature. However, M_2 also included Soluble Starch (SS) and Specific Viscosity related to Water-Extractable Arabinoxylans (SV.AX), two less common variables for predicting WA.

SS, like SD, could serve as a marker of damaged starch. Amylose is likely to be more easily leached from a broken granule during the water extraction of flour than from a native starch (Wang et al., 2020). Consequently, the variation in the amount of water-soluble starch (SS) could reflect the proportion of broken granules, i.e., damaged starch, in the flour sample. Furthermore, SS exhibited a higher CV than SD, suggesting that this measurement is rather sensitive and potentially discriminant of the various wheat samples. Unlike SS, SD consistently exhibits VIF scores below 5 (as shown in Fig. 2 and Fig. 5), indicating its independence from the other variables. This supports the idea that these two measurements explain different aspects of damaged starch. However, considering that SS reflects released amylose, the average level of damaged starch in our study is 10–13 % (assuming amylose represents 25–30 % of the starch), which is higher than the average values typically reported, around 6–8 % (Dodds, 1971). This discrepancy may be due to the Alcohol Insoluble Material procedure, which involves high-pressure ethanol treatment and additional grinding that could further damage the already broken granules, leading to increased solubilization of amylose and potentially amylopectin. Therefore, while SS is a useful indicator, it remains an indirect evaluation of damaged starch and may particularly overestimate higher values compared to standard measurements. Damaged starch is always measured indirectly, resulting in estimations that may vary between methods. Our findings indicate that both measurements (SS and SD) reflect the starch state and, when used together, improve the prediction of flour water absorption.

Specific viscosity (SV.AX) is a physico-chemical property of the water phase controlled by the concentration of Water-Extractable Arabinoxylans (WE-AX) and their intrinsic viscosity (IV.AX), which is related to polymer size: $SV.AX \propto WE-AX \times IV.AX$. While AX concentration significantly influences the variation in specific viscosity, the variation in their molecular size also has an impact, as illustrated in Fig. 6. In this figure, the impact of molecular size of WE-AX (i.e.,

intrinsic viscosity; IV.AX) on specific viscosity (SV.AX) is shown for two samples exhibiting the same amount of WE-AX. The inclusion of SV.AX in M_2 confirms the findings of Sapirstein et al. (2018) regarding the contribution of water extractable arabinoxylans to WA, but provides clarity regarding the significance of other feature apart from their concentration. Interestingly, it suggests that the influence stems from soluble arabinoxylans rather than their insoluble counterparts (included in TOT-AX), yet known for their high-water retention capacity (Marion & Saulnier, 2020). The relationship between the contents of water-extractable arabinoxylans (WE-AX) and total arabinoxylans (TOT-AX) in the starchy endosperm varies among cultivars. The proportion of WE-AX can range significantly, from 20 % to 40 % of the total AX content. Variation in WE-AX content in wheat flour, although primarily influenced by genotype, is also affected by the environment (Marion & Saulnier, 2020). In this respect, it is not known whether environmental factors influence to a greater extent the WE-AX content in flour or its molecular size, which both have an effect on the specific viscosity of flour water extract.

Regarding proteins, the total content Prot, appears to be sufficient for the prediction of WA, since further specific feature about the type of protein has not been selected in the models or has been discarded due to multicollinearity. Even if glutenin and gliadin fractions have different properties, their impact on WA is not distinguished. Moreover, the quality of the gluten network described by W.Gluten and D.Gluten variables does not seem to provide as much information as Prot in predicting WA.

Furthermore, the model selection process in this study has not pointed any critical fatty acids, suggesting a minimal role of the lipids for WA. Nevertheless, C18.TOT and C182n6.NS were included in about 80 % of the models proposed by the BIC test (Fig. 2 and Fig. 5). Surprisingly, C18.TOT, did not present a VIF score above 5 in any model, suggesting independence from other fatty acids variables. On the contrary, although C182n6.TOT and C183n3.TOT, showed good simple linear correlations with WA, they were not the most commonly proposed fatty acids in the models. When included, they consistently had a VIF score above 5.

Finally, SS and SV.AX can be retained as new predictors of WA. It is particularly noteworthy that SV.AX, representing variation in a minority component of the flour – WE-AX – stands out significantly alongside the major components in explaining WA.

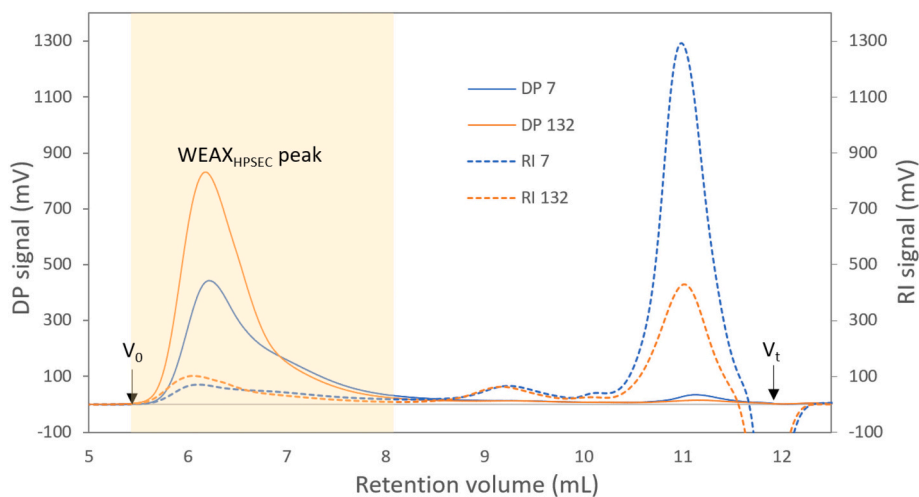


Fig. 6. HPSEC Chromatograms of samples 7 and 132, showing low and high specific viscosity (SV.AX), respectively. The peak integration area for water-extractable arabinoxylans $WEAX_{HPSEC}$ is highlighted in yellow. Both samples have equivalent concentration of water-extractable arabinoxylans $WEAX_{HPSEC}$ as shown by RI signal with dotted lines, sample 132 have a higher intrinsic viscosity IV.AX than sample 7 resulting in higher specific viscosity as shown by DP signal in solid lines. $SV.AX = IV.AX \times WEAX_{HPSEC}$. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

4. Conclusion

The 150 wheat samples collected in this study exhibited a wide range of compositional and technological characteristics, facilitating the testing of various models to predict flour Water Absorption (WA). A model incorporating protein content (Prot), soluble starch (SS), damaged starch (SD) and specific viscosity associated with water extractable arabinoxylans (SV.AX) emerged as the optimal balance between the number of variables and the predictive performance. This finding underscores that flour composition variables alone are sufficient to predict WA, without the need for additional technological variables.

Moreover, our study highlights the significant role of minor components, such as AX, in influencing water absorption. The contribution of AX stems particularly from the water-extractable fraction (WE-AX) and polymer size, influenced by both genotype and environmental factors captured in our sample set.

Additionally, soluble starch (SS) has been identified as a novel criterion for evaluating damaged starch content, showing promise in predicting water absorption and complementing traditional assessment of damaged starch (SD).

Further work is in progress to deepen the understanding of the impact of minor components variability, particularly arabinoxylans (AX) on the rheological properties of wheat flour dough during bread-making. Investigating their natural variability represents a relevant step in this prospect.

Funding sources

This work is part of the EVAGRAIN project funded by the French national research agency with the reference ANR-20-21-0008CE.

All authors read and approved the final manuscript.

CRediT authorship contribution statement

Laura Rezette: Writing – original draft, Visualization, Investigation, Formal analysis, Conceptualization. **Kamal Kansou:** Writing – review & editing, Supervision, Methodology, Formal analysis, Conceptualization. **Guy Della Valle:** Writing – review & editing, Supervision. **Sophie Le Gall:** Writing – review & editing, Supervision, Methodology. **Luc Saulnier:** Writing – review & editing, Supervision, Project administration, Funding acquisition, Conceptualization.

Declaration of generative AI and AI-assisted technologies in the writing process

During the preparation of this work the authors used ChatGPT 4 in order to improve language and readability. After using this tool/service, the authors reviewed and edited the content as needed and take full responsibility for the content of the publication.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data availability

<https://doi.org/10.57745/DIVVX>

Acknowledgements

The authors express their gratitude to Pascal Millart and Bérengère Marais from INRAE, UR 1268, Biopolymers, Interactions & Assemblies, F-44316 Nantes, France, for their assistance with biochemical analyses. Special thanks are extended to Marion Didier, Michelle Viau, and Alice

Kermarrec for their invaluable help in devising the lipid analysis protocol and for their enriching contributions to advancing knowledge in this field. This work is part of the Evagrain project funded by the French National Research Agency and coordinated by the INRAE research unit BIA. The authors also thank everyone from the 10 academic and private partners who contributed to collecting the dataset on the 150 wheat samples, with particular appreciation to Marie-Hélène Morel (UMR 1208 IATE, Univ Montpellier, INRAE, L'Institut-Agro Montpellier, F-34060 Montpellier, France) for producing and sharing the protein data, Benoît Méléard (Arvalis, Institut du végétal, F-91720 Boigneville, France) for the alveograph and hardness measurements, Laurent Linossier (Limagrain Céréales Ingrédients F- 63200 RIOM, France) for water absorption, and Baptiste Chambrey (Axiane Meunerie, F-35330 Val d'Anast, France) for the damaged starch and gluten measurements.

Part of the work was realized on the INRAE-BIA BIBS facility (<http://www.bibs.inrae.fr/>, UR1268 BIA, IBISA, Biogenouest, Phenome-Emphasis-FR ANR-11-INBS0012, PROBE and CALIS French Research infrastructures).

Appendix A. Supplementary data

Supplementary data to this article can be found online at <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.141232>.

References

- Andersson, R., Hämäläinen, M., & Åman, P. (1994). Predictive modelling of the bread-making performance and dough properties of wheat. *Journal of Cereal Science*, 20(2), 129–138. <https://doi.org/10.1006/jcrs.1994.1053>
- Barak, S., Mudgil, D., & Khatkar, B. S. (2013). Relationship of gliadin and glutenin proteins with dough rheology, flour pasting and bread making performance of wheat varieties. *LWT - Food Science and Technology*, 51(1), 211–217. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.09.011>
- Baudouin, F., Nogueira, T. L., van der Mijnsbrugge, A., Frederix, S., Redl, A., & Morel, M.-H. (2020). Mechanochemical activation of gluten network development during dough mixing. *Journal of Food Engineering*, 283, 110035. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.110035>
- Biliaderis, C. G., Izydorczyk, M. S., & Rattan, O. (1995). Effect of arabinoxylans on bread-making quality of wheat flours. *Food Chemistry*, 53(2), 165–171. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(95\)90783-4](https://doi.org/10.1016/0308-8146(95)90783-4)
- Courtin, C. M., & Delcour, J. A. (2002). Arabinoxylans and Endoxylanases in wheat flour bread-making. *Journal of Cereal Science*, 35(3), 225–243. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2001.0433>
- De La Roche, I. A., Pomeroy, M. K., & Andrews, C. J. (1975). Changes in fatty acid composition in wheat cultivars of contrasting hardness. *Cryobiology*, 12, 5–12.
- Dexter, J. E., Preston, K. R., Martin, D. G., & Gander, E. J. (1994). The effects of protein content and starch damage on the physical dough properties and bread-making quality of Canadian durum wheat. In *Journal of Cereal Science* (Vol. 20, Issue 2, pp. 139–151). doi:<https://doi.org/10.1006/jcrs.1994.1054>
- Dervilly, G., Saulnier, L., Roger, P., & Thibault, J.-F. (2000). Isolation of Homogeneous Fractions from Wheat Water-Soluble Arabinoxylans. Influence of the Structure on Their Macromolecular Characteristics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(2), 270–278. <https://doi.org/10.1021/jf990222k>
- Dhaka, V., & Khatkar, B. S. (2015). Effects of gliadin/Glutenin and HMW-GS / LMW-GS ratio on dough rheological properties and bread-making potential of wheat varieties. *Journal of Food Quality*, 38(2), 71–82. <https://doi.org/10.1111/jfq.12122>
- Dodds, N. J. H. (1971). Damaged starch determination in wheat flours in relation to dough water absorption. *Starch - Stärke*, 23(1), 23–27. <https://doi.org/10.1002/star.19710230108>
- Dowell, F. E., Maghirang, E. B., Pierce, R. O., Lookhart, G. L., Bean, S. R., Xie, F., ... Chung, O. K. (2008). Relationship of bread quality to kernel, flour, and dough properties. *Cereal Chemistry*, 85(1), 82–91. <https://doi.org/10.1094/CCHEM-85-1-0082>
- Dragan, Z., Aleksandra, T., Jasna, M., Desimir, K., & Nevena, D. (2012). Relation among different parameters of damaged starch content, falling number and mechanical damage level. *Ratarstvo i Povrtarstvo*, 49(3), 282–287. <https://doi.org/10.5937/ratpov49-2345>
- Englyst, H. N., & Cummings, J. H. (1988). Improved method for measurement of dietary Fiber as non-starch polysaccharides in Plant foods. *Journal of AOAC International*, 71(4), 808–814. <https://doi.org/10.1093/jaoac/71.4.808>
- Fincher, G. B., & Stone, B. A. (1974). A water-soluble arabinogalactan-peptide from wheat endosperm. *Australian Journal of Biological Sciences*, 27, 117–132.
- Gebriers, K., Dornez, E., Boros, D., Fraš, A., Dynkowska, W., Bedo, Z., ... Courtin, C. M. (2008). Variation in the content of dietary Fiber and components thereof in wheats in the HEALTHGRAIN diversity screen. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56(21), 9740–9749. <https://doi.org/10.1021/jf800975w>

- Golea, C. M., Codină, G. G., & Oroian, M. (2023). Prediction of wheat flours composition using fourier transform infrared spectrometry (FT-IR). *Food Control*, 143(July 2022). <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2022.109318>
- Greer, E. N., & Stewart, B. A. (1959). The water absorption of wheat flour: Relative effects of protein and starch. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 10(4), 248–252. <https://doi.org/10.1002/JSFA.2740100409>
- Haney, M. A. (1985). The differential viscometer. II. On-line viscosity detector for size-exclusion chromatography. *Journal of Applied Polymer Science*, 30(7), 3037–3049. <https://doi.org/10.1002/app.1985.070300725>
- Hoebler, C., Barry, J. L., David, A., & Delort-laval, J. (1989). Rapid acid hydrolysis of Plant Cell Wall polysaccharides and simplified quantitative determination of their neutral monosaccharides by gas-liquid chromatography. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 37(2), 360–367. <https://doi.org/10.1021/jf00086a020>
- Jelaca, S. L., & Hlynka, I. (1971). Water-binding capacity of wheat flour crude pentosans and their relation to mixing characteristics of dough. *Cereal Chemistry*, 48, 211–222.
- Jodal, A. S. S., & Larsen, K. L. (2021). Investigation of the relationships between the alveograph parameters. *Scientific Reports*, 11(1), 1–10. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-84959-3>
- Loosveld, A., Maes, C., van Casteren, W. H. M., Schols, H. A., Grobet, P. J., & Delcour, J. A. (1998). Structural variation and levels of water-extractable arabinogalactan-peptide in European wheat flours. *Cereal Chemistry*, 75(6), 815–819.
- Mangan, D., Szafranska, A., McKie, V., & McCleary, B. V. (2016). Investigation into the use of the amylase SD assay of milled wheat extracts as a predictor of baked bread quality. *Journal of Cereal Science*, 70, 240–246. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2016.06.015>
- Marion, D., Dubreil, L., & Douliez, J.-P. (2003). Functionality of lipids and lipid-protein interactions in cereal-derived food products. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 10(1), 47–56. <https://doi.org/10.1051/ocl.2003.0047>
- Marion, D., & Saulnier, L. (2020). Minor components and wheat quality: Perspectives on climate changes. *Journal of Cereal Science*, 94(May), Article 103001. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2020.103001>
- Meuser, F., & Suckow, P. (1986). Non-starch polysaccharides. *Chemistry and Physics of Baking*, 42–61.
- Morel, M. H., Dehlon, P., Autran, J. C., Leygue, J. P., & Bar-L'Helgouac'H, C. (2000). Effects of temperature, sonication time, and power settings on size distribution and extractability of total wheat flour proteins as determined by size-exclusion high-performance liquid chromatography. In *cereal chemistry* (Vol. 77, issue 5, pp. 685–691). doi:<https://doi.org/10.1094/CCHEM.2000.77.5.685>.
- Morrison, W. R. (1988). Lipids in cereal starches: A review. *Journal of Cereal Science*, 8(1), 1–15. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(88\)80044-4](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(88)80044-4)
- Nishiyama, J., & Kuninori, T. (1987). Reactivity of sulfhydryls in reduced gluten with lipid hydroperoxides. *Agricultural and Biological Chemistry*, 51(5), 1291–1297. <https://doi.org/10.1080/00021369.1987.10868211>
- Pareyt, B., Finnie, S. M., Putseys, J. A., & Delcour, J. A. (2011). Lipids in bread making: Sources, interactions, and impact on bread quality. *Journal of Cereal Science*, 54(3), 266–279. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2011.08.011>
- Park, S. H., Bean, S. R., Chung, O. K., & Seib, P. A. (2006). Levels of protein and protein composition in hard winter wheat flours and the relationship to breadmaking. *Cereal Chemistry*, 83(4), 418–423. <https://doi.org/10.1094/CC-83-0418>
- Prabhasankar, P., & Haridas Rao, P. (1999). Lipids in wheat flour streams. *Journal of Cereal Science*, 30(3), 315–322. <https://doi.org/10.1006/jcrs.1999.0289>
- Rakszegi, M., Bognár, Z., Li, Z., Békés, F., Láng, L., & Bedo, Z. (2010). Effect of milling on the starch properties of winter wheat genotypes. *Starch/Stärke*, 62(2), 115–122. <https://doi.org/10.1002/star.200900166>
- Rouau, X., El-Hayek, M. L., & Moreau, D. (1994). Effect of an enzyme preparation containing Pentosanases on the bread-making quality of flours in relation to changes in Pentosan properties. *Journal of Cereal Science*, 19(3), 259–272. <https://doi.org/10.1006/JCRS.1994.1033>
- Sapirstein, H., Wu, Y., Koksel, F., & Graf, R. (2018). A study of factors influencing the water absorption capacity of Canadian hard red winter wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 81, 52–59. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2018.01.012>
- Saulnier, L. (2019). CHAPTER 4. Types and functionality of polysaccharides in cereal grains. In T. Beta, & M. E. Camire (Eds.), *Food chemistry, function and analysis no. 6 cereal grain-based functional foods: Carbohydrate and phytochemical components* (pp. 54–84). The Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/9781788012799-00054>.
- Selga, L., Andersson, A. A. M., Moldin, A., & Andersson, R. (2023). Determining levels of water-extractable and water-unextractable arabinoxylan in commercial Swedish wheat flours by a high-throughput method. *Journal of Cereal Science*, 109(November 2022), Article 103608. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2022.103608>
- Tara, K. A., Bains, G. S., & Finney, P. L. (1972). Damaged starch and protein contents in relation to water absorption of flours of Indian wheats. *Starch - Stärke*, 24(10), 342–345. <https://doi.org/10.1002/STAR.19720241005>
- Tipples, K. H., Meredith, J. O., & Holas, J. (1978). Factors affecting farinograph and baking absorption. II. Relative influence of flour components. *Cereal Chemistry*, 55, 655–660.
- Wang, Q., Li, L., & Zheng, X. (2020). A review of milling damaged starch: Generation, measurement, functionality and its effect on starch-based food systems. *Food Chemistry*, 315, Article 126267. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126267>
- Welch, R. W. (1977). A micro-method for the estimation of oil content and composition in seed crops. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(7), 635–638. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740280710>
- Zhang, L., van Boven, A., Mulder, J., Grandia, J., Chen, X. D., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2019). Arabinoxylans-enriched fractions: From dry fractionation of wheat bran to the investigation on bread baking performance. *Journal of Cereal Science*, 87(February), 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2019.02.005>

SUPPLEMENTARY DATA

S1: Selection procedure of composition variables for the study

Selection of variables accounting for proteins

The quantities of protein in grain ($Prot_G$) and in flour ($Prot$) were measured. These two variables are highly correlated ($R=0.97$). $Prot$ was retained for the analysis to be consistent with other component measurements carried out on flour. Similarly, insoluble glutenin fraction in flour ($Glul$) was highly correlated with total glutenin in flour ($GluT$; $R^2=0.85$) and $GluT$ was used for the analysis as it is measured directly, unlike $Glul$ that is calculated. Wet gluten, dry gluten and gluten index were not included because they do not relate to flour composition but rather consider proteins that have already undergone changes during dough mixing. From the remaining variables related to protein composition in the flour, only the most relevant for further interpretation in relation to WA were used, which include UPP, $GluT$, $GluS$, as well as the ratios Gliadin to total Glutenin ($Gli.GluT$) and Gliadin to soluble Glutenin ($Gli.GluS$).

Selection of variables accounting for lipids

Lipids were measured as total and non-starch fatty acids content.

Sixteen fatty acid were measured for each flour and the major one and the most studied (Macmurray & Morrison, 1970 ; Morrison *et al.*, 1975) were kept for the statistical analysis (*i.e.* C16, C18, C18:1n-9, C18:1n-7, C18:2n-6 and C18:3n-3).

All starch (S) fatty acids content correlated with their corresponding total fatty acid content (e.g. C18.S and C18.TOT with $R^2=0.72$, of C16.S and C16.TOT with $R^2=0.71$), therefore only total fatty acids were included in the analysis as they are measured directly.

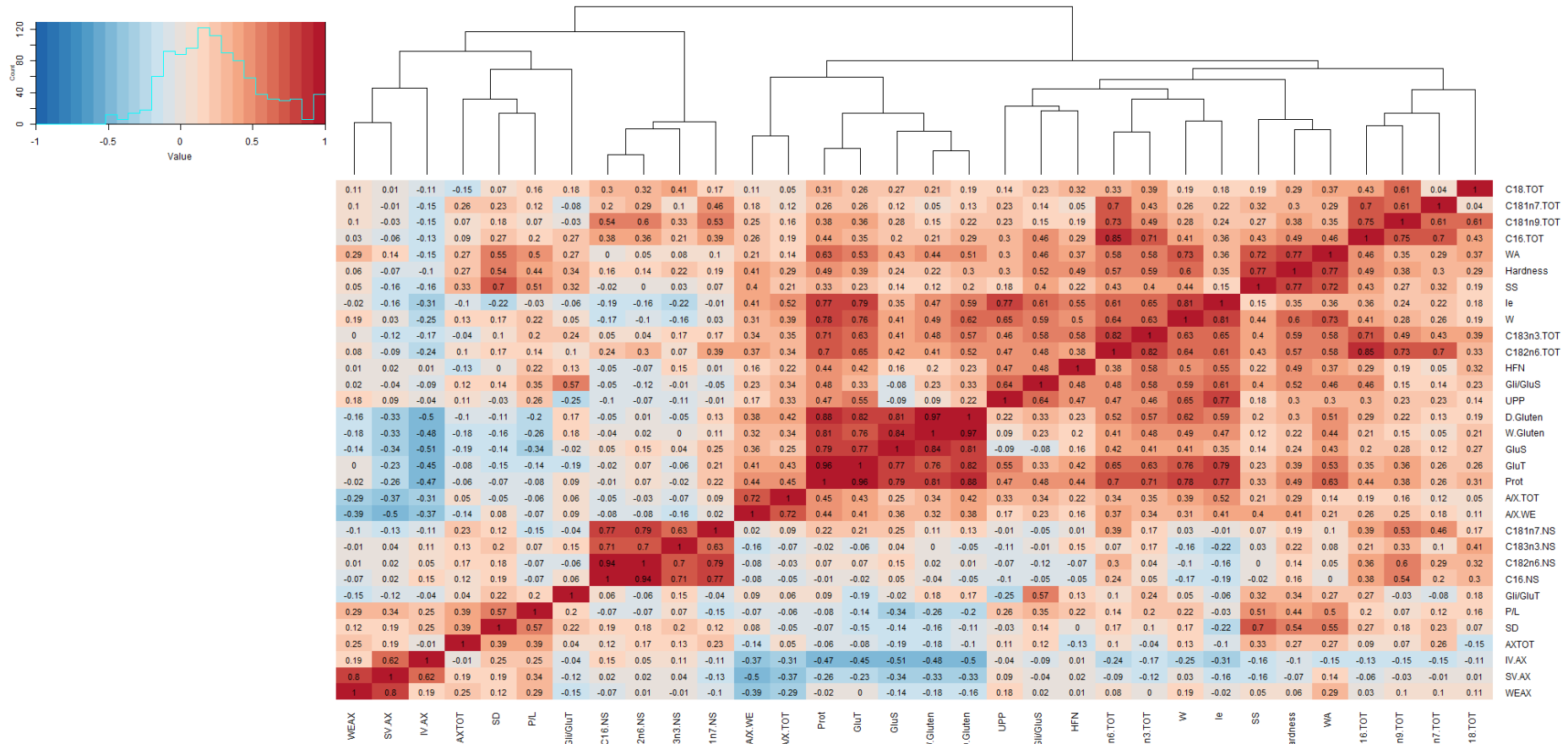
Non-starch (NS) stearic acid content C18.NS was removed from the analysis for its correlation with total (TOT) stearic acid content C18.TOT ($R^2=0.61$), as well as non-starch oleic acid content C18:1n9.NS for its correlation with total oleic acid content C18:1n9.TOT ($R^2=0.8$).

Selection of variables accounting for non-starch polysaccharides

Insoluble arabinoxylan content WU-AX was highly correlated with total arabinoxylans content AXTOT ($R^2=0.8$) and only AXTOT was used for the analysis as it is measured directly.

Likewise, Arabinose / Xylose ratio (A/X) from water unextractable arabinoxylans A.X.WU was highly correlated with A.X.TOT ($R^2=0.82$), and therefore not used.

S2: Heatmap with correlations between all variables studied to model the WA on the 144 variables



2. VALIDATION DE L'IMPACT DE LA VARIABILITE NATURELLE DES ARABINOXYLANES SUR L'ABSORPTION D'EAU

Cette deuxième partie, dédiée à l'analyse des données issues de la deuxième campagne de récolte du projet Evagrain (Récolte 2022 ; R2), permet de confirmer l'impact significatif des arabinoxylanes solubles sur l'absorption d'eau démontré à partir des données de la première campagne de récolte (R1) (Rezette *et al.*, 2025). L'approche utilisée et détaillée dans l'article en section 1.2 de ce chapitre, a été appliquée à R2. A nouveau, il s'agit de déterminer le meilleur modèle entre nombre de variables et performance pour prédire l'absorption d'eau (WA) de R2, en utilisant une méthode de régressions linéaires basée sur le BIC test et le VIF score. Dans un premier temps, nous présentons le modèle déterminé grâce à R2. Ensuite, les performances de prédiction de WA sur R2 à partir de l'équation obtenue avec R1, et réciproquement sont présentés. Enfin, les résultats obtenus en appliquant la méthode de l'article à l'ensemble des échantillons combinés (R1+R2) sont discutés.

2.1. DETERMINATION DU MODELE D'ABSORPTION D'EAU A PARTIR DE LA DEUXIEME CAMPAGNE DE RECOLTE R2

La deuxième campagne de récolte (R2) est composée de 140 échantillons provenant de 62 variétés (30 en commun avec R1) et 18 lieux de cultures (5 en commun avec R1) différents. Les caractéristiques technologiques et compositionnelles de ces farines sont décrites en annexe (Annexe 1). R2 couvre une variabilité équivalente à celle de la première campagne (R1), offrant ainsi des plages de données comparables pour la modélisation de WA. Les corrélations entre les différentes variables avec le jeu de données de R2 sont indiquées dans une heatmap disponible en annexe (Annexe 2). Une sélection des modèles les plus performants pour un nombre donné de variables a d'abord été réalisée à l'aide du test BIC (Annexe 3), puis ceux présentant une multi colinéarité ont été écartés grâce au VIF score. Les modèles retenus sont présentés sur le Tableau 1, où les modèles de R2 à partir des variables de composition sont désignés par « M' » pour se distinguer de ceux de R1, marqués « M ». Comme avec R1, les modèles de R2 à partir des variables technologiques, dureté (Hardness), temps de chute d'Hagberg (HFN), gluten humide (W.Gluten) et gluten sec (D.Gluten) en plus des variables de composition, ont été explorés et sont notés « M'T ».

A la différence de l'analyse à partir des données de R1, la variable la plus corrélée à WA avec R2 n'est pas l'amidon soluble (SS) mais la quantité de protéines (Prot). Toutefois, comme avec R1, Prot reste la variable avec le plus d'influence dans les modèles de combinaison linéaire multiple des variables de composition, avec un coefficient (standardisé) supérieur à celui des autres variables. Pour rappel, le fait que les protéines aient un impact plus important que l'amidon endommagé sur WA contraste avec des études précédentes (Ali *et al.*, 2014 ; Dodds, 1971 ; Greer & Stewart, 1959 ; Tara *et al.*, 1972 ; Tipples *et al.*, 1978). Nous remarquons également que SS apparait peu dans les modèles sélectionnés avec R2 et présente une corrélation beaucoup plus faible avec WA par rapport à R1 ($R^2=0,17$ avec R2 VS $R^2=0,52$ avec R2). Pourtant, comme pour R1, SS est mieux corrélé à la dureté ($R=0,60$) que SD ($R^2=0,50$). Au regard de l'ensemble des modèles de R2, les deux variables les plus importantes après Prot, sont l'amidon endommagé mesuré par absorption d'iode (SD) et la quantité d'arabinoxylanes solubles (WEAX).

Tableau 1 : Résumé des modèles sélectionnés pour prédire la WA réalisés à partir des variables standardisées de la 2^e campagne de récolte (R2). Les coefficients correspondant à ces variables sont indiqués pour chaque modèle, ainsi que les valeurs métriques statistiques de prédiction. Tous les termes des modèles sont statistiquement significatifs (valeur p<0,05).

	Protéines		Amidon endommagé		Arabinoxylanes		Lipides	Variables technologiques			Valeurs statistiques		
	Prot	Gli/GluT	SD	SS	WEAX	A/X.TOT	C18.TOT	Hardness	D.Gluten	W.Gluten	n*	R ²	BIC score
Modèles de composition													
M'prot	0.73										1	0.53	-96.7
M' ₀	0.73		0.48								2	0.77	-189.4
M' ₁	0.73		0.49		0.19						3	0.80	-207.1
M' ₂	0.77		0.52		0.25		-0.19				4	0.83	-225.9
M' ₃	0.77	0.10	0.40	0.12	0.32	-0.13	-0.17				7	0.86	-231.8
M' ₄	0.79		0.49		0.22	-0.13	-0.18				5	0.85	-233.2
Modèles techno / compo													
M' _{T1}					0.49			0.60	0.59		3	0.84	-233.7
M' _{T2}			0.19		0.46			0.45	0.63		4	0.85	-243.3
M' _{T3}	0.34		0.23		0.38			0.37		0.34	5	0.86	-247.6
M' _{T4}	0.42		0.29		0.39		-0.12	0.32		0.29	6	0.87	-253.1

Prot : Protéines ; Gli/GluT : Rapport Gliadines sur Gluténines ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ; SS : Amidon Soluble dans l'eau ; WEAX : Arabinoxylanes solubles dans l'eau ; A/X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AXTOT ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; Hardness : Dureté ; D.Gluten : Gluten sec ; W.Gluten : Gluten humide.

*Nombre de variables incluses dans le modèle

La performance de chaque modèle en fonction du nombre de variables est indiquée sur la Figure 20. Pour R2, M'1 semble offrir le meilleur compromis entre performance et nombre de variables, avec un R² de 0,80, en utilisant 3 variables : Prot, SD et WEAX. À titre de comparaison, M1, le modèle avec un nombre équivalent de variables pour R1, incluait Prot, SS et de la viscosité spécifique des arabinoxylyanes solubles (SV.AX) avec un R² de 0,83 ; soit une performance assez comparable à M'1.

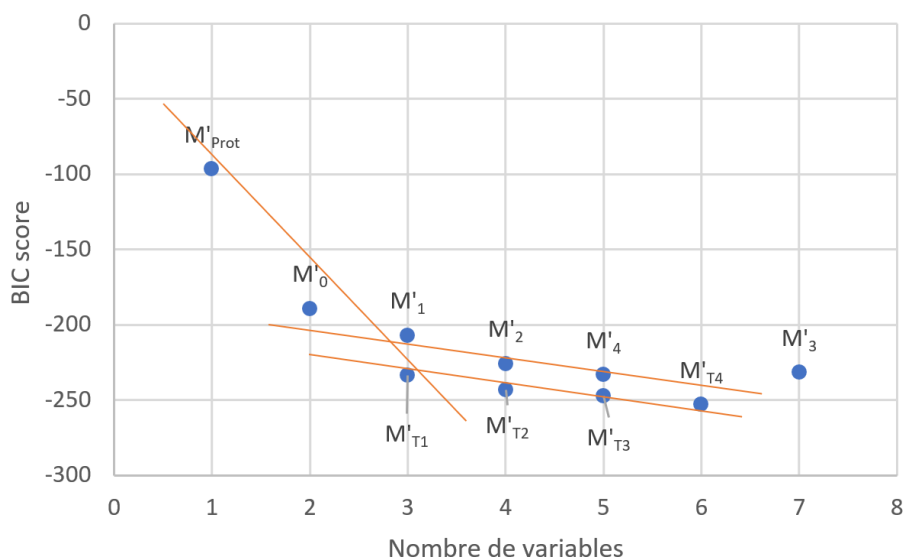


Figure 20 : BIC score en fonction du nombre de variables pour les modèles basés sur la deuxième campagne de récolte (R2)

L'importance de SD au profit de SS avec R2 par rapport à R1, peut s'expliquer en partie par le fait que les mesures d'amidon endommagé sont indirectes et susceptibles de variations liées à des facteurs non maîtrisés (préparation des farines, effet opérateur, ...). La variable liée à la quantité d'arabinoxylyanes solubles, WEAX, remplace SV.AX dans le modèle déterminé à partir des données R2 par rapport à R1. Or, SV.AX et WEAX sont plus fortement corrélées pour R2 ($r=0,92$) que pour R1 ($r=0,80$). En remplaçant SV.AX par WEAX dans M'1, le modèle conserve la même performance (R² identique). En revanche, en substituant WEAX par SV.AX dans M1, la performance du modèle diminue avec un R² de 0,77.

Enfin, la Figure 20 montre que, comme pour R1, les modèles associant des variables technologiques et compositionnelles (techno/compo) de R2 affichent de meilleures performances que les modèles basés uniquement sur la composition, pour un même nombre de variables, ce qui n'était toutefois pas aussi évident avec les modèles de R1. De plus, les modèles techno/compo de R2 possèdent en moyenne moins de variables que ceux de R1, ce qui les rend plus intéressants. Par exemple, M'T1 atteint un R² de 0,84 contre 0,80 pour M'1 avec le même nombre de variables. Ce modèle M'T1 ne comprend plus qu'une seule variable de composition, WEAX, tandis que SD est remplacée par la dureté (Hardness) et Prot par le gluten humide (W.Gluten). Ainsi, WEAX est difficilement explicable par des variables technologiques, contrairement à SD et Prot qui sont respectivement remplacés par Hardness et W.Gluten dans le modèle M'T1 car ils offrent une précision supérieure. En effet, W.Gluten est assez bien représentatif de la quantité de protéines à retenir l'eau nécessaire à la formation du réseau de gluten. Ce dernier point est déterminant pour la prédiction de l'absorption d'eau (WA). La variable Hardness est quant à elle à la fois corrélée à SS et SD, ce qui signifie qu'elle rend compte à elle seule des deux variables relatives à la mesure de l'amidon endommagé.

2.2. VALIDATION DES MODELES D'UNE ANNEE A UNE AUTRE

La performance du modèle élaboré avec la 1^{er} campagne de récolte (R1) a été testé avec les données de la 2^{er} campagne (R2) et inversement. Les échantillons présentent une plage de variation comparable en R1 et en R2, malgré des années de récolte différentes. Cela est illustrée sur les cartes de similitude des deux analyses en composantes principales (ACP), l'une basée sur les mesures technologiques (Figure 21.A), et l'autre sur les critères de composition (Figure 21.B), où les échantillons des deux campagnes de récolte se recouvrent largement.

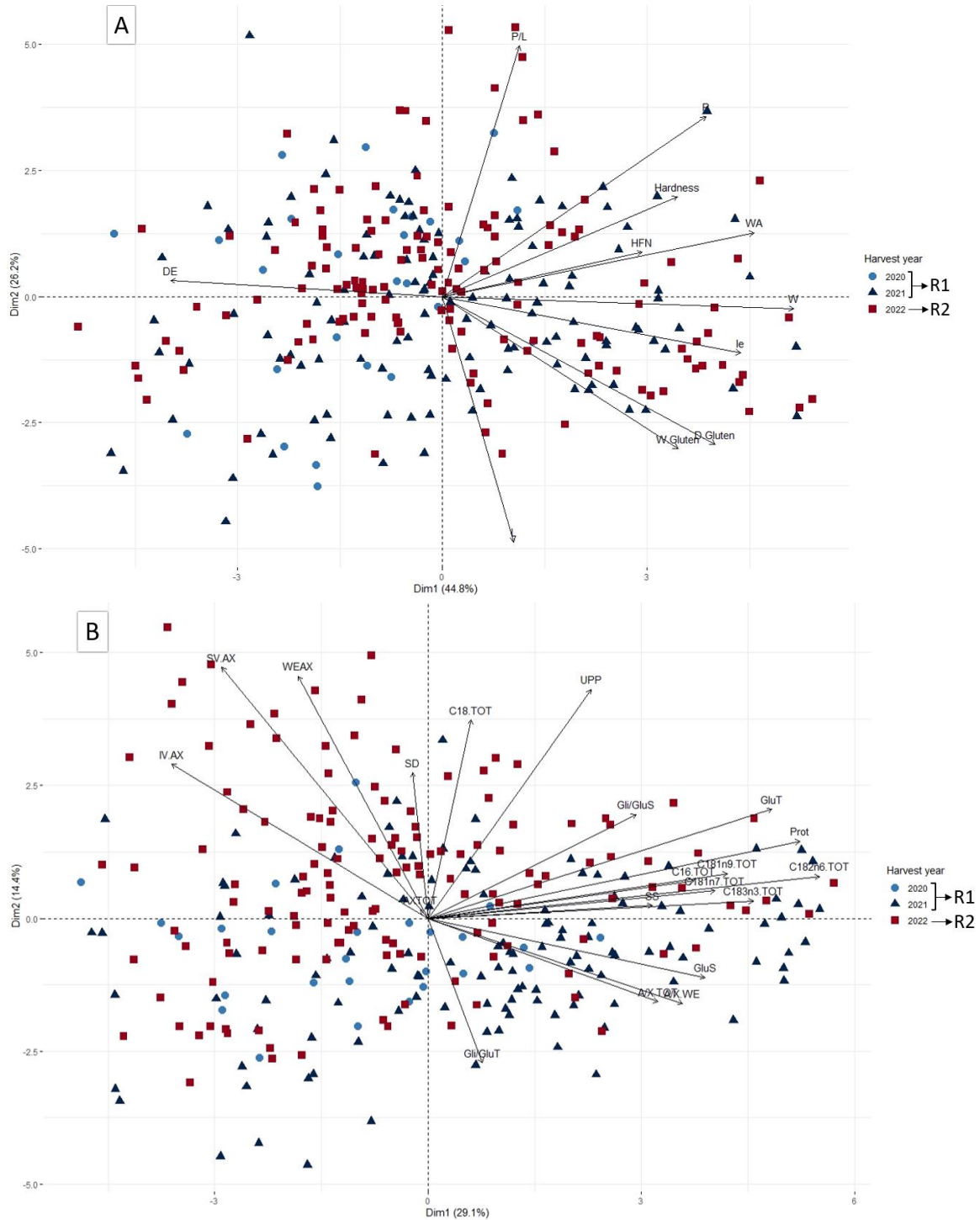


Figure 21 : ACP montrant la distribution des échantillons sur les deux campagnes de récolte (R1 et R2) en fonction A) des variables technologiques, B) des variables de composition.

En analysant la prédiction de WA sur R1 ou sur R2, il est possible de valider l'équation établie d'une année sur l'autre. Les résultats de cette analyse sont présentés dans le Tableau 2. Les équations établies avec les données de composition de R2 se révèlent plus prédictives pour R1 ($R^2 > 0,78$) que l'inverse ($R^2 < 0,75$).

Tableau 2 : Récapitulatif des performances des modèles établis à partir de R1, R2 ou R1+R2 sur R1, R2 ou R1+R2

Equations établies à partir de R1	R ² sur R1	R ² sur R2	R ² sur R1+R2
$M_2 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SS} + \beta_3 \text{SD} + \beta_4 \text{SV.AX}$	0,85	0,75	0,79
$M_1 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SS} + \beta_3 \text{SV.AX}$	0,83	0,66	0,74
$M_x = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SD} + \beta_3 \text{SV.AX}$	0,81	0,78	0,72
Equations établies à partir de R2			
$M'_1 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SD} + \beta_3 \text{WEAX}$	0,81	0,80	0,74
$M'_2 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SD} + \beta_3 \text{WEAX} + \beta_2 \text{C18.TOT}$	0,78	0,83	0,77
$M''_{T1} = \beta_0 + \beta_1 \text{D.Gluten} + \beta_2 \text{Hardness} + \beta_3 \text{WEAX}$	0,74	0,84	0,79
Equations établies à partir de R1+R2			
$M'_2 = \beta_0 + \beta_1 \text{Prot} + \beta_2 \text{SD} + \beta_3 \text{SS} + \beta_4 \text{WEAX}$	0,83	0,78	0,80
$M''_{T1} = \beta_0 + \beta_1 \text{D.Gluten} + \beta_2 \text{Hardness} + \beta_3 \text{WEAX}$	0,75	0,83	0,79

Les Figure 22.A et 22.C montrent la distribution des points entre les valeurs de WA mesurées et les valeurs prédites, respectivement à partir de l'équation M_2 en k-fold cross validation sur R1 et de l'équation M'_1 en k-fold cross validation sur R2. Les Figure 22.B et 22.D montrent quant à elles respectivement les performances de M_2 pour prédire R2 et M'_1 pour prédire R1. Nous remarquerons qu'en tenant compte du R^2_{cv} , le modèle établi sur R2 prédit même mieux la population R1 que les échantillons sur la base duquel il a été construit.

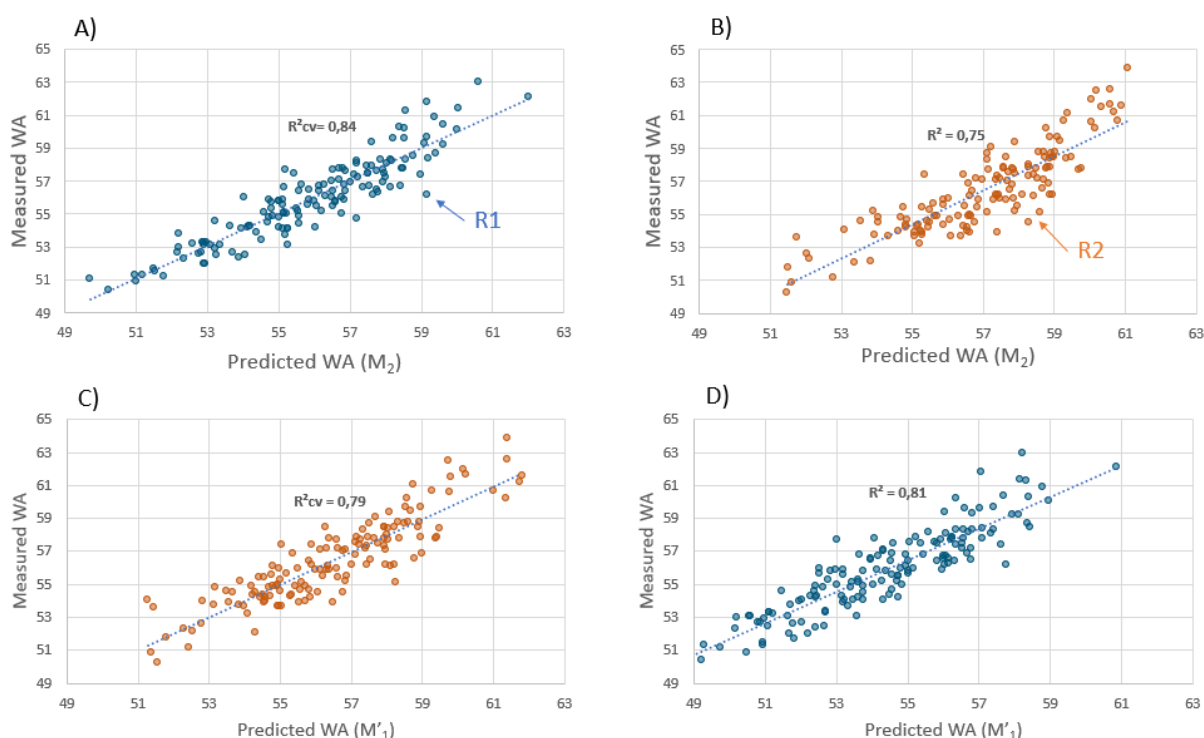


Figure 22 : Mesure de l'absorption d'eau (WA) en fonction de WA prédit. Les données de la première campagne de récolte (R1) sont indiquées en bleu et celles de la deuxième campagne de récolte (R2) sont indiquées en orange. A) K-fold-cross validation du modèle M_2 établi à partir des données de R1 ; B) Prédiction de R2 avec le modèle M_2 ; C) K-fold-cross validation du modèle M'_1 établi à partir des données de R2 ; D) Prédiction de R1 avec le modèle M'_1 .

2.3. DETERMINATION DU MODELE D'ABSORPTION D'EAU A PARTIR DE R1R2

L'analyse a montré que les modèles de prédiction de WA basés sur les échantillons de R1 et de R2 présentaient de grandes similitudes, confirmant que le modèle établi sur une année pouvait également prédire les résultats de l'autre. Pour compléter cette analyse, une modélisation de WA a été réalisée en incluant les échantillons des deux campagnes (R1R2), selon la même méthodologie. En tenant compte des données manquantes et aberrantes de R1, l'analyse a été effectuée sur un ensemble de 284 échantillons, dont les caractéristiques technologiques et de composition de ces farines sont décrites en Annexe 4. Le BIC test pour ces échantillons est disponible en Annexe 5. Les modèles retenus sont présentés sur le Tableau 3, notés « M'' ».

Sans surprise, les variables impliquées dans ces nouveaux modèles R1R2 concernent les protéines, l'amidon endommagé et les arabinoxylanes solubles, et sont un mélange de celles observées pour la prédiction de WA à partir de R1 et de R2. Prot se distingue à nouveau comme la variable la plus influente pour modéliser WA, suivi de près par SD. Le modèle M''₂, qui semble offrir le meilleur compromis entre nombre de variables et la performance (Figure 23), affiche un R² de 0,80, et est composé de Prot, SD, SS et WEAX.

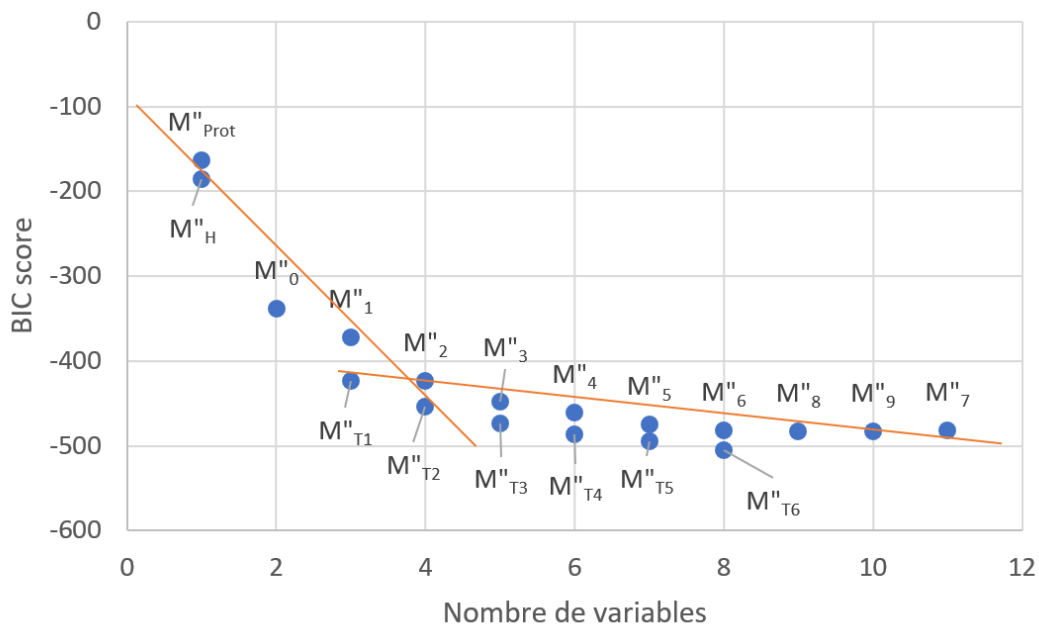


Figure 23 : BIC score en fonction du nombre de variables pour les modèles basés sur les deux campagnes de récolte (R1R2)

Cette nouvelle modélisation inclut donc les deux variables liées à l'amidon endommagé, comme avec la modélisation avec R1 seule, mais accorde davantage de poids à SD qu'à SS. Comme pour la modélisation basée avec R2 seule, c'est la variable WEAX qui est retenue, plutôt que SV.AX retenue dans les modèles avec R1. A noter que dans les modèles M''₅ à M''₉, la variable WEAX est remplacée par deux autres variables : SV.AX et IV.AX. Toutefois, ces modèles, bien que comprenant plus de variables par rapport aux modèles M''₁ à M''₄, ne présentent pas de performance significativement supérieure.

Ce nouveau modèle, qui tient compte des spécificités des deux campagnes de récolte, est plus précis et pourrait mieux prédire l'absorption d'eau d'un nouvel échantillon de farine, avec un nombre réduit de variables de composition. Les modèles proposés avec des variables technologiques pour R1R2, nommées « M''_T », ne se révèlent pas significativement plus prédictifs que les modèles basés uniquement sur la composition, comme c'était le cas avec les modèles étudiés pour R1. Cela pourrait à nouveau s'expliquer par les mesures d'amidon endommagé. Pour R2, la dureté apporte plus d'informations que SD dans les modèles techno/compo, mais n'apporte pas beaucoup plus d'informations lorsqu'elle remplace à la fois SD et SS, comme c'est le cas pour R1 et R1R2.

Tableau 3 : Résumé des modèles sélectionnés pour prédire la WA réalisés à partir des variables standardisées des 2 campagnes de récolte (R1R2). Les coefficients correspondants à ces variables sont indiqués pour chaque modèle, ainsi que les valeurs métriques statistiques de prédiction. Tous les termes des modèles sont statistiquement significatifs (valeur p<0,05).

	Protéines					Amidon endommagé		Arabinoxylanes				Lipides			Variables technologiques			Valeurs statistiques			
	Prot	UPP	GluT	GluS	Gli/GluT	Gli/GluS	SD	SS	WEAX	SV.AX	A/X.TOT	IV.AX	C16.TOT	C18.TOT	C182n6.TOT	Hardness	D.Gluten	W.Gluten	n*	R ²	BIC score
Modèles de composition																					
M ^{prot}	0.68																		1	0.46	-163.3
M ⁰	0.69					0.50													2	0.71	-338.4
M ¹	0.69					0.49		0.19											3	0.75	-371.7
M ²	0.61					0.33	0.28	0.27											4	0.80	-423.6
M ³				0.57		0.36	0.24	0.34											5	0.82	-447.7
M ⁴			0.68		0.32	0.31	0.28	0.30			-0.12								6	0.83	-460.2
M ⁵			0.66		0.30	0.34	0.30		0.39	-0.12	-0.18								7	0.84	-474.8
M ⁶	0.67				0.13	0.37	0.28		0.39	-0.13	-0.18			-0.10					8	0.85	-481.6
M ⁷		0.40		0.55	0.29	0.41	0.26		0.40	-0.10	-0.18		-0.15	-0.06	0.14				11	0.86	-481.9
M ⁸	0.67				0.13	0.36	0.30		0.39	-0.12	-0.18		-0.06	-0.09					9	0.85	-482.5
M ⁹		0.37		0.53	0.28	0.37	0.28		0.40	-0.10	-0.18		-0.18		0.17				10	0.85	-483.0
Modèles complets																					
M ^H																0.71			1	0.50	-185.9
M ^{T1}								0.40								0.61	0.48		3	0.79	-423.5
M ^{T2}						0.21		0.37								0.47	0.53		4	0.82	-453.6
M ^{T3}						0.17	0.20	0.41								0.35	0.53		5	0.83	-474
M ^{T4}						0.21	0.21		0.51		-0.25					0.35	0.49		6	0.84	-486
M ^{T5}						0.19	0.23		0.50	-0.10	-0.26					0.36	0.51		7	0.85	-494.8
M ^{T6}	0.31					0.21	0.24		0.44	-0.11	-0.23					0.28		0.25	8	0.86	-505.2

Prot : Protéines ; UPP : pourcentage de protéines polymériques non extractibles ; GluT : Gluténine totales ; GluS : Gluténines solubles ; Gli/GluT : Rapport Gliadines sur GluT ; Gli/GluS : Rapport Gliadines sur GluS ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ; SS : Amidon Soluble ; WEAX : Arabinoxylanes solubles ; SV.AX : Viscosité Spécifique des WEAX ; A/X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AXTOT ; IV.AX : Viscosité Intrinsèque des WEAX ; C16 : Acide palmitique C16 total ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; Hardness : Dureté ; D.Gluten : Gluten sec ; W.Gluten : Gluten humide.

*Nombre de variables incluses dans le modèle

En conclusion, l'analyse des données sur les deux campagnes de récolte a démontré qu'il était possible de modéliser l'absorption d'eau à partir de seulement quatre variables de composition. Nous avons ainsi montré que la quantité de protéines est la variable qui influence le plus l'absorption d'eau, en étant systématiquement la plus déterminante dans tous les modèles retenus. Ensuite, l'implication de l'amidon endommagé dans l'absorption d'eau a été confirmée, et les résultats indiquent qu'il est plus fiable d'avoir des mesures provenant de deux méthodes différentes pour le mesurer. Il est ainsi proposé, qu'en plus de la mesure classique par absorption d'iode au SD-matic (SD), d'inclure la mesure de l'amidon soluble (SS) déterminée sur l'extrait aqueux d'un MIA de farine. Cette dernière mesure est réalisée en même temps que la mesure des arabinoxylanes solubles, dont la teneur a également un impact significatif sur l'absorption d'eau. A noter que les variables relatives à l'amidon endommagé, SS et SD, n'ont pas eu le même impact d'une année à l'autre, avec SS plus prédictif pour R1 et SD pour R2.

Enfin, le Tableau 2 montre que les performances des modèles avec les deux campagnes combinés R1R2 ne sont pas nécessairement supérieures à celles des modèles établis uniquement avec R1 ou R2, ce qui suggère qu'une seule année de récolte, que ce soit R1 ou R2, possédait déjà une variabilité représentative des blés tendres cultivés en France.

3. PEUT-ON MESURER LES ARABINOXYLANES SOLUBLES DIRECTEMENT SUR GRAIN POUR PREDIRE L'ABSORPTION D'EAU DE LA FARINE ?

Les sections précédentes ont montré l'impact significatif des arabinoxylanes solubles sur l'absorption d'eau (WA) des farines. L'analyse des arabinoxylanes solubles a été réalisée sur farine blanche et l'évaluation de leur quantité directement sur grain entier, en évitant l'étape de mouture, pourrait faciliter l'utilisation de ce paramètre comme critère de qualité du blé.

Dans les grains, les arabinoxylanes solubles sont localisés exclusivement dans l'albumen amylicé, composant principal de la farine blanche. Par conséquent, il semble possible de les analyser directement à partir du grain de blé entier, leur quantité devant vraisemblablement être identique à celle de l'albumen. Les travaux de Török *et al.* (2019) tendent à confirmer cette hypothèse, montrant de bonnes corrélations entre la quantité d'arabinoxylanes solubles mesurée dans les farines complètes et celle mesurée dans les farines blanches ($R^2=0.81$ sur 41 échantillons et trois années de récoltes différentes).

Le même raisonnement ne peut s'appliquer à l'étude des arabinoxylanes totaux ou insolubles car ceux-ci sont présents non seulement dans l'albumen mais aussi en grande quantité dans les enveloppes externes du grain (cf chapitre I, section 1.4.1). Cependant, au vu de nos résultats concernant la prédiction de WA, l'intérêt d'étudier la variabilité naturelle des insolubles semble moins pertinente que celle des solubles. Se concentrer directement sur les grains pour obtenir des informations relatives aux AX solubles a donc été envisagé.

L'étude des arabinoxylanes directement sur grain présente également des avantages par rapport à l'analyse sur farine, notamment en termes de coût et de temps. En effet, l'étude des arabinoxylanes directement à partir des grains de blé permettrait d'éviter l'étape intermédiaire de fabrication des farines et ainsi accélérer l'obtention des variables biochimiques pour prédire WA.

Enfin, cette démarche présente également une dimension de recherche fondamentale importante : elle permet de vérifier si les arabinoxylanes solubles étudiés directement sur les grains entiers sont équivalents en quantité et qualité à ceux étudiés sur farine blanche, ou qu'ils présentent une relation linéaire comparable. Cette comparaison est cruciale pour valider la pertinence des résultats obtenus à partir des grains et pour assurer que les conclusions tirées sont directement applicables.

Dans le cadre du projet ANR, les grains de blé étaient à disposition des partenaires du projet.

3.1. MATERIELS ET METHODES : CARACTERISATION DES ARABINOXYLANES SUR GRAIN

3.1.1. PREPARATION DU MATERIEL

Cette expérience a été réalisée sur la 1^e campagne de récolte Evagrain R1 à partir des 150 lots de blés provenant des années de récoltes 2021 et 2022. Les grains sont préalablement broyés avec un broyeur à couteaux (IKA, Tube Mill 100 control) par lot de 10 g (4 fois 30 secondes, à 12000 rpm).

Un matériel insoluble à l'alcool (MIA) a été réalisé à partir de ce broyat afin de stabiliser le résidu selon le même protocole que pour les farines (cf section 3.3.1 du chapitre II Matériels et Méthodes).

3.1.2. ANALYSE DES POLYSACCHARIDES

Le dosage des oses neutres de la fraction soluble comporte les mêmes étapes d'extraction, d'hydrolyse acide, de dérivation chimique et d'analyse par chromatographie en phase gazeuse réalisées sur farines et décrites dans la section 3.3.1 du chapitre II Matériels et Méthodes. Ce dosage permet d'obtenir la quantité d'arabinoxylanes solubles, le rapport Arabinose sur Xylose des solubles ainsi que le glucose soluble à partir des grains broyés.

La caractérisation physicochimique des AX solubles par HPSEC-RALS-LALS est également la même que pour les farines et décrite dans la section 3.3.1 du chapitre II Matériels et Méthodes. Elle permet de mesurer ainsi la concentration, la viscosité intrinsèque et la viscosité spécifique des arabinoxylanes solubles provenant des grains broyés.

3.2. RESULTATS

3.2.1. COMPARAISON QUANTITATIVE DES ARABINOXYLANES SOLUBLES DU GRAIN ENTIER ET DE LA FARINE BLANCHE

La Figure 24 présente une comparaison des résultats entre les oses neutres constitutifs des arabinoxylanes solubles, mesurés à partir du grain et à partir de la farine. La corrélation entre les quantités de WEAX est faible ($R^2=0,36$), particulièrement pour les valeurs supérieures à 0,7 g/100g (Figure 24.A). En revanche, la relation entre les rapports arabinose sur xylose est nettement meilleure avec un R^2 de 0,73 (Figure 24.B). Le nuage de point est relativement compact, à l'exception de 3 points, sans lesquels le R^2 atteindrait 0,80. Ces points, vraiment à part, pourraient présenter des écarts de mesures provenant soit du grain soit de la farine.

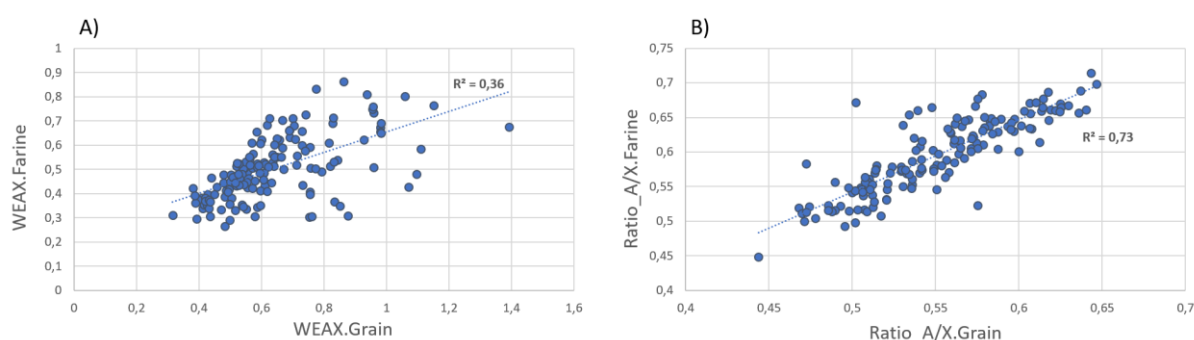


Figure 24 : Comparaison des résultats entre les oses neutres constitutifs des WEAX à partir des grains et à partir des farines. A) Comparaison des quantités de soluble WEAX ; B) comparaison du ratio Arabinose sur Xylose des solubles Ratio_A/X

La faible corrélation entre WEAX.Farine et WEAX.Grain pourrait s'expliquer par le broyage intensif des grains (broyage à couteau) pour leur analyse. De plus, ce broyage pourrait affecter les arabinoxylanes insolubles présents dans les grains, les rendant partiellement solubles conduisant ainsi à une surestimation des WEAX à partir des grains, comme le suggère la Figure 24.A. Il est intéressant de noter que le broyage semble avoir moins d'impact sur le rapport A/X des solubles mesurés sur grains, qui reste proche du résultat obtenu sur les farines. Cette observation pourrait s'expliquer par le fait que les mêmes structures d'AX sont extraites entre le grain et la farine et/ou par la corrélation généralement élevée entre le rapport A/X des solubles et celui des insolubles ($R^2=0,82$ sur la campagne de récolte R1).

En conséquence, bien que le rapport A/X puisse être déterminé à partir du grain, la faible corrélation entre les quantités de solubles mesurées dans le grain et celles mesurées dans la farine indique qu'il n'est pas possible de substituer l'analyse des solubles sur farine par celle sur grain broyé dans les conditions testées. Cette conclusion est d'autant plus pertinente que les résultats précédemment évoqués dans ce manuscrit soulignent davantage l'importance de quantifier les WEAX plutôt que de se concentrer sur le rapport A/X.WE.

3.2.2. COMPARAISON PHYSICO-CHIMIQUE DES ARABINOXYLANES SOLUBLES DU GRAIN ET DE LA FARINE

Les analyses physicochimiques de WEAX extraits à partir des grains broyés ont été effectuées pour un nombre limité d'échantillons en raison de contraintes de coût et de temps. Ainsi, 17 échantillons ont été sélectionnés sur la base des valeurs contrastées en WEAX. La Figure 25 illustre la comparaison des résultats physico-chimiques des solubles mesurés à partir du grain broyé et de la farine. La relation entre les viscosités intrinsèques des WEAX présente un R^2 de 0,56, tandis que celle entre les viscosités spécifiques des WEAX montre un meilleur résultat avec un R^2 de 0,68. Il semblerait que les informations au niveau physico-chimique soient mieux corrélées que les mesures quantitatives. D'ailleurs, le R^2 entre la concentration mesurée en HPSEC des solubles sur grain ($WEAX_{HPSEC}$) par rapport à $WEAX_{HPSEC}$ sur farine est de 0,43, légèrement supérieure à celui obtenu avec la méthode de dosage des AX par chromatographie en phase gazeuse. Dans le cas des mesures physico-chimiques, la viscosité intrinsèque des WEAX et la viscosité spécifique associée aux WEAX tendent à être plus faibles sur grains que sur farine. En supposant que la plus forte quantité de WEAX solubles mesurée sur grain est liée à une solubilisation partielle des AX insolubles, cette diminution de la viscosité intrinsèque et spécifique suggère que de courtes chaînes d'AX sont préférentiellement solubilisées.

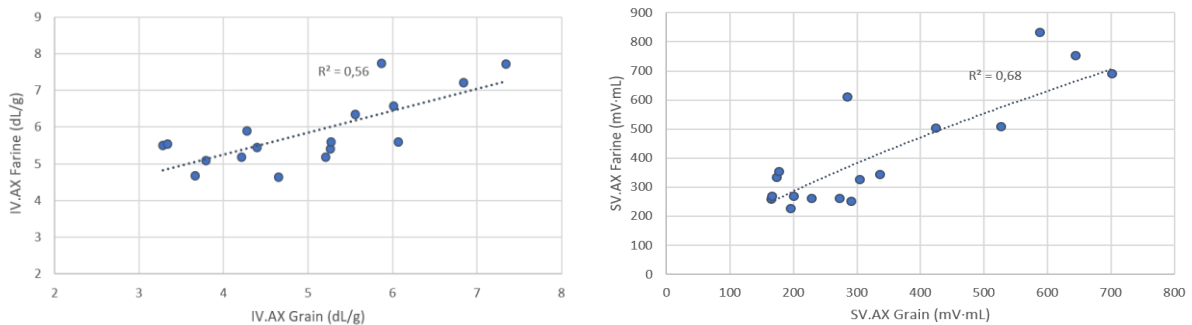


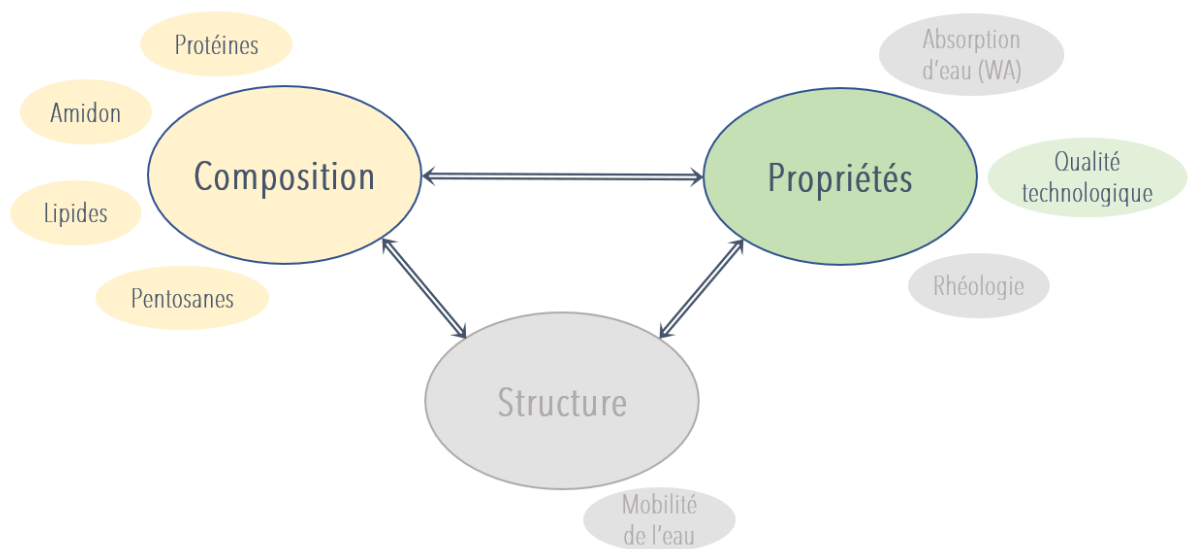
Figure 25 : Comparaison des résultats physico-chimiques (HPSEC-RALS-LALS) à partir des grains broyés ou à partir des farines. Comparaison des viscosités intrinsèques IV.AX à gauche et des viscosités spécifiques SV.AX à droite

3.3. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

En conclusion, les mesures des variables relatives aux arabinoxylanes solubles effectuées directement sur les grains ne montrent pas de corrélations exploitables pour évaluer les teneurs et les propriétés physico-chimiques des WEAX dans la farine blanche, à l'exception du rapport arabinose/xylose. Ce résultat contraste avec ceux Török *et al.* (2019), probablement en raison de leur utilisation de farines complètes obtenues à partir d'un moulin expérimental. Dans notre étude, le broyage au couteau pourrait avoir été trop intense, entraînant la rupture des chaînes d'AX insolubles et favorisant ainsi la solubilisation de chaînes d'AX à faible degré de polymérisation. Il serait donc pertinent d'entreprendre de nouveaux essais en explorant différents types de broyage, tout en veillant à maintenir une efficacité suffisante pour broyer finement l'albumen.

CHAPITRE IV :

EXPLORATION DE LA VARIABILITE NATURELLE DES COMPOSANTS MINEURS ET SON IMPACT SUR LE COMPORTEMENT DES PATES



Le chapitre précédent a démontré l'impact significatif des arabinoxylanes solubles sur l'absorption d'eau, soulignant ainsi leur importance en panification. Sachant que l'absorption d'eau est étroitement liée au comportement de la pâte, ce nouveau chapitre (proposition d'article soumis pour publication dans *Journal of Cereal Science*) explore l'impact indirect des arabinoxylanes solubles sur le comportement de la pâte. L'impact des composants minoritaires de la farine sur le comportement des pâtes est également évalué, indépendamment de leur effet sur l'absorption d'eau.

1. RESUME DE L'ARTICLE

Cet article examine les relations complexes entre les caractéristiques compositionnelles de la farine de blé et le comportement de la pâte. À partir d'un ensemble de données issues des 290 échantillons de blé du projet ANR Evagrain (récoltes 2020, 2021 et 2022), l'étude vise à identifier les facteurs clés influençant la qualité de la pâte au travers d'une approche statistique basée sur l'utilisation de régressions linéaires. Cette approche, similaire à celle présentée dans le chapitre précédent, intègre un processus de sélection de modèles fondé sur le *Bayesian Information Criterion* (BIC) et le *Variance Inflation Factor* (VIF), pour identifier les variables avec la plus grande significativité statistique parmi les critères étudiés et interprétables. Les critères de qualité de la pâte analysés incluent l'indice d'élasticité (Ie), la force boulangère (W), la ténacité (P)—tous trois relatifs aux mesures issues de l'alvéographe—ainsi que l'allongement de la pâte (DE), mesuré lors du test de panification.

Cette étude met particulièrement l'accent sur le rôle de l'ensemble des composants de la farine, qu'ils soient majoritaires tels que les protéines et l'amidon, ou minoritaires, tels que les lipides et les arabinoxylanes. L'impact sur l'absorption d'eau, mis en évidence précédemment (Chapitre III, (Rezette *et al.*, 2025)) de la teneur en protéines (Prot), de l'amidon endommagé mesuré par absorption d'iode (SD), de l'amidon soluble (SS) et de la viscosité intrinsèque des arabinoxylanes solubles (SV.AX), est également pris en compte, pour dissocier leur influence directe sur le comportement de la pâte, de celle indirecte *via* l'absorption d'eau.

L'analyse révèle que l'absorption d'eau influence significativement certains critères de qualité comme W et P, tandis que le et DE sont principalement déterminés par les variables liées aux protéines/gluten. Il apparaît également que les arabinoxylanes solubles affectent significativement tous les critères de qualité étudiés, et que les lipides affectent notablement W et DE. L'étude met également en évidence une dépendance significative entre l'indice d'élasticité (Ie) et l'allongement de la pâte (DE).

Enfin, cette étude souligne l'importance de prendre en compte la composition des farines de blé pour prédire le comportement de la pâte, surtout dans un contexte de changements climatiques et à face des exigences de qualité croissantes pour les produits de boulangerie.

2. ARTICLE

Do minor components of wheat flour influence the dough behaviour?

Final draft for submission in *Journal of Cereal Science*

Laura Rezette¹, Luc Saulnier¹, Marie-Hélène Morel³, Benoit Méléard⁴, Sophie Le Gall^{1,2}, Kamal Kansou¹

¹INRAE, UR 1268, Biopolymers, Interactions & Assemblies (BIA), F-44316 Nantes, France

²INRAE, PROBE Research Infrastructure, BIBS Facility, F-44316 Nantes, France

³UMR 1208 IATE, Univ Montpellier, INRAE, L'Institut-Agro Montpellier, F-34060 Montpellier, France

⁴ARVALIS - Institut du Végétal, 91720 Boigneville, France

Keywords

Wheat, technological quality, dough behaviour, alveograph, dough elongation, elasticity index, bread-making, lipids, arabinoxylans (AX), damaged starch, multi-factorial analysis.

Abstract

A number of quality criteria describe the dough behaviour of bread wheat, however their determinants and interpretation in the context of bread-making are still unclear. This study makes use of the characterisations of 290 wheat bread flour samples grown in France to address this issue using statistical modelling. The quality criteria include Elasticity Index (Ie), baking strength (W), tenacity (P), extensibility (L), and tenacity to extensibility ratio (P/L) and the Dough Elongation at shaping (DE), an additional measurement from the bread-making test. Characterisation of the wheat grain composition is rather exhaustive with measurements related to proteins, starch, lipids, and arabinoxylans. A model selection approach based on the Bayesian Information Criterion (BIC) and the Variance Inflation Factor (VIF) has been applied to identify determinants of the quality criteria, by taking in account their role in water absorption. Thus, water absorption influences significantly W and P, but not Ie and DE, which are more strongly determined by gluten-related variables. This study reveals that arabinoxylans influence all the quality criteria, while lipids have a significant effect on W and DE. Finally, our results reveal a significant dependency between Ie and the dough elongation in real bread-making conditions.

Abbreviations:

AX: Arabinoxylans

A/X.TOT: Arabinose on Xylose ratio from Total Arabinoxylans

AXTOT: Total Arabinoxylans

A/X.WE: Arabinose on Xylose ratio from Water-Extractable Arabinoxylans

A/X.TOT: Arabinose on Xylose ratio from Total Arabinoxylans

BIC: Bayesian Information Criterion

C16.TOT: Total palmitic acid C16 content

C18.TOT: Total stearic acid C18 content

C181n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content

C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content

C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content

C183n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C183n-3 content

CV%: Coefficient of Correlation

DE: Dough Elongation at shaping

IE: Elasticity Index

Gli: Gliadin content

GluS: Soluble Glutenin content

GluI: Insoluble Glutenin content

IV.AX: Intrinsic Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans

L: Extensibility

MOI: Model of Interest

P: Tenacity

Prot: Protein content

SS: Soluble Starch

SD: Damaged Starch measured with SD-Matic (iodine absorption)

SV.AX: Specific Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans

VIF: Variance Inflation Factor

W: Baking Strength

WA: Water Absorption

WAM: Predicted Water Absorption with Prot, SS, SD and SV.AX

WEAX: Water-Extractable Arabinoxylans

WUAX: Water-Unextractable Arabinoxylans

1. Introduction

Crop production is going through major transitions due to climate change and growing demand for organic, local or clean-label products (Feil & Stamp, 1993 ; Le Gouis *et al.*, 2020). These changes have led wheat producers to diversify cultivars and reduce soil inputs, impacting the quality of bread wheat grains for the milling and baking industries (Marion & Saulnier, 2020 ; Zahra *et al.*, 2023). Furthermore, the production conditions of the baking industries in Europe are also more constrained, which limit the use of additives to mitigate the impact of flour variability. This context demands a fine understanding of the wheat quality, particularly how grain and flour compositions can affect dough behaviour during the manufacturing process.

In many countries, at each harvest, a series of tests are conducted to characterise and evaluate the overall soft wheat grain and flour quality for the baking sector. Protein content is a primary factor of bread wheat quality worldwide, and other key wheat quality criteria include typically the Hagberg Falling Number (HFN), which indicates potential sprout damage, grain hardness, indicative of damaged starch content and particle size and specific weight, which informs on flour yield. Other popular quality criteria are outputs from instruments such as the Farinograph© (Brabender) and the Alveograph© (Chopin). The Farinograph provides widely used information about the flour water absorption (WA), The Alveograph measures the extension properties of the dough from a bubble inflation test (Dobraszcyk & Robert, 1994). Extensibility L, Tenacity P, Baking Strength W, and Elasticity Index Ie are criteria derived from the resulting curve. These criteria are commonly used in the baking industry to envision the dough behaviour at the manufacturing process and subsequently to make adjustments in term of product composition *ex ante*. In the French context, the bread-making test (NF-V03-716) is generally performed in addition to the available technological measurements. This test primarily relies on a sensory evaluation of physical criteria of the dough. The Bread Volume (BV) is a widely recognized quantitative quality indicator derived from this test. However, accurately predicting BV has proven challenging (Selga *et al.*, 2024). Consequently, it is worthwhile to explore other quality indicators from this test, particularly dough elongation or dough stretching during shaping (DE). DE can be quantitatively measured and has emerged as one of the most informative indicators of the bread-making evaluation in a previous work (Munch *et al.*, 2024).

The technological variables measured by the Alveograph provide valuable insights into how protein content, or more precisely the gluten network, influences dough behaviour (Popa *et al.*, 2009 ; Rasper *et al.*, 1986 ; Yousaf *et al.*, 2019). Preston *et al.* (1987) demonstrated that flours with a higher concentration of damaged starch have higher alveograph curves indicating firmer doughs but also narrower curves resulting in globally greatest areas with high W and P/L values. However, few studies

have detailed the influences of other flour constituents, especially minor ones such as lipids and arabinoxylans (AX). Although these minor components have been shown to influence bread quality (Marion & Saulnier, 2020) their role remains largely unexplored in this context. In a previous study, using multiple linear regression through a model selection procedure from a subset of 144 wheat samples, we highlighted the significant impact of the specific viscosity from water-extractable arabinoxylans on WA (Rezette *et al.*, 2025) along with other variables related to proteins and damaged starch. Since WA is known to affect dough behaviour (Preston *et al.*, 1987), it suggests that flour minor influence key parameters controlling the dough behaviour. It is still unclear if minor components could affect dough behaviour at their natural variation, and how significant their impact is in practice for monitoring the wheat harvest quality. In this article, we aim to test the hypothesis that minor flour components can significantly impact dough behaviour at least through their influence on water absorption, using the model found in our previous work.

Furthermore, the shaping operation contributes significantly to the final state of the dough. However, attempt to model this process have encountered challenges due to the complex viscoelastic behaviour of the dough (Della Valle *et al.*, 2014). Like the Bread Volume (BV), Dough Elongation at shaping (DE) have been measured in real bread-making conditions during the bread-making test. Both DE and BV serve as direct quality indicators, distinguishing them from technological variables. This is why it would be interesting to study DE and see what impact major and minor components have on it.

The objective of this study is to explore the relationships between wheat components and dough behaviour from the analysis of bread wheat grains, focusing on the impact of both major and minor flour components. To achieve this, 290 bread wheat samples harvested in 2020, 2021 and 2022 were analysed. These samples were characterised for their dough behaviour using alveograph parameters (W, P, L, P/L, Ie) and DE measured during the bread-making test. Additionally, the detailed composition of these samples, including proteins, starch, lipids and arabinoxylans, was also evaluated. A statistical method based on the selection of multiple linear regression models using the Bayesian Information Criterion score (BIC) and the Variance Inflation Factor (VIF) was used to identify key factors influencing the dough behaviour. The goal of this method is to provide a set of composition factors most susceptible to explain the variability of the dough behaviour in relation with wheat grain quality.

2. Materials and methods

2.1. PLANT MATERIAL

Two hundred and ninety (290) samples harvested over three years (2020, 2021 and 2022), corresponding to 99 cultivars of *T.aestivum* wheat and involving 39 growing locations across France were supplied by Arvalis, Limagrain and Axiane Meunerie. Of the 290 samples, 150 collected in 2020 and in 2021 have been already described in Rezette *et al.* (2025). Each sample is at first classified according to its usage: Among the wheat samples, 191 were classified for bread-making application (WBM), 17 for biscuit applications (WB), 63 as improver for bread-making application (WI), and 19 for other usages (WOU).

The grains were milled into white flour with an experimental mill (MCKA, Bülher, Switzerland) in batches of 10 kg before being stored for 20 days at room temperature and frozen at -20°C until analysis.

2.2. FLOUR AND DOUGH CHARACTERISATION

A wide range of grain, flour and dough analyses were performed on the collection to characterised the wheat quality, and all data are available on a data paper (Munch *et al.*, 2025, submitted).

The *technological variables* encompassed the flour water absorption (WA) measured by the Mixolab (Chopin Technologies, France; ISO 5530-1:1997), the Alveograph parameters Tenacity (P), Extensibility (L), Tenacity to Extensibility ratio (P/L), Work (W) and Elasticity Index (Ie) (Chopin Technologies, France; NF EN ISO 27971). The *bread quality variables* encompassed the bread volume (BV) and Dough elongation at shaping (DE). The BV is directly measure during the Baking test (NF-V03-716), while DE is evaluated according to a rating grid comprising 7 levels during the bread-making test; however, in this study it was quantitatively measured as the dough's length in centimetres after shaping. This work focuses exclusively on the analysis of DE, while the sensory data is analysed elsewhere (Munch *et al.*, 2024).

Flour classical characterisation were made including the Damaged Starch (SD) measured by SDmatic (Chopin, France, ISO 17715 :2015)

Advanced characterisation of flour composition was also carried out according to methods described in detail by Rezette *et al.* (2025) and Munch *et al.* (2025, submitted). The *composition variables*, in addition to SD, were constituted of the following measurements.

For polysaccharide characterization, Total Arabinoxylan content (TOTAX), Water-Extractable Arabinoxylan content (WEAX), Arabinose to Xylose ratio for total Arabinoxylans (A/X.TOT), Arabinose to

Xylose ratio for Water-Extractable Arabinoxylans (A/X.WE), and Soluble Starch (SS) were measured. These measurements were conducted following acid hydrolysis and acetate alditol conversion, with quantification of individual neutral oses by GLC based on the method of Englyst & Cummings (1988). For each of these variables, the average of three replicates was determined per sample. The specific Viscosity of water-extractable Arabinoxylans (SV.AX) and the Intrinsic Viscosity of the water-extractable Arabinoxylans (IV.AX), representing the physico-chemical traits of the soluble fraction, were measured by HPSEC-RALS-LALS as described by Dervilly *et al.* (2000). To ensure repeatability of HPSEC measurements, a reference sample was analysed 4-5 times, confirming a coefficient of variation (CV) of less than 5%.

Flour protein composition was determined from the high-performance size exclusion chromatography (HPLC Alliance, Waters) analysis of two sequential extractions as described in Morel *et al.*, (2000) and Rezette *et al.* (2025). The chromatogram of the first extract was divided into five fractions of decreasing molecular weight ranges. Fraction F1 and F2 were assigned to the Soluble Glutenin content (GluS), while F3 and F4 were assigned to gamma, beta and alpha Gliadin content (Gli). The total area of the second extract chromatogram allowed to obtain the Insoluble glutenin content (GluI). Due to the large number of samples and the time required for analysis, single analyses were performed. To ensure repeatability and reliability, 10 samples picked at random were repeatedly analysed 3 to 4 times confirming that the measurements had a coefficient of variation (CV) of less than 5%.

Finally, for lipid characterization, total palmitic acid C16 content (C16.TOT), total stearic acid C18 content (C18.TOT), total vaccenic acid C18:1n-7 content C18:1n-7 (C181n7.TOT), total oleic acid C18:1n-9 content (C181n9.TOT), total linoleic acid C18:2n-6 content (C182n6.TOT) and total alpha-linolenic acid C183n-3 content (C183n3.TOT) were measured after acid hydrolysis and transmethylation with quantification of fatty acids by GLC based on Welch (1977) method. For each of these variables, the average of three replicates was determined per sample.

All contents are expressed in g per 100g of flour (wb). Units are given in S1.

2.3. DATA TREATMENT FOR ALVEOGRAPH VARIABLES AND QUALITY INDICATORS PREDICTION

Out of the initial 290 wheat samples, eight were excluded of the modelling due to missing data or values, resulting in a total of 282 samples for the analysis.

For this analysis, the variables to explain are *the technological variables* from Alveograph measurements and *the bread quality variables* (DE and BV), and the explanatory variables are *the composition variables*.

A model previously made on 144 wheat samples to predict WA (Rezette *et al.*, 2025) was used in this study. This model was made of 4 composition variables, Prot, SS, SD and SV-AX, and the predicted variable, denoted WAM, was integrated in the analysis rather than WA, to take in account the relative effect of the water absorption explained by the wheat composition. WAM isolate then the contribution of these specific composition variables and highlights their effect through water absorption. WAM values were computed as follows:

$$WAM = 0.99 * Prot + 0.96 * SS + 0.27 * SD + 5.8 * 10^{-3} * SV.AX + 36.3 \quad (1)$$

With Prot and SS in g/100g, SD in UCDc and SV.AX in mV·mL.

The model selection procedure described in Rezette *et al.* (2025) was used. This procedure consisted in selecting the regression model that obtains the best trade-off between a minimum number of variables and the best predictive performance. This procedure relies on two statistics: the Bayesian information Criterion (BIC) test to select the most effective model for a given number of variables, and the Variance Inflection Factor (VIF) to exclude models with highly correlated explanatory variables. In this study, the procedure has been adapted to favour regression models that capture highly significant relative effects of explanatory variables, which is why a p-value threshold of less than 0.001 was chosen. In practice, models with higher BIC scores, although potentially more predictive, tend to be complex with our dataset, involving many statistically significant variables that are challenging to interpret. Conversely, model with lower BIC scores, while possibly less predictive, are generally simpler and feature fewer variables, making them more robust and easier to interpret. In addition, the robustness of a variable is also indicated by its frequency of occurrence across the different models proposed by the BIC test. In that respect, to favour interpretability and robustness over pure predictive performance, a model with fewer variables is sometimes preferred over one with a best BIC score. The model that offers the best compromise between performance and interpretability is labelled a Model Of Interest (MOI), adhering to Occam's razor, which favours simplicity and minimal complexity.

Statistical analyses were performed with R v4.1.3. The Bayesian information Criterion (BIC) test was assessed using the *regsubset* function from the *leap* R package and the Variance Inflection Factor (VIF) was calculated using the *vif* function from the *car* R package.

The predictive performance was assessed with a repeated K-fold cross validation with the same procedure as described in Rezette *et al.* (2025) with 10-fold cross validation and 3 repetitions to obtain the R^2_{cv} .

3. Results

3.1. SAMPLING VARIABILITY

The dataset ranges of values for the composition variables are summarized in Supplementary data S1 and for the quality criteria in Table 1.

Table 1. Summary of dough behaviour characteristics from the 282 samples

	WA	P	L	P/L	le	W	DE	BV
Unit	%	mm	mm	/	%	10 ⁻⁴ J	cm	cm
Min-Max	50.3 – 63.9	22 – 143	41 – 181	0.13 – 2.75	25 – 73	67 – 546	20 – 44	940 – 2080
Mean	56.2	74	99	0.84	54	234	30	1640
CV (%)	4.6	28.5	28.5	50.1	15.8	37.6	12.8	13.8

WA: Water Absorption; P: Tenacity, L: Extensibility, P/L: Tenacity to extensibility ratio P/L, W: Bakery strength, le: Elasticity index, DE: Dough Elongation at shaping; BV: Bread Volume

The min-max ranges for tenacity P (22 -143 mm) and for the tenacity to extensibility ration P/L (0.13 – 2.74) are lower and narrower than the ones reported in Yousaf *et al.* (2019) (54 – 218 mm and 0.55 – 5.45 respectively for 36 samples) but align closely with the ranges obtained by Jødal & Larsen, (2021) (26 – 110 mm for P and 0.15 – 2.28 for P/L), on 532 Alveograph curves from different flour qualities and/or dough compositions. The range for extensibility L (41 – 181 mm) is close to the values reported in Yousaf *et al.* (2019) (34 – 190 mm) and in Jødal & Larsen (2021) (29 – 207 mm). Finally the min-max ranges for the elasticity index le (20 – 73%) and the baking strength W (67 – 546 .10⁻⁴J) are rather large compared to those reported in Jødal & Larsen (2021) (31.1 – 61.5% and 62 – 352.10⁻⁴J respectively) and in Yousaf *et al.* (2019) results (42 – 77 and 93 – 437 .10⁻⁴J respectively). The CV of le (15.8%) is much lower than that of P/L (50%), as observed by (Kitissou, 1995). CV of le is also much lower than that of P and L (28.5% for both) or W (37.8%), but in the same range as DE (12.8%). To our knowledge, values for DE have never been reported in the domain literature. The range for WA (50.3 – 63.9 %) is lower compared with the one reported by Sapirstein *et al.*(2018) (53.9 – 65.5 % for 78 samples). Given that P is generally affected by the water absorption (Preston *et al.*, 1987) the low values of P in our dataset is consistent with the rather low values of WA.

As indicated earlier, wheat samples are classified according to their usage. Fig.1 exhibit the distribution of the 282 samples on a PCA graph made on the same variables presented on Table 1. As it can be seen, wheats for biscuit applications (WB) typically exhibit lower values in WA, P, W and P/L and higher values in DE. In contrast, wheat “improvers” (WI) generally show lower DE values and higher values in W, IE and WA. Among these technological variables and quality indicators, L is the least effective in

distinguishing between wheat sample types. While L is generally associated to the dough extensibility, Fig.1 does not reflect any relationship between L and DE.

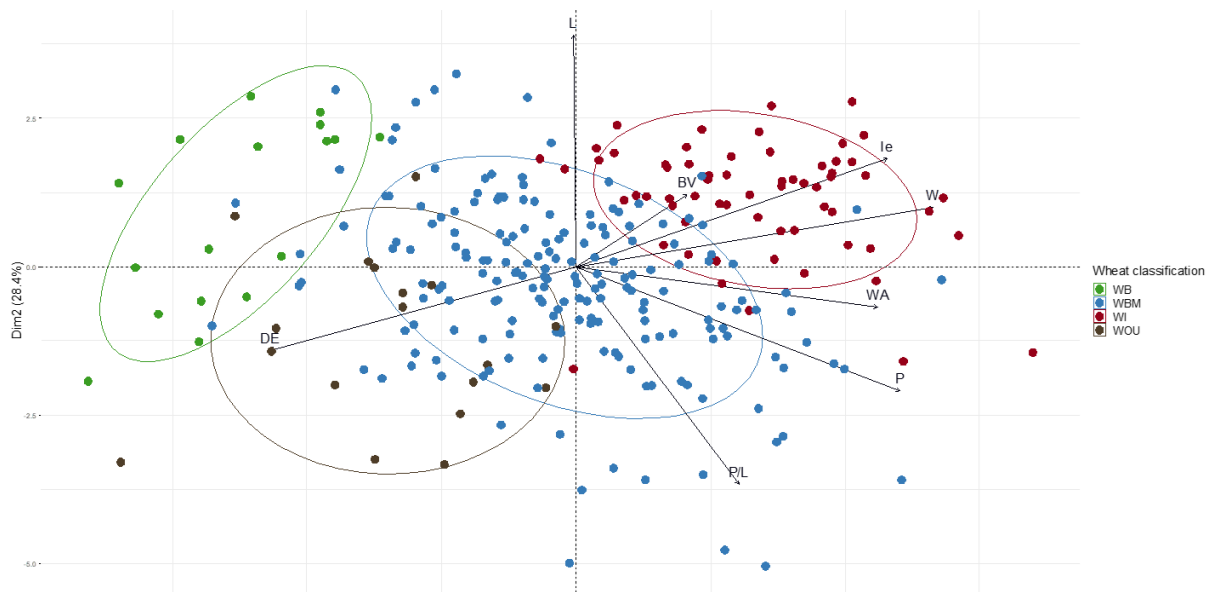


Fig. 1. Principal Component Analysis (PCA) made on the six technological variables and two quality indicators from 282 samples and coloured by classification.

WB: Wheat for Biscuit applications; WBM: Wheat for Bread-Making applications; WI: Wheat used as Improvers for bread-making; WOU: Wheat for Other Usages

WA: Water Absorption; P: Tenacity; L: Extensibility; P/L: Tenacity to extensibility ratio P/L; W: Bakery strength; Ie: Elasticity index; DE: Dough Elongation at shaping; BV: Bread Volume

3.2. WHEAT DETERMINANTS OF THE DOUGH BEHAVIOUR

3.2.1. Exploring correlations in the dataset

A clustermap obtained from the correlation matrix with all variables of the dataset is provided in the supplementary data (S2). Given the size of the dataset, even a weak correlation of $r=0.20$ is highly significant ($p\text{-value} < 0.001$).

The cluster (a) on the right of the map contains WA and WAM with related variables (e.g. SS, Prot) as well as alveograph variables (except for L and P/L). P and W are highly correlated with WA ($r=0.76$ and 0.75 respectively), confirming literature data (Jødal & Larsen, 2021 ; Konopka *et al.*, 2004 ; Preston *et al.*, 1987), while Ie is more closely correlated with proteins-related variables: Prot, Gli and Glul. The Insoluble Glutenin content (Glul) correlates with W ($r=0.85$), Ie ($r=0.87$), and to a lesser extent with P ($r=0.50$). Protein content (Prot) and Gliadin content (Gli) correlate well with W ($r=0.81$ and 0.74 respectively) and Ie ($r=0.78$ and 0.69 respectively). The overall correlations between proteins and alveograph variables were expected, considering previous investigations (Baudouin, 2023 ; Branlard *et al.*, 2008 ; Jødal & Larsen, 2021 ; Kitissou, 1995 ; Konopka *et al.*, 2004 ; Popa *et al.*, 2009 ; Rasper *et al.*, 1986 ; Yousaf *et al.*, 2019). However, damaged starch also exhibit correlations with the alveograph

criteria: P correlated with SD ($r=0.51$) and with soluble starch (SS) ($r=0.49$), confirming previous observations about the influence of damaged starch on alveograph curves (Dexter *et al.*, 1994). Interestingly, Dough elongation (DE) is strongly correlated with Ie ($r=-0.86$) and in a lesser extent to W ($r=0.77$). DE also shows strong correlations with protein-related variables, such as Prot ($r=-0.64$) and Glul ($r=-0.79$).

The second cluster (b) includes three subgroups of correlated variables with all lipid-related variables except C18.TOT, two arabinoxylan-related variables A/X.WE and A/X.TOT, and L and GluS. A part from GluS ($r=0.6$), L appears to be much less related to the composition variables than the other alveograph criteria previously cited.

The third cluster (c) encompasses variables which are on average less correlated to each other or present various correlation profiles, such as BV, P/L, SD, IV.AX and C18.TOT.

Concerning arabinoxylans, no significant correlation is observed with technological variables or the other quality indicators investigated. However, lipids in general, and in particular the total lineoleic acid C18:2n-6 content (C18:2n-6.TOT) are correlated with both W ($r=0.52$) and Ie ($r=0.53$); unfortunately this group of variable is also correlated with Prot ($r=0.61$ with C18:2n-6.TOT) which likely hinders the analysis of their relative effect on the dough behaviour.

Finally, WAM also shows correlations with dough variables, especially with P ($R=0.73$) and W ($R=0.76$) and to a lesser extent with DE ($R=-0.47$) and Ie ($R=0.50$). As WAM is modelled by Prot, SS, SD and SV.AX, this result shows the indirect impact of these four composition variables on the same dough behaviour variables through their effect on flour water absorption.

The correlations matrix highlights that the composition data exhibit significant multicollinearity. For this reason, it was decided to take this aspect into account when selecting the regression models.

3.2.2. Identifying significant variables impacting dough behaviour by multiple linear regression

Multiple linear regression was employed to identify the significant determinants of dough behaviour variables: I_e , W , P , and DE amongst a set of wheat composition variables: proteins (Prot, Glul, GluS, Gli), damaged starch (SD, SS), arabinoxylans (WEAX, AXTOT, A/X.WE, A/X.TOT, SV.AX, IV.AX), lipids (C16.TOT, C18.TOT, C181n1n7.TOT, C181n9.TOT, C182n6.TOT, C183n3.TOT). In addition, to capture the relative effects of Prot, SS, SD, and SV.AX on water absorption, a modeled WA (WAM), computed from Eq.1, has been used as an explanatory variable. The model selection was first based on the BIC score and further refined using the VIF to exclude the models with collinear terms (S3). The candidate models of each quality criterion are presented in table 2. The variables are standardised, allowing the coefficients to reflect the relative importance of each variable on the response variable.

Modelling results for L and for P/L being particularly poor ($R^2 < 0.5$), they are not reported in Table 2 but results are available in S4. Results for BV are even worse and are not shown at all. Table2.A, 2.B, 2.C and 2D report in first rows, the best simple linear regression models for the I_e , W , P and DE respectively, which is given by the highest linear correlation coefficient (S2): Glul for I_e (M- $I_{e_{Glul}}$), W (M- W_{Glul}) and DE (M- DE_{Glul}), and WAM for P (M- P_{WAM}). Coefficients and statistics of the other selected models are then listed according to the BIC score, from the simplest models to the most complexed models. The Model Of Interest (MOI), that presents the best trade-off between prediction performance and interpretability is highlighted in grey.

For I_e (Table2.A), the MOI is M- I_{e_3} , with a R^2_{CV} of 0.81, composed of four variables. Regarding the standardized coefficients, by order of importance, M- I_{e_3} is composed of one variable related to proteins (Glul), two related to damaged starch (SD and SS), and one related to arabinoxylans (A/X.TOT). The amount of Insoluble Glutenin (Glul) remains the primary compositional characteristic impacting I_e variation, which confirms previous findings of Baudouin, (2023). However, damaged starch also plays a significant role. There is a balance between SD and SS, as they have opposite signs, but SD has almost twice the impact of SS and taking globally, damaged starch impact is then negative. This confirms Kitissou, (1995) statements that excessive starch damages leads to a reduction in the dough's elastic strength.

For W (Table2.B), the MOI (M- W_3) with a R^2_{CV} of 0.80, was composed of three explanatory variables: one related to proteins composition (Glul), one related to lipids (C18.TOT), and WAM. Similar to I_e , Glul is the most important variable for predicting W . However, unlike for I_e , damaged starch variables have a significant positive impact on W alongside Prot, and SV.AX due to their role in water absorption (as shown by WAM in M- W_3). This confirms the observations of Preston *et al.* (1987) regarding the influence of damaged starch on W .

For P (Table2.C), the MOI (M-P₂) with a R²_{CV} of 0.64, was composed of three explanatory variables, including WAM, whose relative effect is particularly high as reflected by the high coefficient in absolute terms (0.85) compared to other variables (less than 0.33). WAM appears to be the most influencing variable on P, followed by a protein-related variable (GluS) and then an arabinoxylan-related variable (AXTOT), confirming results from the literature (Álava *et al.*, 2007 ; Branlard *et al.*, 2008 ; Preston *et al.*, 1987).

For DE (Table2.D), the MOI (M-DE₅) reaches a R²_{CV} of 0.68 and was composed of five variables. By order of importance there is two variables related to protein composition (GluI and GluS), two related to lipids (C18.TOT and C181n9.TOT) and one related to arabinoxylans (IV.AX).

Table 2. Summary of models retained after: Bayesian Information Criterion (BIC) and Variance Inflection Factor (VIF) tests for A) Ie, B) W, C) P and D) DE. Variables were standardised for each linear regression model and their corresponding coefficients are indicated. Terms in the models considered not significant (p -value ≥ 0.001) are in italic. Grey-shaded models are the Models Of Interest (MOI). The BIC score indicated is the difference between the BIC from the model and the BIC from the control.

A)	Proteins variables		Damaged starch variables		Arabinoxylans variable	Statistical metric values		
	Glul		SD	SS	A/X.TOT	n*	R ² cv	BIC score
M-Ie _{Glul}	0.87					1	0.74	-379.7
M-Ie ₁	0.88		-0.20			2	0.78	-423.1
M-Ie ₂	0.85		-0.29	0.17		3	0.80	-444.3
M-Ie ₃	0.83		-0.25	0.14	0.10	4	0.81	-451.6

B)	Proteins variables		Damage starch variables		Arabinoxylans variables			Lipids variables			Predicted variable	Statistical metric values		
	Glul	Gli	SD	SS	IV.AX	SV.AX	WEAX	C18.TOT	C181n9.TOT	C182n6.TOT	WAM	n*	R ² cv	BIC score
M-W _{Glul}	0.85											1	0.72	-353.3
M-W ₁	0.63										0.34	2	0.78	-420.3
M-W ₂	0.54	<i>0.13</i>			<i>-0.11</i>	<i>0.11</i>		<i>-0.09</i>	<i>-0.10</i>	<i>0.09</i>	0.31	8	0.81	-436.8
M-W ₃	0.64							-0.14			0.38	3	0.80	-439.1
M-W ₄	0.63	0.29	0.15	<i>0.09</i>	<i>-0.11</i>	0.22		-0.14				7	0.81	-439.8
M-W ₅	0.55	<i>0.13</i>			<i>-0.08</i>	<i>0.10</i>		-0.13			0.32	6	0.81	-442.3
M-W ₆	0.57	<i>0.13</i>						-0.12			0.33	4	0.81	-444.1
M-W ₇	0.56	0.18					<i>0.08</i>	-0.13			0.29	5	0.81	-445.8

C)	Proteins variable	Arabinoxylans variables		Predicted variable	Statistical metric values		
	Glus	AXTOT		WAM	n*	R ² cv	BIC score
M-P _{WAM}				0.73	1	0.53	-206.8
M-P ₁	-0.34			0.86	2	0.63	-267.2
M-P ₂	-0.33	0.13		0.85	3	0.64	-274.1

D)	Proteins variables		Arabinoxylans variables		Lipids variables		Statistical metric values		
	Glul	Glus	IV.AX	WEAX	C18.TOT	C181n9.TOT	n*	R ² cv	BIC score
M-DE _{Glul}	-0.79						1	0.62	-263.6
M-DE ₁	-0.85				0.20		2	0.65	-287.9
M-DE ₂	-0.82				0.22	-0.13	3	0.66	-294.5
M-DE ₃	-0.86	0.16	0.17		0.18		4	0.67	-301.3
M-DE ₄	-0.84	0.18	0.16	<i>-0.07</i>	0.22	-0.13	6	0.69	-306.0
M-DE ₅	-0.85	0.18	0.14		0.21	-0.13	5	0.68	-307.6

*number of variables included in the model.
 Glul: Insoluble Glutenin content, Glus: Soluble Glutenin Content; Gli Gliadin content; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; SS: Soluble Starch; A/X.TOT: Arabinose on Xylose ratio from Total Arabinoxylan content; IV.AX: Intrinsic viscosity of arabinoxylans; SV.AX: Specific viscosity of arabinoxylans; WEAX: Water-Extractable Arabinoxylans; AXTOT: Total Arabinoxylan content; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; WAM: Predicted Water Absorption with total protein content (Prot), SS, SD and Specific Viscosity of Arabinoxylans (SV.AX); Ie: Elasticity Index; W: Baking Strength; P: Tenacity; DE: Dough Elongation at shaping.

4. DISCUSSION

Fig. 2 summarises all the models retained and presented in the results from Table 2 that have been successfully modelled by the composition variables. Technological variables are indicated in blue, while each type of composition variable is shaded in a distinct colour: red for proteins, yellow for damaged starch and green for minor components (lipids in light green and arabinoxylans in dark green).

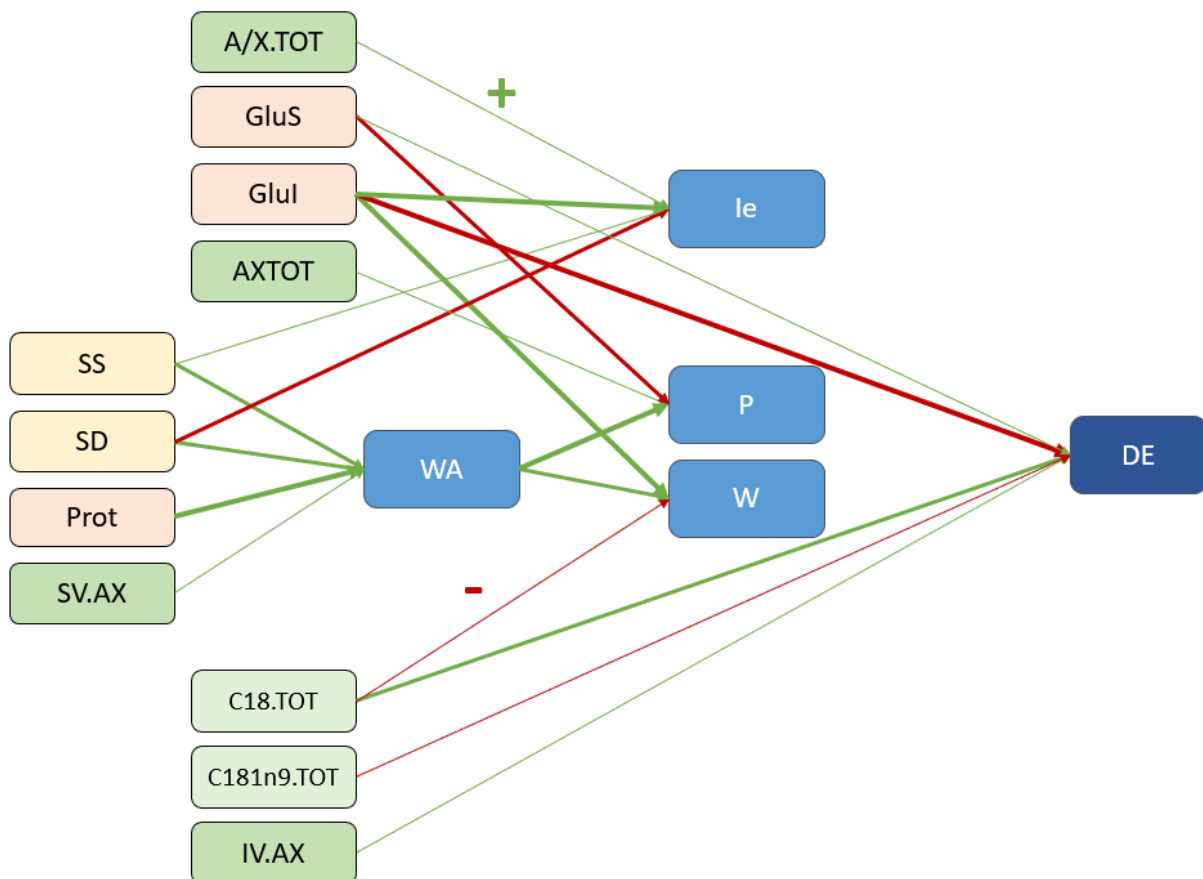


Fig. 2. Summary of flour composition impact on dough behaviour parameters (*le*, *P*, *W* and *DE*) accounting their effect through Water Absorption (*WA*). Green and red arrows are for positive and negative effects respectively. The greater the width of the arrow, the stronger the relationship.

In red, Prot: Protein content; GluI: Insoluble Glutenin content, GluS: Soluble Glutenin Content;
 In yellow, SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption;
 In green, AXTOT: Total arabinoxylan content; A/X.TOT: Arabinose on Xylose ratio from AXTOT; IV.AX: Intrinsic viscosity of arabinoxylans;
 SV.AX: Specific viscosity of arabinoxylans; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C181n9.TOT Total oleic acid C18:1n-9 content;
 In light blue, the technological variables, WA: Water Absorption; *le*: Elasticity Index; W: Baking Strength; P: Tenacity;
 In dark blue, the quality indicator DE: Dough Elongation at shaping.

Gluten /Protein impact

According to (Kitissou, 1995), l_e is measured when the resistance to deformation is a function of the internal bonding forces of the components of the dough bubble membrane during inflation in the alveograph. This could explain why among all the dough behaviour variables, l_e is the best predicted by composition variables, reflecting the potential variations in the intensity of their interactions. l_e is primarily modelled by the insoluble glutenin content (GluI), and it is well known that this component is primarily responsible for the dough's elasticity, due to their ability to connect the proteins within the gluten network through disulphide bridges (Belton, 2012). Dough behaviour in real condition, i.e. at optimal hydration during the French bread-making test, was evaluated through the Dough Elongation at shaping (DE). Like l_e , DE is also mainly explained by GluI. The modelling of DE appears to mirror that of l_e , both being described by the same kind of protein-related variables, but with opposite effects: while GluI negatively impact DE, it positively affects l_e . W is also greatly explained by GluI, and P is the only one of the four dough behaviour variables not primarily impacted by proteins. Additionally, unlike other technological variables and quality indicators, P is more impacted by soluble glutenin (GluS) rather than insoluble ones. Only DE is also slightly impacted by GluS.

Proteins that form the gluten network, represented here by GluI and GluS, undoubtedly have a strong impact on the quality criteria for dough behaviour, and these impacts are counted in addition to those of proteins on WA for W and P.

Water absorption impact

It should be noted that Water Absorption (WA) is quite central to the various interactions between the variables. In modelling the dough behaviour parameters, WAM, modelled by Soluble Starch (SS), Damaged Starch measured by iodine absorption (SD), Protein content (Prot) and Specific Viscosity from water-extractable Arabinoxylans (SV.AX), was taken along the composition variables to reflect the impact of these four parameters on WA. Among all the Alveograph output variables, P is highly dependent on WAM, and W shows a moderate dependency. Since WA is measured with the farinograph at constant consistency, it is not so surprising that this value should reflect in some way the firmness and consistency of a dough, which W and P seek to measure.

As significant effect of WAM in modelling P and W captures the contribution of Prot, SS, SD and SV.AX on the dough behaviour via the flour water absorption, it can be inferred that Water-Extractable Arabinoxylans (WEAX) in addition to damaged starch and proteins, influence the dough behaviour. The impact of proteins and water absorption due to increasing level of damaged starch and bran

(arabinoxylans) on P, has already been mentioned in the literature (Álava *et al.*, 2007 ; Branlard *et al.*, 2008 ; Preston *et al.*, 1987).

Contrary to other alveograph variables, Ie is not modelled by WAM. Even when WAM is replaced by WA in the analysis (data not shown), water absorption is never identified as a factor explaining Ie. This indicates that Ie remains relatively stable as hydration levels increase and is relatively independent of WA, making it a fairly unique Alveograph variables. DE, like Ie, is not impacted by WAM.

Competition for water

Unlike the optimal hydration conditions of the bread-making test, alveograph measurements are conducted under under-hydrated conditions, specifically at 50% hydration. Consequently, a significant competition for water among the components is likely to occur in the first case for alveograph variables, and should be less pronounced or absent under the bread-making test conditions, where DE and BV are measured.

SS and SD, two variables reflecting the damaged starch, have opposing impact on Ie: SS exert a negative effect while SD exert a positive one. It is important to note that damaged starch is always determined through indirect measurement, and a previous work has shown that both SS and SD influence positively the water absorption, with both being necessary to accurately predict it (Rezette *et al.*, 2025). In this present study, it appears that both variables are also essential for providing the best approximation of the damaged starch role in Ie prediction. Looking at their standardized coefficients, SD has a more pronounced impact than SS, indicating that, overall, damaged starch negatively influences Ie, whereas Glul has a positive effect. Since WA (or WAM) seems to have no impact on IE, this suggests that damaged starch and Glul compete for water, impacting the gluten network formation. Contrary to previous assumptions (Kitissou, 1995), the role of damaged starch in this context appears distinct from a simple water absorption effect. Despite their similarities from a protein perspective, unlike Ie, DE is not affected by damaged starch, suggesting that competition for water is less significant under optimal hydration conditions.

Minor components impact outside WA

The present work indicates that, total arabinoxylan content (AXTOT) exerts a small but significant direct effect on P, in addition to the influence of specific viscosity from water-extractable arabinoxylans (SV.AX) via WAM. Given the strong correlation between AXTOT and Water-Unextractable Arabinoxylans (WUAX), this observed effect is likely attributable to WUAX, as demonstrated by Garófalo *et al.* (2011). This suggests that these minor components contribute to dough tenacity, supporting previous works on fibres (Bonnand-Ducasse *et al.*, 2010 ; Gómez *et al.*, 2003), though the precise mechanisms involved remain unclear.

By looking at the lipids, total stearic content C18.TOT appears to impact both W and DE in opposing ways: while it negatively impacts W, it positively impacts DE. The impact on W is minimal compared with the other variables, but for DE, this impact is certainly not negligible, as it even second GluI. The significant impact of C18.TOT could be attributed to the modification of the gluten disulphide bridges by lipids that oxidize during the mixing with air incorporation, leading to changes in the cross-linking of the gluten network (Nishiyama & Kuninori, 1987). This alteration would likely affect the viscoelastic properties of gluten, consequently influencing dough behaviour. By modifying the gluten network, C18.TOT may generally soften the dough, with a loss of strength but a gain in elongation. The negative contribution of C18n9.TOT to model DE may suggest, however, a balance between fatty acids. Unlike DE, le is not impacted by lipids, which suggests that the under-hydration conditions for le prevent lipids from exerting their influence. Additionally, it indicates that lipids have a more substantial role on dough behaviour during resting and shaping (indicated by DE measurement) where there is time for reactions such as oxidation, than during stretching (indicated by le measurement).

Modelling DE through alveograph variables

Even if some differences have been highlighted between le and DE modelling, they present great similarities (i.e. mainly influenced by GluI and not by WAM). Given that, new BIC and VIF tests, as already done for previous modelling, were conducted to determine whether DE can be explained by le or even alveograph variables (S4). The resulting MOI, named MA-DE₄ (table 3.A) shows that DE can be well explained by le, and in a lesser extent by P, both with a negative sign, and in addition to lipid-related variables (C18.TOT, C18n9.TOT and C18n3.TOT). This first result is consistent with previous analyses: alongside lipids, le contributes the impact of GluI on DE and P that of GluS. To go further and really be sure of the impact of these components and their intermediate impact, following the same principle applied with WA, equations for predicting alveograph variables from composition variables (M-P₂, M-W₃, M-IE₃) were used to attempt modelling DE. This was done to investigate whether the impact of

composition during stretching (as indicated by alveograph variables) is reflected in the dough at shaping (as indicated by DE). The resulting MOI, named Ma-DE₁, shows that DE can be modelled by M-Ie₃ and GluS. This model reaches a R^2_{cv} of 0.65 (Fig.3.A), much lower than MA-DE₄ (R^2_{cv} =0.79, Fig.3.C) but quite close to M-DE₅ (R^2_{cv} =0.68, Fig.3.B). The best modelling performance of MA-DE₄ shows that composition alone, or at least, the present dataset of composition, can't explain the whole of DE, especially for high DE reached mostly by wheat for biscuit applications (WB). However, MA-DE₄ performance shows also that DE measured in real bread-making conditions at optimal hydration, can be well explained by alveograph variables, measured at constant hydration of 50%.

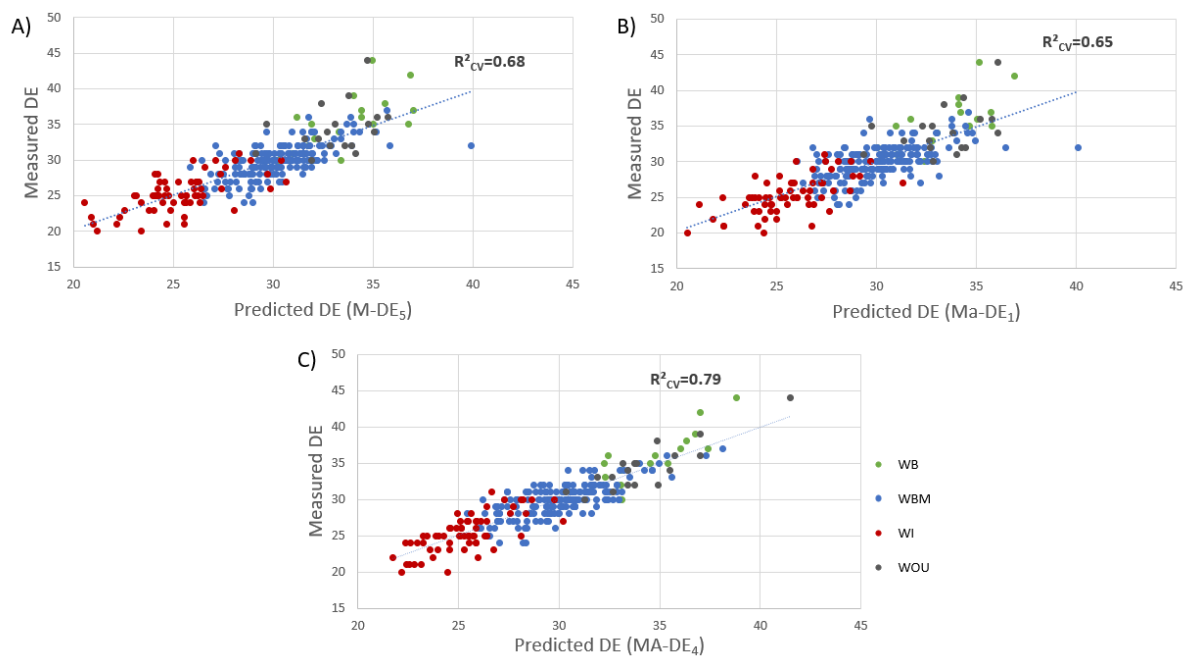


Fig. 3. Comparison of the models A) M-DE₅; B) Ma-DE₁; C) MA-DE₄; for their predicted Dough Elongation at shaping (DE) by K-fold cross validation versus the measured DE for a single repeat of the K-fold cross validation.

WB: Wheat for Biscuit applications; WBM: Wheat for Bread-Making applications; WI: Wheat used as Improvers for bread-making; WOU: Wheat for Other Usages

These result leads to another representation of interaction between all these components, technological variables and quality indicators (Fig. 4). Consequently, it shows the indirect impact of GluI, SD, A/X.TOT and SS (that model M-Ie₃) on DE. DE functions as the opposite of elasticity: a less elastic dough tends to have greater elongation, except that DE is also influenced by GluS (and maybe lipids).

Table 3. Models retained after Bayesian Information Criterion (BIC) and Variance Inflection Factor (VIF) tests for Dough Elongation at shaping (DE) with: A) composition and measured alveograph variables; B) composition and predicted alveograph variables (M-Ie₃, M-W₃ and M-P₂). Variables were standardised for each linear regression model and their corresponding coefficients are indicated. Terms in the models considered not significant (*p*-value ≥ 0.001) are in italic. Grey-shaded model is the Model Of Interest (MOI).

A)	Protein variables		Arabinoxylans variable	Lipids variables			Technological variables				Statistical metric values		
	Glul	Gli	AXTOT	C18.TOT	C181n9.TOT	C183n3.TOT	W	Ie	P	WAM	n*	R ² cv	BIC score
MA-DE _{Ie}								-0.86			1	0.74	-376.9
MA-DE ₁			-0.12					-0.88			2	0.75	-387.0
MA-DE ₂		0.21					-0.25	-0.80			3	0.76	-394.5
MA-DE ₃	-0.27	0.18	-0.13					-0.77			4	0.78	-405.9
MA-DE ₄				0.17	-0.15	0.21		-0.84	-0.19		5	0.79	-421.1
MA-DE ₅		0.23		0.20	-0.15	0.18		-0.95	-0.26		6	0.80	-427.0

B)	Protein variables		Damaged Starch variable	Arabinoxylans variable	Lipids variable	Predicted variables		Statistical metric values		
	GluS	Gli	SD	IV.AX	C181n9.TOT	M-Ie ₃	M-W ₃	n*	R ² cv	BIC score
Ma-DE _{M-Ie3}						-0.81		1	0.64	-290.9
Ma-DE ₁	0.14					-0.86		2	0.65	-290.9
Ma-DE ₂	0.20	<i>0.24</i>	0.27	0.23			-1.04	5	0.69	-312.5
Ma-DE ₃	0.20	0.26	0.27	0.22	<i>-0.07</i>		-1.02	6	0.69	-310.0

*number of variables included in the model. BIC: Bayesian Information Criterion. VIF: Variance Inflection Factor

GluS: Soluble Glutenin content; Glul: Insoluble Glutenin content; Gli: Gliadin content; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; AXTOT: Total arabinoxylan content; IV.AX: Intrinsic viscosity from water-extractable arabinoxylans; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C183n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; W: Baking Strength, Ie: Elasticity Index; P: Tenacity; WAM: Water Absorption predicted by protein content (Prot), Soluble Starch (SS), SD and Specific Viscosity from water-extractable arabinoxylans (SV.AX), M-Ie₃: Ie predicted by Glul, SS, SD and arabinose on xylose ratio from AXTOT (A/X.TOT), M-W₃: W predicted by Glul, C18.TOT and WAM.

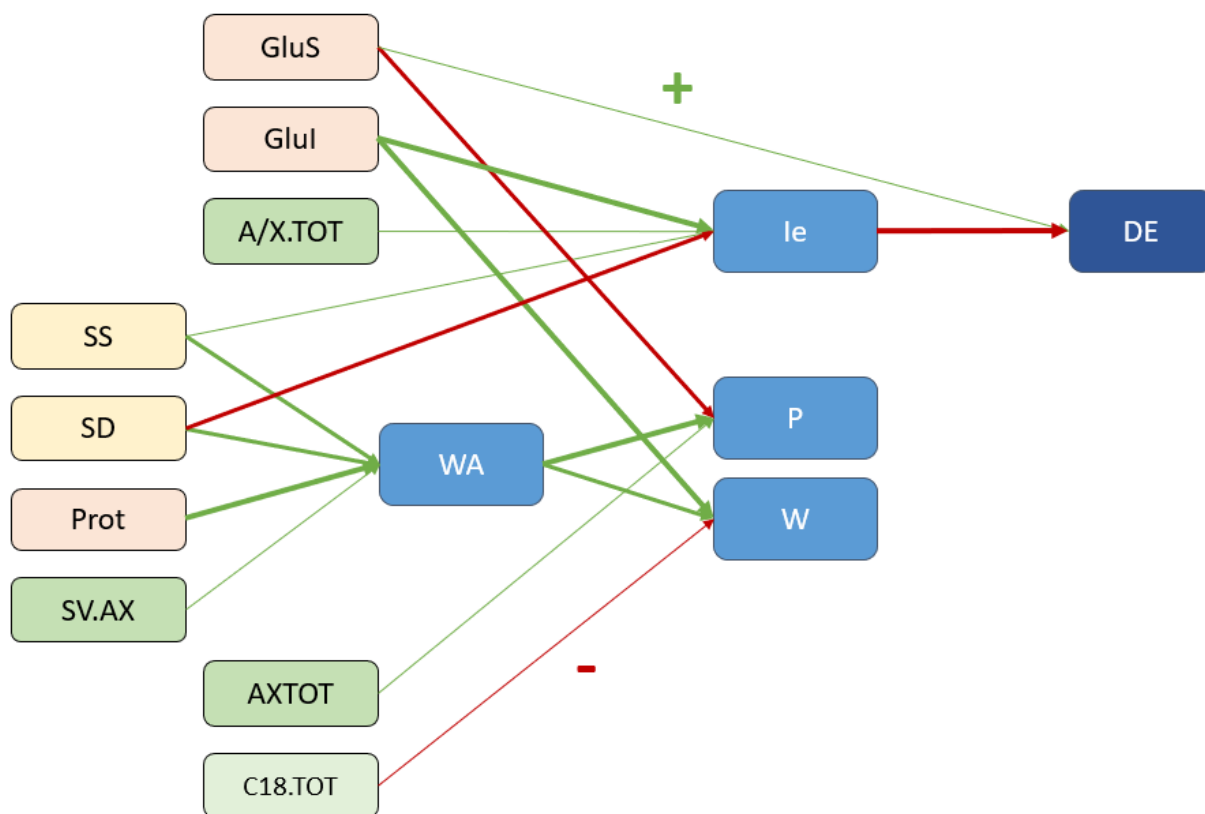


Fig. 4. Summary of flour composition impact on technological variable (*le*, *P*, *W* and *WA*) and Quality indicator (*DE*) and all their interrelationships. Green and red arrows are for positive and negative effects respectively.

In red, Prot: Protein content; GluI: Insoluble Glutenin content, GluS: Soluble Glutenin Content;
 In yellow, SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption;
 In green, AXTOT: Total arabinoxylan content; A/X.TOT: Arabinose on Xylose ratio from AXTOT; IV.AX: Intrinsic viscosity of arabinoxylans;
 SV.AX: Specific viscosity of arabinoxylans; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C18:1n-9.TOT Total oleic acid C18:1n-9 content;
 In light blue, the technological variables, WA: Water Absorption; *le*: Elasticity Index; W: Baking Strength; P: Tenacity;
 In dark blue, the quality indicator DE: Dough Elongation at shaping.

Predictive tools such as the alveograph are commonly used to assess dough behaviour, but the bread-making test, conducted under real conditions, where DE is measured, remains the ultimate benchmark despite its time-consuming nature. However, DE is less accurately predicted than I_e or W indicating that I_e and W have a greater dependence on flour composition compared to DE. As DE is not measured in under-hydration (50% of water) conditions used for alveograph variables, it suggests that the behaviour of under-hydrated dough is more dependent on variations of composition than a well-hydrated dough.

The Bread Volume, another parameter measured during bread-making test and often considered as the most important quality indicator, fails to be predicted by the present dataset and method.

The alveograph variable L , by definition, is supposed to represent extensibility of a dough, i.e. a similar property than DE. However, this is not what is observed, as the variables used to model DE are different from those used to measure L (S5). Also, even if better than for BV, L or P/L remains challenging to predict. Since the value of P can be predicted from flour composition variables, the limits for P/L prediction stems from the extensibility L . The difficulty to predict L from other flour characteristics has already been observed in previous work (Branlard *et al.*, 2005). L measures the maximum extension of the bubble before it bursts, and apart from being positively correlated with proteins, especially GluS, it is also negatively correlated with P that is highly dependent on WA. It could be inferred that a lack of water could involve a tougher dough that will then burst more quickly, but L is not correlated with WA, meaning that it is probably a direct effect of P .

5. Conclusion

This study aims to gain a better understanding on the relationship between flour composition – including proteins, starch, and minor components arabinoxylans and lipids – and dough behaviour variables. Fig. 4 summarizes the positive and negative effects of composition variables on dough behaviour variables as established in this study. The diagram highlights the indirect effects of all categories of composition variables on the technological variable P and primarily through their influence on water absorption (WA) which in turns impact P and W. Additionally Fig. 2 and fig. 4 illustrates that while Ie and DE are influenced by the same variables, except that DE is also influenced by GluS and maybe by lipids, and both Ie and DE remain unaffected by WA. The underhydrated state of the dough during alveograph measures has been well highlighted by the competition for water among components to form the gluten network or the dependence on water absorption. Minor components are often overlooked when linking natural variability to bread-making performance. However, arabinoxylans have been shown to impact water absorption and, as this work demonstrates, significantly influence dough behaviour both through their effect on water absorption for the WEAX fraction and possibly to direct mechanical impact on gluten network for the WUAX fraction. Similarly, lipids are highlighted for their significant impact on dough behaviour, underscoring the importance of considering these components when assessing wheat quality.

Exploring the correlation between these quality evaluations of dough behaviour and the flour composition enhances our understanding of bread-making mechanisms. The search for new wheat quality indicators is an essential step in deciphering the intricate interplay between wheat composition and its technological attributes.

Funding sources

This work was part of the Interface project funded by the French national research agency with the reference ANR-20-CE21-0008.

Author contributions

Laura Rezzette: Investigation, Data analysis, Visualization, Writing – original draft. **Kamal Kansou:** Methodology, Data analysis, Supervision, Visualization, Writing – review & editing, **Marie-Hélène Morel:** Methodology, Writing – review & editing, **Benoît Méléard:** Methodology, **Sophie Le Gall:** Methodology, Supervision, Writing – review & editing, **Luc Saulnier:** Project administration, Methodology, Supervision, Visualization, Funding acquisition, Writing – review & editing.

All authors read and approved the final manuscript.

Acknowledgements

Genuine thanks are extended to Marion Didier and Michelle Viau for their invaluable assistance in devising the lipid analysis protocol and for their enriching contribution to advancing knowledge in this field. We would also like to thank Marie-Hélène Morel (UMR 1208 IATE, Univ Montpellier, INRAE, L'Institut-Agro Montpellier, F-34060 Montpellier, France) for producing and sharing the protein data, Benoît Méléard (Arvalis, Institut du végétal, F-91720 Boigneville, France) for the alveograph and Hardness measurements, Laurent Linossier (Limagrain Céréales Ingrédients F- 63200 RIOM, France) for water absorption and Baptiste Chambrey (Axiane Meunerie, F-35330 Val d'Anast, France) for the damaged starch measured by iodine absorption and for the gluten measurements. The authors would like to thank also Pascale Millart and Bérengère Marais (INRAE, UR 1268, Biopolymers, Interactions & Assemblies, F-44316 Nantes, France) for help in biochemical analyses.

This work is part of the Evagrain project. EVAGRAIN is funded by the French National Research Agency and coordinated by the INRAE research unit BIA. The authors thanks everyone from the 10 academic and private partners who collected a dataset on the 150 wheat samples.

Part of the work was realized on the INRAE-BIA BIBS instrumental platform (<http://www.bibs.inrae.fr/>, UR1268 BIA, IBISA, Biogenouest, Phenome-Emphasis-FR ANR-11-INBS0012, PROBE and CALIS French Research infrastructures).

References

- Álava, J. M., Sahi, S. S., García-Álvarez, J., Turó, A., Chávez, J. A., García, M. J., & Salazar, J. (2007). Use of ultrasound for the determination of flour quality. *Ultrasonics*, *46*(3), 270–276. <https://doi.org/10.1016/J.ULTRAS.2007.03.002>
- Baudouin, F. (2023). *Influence des paramètres du procédé et des composants de la farine de blé sur la formation du réseau de gluten et son extraction*. <https://theses.hal.science/tel-04007068>
- Belton, P. S. (2012). The molecular basis of dough rheology. In *Breadmaking: Improving Quality* (Woodhead P, pp. 337–351).
- Bonnand-Ducasse, M., Della Valle, G., Lefebvre, J., & Saulnier, L. (2010). Effect of wheat dietary fibres on bread dough development and rheological properties. *Journal of Cereal Science*, *52*(2), 200–206. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2010.05.006>
- Branlard, G., Meleard, B., Oury, F., Rhazi, L., & Boinot, N. (2008). Compréhension du rapport “ Ténacité / Extensibilité ” et du volume du pain. *Synthèse Des Programmes de Recherche FSOV - Actes de La Rencontre Scientifique*, *d*, 18–26.
- Branlard, G., Oury, F., Martre, P., Aussenac, T., Regnard, J., & Sg-fpm, S. (2005). *Étude Et Prédiction Des Fractions Protéiques De Réserve Et Indices De Sélection Pour La Qualité*. 68–73.
- Della Valle, G., Chiron, H., Cicerelli, L., Kansou, K., Katina, K., Ndiaye, A., Whitworth, M., & Poutanen, K. (2014). Basic knowledge models for the design of bread texture. *Trends in Food Science and Technology*, *36*(1), 5–14. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.01.003>
- Dexter, J. E., Preston, K. R., Martin, D. G., & Gander, E. J. (1994). The effects of protein content and starch damage on the physical dough properties and bread-making quality of Canadian durum wheat. In *Journal of Cereal Science* (Vol. 20, Issue 2, pp. 139–151). <https://doi.org/10.1006/jcrs.1994.1054>
- Dobraszczyk, B. ., & Robert, C. A. (1994). Strain hardening and dough gas cell-wall failure in biaxial extension. *Journal of Cereal Science*, *20*, 265–274.
- Englyst, H. N., & Cummings, J. H. (1988). Improved method for measurement of dietary fiber as non-starch polysaccharides in plant foods. *Journal - Association of Official Analytical Chemists*, *71*(4), 808–814. <https://doi.org/10.1093/jaoac/71.4.808>
- Feil, B., & Stamp, P. (1993). Sustainable agriculture and product quality: A case study for selected crops. *Food Reviews International*, *9*(3), 361–388. <https://doi.org/10.1080/87559129309540967>
- Garófalo, L., Vazquez, D., Ferreira, F., & Soule, S. (2011). Wheat flour non-starch polysaccharides and their effect on dough rheological properties. *Industrial Crops and Products*, *34*(2), 1327–1331. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2010.12.003>
- Gómez, M., Ronda, F., Blanco, C. A., Caballero, P. A., & Apesteguía, A. (2003). Effect of dietary fibre on dough rheology and bread quality. *European Food Research and Technology*, *216*(1), 51–56. <https://doi.org/10.1007/s00217-002-0632-9>
- Jødal, A. S. S., & Larsen, K. L. (2021). Investigation of the relationships between the alveograph parameters. *Scientific Reports*, *11*(1), 1–10. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-84959-3>
- Kitissou, P. (1995). Un nouveau paramètre alvéographique : l'indice d'élasticité (Ie). *Industries Des Céréales*, *17*.
- Konopka, I., Fornal, Ł., Abramczyk, D., Rothkaehl, J., & Rotkiewicz, D. (2004). Statistical evaluation of different technological and rheological tests of Polish wheat varieties for bread volume prediction. *International Journal of Food Science and Technology*, *39*(1), 11–20. <https://doi.org/10.1111/J.1365-2621.2004.00741.X>
- Le Gouis, J., Oury, F.-X., & Charmet, G. (2020). How changes in climate and agricultural practices influenced wheat production in Western Europe. *Journal of Cereal Science*, *93*, 102960. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2020.102960>
- Marion, D., & Saulnier, L. (2020). Minor components and wheat quality: Perspectives on climate changes. *Journal of Cereal Science*, *94*(December 2019), 103001. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2020.103001>
- Morel, M. H., Dehlon, P., Autran, J. C., Leygue, J. P., & Bar-L'Helgouac'H, C. (2000). Effects of temperature, sonication time, and power settings on size distribution and extractability of total wheat flour proteins as determined by size-exclusion high-performance liquid chromatography. In *Cereal Chemistry* (Vol. 77, Issue 5, pp. 685–691). <https://doi.org/10.1094/CCHEM.2000.77.5.685>
- Munch, M., Baudrit, C., Chiron, H., Méléard, B., Saulnier, L., & Kansou, K. (2024). Diagnosis based on sensory data: Application to wheat grading quality. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, *96*(April). <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2024.103771>

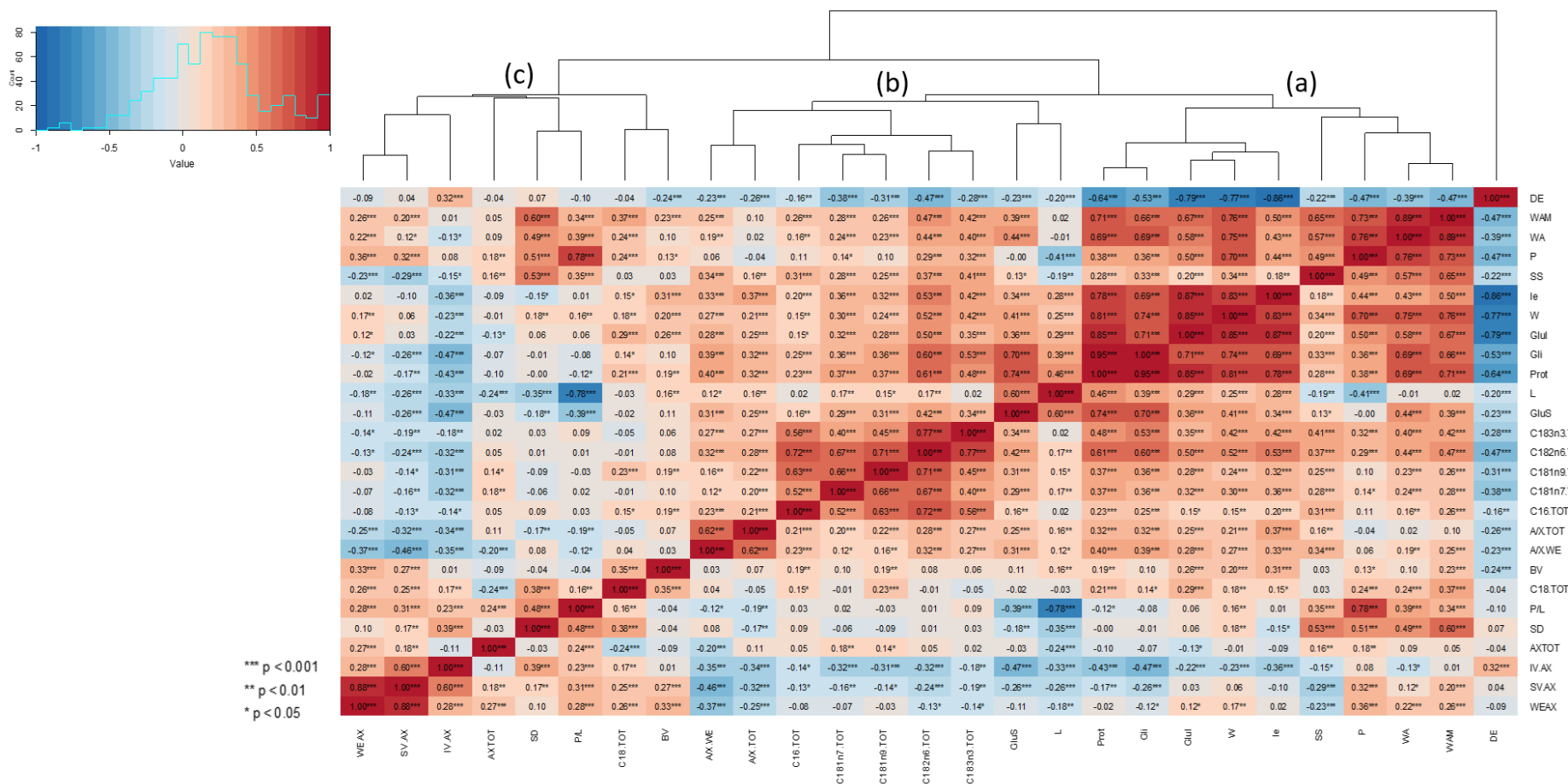
- Nishiyama, J., & Kuninori, T. (1987). Reactivity of sulfhydryls in reduced gluten with lipid hydroperoxides. *Agricultural and Biological Chemistry*, 51(5), 1291–1297. <https://doi.org/10.1080/00021369.1987.10868211>
- Popa, N. C., Radiana, T. B., Stela, P., Mioara, V., & Gabriela, C. G. (2009). Predictive model of the alveographic parameters in flours obtained from Romanian grains. *Romanian Biotechnological Letters*, 14(2), 4234–4242. <https://www.researchgate.net/publication/287812977>
- Preston, K. R., Kilborn, R. H., & Dexter, J. E. (1987). Effects of Starch Damage and Water Absorption on the Alveograph Properties of Canadian Hard Red Spring Wheats. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 20(2), 75–80. [https://doi.org/10.1016/S0315-5463\(87\)71093-1](https://doi.org/10.1016/S0315-5463(87)71093-1)
- Rasper, V. F., Pico, M.-L., & Fulcher, R. G. (1986). *Alveography in Quality Assessment of Soft White Winter Wheat Cultivars*.
- Rezette, L., Kansou, K., Della Valle, G., Le Gall, S., & Saulnier, L. (2025). The role of wheat flour minor components in predicting water absorption. *Food Chemistry*, 463(P2), 141232. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.141232>
- Selga, L., Johansson, E., & Andersson, R. (2024). Prediction models to evaluate baking quality instruments for commercial wheat flour. *Cereal Chemistry*, 101(3), 681–691. <https://doi.org/10.1002/cche.10772>
- Welch, R. W. (1977). A micro-method for the estimation of oil content and composition in seed crops. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(7), 635–638. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740280710>
- Yousaf, S., Mehwish Iqbal, H., Arif, S., Khurshid, S., Ul, Q., & Akbar, A. (2019). Alveograph rheological parameters in relation to physicochemical attributes as an indicator of wheat flour quality. *INT. J. BIOL. BIOTECH*, 16(2), 425–431.
- Zahra, N., Hafeez, M. B., Wahid, A., Al Masruri, M. H., Ullah, A., Siddique, K. H. M., & Farooq, M. (2023). Impact of climate change on wheat grain composition and quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 103(6), 2745–2751. <https://doi.org/10.1002/JSFA.12289>

SUPPLEMENTARY DATA

S1: Technological characteristic and flour composition obtained on the 282 samples

Technological variables										
	WA	P	L	P/L	le	W	DE	BV		
<i>Unit</i>	%	mm	mm	/	%	10 ⁻⁴ J	cm	cm		
<i>Min-Max</i>	50.3 – 63.9	22 – 143	41 – 181	0.13 – 2.75	25 – 73	67 – 546	20 – 44	940 – 2080		
<i>Mean</i>	56.2	74	99	0.84	54	234	30	1640		
<i>CV (%)</i>	4.6	28.5	28.5	50.1	15.8	37.6	12.8	13.8		
Flour composition variables										
	Prot	Glul	GluS	Gli	SS	SD	AXTOT	WEAX	A/X.TOT	A/X.WE
<i>Unit</i>	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	UCDc	g/100 g	g/100 g	/	/
<i>Min-Max</i>	6.1 – 14	0.50 – 3.32	1.30 – 2.87	2.50 – 6.82	0.96 – 6.21	8.7 – 25.2	1.05 – 2.69	0.26 – 1.20	0.56 – 0.93	0.45 – 0.72
<i>Mean</i>	9.5	1.87	2.02	4.11	3.16	19.0	1.71	0.52	0.71	0.60
<i>CV (%)</i>	16.5	29.1	15.0	18.8	30.4	14.9	17.2	30.2	8.5	8.8
	IV.AX	SV.AX	C16.TOT	C18.TOT	C181n7.TOT	C181n9.TOT	C182n6.TOT	C183n3.TOT		
<i>Unit</i>	dL/g	mV.mL	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g		
<i>Min-Max</i>	4.14 – 8.32	171 – 961	0.19 – 0.38	0.008 – 0.03	0.006 – 0.015	0.058 – 0.176	0.41 – 0.89	0.020 – 0.070		
<i>Mean</i>	6.15	454	0.29	0.017	0.010	0.099	0.60	0.038		
<i>CV (%)</i>	12.8	32.7	9.7	27.0	16.5	19.9	15.7	22.9		



S2: Heatmap with correlations between all variables studied to model the dough behaviour on the 282 samples

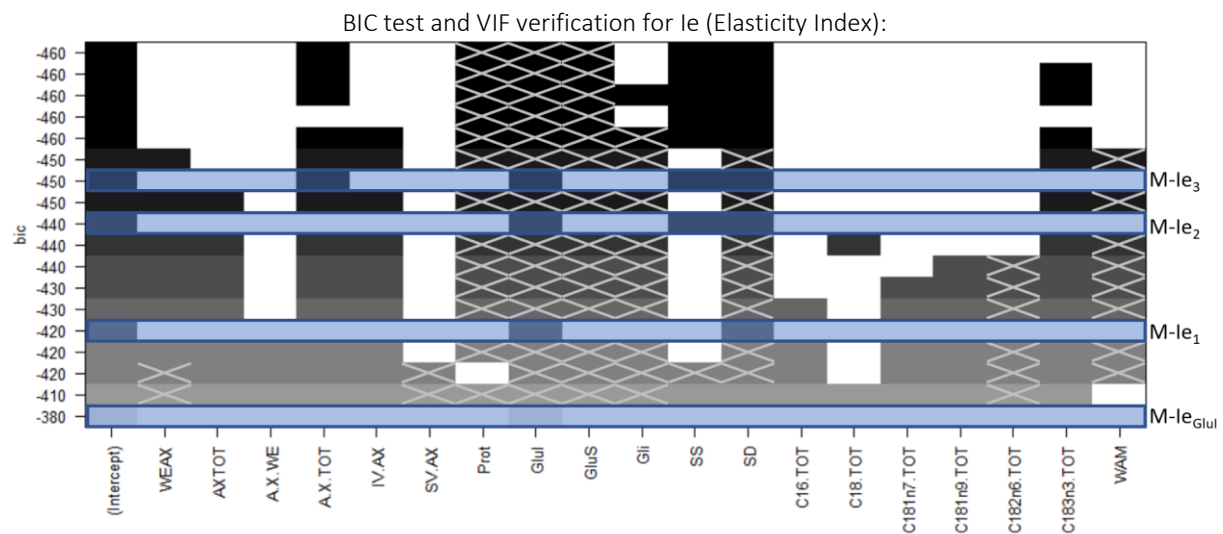
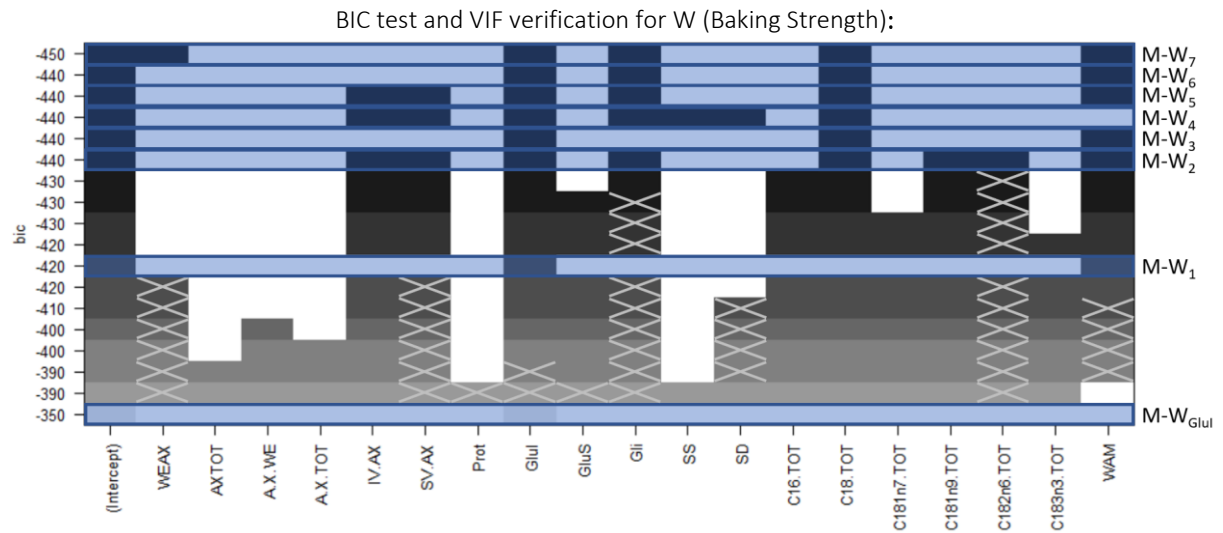


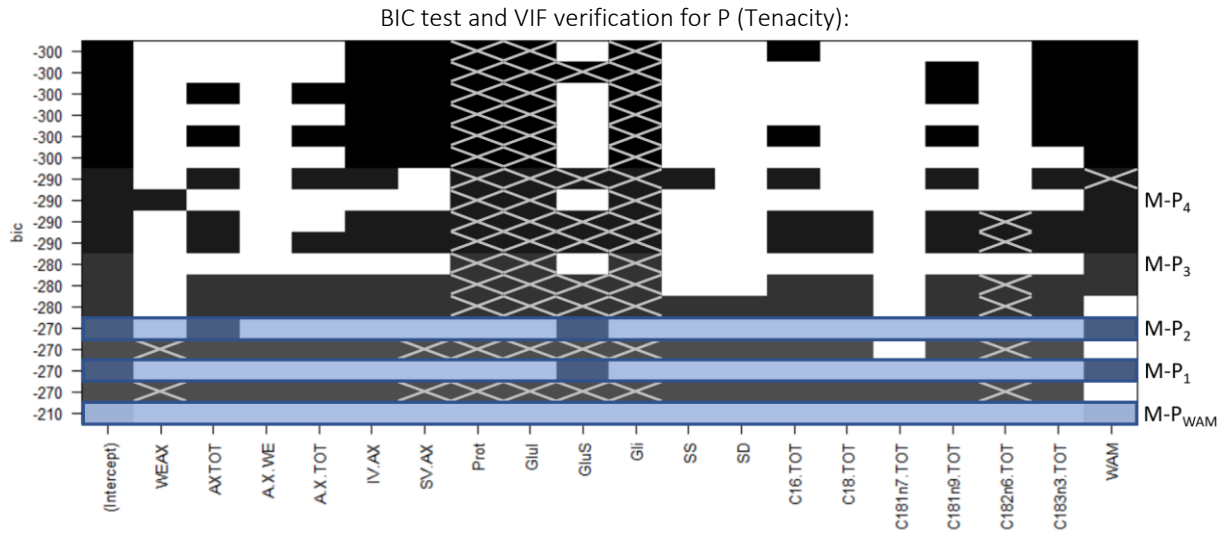
WEAX: Water-Extractable Arabinoxylan content; SV.AX: Specific Viscosity of WEAX; IV.AX: Intrinsic Viscosity of WEAX; AXTOT: Total Arabinoxylan content; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; P/L: Tenacity to Extensibility ratio; C18.TOT: Total stearic C18 content; BV: Bread Volume; A/X.WE: Arabinose to Xylose ratio from WEAX; A/X.TOT: Arabinose to Xylose ratio from AXTOT; C16.TOT : Total palmitic C16 content; C18:1n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content; C18:1n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C18:2n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; C18:3n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; Glus: Soluble Glutenin content; L: Extensibility; Prot: Protein content; Gli: Gliadin content; Glul: Insoluble Glutenin content; W: Baking Strength; Ie: Elasticity Index; SS: Soluble Starch; P: Tenacity; WA: Water Absorption; WAM: Water Absorption predicted with Prot, SD, SS and SV.AX; DE: Dough Elongation at shaping.

S3: Results of the Bayesian Information Criterium (BIC) test and VIF verification for Each dough behaviour parameter with composition variables and WAM

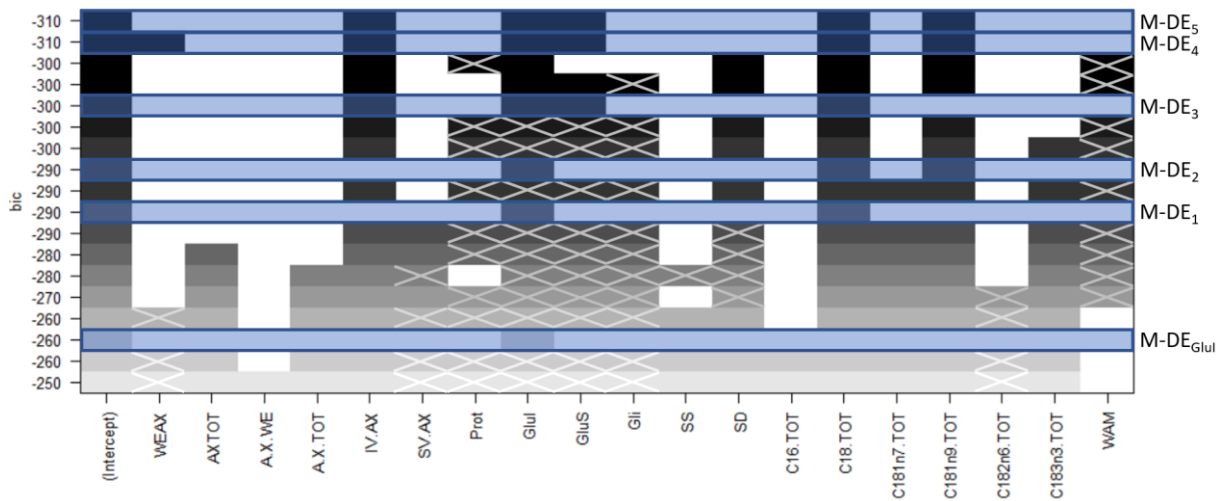
Each row represents a model, each column represents a variable. The models studied, i.e without multi-collinearity are highlighted in blue and identified ($M_1, M_2 \dots$) on the right.

Figure caption:  variable included in the model;  variable not included as collinear with another variable in the model (VIF score >5);





BIC test and VIF verification for DE (Dough Elongation at shaping):



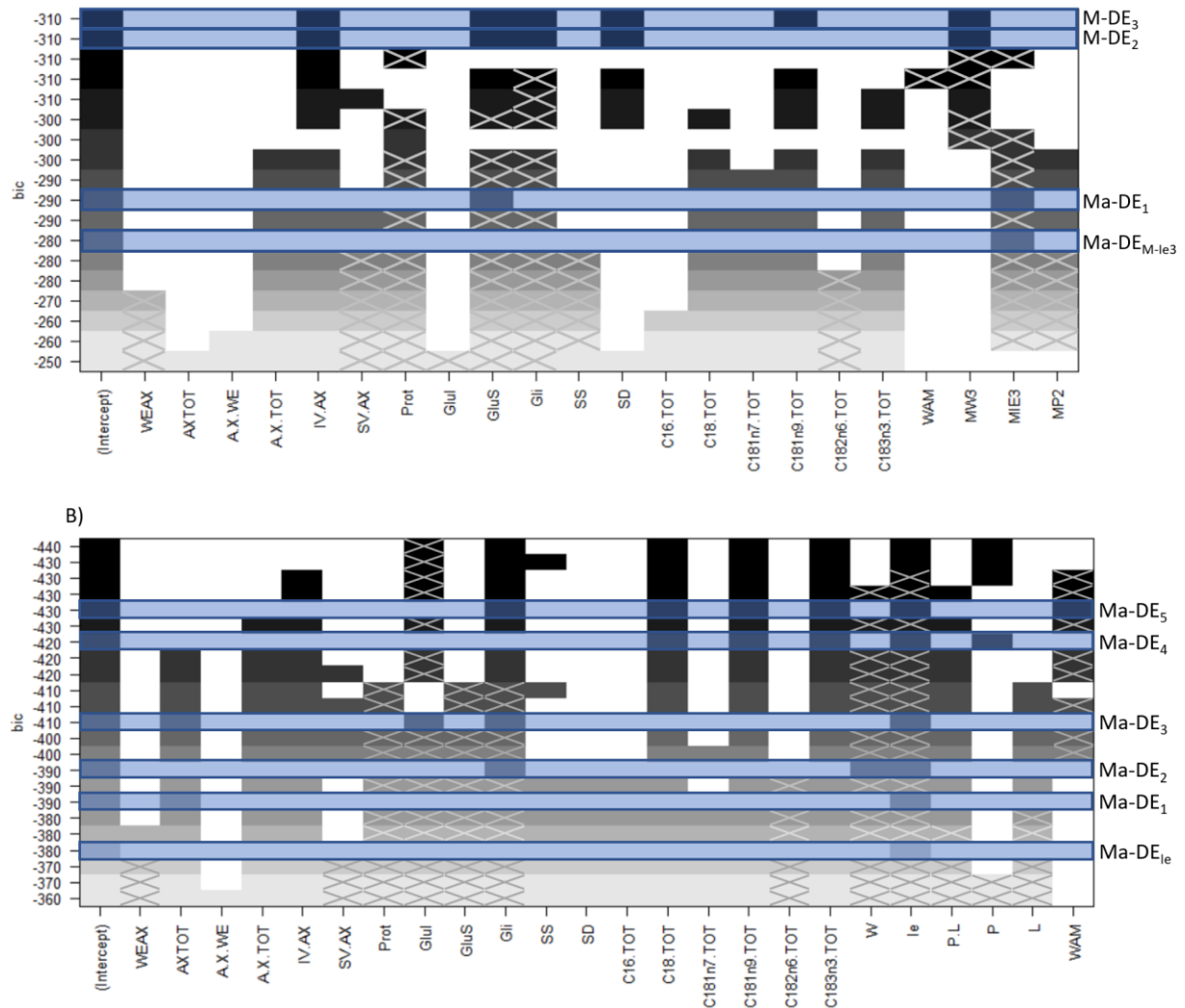
WEAX: Water-Extractable Arabinoxylan content; AXTOT: Total Arabinoxylan content; A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from WEAX; A.X.TOT: Arabinose to Xylose ratio from AXTOT; IV.AX: Intrinsic Viscosity of WEAX; SV.AX: Specific Viscosity of WEAX; Prot: Protein content; Glul: Insoluble Glutenin Content; GluS: Soluble Glutenin content; Gli: Gliadin content; SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; C16.TOT : Total palmitic acid C16 content; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C181n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content; C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; WAM: Water Absorption predicted with Prot, SS, SD and SV.AX

S4: Models retained with composition and alveograph variables after Bayesian Information Criteriom (BIC) and Variance Inflation Factor (VIF) tests for: A) the extensibility L; B) the Tenacity on Extensibility ratio P/L. The variables are standardised and their corresponding coefficients are indicated. Terms in the models considered not significant (p -value ≥ 0.001) are in italic. Grey-shaded model is the Model of Interest (MOI)

A)	Proteins variables		Damaged Starch variables	Arabinoxylans variables				Lipids variables		Predicted variable	Statistical metric values		
	Glul	Glus	SS	WEAX	AXTOT	A/X.WE	A/X.TOT	C16.TOT	C183n3.TOT	WAM	n*	R ² _{cv}	BIC score
M-L _{Glus}		0.60									1	0.35	-112.8
M-L ₁		0.63	-0.27								2	0.42	-141.7
M-L ₂	0.39	0.65								-0.49	3	0.48	-167.6
M-L ₃	0.35	0.69		<i>-0.08</i>	<i>-0.19</i>	<i>-0.20</i>	<i>0.11</i>	<i>0.10</i>	<i>-0.32</i>	<i>-0.35</i>	9	0.52	-173.0
M-L ₄	0.36	0.68			<i>-0.15</i>			<i>0.09</i>	<i>-0.21</i>	<i>-0.42</i>	6	0.52	-178.5
M-L ₅	0.35	0.70			<i>-0.21</i>	<i>-0.17</i>	<i>0.11</i>	<i>0.10</i>	<i>-0.21</i>	<i>-0.38</i>	8	0.52	-175.9
M-L ₆	0.37	0.70			<i>-0.17</i>	<i>-0.10</i>		<i>0.11</i>	<i>-0.20</i>	<i>-0.41</i>	7	0.52	-177.8
M-L ₇	0.36	0.69			<i>-0.17</i>	<i>-0.09</i>			<i>-0.14</i>	<i>-0.40</i>	6	0.52	-178.9
M-L ₈	0.36	0.68			<i>-0.15</i>				<i>-0.16</i>	<i>-0.41</i>	5	0.51	-180.8

B)	Proteins variables	Damaged Starch variable	Arabinoxylan variable	Predicted variable	Statistical metric values		
	Glus	SD	AXTOT	WAM	n*	R ² _{cv}	BIC score
M-PL _{SD}		0.48			1	0.23	-59.4
M-PL ₁				0.57	2	0.42	-142.1
M-PL ₂	-0.60		0.20	0.56	3	0.46	-155.8

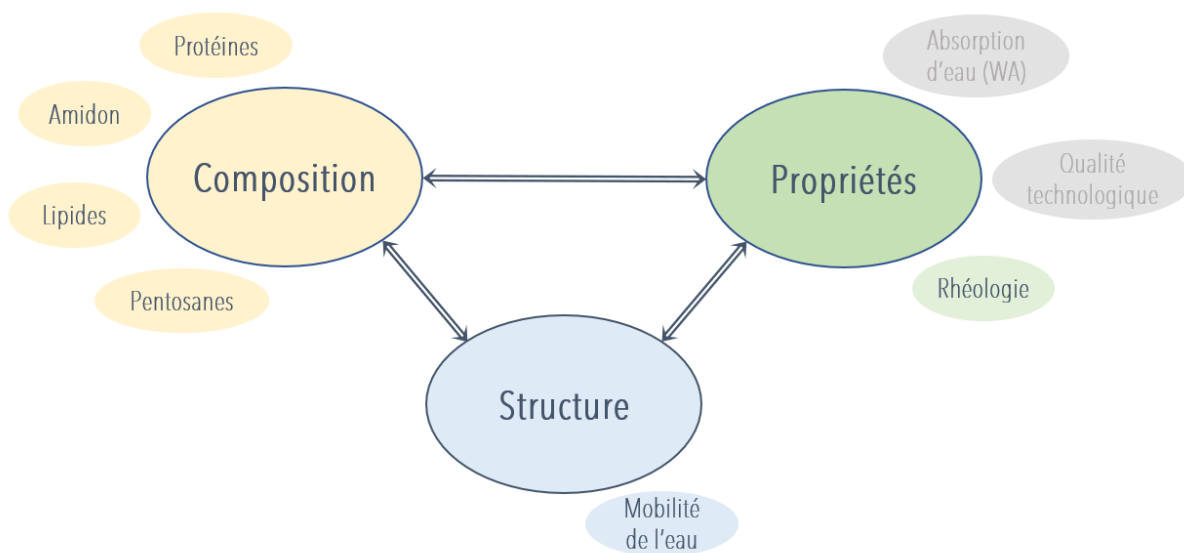
S5: Results of the Bayesian Information Criterium (BIC) test and Variance Inflation Factor (VIF) verification for Dough Elongation at shaping (DE): A) with composition variables, WAM and predicted alveograph variables (MW3 for M-W₃, MIE3 for M-Ie₃ and MP2 for M-P₂); with composition variables, WAM and alveograph variables (W, Ie, P.L, P and L)



WEAX: Water-Extractable Arabinoxylan content; AXTOT: Total Arabinoxylan content; A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from WEAX; A.X.TOT: Arabinose to Xylose ratio from AXTOT; IV.AX: Intrinsic Viscosity of WEAX; SV.AX: Specific Viscosity of WEAX; Prot: Protein content; Glul: Insoluble Glutenin Content; GluS: Soluble Glutenin content; Gli: Gliadin content; SS: Soluble Starch; SD: Damaged starch measured by iodine absorption; C16.TOT : Total palmitic acid C16 content; C18.TOT: Total stearic acid C18 content; C181n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content; C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; W: Baking Strength; Ie: Elasticity Index; P.L: Tenacity on Extensibility ratio; P: Tenacity; L: Extensibility; WAM: Water Absorption predicted with Prot, SS, SD and SV.AX

CHAPITRE V :

MECANISMES D'ACTION DES COMPOSANTS MINORITAIRES SUR LES PROPRIETES DE LA PATE.



1. COMMENT LA VARIABILITE NATURELLE DU GLUTEN ET DES ARABINOXYLANES INFLUENCE LES PROPRIETES ELONGATIONNELLES DE LA PATE DE FARINE DE BLE

Les deux chapitres précédents ont démontré que la variabilité naturelle des composants minoritaires de l'albumen du blé a un impact sur les critères de qualité des pâtes mesurés par l'alvéographe et lors du test de panification, notamment *via* leur effet sur l'absorption d'eau pour les arabinoxylanes solubles (Cf Chapitre IV).

Ce dernier chapitre porte sur une étude plus approfondie de l'impact des arabinoxylanes et des lipides sur le comportement rhéologique des pâtes, afin de mieux comprendre les mécanismes d'action impliqués. Cette étude, réalisée sur une sélection d'échantillons de la première campagne de récolte (R1), fait l'objet d'une proposition d'article en cours de finalisation pour le journal *Food Hydrocolloid*, intitulé : « *How natural variability of gluten and arabinoxylan drives the wheat dough extensional properties* ». L'article est présenté dans un premier temps et dans un second temps, les résultats obtenus sur R1 sont confrontés à ceux d'une sélection d'échantillon de la deuxième campagne de récolte (R2). En complément, une étude par relaxométrie RMN de la mobilité de l'eau dans les pâtes issues de cette sélection d'échantillon (R1 et R2) est également présentée.

1.1. RESUME DE L'ARTICLE

Cet article décrit l'impact de la variabilité naturelle des protéines du gluten et des arabinoxylanes sur les propriétés extensionnelles des pâtes de farine de blé, déterminantes pour leur mise en œuvre. En effet, les nombreuses variations naturelles du blé, en tant que matière première, posent des défis spécifiques dans la transformation de la farine et l'évaluation de ses qualités boulangères. L'objectif principal de ce travail est d'identifier comment ces variations influencent les propriétés rhéologiques de la pâte et, par conséquent, la qualité finale du produit de panification.

Pour ce faire, trente-sept échantillons de blé de la première campagne de récolte (R1) ont été rigoureusement sélectionnés afin de présenter une gamme de composition diversifiée, selon des critères liés au taux de protéines et aux composants non-protéiques (en se focalisant sur les arabinoxylanes), en relation avec l'absorption d'eau (WA) et l'indice d'élasticité (Ie). Deux types de tests rhéologiques en extension ont été mis en place dans cette étude : en grande déformation avec un test de compression uniaxiale en conditions lubrifiées (ou LSF, *Lubricated Squeezing Flow*), et en faible déformation avec un test thermomécanique dynamique en compression (DMTA, *Dynamic Mechanical Thermal Analysis*).

L'analyse des résultats de composition en relation avec les tests rhéologiques a permis de dégager deux propriétés clés : le module de stockage maximal (E'_{max}), mesuré par DMTA, et l'indice de consistance (K) de la pâte, obtenu par LSF, qui représente la viscosité élongationnelle.

L'analyse suggère que E'_{max} est principalement déterminé par le niveau de structuration initial du réseau de gluten et sa capacité à absorber l'eau. En effet, E'_{max} est relié à la qualité du réseau évaluée par la mesure du gluten humide (W.Gluten) ($R^2=0.50$), ainsi qu'à l'absorption d'eau ($R^2=0.50$). Moins ce réseau est structuré initialement, plus il laisse la possibilité aux grains d'amidon de gonfler en se gorgeant d'eau pendant la cuisson. En revanche, K semble davantage influencée par les propriétés spécifiques des arabinoxylanes, et plus précisément leur viscosité intrinsèque (IV.AX), qui présente la meilleure corrélation avec ce critère ($r=0.67$). Une viscosité intrinsèque élevée des AX reflète des chaînes plus longues capables de s'enchevêtrer à des concentrations plus faibles. Cette influence des AX est interprétée par un accroissement de la viscosité de la phase liquide de la pâte, ce qui augmente la consistance globale de la pâte.

1.2. ARTICLE

How natural variability of gluten and arabinoxylans drives wheat dough extensional properties

Final draft for submission in *Food Hydrocolloids*

Laura Rezette¹, Guy Della Valle^{1,*}, Kamal Kansou¹, Laurent Chaunier¹, Sophie Le Gall^{1,2}, Luc Saulnier¹

¹INRAE, UR 1268, Biopolymers, Interactions & Assemblies (BIA), F-44316 Nantes, France

²INRAE, PROBE Research Infrastructure, BIBS Facility, F-44316 Nantes, France

* corr. Author: guy.della-valle@inrae.fr

Keywords

Dough rheology, Storage modulus, Lubricated Squeezing Flow, Consistency, Intrinsic viscosity.

Abstract

This study investigates the influence of proteins and arabinoxylans contents of wheat grain on the dough extensional properties, critical determinants of bread quality. Thirty-seven wheat samples (37) were selected from an initial set of 150 wheats, according to technological criteria, including water absorption (WA), to assess the impact of natural variability of several protein and arabinoxylan (AX)-related features on dough behaviour. Dough were prepared at the hydration level determined by the WA Farinograph tests. TD-NMR results showed that, for all samples, the dough reached an optimal hydration state, reflected by a four-peak time distribution. Rheological tests were performed on dough samples at low deformation with Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA), and at large deformation, using Lubricated Squeezing Flow test (LSF). Results indicate that the maximum storage moduli E'_{max} determined by DMTA, at temperature close to 70°C, is primarily influenced by initial gluten network cross-linking. E'_{max} decreased between 1.1 MPa to 0.6 MPa, with increasing wet gluten content from 17.2 to 40 g/100g. At large deformation, the extensional viscosity of all doughs followed a power law, from which was derived the consistency index K . Surprisingly, K increased from 11,100 to 22,200 Pa.sⁿ when the intrinsic viscosity of water extractable arabinoxylans increased from 420 to 820 mL/g, n being the flow index of the dough. Results showed that the extensional viscosity is more closely affected by the AX characteristics than by protein characteristics. These results were interpreted in terms of supramolecular distribution of the gluten network and the entangled arabinoxylans in the liquid phase, and discussed for their possible impact on bread making for a wide range of wheats.

Abbreviations:

AX: Arabinoxylans

A/X.TOT: Arabinose on Xylose ratio from Total Arabinoxylans

AXTOT: Total Arabinoxylans

A/X.WE: Arabinose on Xylose ratio from Water-Extractable Arabinoxylans

A.X.WU: Arabinose on Xylose ratio from Total-Unextractable Arabinoxylans

C16.TOT: Total palmitic acid C16 content

C18.TOT: Total stearic acid C18 content

C18:1n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content

C18:1n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content

C18:2n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content

C18:3n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content

CV%: Coefficient of Correlation

D.Gluten: Dry Gluten

E'min: Minimum value of storage modulus

E'max: Maximum value of storage modulus

E'max/E'min: E'max on E'min ratio

DMTA: Dynamic Mechanical Thermal Analysis

Gli: Gliadin content

Glul: Insoluble Glutenin content

GluS: Soluble Glutenin content

IV.AX: Intrinsic Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans

K: Consistency index for biaxial strain $\epsilon_b=1$

LSF: Lubricated Squeezing Flow

Lw_i: Line Width of T_{2i} peak

n: Flow index for biaxial strain $\epsilon_b=1$

Prot: Protein content

P_{2i}: Populations i associated with T_{2i} relaxation time

SD: Damaged Starch measured with SD-Matic (iodine absorption)

SHI: Strain hardening Index for strain rate $\dot{\epsilon}_b=0.01 \text{ s}^{-1}$

SS: Soluble Starch

SV.AX: Specific Viscosity of Water-Extractable Arabinoxylans

T_{2i}: relaxation time of the population i

T°E'min: Temperature at E'min

T°E'max: Temperature at E'max

WA: Water Absorption

WEAX: Water-Extractable Arabinoxylans

W.Gluten: Wet Gluten

1. Introduction

Monitoring and understanding dough rheological behaviour is essential for wheat quality assessment. Wheat dough behaviour at mixing is traditionally characterised using a range of instruments such as alveographs or farinographs. Dough behaviour properties are also measured or observed for baking assays, such as the French breadmaking test. The potential of wheat flour for baking is generally determined by combining information from these different empirical-professional measurements, firmly rooted in traditional practices, which highlight the varying baking potential of different flours.

Bread dough rheology can be assessed through a wide range of tests, each designed to address specific aspects of its behaviour. These tests can be classified by the type of deformation applied, shear or extension, as well as by the nature of the controlled variable, be it stress or strain. The temporal dimension plays also a crucial role, allowing for analyses in dynamic (oscillatory) or steady-state regimes. These various testing methods enable comprehensive characterisation of dough properties among different breadmaking operations and their overall impact on bread quality (Della Valle *et al.*, 2022; Dobraszczyk & Morgenstern, 2003). Given their importance, a key question is how dough properties are influenced by the flour components.

Meerts *et al.* (2017) pointed out that the mechanisms affecting the gluten network and dough extensional properties are still not fully understood. They suggested that in extension, starch-starch and starch-gluten interactions, related to small strains, are affected by water content but not by mixing time, while gluten-gluten interactions, related to large strains with the gluten fully hydrated, are impacted by mixing time and less by water. However, simple systems composed of gluten and starch alone cannot exactly reproduce the rheological properties of flour-based doughs, which indicates that other components also influence the rheology as highlighted by Uthayakumaran *et al.* (2002). Pentosans, though minor constituents of the flour, are the primary biopolymers of wheat endosperm cell walls, and are mainly composed of arabinoxylans (AX). Despite their low concentration, pentosans have been shown to significantly impact dough behaviour. Migliori & Gabriele (2010) demonstrated that addition of pentosans was more effective in increasing network strength under large deformation, than under small deformation, in the viscoelastic domain. Meeus *et al.* (2021) found that a strong hydrolysis of AX by xylanase addition, with a decrease in insoluble components and an increase in soluble ones, led to a slight decrease in the extensional viscosity of wheat flour dough.

In spite of valuable results, studies on the rheological properties of wheat flour dough, generally focus on a limited number of flours and the effect of specific ingredients, often by using recomposed, enriched or defatted flours or by altering mixing conditions (Sun *et al.*, 2023). These studies often overlook the impact of natural variations of flour components on dough rheological properties, especially at optimal

hydration levels, which more accurately reflect real breadmaking conditions. While the importance of proteins in dough behaviour is well established, their precise role and action mechanism in dough rheology remains a subject of debate. This is probably because their properties depend on other components such as fibres, which are cell wall components largely composed of AX, whose interactions with gluten proteins are complex (Zhou *et al.*, 2021). Among fibres, arabinoxylans, which are minor wheat components, can significantly impact dough technological properties, even at their natural variation in the wheat grain. Understanding how the natural variability, in levels and characteristics, of these major and minor components in French flours collectively influences dough properties is essential for a comprehensive grasp of wheat flour functionality in breadmaking.

This study aims to determine how the natural variation of proteins and AX within wheat flours impacts dough rheological properties under both small and large strains, especially in extension. Recently, we have shown that AX along with proteins and damaged starch had a significant impact on water absorption (WA) for a collection of 150 wheat samples, for which proteins, lipids, damaged starch and arabinoxylans were characterised (Rezette *et al.*, 2025a). The same collection was used in this work, and since it was not feasible to perform rheological tests on all 150 samples, a subset was selected to represent significant differences in protein and arabinoxylan contents. Dough rheological measurements were carried out at low strain using Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA) and at large strain using Lubricated Squeezing Flow (LSF), ensuring a comprehensive understanding of how these components influence dough extensional properties. In addition, TD-NMR relaxometry was employed to determine dough hydration state during the tests.

2. Materials and methods

2.1. PLANT MATERIAL

One hundred and fifty (150) wheat grain samples harvested in 2020 and 2021 were used for this work, covering a wide range of composition as detailed in Rezette *et al.* (2025a). They were provided by Arvalis (F91-Boigneville), Limagrain (F63-Riom), and Axiane Meunerie (F35-Val d'Arnast). Flours were produced with the same experimental mill (MCKA, Bülher, Switzerland) and stored 20 days at room temperature before being frozen at -20°C until use. The samples were unfrozen over night at room temperature prior to rheological analysis. Actually the 150 samples have been fully characterized in terms of composition and technological properties (Rezette *et al.*, 2025a; Rezette *et al.*, 2025b, under review). Methods used for these analyses have been described in detail by (Rezette *et al.*, 2025a), and are briefly summarized here in section 2.2.

2.2. FLOUR COMPOSITION AND DOUGH CHARACTERISATION

High-Performance Size-Exclusion Chromatography (HPSEC) was used to characterise the proteins as described in a previous work (Rezette *et al.*, 2025a) and following the procedure of Morel *et al.* (2000). It included the measurement of content in: protein (Prot), insoluble glutenin (Glul), soluble glutenin (GluS), and gliadin (Gli). The quality of the gluten network, including wet gluten (W.Gluten) and dry gluten (D.Gluten) was determined using a Glutomatic® device (PerkinElmer, USA, NF EN ISO 21415-2).

Polysaccharides characterisation was performed by Gas Liquid Chromatography (GLC) after acid hydrolysis based on Englyst & Cummings (1988)'s method. This method includes the measurement of soluble starch (SS), total arabinoxylans content (AX-TOT), water-extractable arabinoxylan content (WE-AX) and their respective arabinose to xylose ratio (A/X.TOT and A/X.WE). Additionally, the intrinsic and specific viscosity of water-extractable arabinoxylans (IV.AX and SV.AX, respectively) were analysed as described by Rezette *et al.* (2025a) with an HPSEC-system (OMNISEC RESOLVE-REVEAL - Malvern Panalytical- Malvern, UK) using a Viscotek AGuard precolumn (50 x 6 mm) and a Viscotek A4000 column (300 x 8 mm – Malvern Panalytical- Malvern, UK) maintained at 35°C and eluted with 50 mM sodium nitrate at a flow rate of 0.7 mL/min.

Lipids were characterised as fatty acids, as previously described by Rezette *et al.* (2025a), using GLC after acid hydrolysis and transmethylation based on Welch (1977) method. Fatty acids content measured included the contents of total palmitic acid C16 (C16.TOT), total stearic acid C18 (C18.TOT), total vaccenic acid C18:1n-7 (C181n7.TOT), total oleic acid C18:1n-9 c (C181n9.TOT), total linoleic acid C18:2n-6 (C182n6.TOT) and total alpha-linolenic acid C183n-3 (C183n3.TOT).

The Hagberg falling number (HFN) was determined using a standard protocol (Falling number 1500, ISO 3093:2009). Damaged starch (SD) was measured by iodine absorption using an amperometric method (Medcalf & Gilles, 1965) and expressed in Chopin Units corrected based on protein and moisture content (UCDc; SDMatic; Chopin, France).

The elasticity index (Ie), a widely used quality criterion for assessing wheat baking quality of wheat, especially its rheological properties, was obtained using standard Alveograph® protocols (NF EN ISO 27971, Chopin, France). It is used for selection purpose in this study.

2.3. SAMPLING

A subset of 37 wheat samples was selected from a total of 150 to conduct a thorough rheological characterisation of the dough. The protein content is known to play a predominant role on the water absorption (WA) and on dough rheology, reflected by the elasticity index (Ie), measured from the Alveograph. Therefore, the selection process considers these two aspects as follows:

- 8 samples with varying protein contents that followed a linear relationship between the protein content and Ie, were selected and referred to as P-selection;
- 14 samples with varying protein content that deviated from this linear relationship, were selected to highlight the impact of non-protein components on Ie. These samples are referred to as the PP-selection;
- 15 samples that exhibited variations in WA while maintaining a protein content close to the average value, were selected to include the influence of other components than proteins on WA. These samples are referred to as the PS-selection.

In addition, the classification of wheats according to their end use was also provided. Hence, the selection included samples categorized for breadmaking applications, and others for different uses, such as biscuit applications, feed, or as wheat improvers.

2.4. RHEOLOGICAL CHARACTERISATION

Dough was prepared by mixing flour with water and 2% salt using a Farinograph Brabender at a rotation speed of 80 rpm for a duration of nine minutes, corresponding to a standard mixing time, and with hydration value (from 50.2 to 62.1% based on flour weight) determined by water absorption farinograph tests (Rezette *et al.*, 2025a).

2.4.1. Low deformations with Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA)

The dough thermomechanical behaviour was studied at low deformation using a Dynamic Thermo-Mechanical Analyser (DMA, MK IV, Rheometric Scientific, USA) in compression mode, with a deformation amplitude of 0.1% at a frequency of 1Hz, according to same method as described by (Dufour *et al.*, 2024). For this analysis, about 0.9 g of dough sample was taken from the initially prepared dough and left to rest in the absence of air at room temperature for 30 minutes. The piece of dough was then placed between two 17 mm diameter plates, separated by a gap $h_0 = 3.2$ mm. Silicone grease (SuperLube, Bohemia, NY, USA) was applied around the dough to prevent it from drying out during the analysis. A constant static force of 10^{-2} N, considered negligible to the modulus measured, was applied to the sample to maintain contact between the dough and the plates during the temperature rise. The dough was rested for 5 minutes before starting the analysis. The oven was closed over the sample and a heating rate of $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ was applied to increase the temperature from 22°C to 120°C .

Since the internal temperature of the dough (T) does not instantly equilibrate with the oven environment, it remained lower than the oven's set temperature (T_{Oven}). To account for this discrepancy, calibration was performed by simultaneously measuring T using a thermocouple and recording the corresponding T_{Oven} . T was then adjusted using the following correction equation:

$$T = 3.4 * 10^{-3} * T_{\text{Oven}}^2 + 0.29 * T + 13.2 \quad (1)$$

The storage modulus E' and the viscous modulus E'' were measured during temperature rise and calculated using RSI Orchestrator software (Rheometric Scientific, USA), which monitored the system. For every sample, DMTA was performed on 3 pieces of dough from the same preparation.

2.4.2. Large deformations with Lubricated Squeezing Flow

The dough pieces (5 g) are shaped in lubricated Teflon™ moulds and the test is carried out at 3 compression rates as described in (Turbin-Orger *et al.*, 2016).

Data was processed as described in (Launay & Michon, 2008 ; Van Vliet, 2008). The force F applied to the sample is recorded as a function of displacement ($H_0 - H(t)$), H_0 and $H(t)$ being respectively the initial height and height at time t, of the sample. The stress σ is obtained from F as follows:

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (2)$$

with S the surface area of the moving top plate ($\varnothing=20$ mm). The biaxial strain ϵ_b is determined by:

$$\epsilon_b = \frac{1}{2} \ln \left(\frac{H(t)}{H_0} \right) \quad (3)$$

Therefore, biaxial strain rates $\dot{\epsilon}_b$ can be calculated for given strain values [0.1, 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 1.25]:

$$\dot{\epsilon}_b = \frac{v}{2H(t)} \quad (4)$$

The slope of the curve representing $\ln(\sigma)$ as a function of ϵ_b , for a given $\dot{\epsilon}_b$ value, defines the Strain Hardening Index (SHI). In this study, it is calculated for $\dot{\epsilon}_b=0.01$ s⁻¹:

$$SHI = \left(\frac{d \ln \sigma}{d \epsilon_b} \right)_{\dot{\epsilon}_b=0.01 \text{ s}^{-1}} \quad (5)$$

Finally, for any constant strain value, bi-extensional viscosity η_E is determined, by the Ostwald-de Waele power law as follows:

$$\eta_E = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}_b} = K \cdot \dot{\epsilon}_b^{n-1} \quad (6)$$

From equation 6, the consistency index K and the flow index n are derived for any value of biaxial strain ϵ_b . In this study, they will be calculated for $\epsilon_b=1$.

Measurements were repeated on four dough pieces coming from a same dough preparation, for each compression rate.

2.5. TD NMR RELAXOMETRY MEASUREMENTS

The TD NMR relaxometry measurements were conducted a Minispec (mq20, Bruker Biospin) following the procedure and signal treatment outlined by Dufour *et al.* (2023). Approximately 0.9 g of dough was introduced into a 10mm diameter NMR tube and compressed to a height of approximately 10 mm. The tubes were sealed with a stopper to prevent moisture loss, and stored for 24 h at 4°C, prior to analysis. The Carr-Purcell-Meiboom-Gill (CPMG) sequence was employed to determine the distribution of T_2 relaxation times and visualise the mobile protons assigned to water. While 2500 data points were acquired by taking only the paired echoes, 64 scans were performed to ensure a total acquisition time of 10 minutes instead of the 20 minutes, as reported by Dufour *et al.* (2023). These experiments focused on the PS-selection, as detailed in section 2.3., the preparation of doughs was the same as for rheological measurement (see 2.4). T_2 measurements were repeated on 5 dough pieces coming from a same dough preparation.

The total water content of the system was calculated from the initial water content of the flour and the water added for mixing. The precise water content of each sample was determined by dehydration (105 °C for 72 h) following NMR acquisition.

The relaxation signal obtained from the CPMG sequence was converted into a continuous distribution of T_2 relaxation components using an Inverse Laplace transformation (ILT) as described by Lahaye *et al.*, (2018). This transformation was accomplished using a primal-dual interior method for convex objectives (PDCO) implemented in MATLAB® (MathWorks, Inc., Natick, MA, USA). Quantitative analysis of the continuous distribution was performed using a custom-developed MATLAB® routine.

This transformation produces a graphical representation of the T_2 relaxation time distribution in the form of distinct peaks. These peaks can then be analysed individually to obtain detailed information about the different proton populations in the sample: Relative peak area (P_2), peak width/dispersion (LW) and transverse relaxation time (T_2). Each peak corresponds to a specific proton population with distinct mobility characteristics.

2.6. STATISTICAL ANALYSIS

The linear correlations between all the variables are analysed with hierarchical clustering and visualized by a heatmap, performed using R v4.1.3 with the heatmap function. The thresholds level of correlation are: p-value < 0.05 ($|r| > 0.33$), p-value < 0.01 ($|r| > 0.42$), and p-value < 0.001 ($|r| > 0.52$). The average of replicates is used for the statistical analysis.

3. Results

3.1. SAMPLES SELECTION AND CORRELATION BETWEEN VARIABLES

Samples selection was based on the variations of two dough technological properties, elasticity index (Ie) and water absorption (WA), and their correlations with the protein content (Prot) as shown in Fig. 1A and B, respectively. The positive linear relations observed in both cases confirm the predominant effect of the protein content on these properties. However, the important scattering of the points along the regression line suggests that additional factors, distinct from protein content, also contribute to these properties. In Fig.1A, the P-selection gather the samples for which the values of Ie align with the regression line, while the PP-selection includes the samples for which the Ie values deviate from the regression line, indicating a potential effect of other factors than protein content. These factors could be damaged starch, and also the ratio arabinose on xylose from total arabinoxylans (A/X.TOT), as shown in our recent results (Rezette *et al.*, 2025b, under review). A total of 22 samples were selected in this way: 14 from PP-selection and 8 from P-selection.

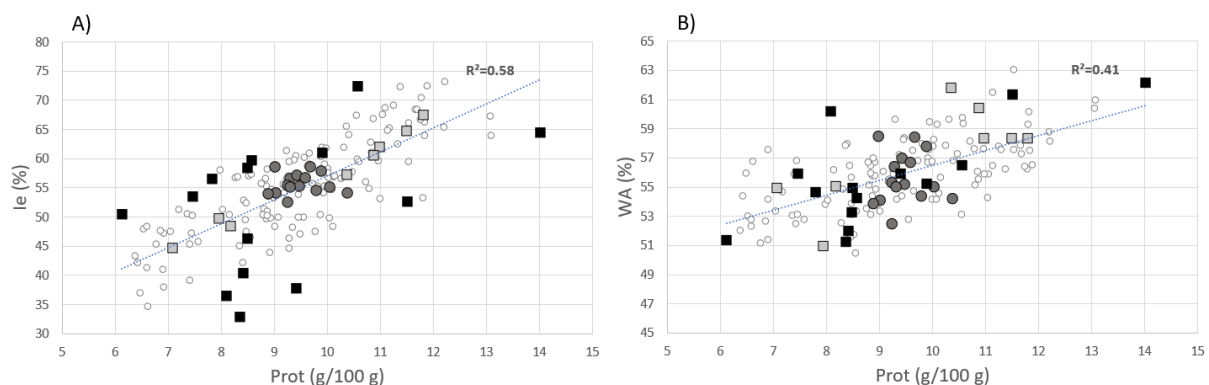


Fig. 1: Distribution of selected samples according to two dough characteristics: A) Elasticity index (Ie) versus protein content (Prot) (data from Rezette *et al.* (2025b), under review)); B) Water Absorption (WA) versus Prot (data from Rezette *et al.* (2025a)). The characteristics are the following: Selected samples \square are characterised by a good prediction of Ie by Prot alone; Selected samples \blacksquare are characterised by a poor prediction of Ie by Prot alone; Selected samples \bullet are characterised by variations in WA and tiny variation of Prot.

Fig. 1B also displays a significant scattering of the points around the regression line that relate the protein content with WA. It has been shown in a previous work (Rezette *et al.*, 2025a) that components, such as damaged starch and arabinoxylans, especially their specific viscosity (SV.AX), have a significant effect on WA. In this case, the PS-selection consists of samples with similar protein contents (and close to the average) but distinct WA. Fifteen (15) samples were selected this way to capture the impact of non-protein components. To emphasize the effect of arabinoxylans over starch, the selected samples were chosen with a wide distribution of SV.AX values, as shown by results reported in Table 1.

Table 1: Value intervals of data from (A) the total selection of 37 samples (P-, PP- and PS-selections), and (B) the PS-selection of 15 samples alone.

Total selection:							
A)	Prot	WE-AX	SV.AX	SS	SD	WA	Ie
Unit	g/100 g	g/100 g	mV.mL	g/100 g	UCDc	%	%
Min-Max	6.1 - 14	0.30 - 0.86	204 - 754	1.2 - 6.2	12.1 - 23.9	50.9 - 62.1	32.8- 72.3
Mean	9.4	0.50	424	3.3	17.6	56	54.3
CV (%)	15.6	28.6	34	31.4	15.2	5.2	16.5
PS – selection:							
B)	Prot	WE-AX	SV.AX	SS	SD	WA	Ie
Unit	g/100 g	g/100 g	mV.mL	g/100 g	UCDc	%	%
Min-Max	8.9 - 10.4	0.30 - 0.86	229 - 754	2.9 - 3.9	13.4 - 23.9	52.5 - 58.5	44.3 - 65.3
Mean	9.5	0.54	435	3.4	17.5	55.6	55.7
CV (%)	4.4	33.5	40	11.1	15.7	3.2	10.5

Prot: Protein content; WE-AX: Water-Extractable Arabinosylan content; SV.AX: Specific Viscosity of WE-AX; WA: Water Absorption; IE: Elasticity Index. PS-Selection: selection with constant protein content but varying WA

As depicted in Fig. 1., the selection of 37 samples captures the variability of the initial sample set, particularly in terms of protein content, WA and Ie. The range of values for the different variables in the whole selection is reported in Table 1A. Table 1B presents the values for the PS-selection. In this selection, as expected, the range of protein content (Prot) is quite narrower compared to the total selection, while the ranges for WE-AX and SV.AX remain of the same amplitude. In addition, the numerical values for the composition and dough technological properties for these 37 samples have been reported in Table S0 (Supplementary material).

The correlations amongst the composition and rheological variables are reported by the heatmap; the dendrogram at the top represents the hierarchical clustering (Fig.2). Two groups may be identified:

- the group on the left of the heatmap includes a first set of variables related to soluble arabinosylans (WEAX, SV.AX, and IV.AX) and consistency (K), a second set with the minimum and maximum modulus values (E'min and E'max), a third set with the corresponding temperatures at which these moduli are observed (T°E'min and T°E'max) along with the flow index (n), and finally the total amount of arabinosylans (AXTOT), which is isolated from the other variables;
- the group on the right of the heatmap includes a set of variables related to water absorption (WA), damaged starch (SD and SS), and all lipid-related variables, except for C18.TOT, which remains more isolated, and a set with the arabinose-to-xylose ratios (A/X.WE and A/X.TOT), and most protein-related variables (Prot, Gli GluS, W.Gluten and D.Gluten), except for the insoluble glutenins (Glul), which stands apart, associated with the elasticity index (Ie), the Hagberg Falling Number (HFN), the Strain Hardening Index (SHI), and the modulus ratio (E'max/E'min).

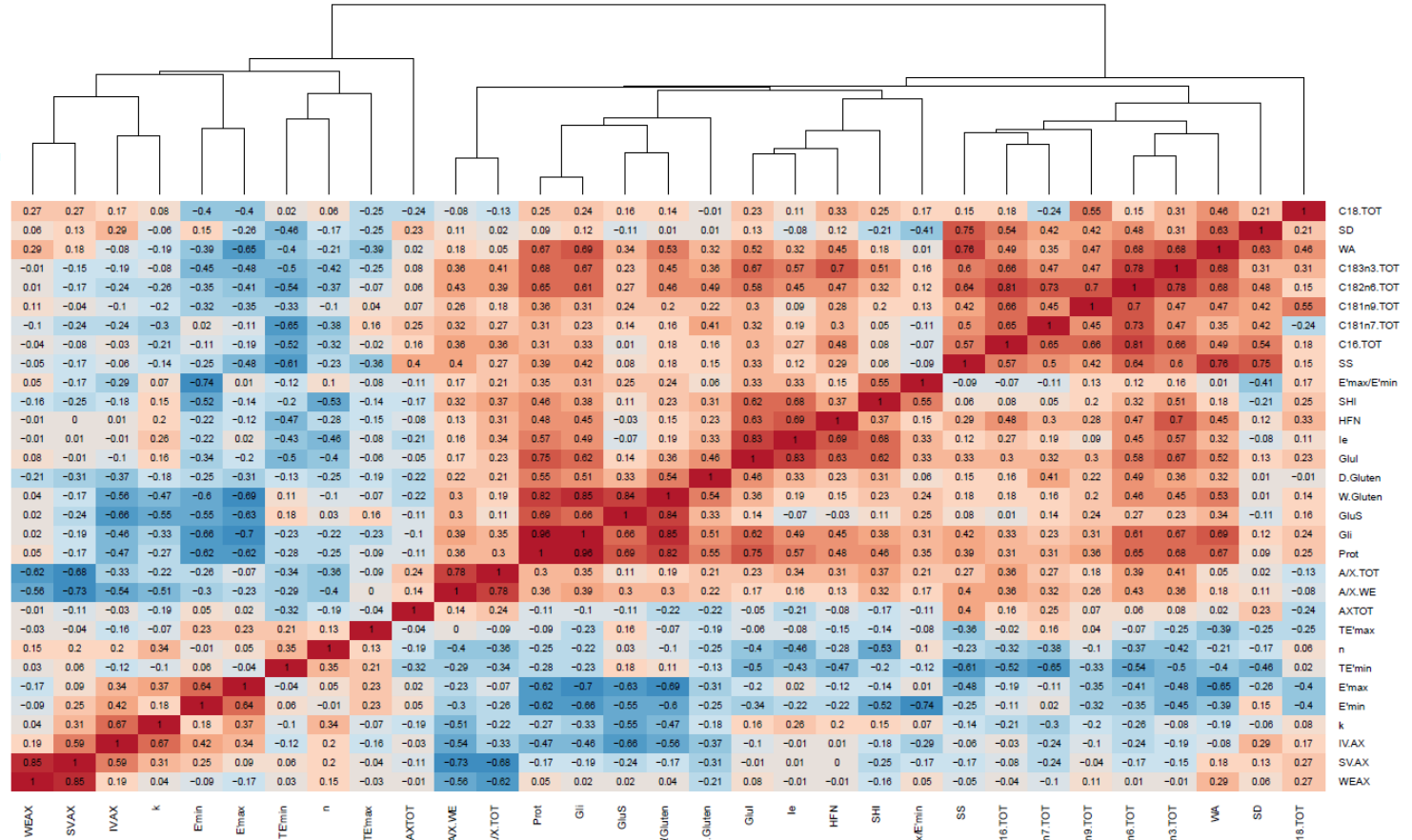
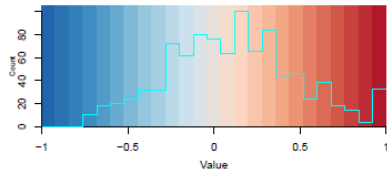


Fig. 2: Heatmap made on the 37 selected samples. Significance Thresholds: p -value < 0.05 ($|r| > 0.33$), p -value < 0.01 ($|r| > 0.42$), and p -value < 0.001 ($|r| > 0.52$).

WEAX: Water-Extractable Arabinoxylan content; SV.AX : Specific Viscosity of WEAX; IV.AX: Intrinsic Viscosity of WEAX; K: Consistency index for biaxial strain $\epsilon_b=1$; E'min: Minimum value of storage modulus; E'max: Maximum value of storage modulus; T'E'min: Temperature at E'min; n: Flow index for biaxial strain $\epsilon_b=1$; T'E'max: Temperature at E'max; AXTOT: Total Arabinoxylan content; A.X.WE: Arabinose to Xylose ratio from WEAX; A.X.TOT: Arabinose to Xylose ratio from AXTOT; Prot: Protein content; Gli: Gliadin content; GluS: Soluble Glutenin content; W.Gluten: Wet Gluten; D.Gluten : Dry Gluten; GluI: Insoluble Glutenin Content; le : Elasticity Index; HFN: Hagberg Falling Number; SHI: Strain Hardening Index for strain rate $\dot{\epsilon}_b=0.01 \text{ s}^{-1}$; E'max/E'min: E'max on E'min ratio; SS: Soluble Starch; C16.TOT : Total palmitic acid C16 content; C181n7.TOT: Total vaccenic acid C18:1n-7 content; C181n9.TOT: Total oleic acid C18:1n-9 content; C182n6.TOT: Total linoleic acid C18:2n-6 content; C183n3.TOT: Total alpha-linolenic acid C18:3n-3 content; SD: Damaged starch measured by iodine absorbance; C18.TOT: Total stearic acid C18 content.

The map reveals some significant correlations (p -value <0.001) between the rheological measurements and composition variables. Notably, a correlation is observed between IV.AX and consistency K ($r=0.67$) in the left cluster. Additionally, proteins (W.Gluten, Prot, Gli and GluS) show negative correlations with E'_{max} ($r=-0.69$, -0.62 , -0.70 and -0.63 respectively), and, to a lesser extent, with E'_{min} ($r=-0.6$, -0.62 , -0.66 , -0.55) in the right cluster.

3.2. VARIATIONS OF VISCOELASTIC MODULI WITH TEMPERATURE

The thermo-viscoelastic behaviour of dough prepared from the selected flour was studied by Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA) by measuring the variations of storage modulus E' during temperature rise. A summary of results from DMTA measurements is presented in Table 2. Complete numerical results are available in supplementary data (S1).

Table 2: Results from Dynamic Thermo-Mechanical Analysis (DMTA) and Lubricated Squeezing Flow (LSF) measurements on the 37 selected samples

	E'_{min}	E'_{max}	E'_{max}/E'_{min}	$T^{\circ}E'_{min}$	$T^{\circ}E'_{max}$	SHI	K	n
Unit	kPa	kPa	/	$^{\circ}C$	$^{\circ}C$	Pa	$kPa.s^n$	/
Min-Max	51 - 141	618 - 1125	7.2 - 14.0	40 - 49	67 - 74	1.45 - 2.07	11.1 - 22.2	0.23 - 0.42
Mean	86	847	10.3	44	71	1.72	16.7	0.32
CV (%)	14.3	14.8	18.5	5.5	2.2	8.2	18.1	11.4

E'_{min} : Minimum value of storage modulus; E'_{max} : Maximum value of storage modulus; E'_{max}/E'_{min} : E'_{max} on E'_{min} ratio; $T^{\circ}E'_{min}$: Temperature at E'_{min} ; $T^{\circ}E'_{max}$: Temperature at E'_{max} ; SHI: Strain Hardening Index for strain rate $\dot{\epsilon}_b=0.01 s^{-1}$; K: Consistency index for biaxial strain $\epsilon_b=1$; n: Flow index for biaxial strain $\epsilon_b=1$

In the present study, the values of storage modulus E' were consistently found to be larger than those of dissipative modulus E'' , confirming that, over the interval of temperature investigated, wheat flour dough behaved more like a solid rather than a fluid. Fig. 3 displays two typical thermograms, where the storage modulus E' decreases from its initial value at ambient temperature to a minimum value (E'_{min}) around $45^{\circ}C$, before sharply rising to a maximum value (E'_{max}) around $70^{\circ}C$, and then dropping steeply thereafter. Notably, Fig.3 reports the thermograms with the highest (1125 kPa) and lowest (610 kPa) E'_{max} values over the whole selection of samples. They were obtained from flours characterised respectively by a low protein content (6.1 g/100 g of flour), referred to as LPF, and a high protein content (10.4 g/100 g of flour), referred to as HPF. This result is in accordance with the negative correlation found between Prot and E'_{max} ($r=-0.62$). Actually, the increase of E' between 45 and $70^{\circ}C$, has been primarily attributed to gluten cross-linking and secondly to starch granules swelling (Rouillé *et al.*, 2010). So, this difference of E'_{max} values suggests that the gluten network, just after mixing, was tighter for sample HPF than for sample LPF; consequently, crosslinking and starch granule swelling were less important upon heating.

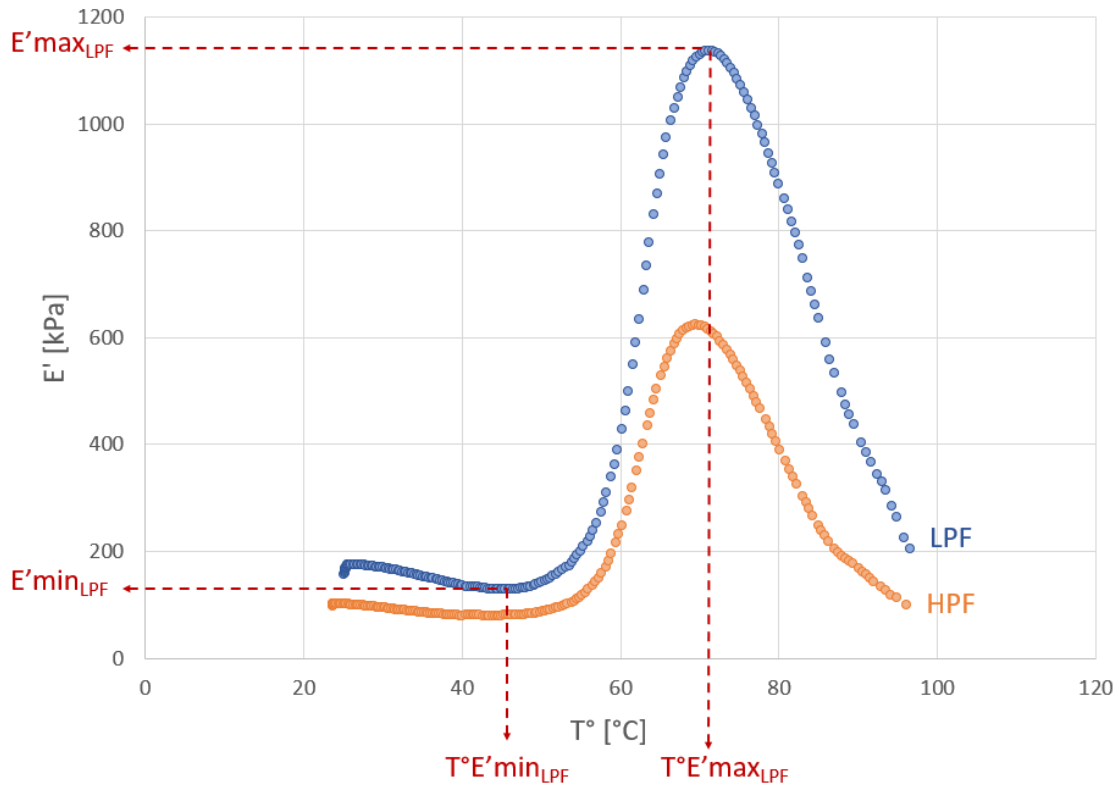


Fig. 3: Typical variations of storage modulus E' as a function of dough temperature determined by DMTA for the two flours having the highest and the lowest maximum storage modulus ($E'max$) values respectively corresponding to a Low-Protein Flour (LPF) and a High-protein Flour (HPF)

The relatively small temperature variation observed at minimum and maximum storage modulus for the whole sampling ($T^\circ E'min$ and $T^\circ E'max$; Coefficient of Variation $CV\%=2.2\%$ and 5.5% respectively, Table 2) is in line with results reported in previous works (Dufour *et al.*, 2024 ; Rouillé *et al.*, 2010). These small variations suggest that the differences of flour composition do not induce significant structural changes other than gluten cross-linking and starch granule swelling. Nonetheless, the amplitude of these structural changes varies, as reflected by the variations of minima and maxima values of storage modulus ($E'min$ and $E'max$, $CV\%=14.3$ and 14.8% respectively).

These changes are usually evaluated by calculating the ratio of maximum to minimum modulus $E'max/E'min$. Its value varied between 7.2 and 14, in a narrower interval than the one found by Shehzad *et al.* (2011) (10 to 35, for 24 different mixing conditions), or by Dufour *et al.* (2024) (3.8 to 25.6, for 4 different flours, 5 different moisture contents and mixing conditions) but closer to the values interval found by Angioloni & Dalla Rosa (2005) (8 to 10, varying salt concentration, speed and mixing time).

3.3. EXTENSIONAL BEHAVIOUR

Large strain measurements were performed using Lubricated Squeezing Flow test (LSF). For all dough samples, the variations of the extensional viscosity with the strain rate were found to follow a power law (eq.6), at fixed strain, as illustrated by typical flow curves in Fig. 4. The power law provides a convenient way to represent deformation of dough samples during the various stages of breadmaking. As illustrated in Fig. 4, the value $\dot{\epsilon}_b=0.01 \text{ s}^{-1}$ is the order of magnitude of internal dough strain rate during fermentation, where extensional properties are the force which constrains the growth of gas bubbles in the dough, while higher values of strain rate ($> 1.10^{-1}\text{s}^{-1}$) are more typically observed/generated during mixing and shaping operations (Amemiya & Menjivar, 1992 ; Della Valle *et al.*, 2014).

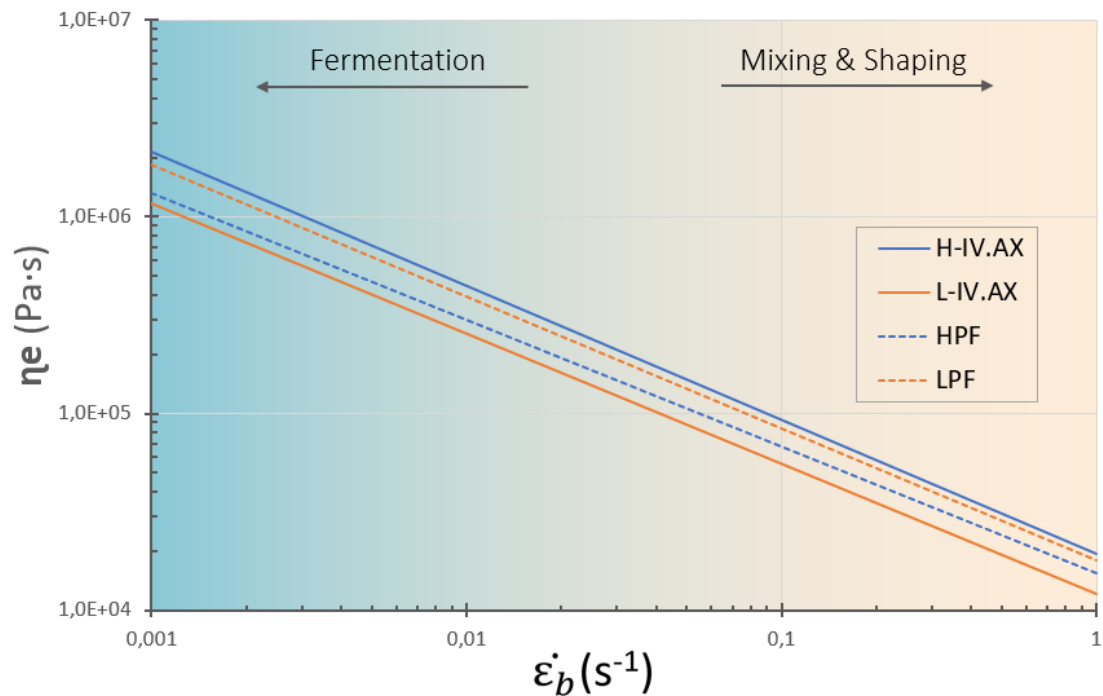


Fig. 4: Extensional viscosity as function of biaxial strain rate $\dot{\epsilon}_b$ for a biaxial strain of $\epsilon_b = 1$ for: (a) the two flours with the lowest and highest protein content (resp. LPF and HPF) and, (b) the two flours with the most distinct curves and with low and high AX intrinsic viscosities (resp. L-IV.AX and H-IV.AX). Colours shading indicate strain rate value experienced by the dough during breadmaking process.

Strain hardening index (SHI) was determined for a fixed strain rate, $\dot{\epsilon}_b=0.01 \text{ s}^{-1}$ (eq.5), and together with the consistency (K) and the flow indices (n), derived from the power law, these three indices account for the extensional behaviour of wheat flour dough. A summary of the variations of these indices for the 37 selected samples is presented on Table 2. Complete data is provided in supplementary data (S1).

Among these three indices, the consistency values (K) exhibited the highest variations, ranging from 11,100 Pa.sⁿ to 22,200 Pa.sⁿ. These values, for $\epsilon_b=1$, are of the same order of magnitude as those

reported by Turbin-Orger *et al.* (2016) who found K values between 5 and 18.6 kPa.sⁿ for doughs prepared under different mixing conditions or formulations. They were lower than those reported by Dufour *et al.* (2024) who reported K values up to 40 kPa.sⁿ, for doughs subjected to three mixing times and three hydration levels (under-hydrated, optimally-hydrated and over-hydrated). For Dufour *et al.* (2024) the significant variation in water content was by far the main factor influencing K, while considering only dough optimally hydrated, regardless of the mixing conditions and type of flour, K ranged between 14 and 25 kPa.sⁿ, an interval similar to the one observed in the present study (Table 2). Regarding the flow index (n), the range of values (0.23 – 0.42) is below 1, reflecting a strain rate-thinning behaviour of all the tested doughs, similar to those found by Dufour *et al.* (2024) (0.27 – 0.48), and narrower compared to those reported by Turbin-Orger *et al.* (2016) (0.3 – 0.6). Finally, the strain hardening index (SHI) exhibited the smallest variations, with a range of values (1.45 – 2.07), slightly narrower than that reported by Turbin-Orger *et al.* (2016) (1.2 – 2) or Dufour *et al.* (2024) (1.5 – 2.7). The comparison of these results suggests that the variations of extensional behaviour of dough, resulting from a wide range of wheat grain composition, are of the same order of magnitude than those obtained when changing formulation and processing conditions for a single wheat flour.

In contrast to DMTA results (*section 3.2*), which showed that the rheological behaviour at low deformation is primarily influenced by proteins, the LSF results indicated a lower impact of protein content. Indeed, while HPF and LPF presented distinct curves illustrated with dashed line in Fig. 4, the most distinct curves were observed in samples with markedly different intrinsic viscosities of arabinoxylans (IV.AX) (4.2 dL/g vs 8.2 dL/g). The sample with high IV.AX (H-IV.AX) presented higher extensional viscosity compared with the sample with low IV.AX (L-IV.AX). These results illustrate the correlation between K and IV.AX already pointed out from the heatmap ($r=0.67$, see *section 3.1* and Fig.2). Conversely, doughs made from flours with extreme IV.AX values did not exhibit significant differences in E' values (see S2).

This result aligns with Migliori & Gabriele (2010), who noted that pentosans (and thus mainly AX) effects on the dough were more pronounced at large deformations than at small deformations. Arufe *et al.* (2017) also showed the same general trend with dough supplemented with a mix of soluble dietary fibres. Meeus *et al.* (2021) reported a decrease of about 20% in extensional viscosity with increasing levels of soluble arabinoxylans achieved through xylanase addition. This discrepancy with the present study may be attributed to the fact that xylanase treatment also reduces the insoluble fraction of AX, and this fraction is, like for insoluble fibres, known to increase extensional viscosity. The decrease of insoluble AX would then balance the potential increase of viscosity due to the rise of soluble AX, resulting in a moderate effect compared to the one observed in the present study.

3.4. DOUGH HYDRATION STATE

To determine whether AX can impact water mobility in the dough, TD-NMR relaxometry measurements were performed on PS-selection, which presents a narrow range of protein content (Tab.1b). TD-NMR measurements allowed to identify different populations of water protons based on their mobility.

All samples of the PS-selection exhibited the same T_2 distribution, characterised by four peaks A, B, C and D, as illustrated in Fig.5. In biological samples there is no simple relationships between T_2 components and specific morphological compartments or constituents (Lahaye *et al.*, 2015). Each T_2 peak can be assigned to water population at a given mobility, corresponding to specific molecular environment. It is characterised by its relative peak area (P_2), peak width/dispersion (LW), and transverse relaxation time (T_2). The parameters associated with each of the peaks varied between samples, but without any significant correlation with flour composition (for all numerical values, see S3). Peak A, with a relaxation time domain (T_2) of less than 1 ms and peak B with a T_2 between 2 and 5 ms, are associated with the populations of water most tightly bound to macromolecular components of the sample. Peak C, with a T_2 ranging from 6 to 40 ms, and peak D, with a T_2 ranging from 40 to 60 ms, correspond to water populations that are less tightly bound and are more likely to be found in microporosities (Barron *et al.*, 2021; Parenti *et al.*, 2021).

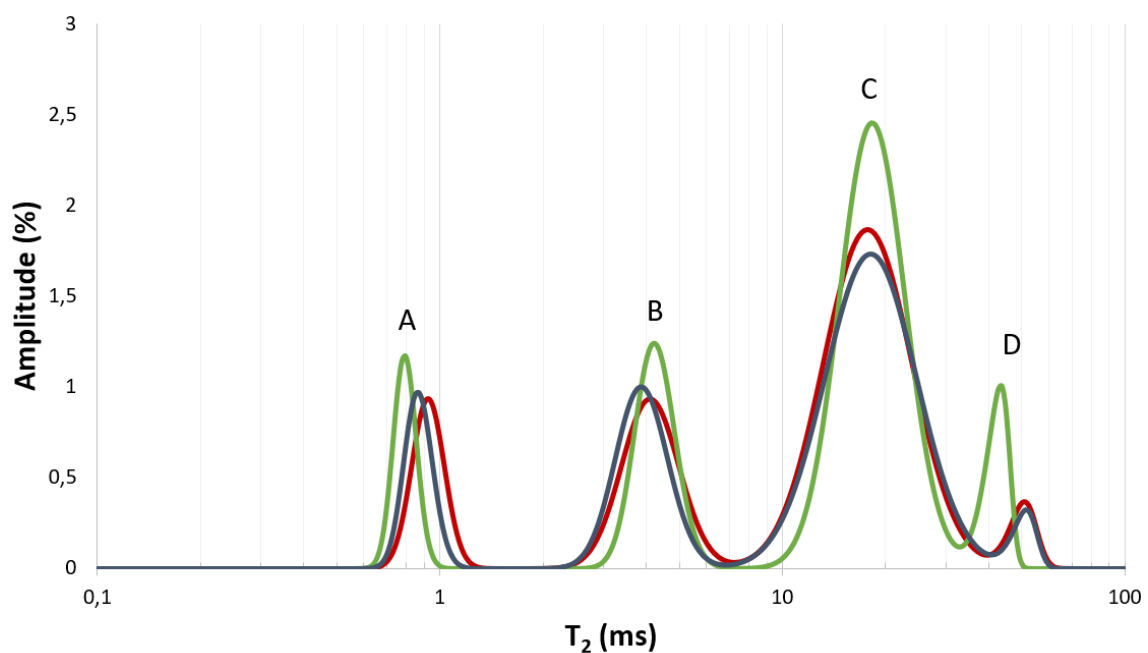


Fig. 5: Typical TD NMR T_2 distributions of wheat flour dough for three different samples of the PS collection. The x axis is the logarithmic scale of the relaxation time T_2 . The y axis corresponds to the distribution amplitude expressed in absolute water content (% w/w).

This four-peak distribution is typical of dough in an optimal hydration state, as previously identified by (Dufour *et al.*, 2023), and characterised by a well-structured and compact gluten network with many thin protein strands (Dufour *et al.*, 2024). Since a four-peak distribution is observed in all wheat flour doughs from the PS-selection, it can be concluded that the doughs were optimally prepared with respect to hydration and mixing time. While all flours tested, in PS collection, had protein contents close to 9.5%, their WEAX content and SV.AX levels varied (Table 1). This result indicates that changes in water-extractable AX did not affect the number of water populations neither the distribution of relaxation time. Consequently, the hydration state of the gluten network is not changed, even though water-unextractable arabinoxylans (WU-AX, i.e. insoluble fibres) have been reported to interact with gluten proteins (Zhou *et al.*, 2021) or to change its structure (Nawrocka *et al.*, 2018). Dufour *et al.* (2023) indicated that hydration level, especially when deviating from the optimum value, is the most impactful factor. Therefore, difference of protein content alone would likely not affect the number of peaks in the distribution. This assumption was confirmed by testing TD-NMR relaxometry measurements on two additional samples (see S3) having the highest and the lowest protein content (14 and 6.1% respectively), who displayed the same distribution of relaxation time, characterised by four peaks, i.e. typical of a gluten network with optimal hydration state.

3.5. EFFECTS OF GLUTEN NETWORK STRUCTURING AND STARCH GELATINIZATION ON LOW STRAIN DOUGH RHEOLOGICAL BEHAVIOUR

The variations of the storage modulus E' with rising temperatures has been predominantly attributed to gluten cross-linking (Rouillé *et al.*, 2010), and, to a lesser extent, to the gelatinization of starch granules. The swelling of starch granules is influenced by the structuring of the gluten, as the gluten network limits the swelling of the granules, while the two biopolymers compete for water (Rolee & LeMeste, 1999). To analyse E' variations, the ratio E'_{\max}/E'_{\min} is often considered as an important indicator (Dufour *et al.*, 2024 ; Turbin-Orger *et al.*, 2016). In these studies, E'_{\max}/E'_{\min} is used to emphasize the influence of the temperature in cross linking the gluten network, suggesting that the ratio E'_{\max}/E'_{\min} is inversely related to the initial level of gluten network structuring. However, this usual interpretation does not hold in the present case, as no relation has been found between E'_{\max}/E'_{\min} and a variable reflecting gluten network such as W.Gluten, Gli, GluS or Prot. Moreover, in the present work, no significant correlation was found between this ratio, and the technological parameters or the composition (Fig.2). This result can be attributed to the fact that these two previous studies were conducted on a limited number of flours with varying formulations and/or processing conditions. In contrast, this study examines a broad spectrum of grain and flour compositions, with

dough under optimal hydration, in order to provide a more comprehensive and specific evaluation of the effect of protein and arabinoxylans.

Interestingly, the modules themselves (E'_{\max} and E'_{\min}), exhibited more significant relationships with protein-related variables (W.Gluten, Gli, GluS or Prot, which are all correlated) than their ratio E'_{\max}/E'_{\min} as indicated the heatmap (Fig.2). Both E'_{\max} and E'_{\min} displayed large negative correlations with the protein content (Prot) ($r=-0.62$ for both) in contrast to the weaker positive correlation of Prot with E'_{\max}/E'_{\min} ($r=0.35$). Similar patterns are observed for other protein and gluten-related variables, such as Gli, GluS and W.Gluten. Notably, the maximum storage modulus (E'_{\max}) clearly depends on the amount of Wet Gluten (W.Gluten) or Gliadin content (Gli), with an inverse relationship ($R^2=0.5$ or $R^2=0.51$ respectively), as illustrated in Fig.6. W.Gluten measures the combined weight of the gluten and the water it entraps, providing insight into the mixing capacity of the flour. A higher W.Gluten indicates greater water absorption (WA). Indeed, E'_{\max} showed a great negative correlation with water absorption (WA) ($r=-0.65$) while E'_{\max}/E'_{\min} displayed no correlation with WA ($r=0.01$). This relationship aligns with the relationship between E'_{\max} and W.Gluten (Fig.6). It reflects the significant role of proteins in water absorption (Dexter *et al.*, 1994 ; Greer & Stewart, 1959 ; Tara *et al.*, 1972). The primary role of proteins in WA has been ascertained for this sample collection (Rezette *et al.*, 2025a) closely followed by damaged starch. This would explain why damaged starch, as shown by the heatmap (Fig. 2), also shares a relationship with E'_{\max} ($r=-0.48$). The strong correlation between protein content and W.Gluten ($r=0.82$) coupled with NMR results, reflecting a gluten network optimally hydrated, for all samples, provides compelling evidence for the structural evolution of the gluten network. As protein content and hydration increases, the gluten network becomes more structured and tighter as depicted in the sketches in Fig.6, which, finally negatively impacts E'_{\max} .

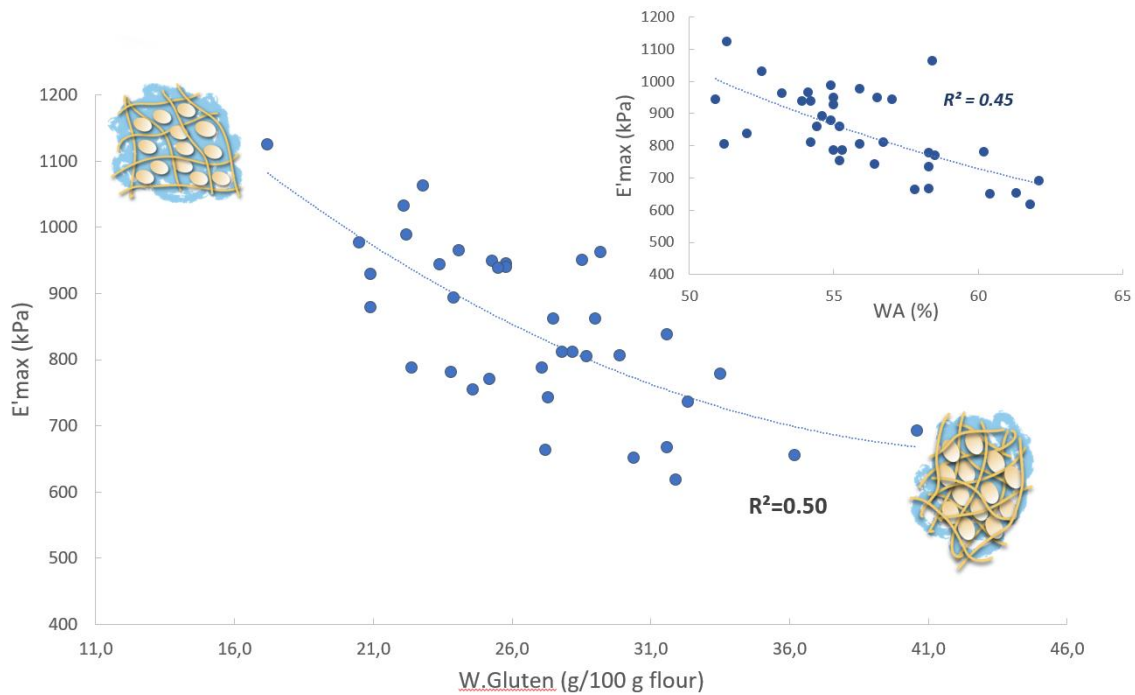


Fig. 6: Variations of maximum storage modulus (E'_{max}) with Wet Gluten ($W.Gluten$), and, in the insert, comparative evolution with water absorption (WA); dotted line represents the best fitting by least square regression : $E'_{max} = 564,82*(W.Gluten)^2 - 50326*(W.Gluten) + 2E+06$. As suggested by the two pieces of sketch, the gluten network became tighter with the protein and water content increase.

Consequently, higher E'_{max} values suggest that, a gluten network initially less structured (i.e low $W.Gluten$), offers more available water and less resistance for the swelling of starch granules during heating. The latter mechanism is enhanced by the higher water adsorption capacity of gluten compared to starch, which hinders wheat starch hydrothermal changes, as shown by Rakhshi *et al.* (2024) on starch-gluten model systems, of similar hydration level as wheat flour dough. This interpretation is in line with the results obtained, in the shear mode, by Jekle *et al.* (2016), also on starch-gluten model systems, showing that the addition of gluten increased the solid character of the dough ($G''/G' = \tan \delta$ decreases) while G^*_{max} decreased. The minimum storage modulus (E'_{min}) also showed similar correlations as E'_{max} , with $Prot$ ($r=-0.62$) and Gli ($r=-0.66$) but their interpretation is tricky because E'_{min} values are obtained for low values of stress, close to the sensitivity limits of the DMTA equipment.

Finally, these results confirm the significant role of initial structuring of the gluten network, either in limiting starch granule swelling or gluten cross-linking, as the temperature increases. Therefore, E'_{max} is somehow an indicator of gluten network development and structure. It reflects the complex interplay between protein, starch, and dough hydration, and provides crucial insights into the rheological properties of dough within the optimal hydration interval. Low-strain properties, i.e. in linear viscoelastic domain, enhancing the solid behaviour of dough, are governed by the gluten network, which explains the observed impact of $W.Gluten$.

3.6. EFFECT OF ARABINOXYLANS ON LARGE STRAIN DOUGH RHEOLOGICAL BEHAVIOUR

Unlike the moduli, measured at low strain, there was no significant correlation between the consistency index K and the protein content. However, K presents a correlation with the intrinsic viscosity of water extractable arabinoxylans, IV.AX (Fig.7, $R^2 = 0.47$). Note that this relation is enhanced when considering only the 25 wheat samples intended for breadmaking ($R^2=0.60$), which is of importance for practical applications. In addition, the range of K values is independent of the wheat samples selection (PS or PP). When considering only the P and PP-selection from flours classified for breadmaking, the relation between K and IV.AX remains ($R^2 = 0.67$, data not shown), suggesting that it is independent of the protein content. These results underscore the significant role of AX in determining dough extensional properties.

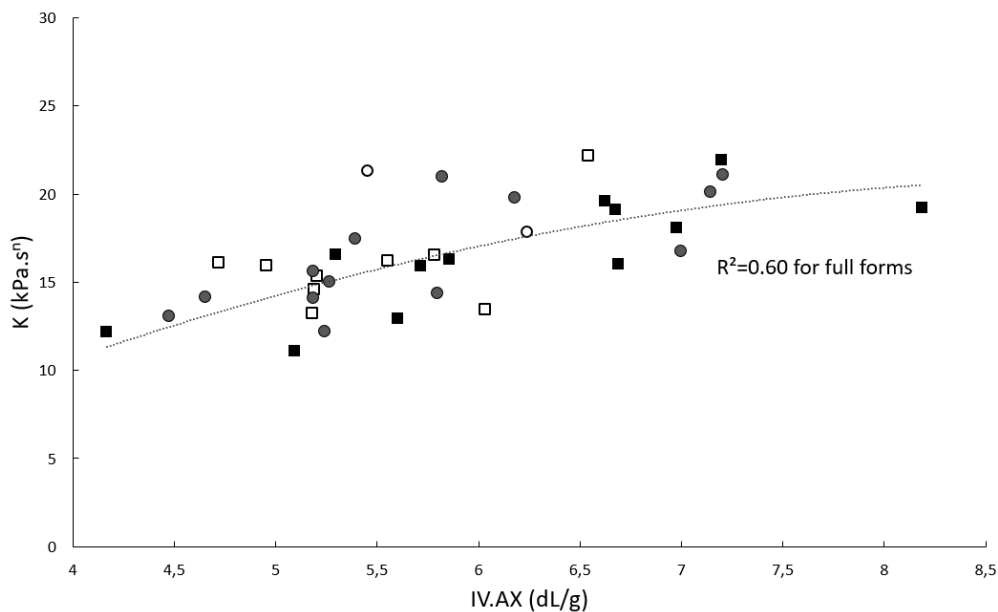


Fig. 7: Variations of consistency index K , derived from extensional viscosity, with the intrinsic viscosity of water-extractable arabinoxylans IV.AX, for breadmaking flours (full forms ●■) and flour for other uses (empty forms ○□) with distinction between P and PP-selection (circles ○●) and PS-selection (triangles □■). Fitting by least square regression has been performed only for breadmaking flour samples ($K = -379,79*(IV.AX)^2 + 6977,6*(IV.AX) - 11158$).

In contrast with low strain tests, large strain tests primarily engage the viscous properties of the dough matrix, which are involved during dough processing and reveal its liquid-like behaviour. The consistency index, K provides an index of extensional viscosity, and the intrinsic viscosity is related to the AX chain-length distribution (Dervilly-Pinel *et al.*, 2001). So, the relationship between K and the intrinsic viscosity of arabinoxylans (IV.AX) can be explained by the presence of larger AX molecules (high IV-AX), which are more prone to entangle. These molecular features concur to increase the viscosity of the liquid phase embedding the gluten network and therefore, they would contribute to an additional resistance to

deformation and, consequently an increase in the overall consistency of the dough. The involvement of soluble arabinoxylans properties in this liquid phase supports previous hypotheses. Calculations by Neukom *et al.* (1967) suggested that the concentration of arabinoxylans in the available water within the dough is such that they would form a soft gel rather than a viscous solution, inevitably contributing to the consistency of the dough (Neukom, H., T. Geissmann, and T. J. Painter: *Bakers Digest* 41 (1967) ; cited in McCleary *et al.* (1986)).

In addition, NMR results showed that changes of IV.AX did not modify water proton mobility, hence dough hydration state (see section 3.4). So, the correlation between IV.AX and K suggests that dough extensional viscosity is mainly influenced by the environment of the gluten-starch matrix. This environment may be envisioned as the aqueous fraction between the gluten strands, and it has been studied through dough liquor analysis for its role in bubble growth and film stability during dough fermentation (Janssen *et al.*, 2020 ; Min *et al.*, 2020 ; Turbin-Orger *et al.*, 2015). These studies have shown that this fraction exhibits a flow behaviour characteristic of a polysaccharide-protein mixture, whose surface tension is determined by lipid and soluble protein contents, whereas its bulk viscosity is governed by the polysaccharides molecular weight. An attempt to summarise such complex structure and interactions is proposed in a diagram in fig.8, representing the medium in which the properties of soluble arabinoxylans manifest at dough scale. Our results suggest that higher molecular weight arabinoxylans increase entanglements and coverage of the gluten-starch interface, as illustrated in Fig.8. These findings provide valuable insights into the complex interplay between gluten network and soluble polysaccharides, parts of dietary fibres (Zhou *et al.*, 2021). They can better explain the effect of soluble fibres on dough rheological behaviour, in breadmaking applications (Arufe *et al.*, 2017).

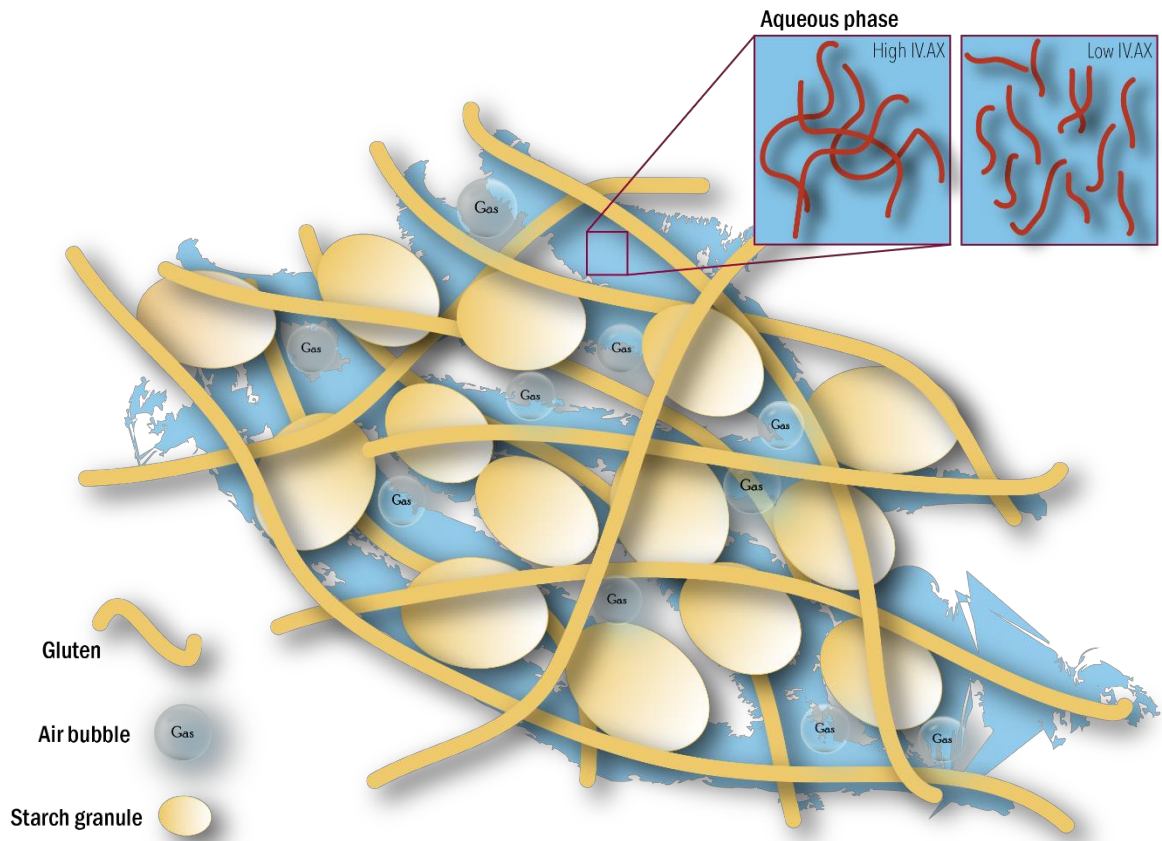


Fig. 8: Schematic interpretation of the macro-distribution of various components in bread dough

4. Conclusion

This study offers insights into the complex interplay between proteins and arabinoxylans in determining wheat dough rheological properties. Doughs were mixed at optimum hydration state, as checked by TD-NMR results. The study selected 37 wheat flour samples from a pool of 150 to explore the impact of a broad range of arabinoxylan and protein contents and features, reflecting the typical variation expected across different harvests and cultivars.

At low deformations, as expected, dough behaviour is primarily influenced by gluten network development. The inverse relationship between maximum storage modulus and wet gluten content suggests that a more developed gluten network offers less available water and more resistance to starch granule swelling upon heating. At large deformations, the influence of arabinoxylan properties, particularly their intrinsic viscosity, on dough extensional viscosity, prevails. Indeed, the consistency of the dough was found to increase with arabinoxylan intrinsic viscosity. This last result is reported for the first time, and it underlines the role of a minor component, the arabinoxylans, in dough rheology. Our findings highlight the differential impacts of these components on dough behaviour at low and large deformations, which are critical for various stages of the breadmaking process. They also contribute to provide professional, breeders and bakers, with new criteria to handle wheat variability and assess its technological quality.

Funding sources

This work was part of the Interface project funded by the French national research agency with the reference ANR-20-CE21-0008.

Author contributions

Corresponding authors are required to acknowledge co-author contributions using CRediT roles:

Laura Rezette: Conceptualisation, Formal analysis, Investigation, Methodology, Validation, Visualisation, Writing – original draft. **Guy Della Valle:** Conceptualisation, Formal analysis, Investigation, Methodology, Supervision, Validation, Visualisation, Writing – review & editing. **Kamal Kansou:** Formal analysis, Methodology, Supervision, Writing – review & editing. **Laurent Chaunier:** Methodology, Validation, Writing – review & editing. **Sophie Le Gall:** Methodology, Validation, Supervision, Writing – review & editing. **Luc Saulnier:** Conceptualisation, Funding acquisition, Methodology, Project administration, Supervision, Funding acquisition, Validation, Writing – review & editing.

Acknowledgments

We extend our sincere gratitude to the numerous individuals who contributed their expertise to this research: to Marion Didier and Michelle Viau for their invaluable assistance in devising the lipid analysis protocol and for their enriching contribution to advancing knowledge in this field. We would also like to thank Marie-Hélène Morel (UMR 1208 IATE, Univ Montpellier, INRAE, L'Institut-Agro Montpellier, F-34060 Montpellier, France) for producing and sharing the protein data, Benoît Méléard (Arvalis, Institut du végétal, F-91720 Boigneville, France) for the alveograph measurements, Laurent Linossier (Limagrain Céréales Ingrédients F- 63200 RIOM, France) for water absorption and Baptiste Chambrey (Axiane Meunerie, F-35330 Val d'Anast, France) for the damaged starch measured by iodine absorption and for the gluten measurements. The authors would like to thank also Pascale Millart and Bérengère Marais (INRAE, UR 1268, Biopolymers, Interactions & Assemblies, F-44316 Nantes, France) for their support with biochemical analyses. Special thanks go to Denis Lourdin for his guidance on DMTA usage, and to Loïc Foucat and Catherine Deborde for their assistance with TD-NMR analyses. The collective expertise of these individuals has been instrumental in the success of this study.

This work is part of the Evagrain project. EVAGRAIN is funded by the French National Research Agency and coordinated by the INRAE research unit BIA. The authors thanks everyone from the 10 academic and private partners who collected a dataset on the 150 wheat samples.

Part of the work was realized on the INRAE-BIA BIBS instrumental platform (<http://www.bibs.inrae.fr/>, UR1268 BIA, IBiSA, Biogenouest, Phenome-Emphasis-FR ANR-11-INBS0012, PROBE and CALIS French Research infrastructures).

References

- Amemiya, J. I., & Menjivar, J. A. (1992). Comparison of Small and Large Deformation Measurements to Characterize the Rheology of Wheat Flour Doughs. In *Rheology of Foods* (Vol. 16). ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS LTD. <https://doi.org/10.1016/b978-1-85166-877-9.50011-0>
- Angioloni, A., & Dalla Rosa, M. (2005). Dough thermo-mechanical properties: influence of sodium chloride, mixing time and equipment. *Journal of Cereal Science*, *41*, 327–331. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2004.10.004>
- Arufe, S., Chiron, H., Doré, J., Savary-Auzeloux, I., Saulnier, L., & Della Valle, G. (2017). Processing & rheological properties of wheat flour dough and bread containing high levels of soluble dietary fibres blends. *Food Research International*, *97*, 123–132. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.03.040>
- Barron, C., Devaux, M. F., Foucat, L., Falourd, X., Looten, R., Joseph-Aime, M., Durand, S., Bonnin, E., Lapiere, C., Saulnier, L., Rouau, X., & Guillon, F. (2021). Enzymatic degradation of maize shoots: monitoring of chemical and physical changes reveals different saccharification behaviors. *Biotechnology for Biofuels*, *14*(1), 1–20. <https://doi.org/10.1186/S13068-020-01854-1/FIGURES/10>
- Della Valle, G., Chiron, H., Cicerelli, L., Kansou, K., Katina, K., Ndiaye, A., Whitworth, M., & Poutanen, K. (2014). Basic knowledge models for the design of bread texture. *Trends in Food Science and Technology*, *36*(1), 5–14. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.01.003>
- Della Valle, G., Dufour, M., Hugon, F., Chiron, H., Saulnier, L., & Kansou, K. (2022). Rheology of wheat flour dough at mixing. *Current Opinion in Food Science*, *47*, 100873. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2022.100873>
- Dervilly-Pinel, G., Thibault, J. F., & Saulnier, L. (2001). Experimental evidence for a semi-flexible conformation for arabinoxylans. *Carbohydrate Research*, *330*(3), 365–372. [https://doi.org/10.1016/S0008-6215\(00\)00300-1](https://doi.org/10.1016/S0008-6215(00)00300-1)
- Dexter, J. E., Preston, K. R., Martin, D. G., & Gander, E. J. (1994). The effects of protein content and starch damage on the physical dough properties and bread-making quality of Canadian durum wheat. In *Journal of Cereal Science* (Vol. 20, Issue 2, pp. 139–151). <https://doi.org/10.1006/jcrs.1994.1054>
- Dobraszczyk, B. J., & Morgenstern, M. P. (2003). Rheology and the breadmaking process. *Journal of Cereal Science*, *38*(3), 229–245. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(03\)00059-6](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(03)00059-6)
- Dufour, M., Chaunier, L., Lourdin, D., Réguerre, A.-L., Hugon, F., Dugué, A., Kansou, K., Saulnier, L., & Della Valle, G. (2024). Unravelling the relationships between wheat dough extensional properties, gluten network and water distribution. *Food Hydrocolloids*, *146*, 109214. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2023.109214>
- Dufour, M., Foucat, L., Hugon, F., Dugué, A., Chiron, H., Della Valle, G., Kansou, K., & Saulnier, L. (2023). Water mobility and microstructure of gluten network during dough mixing using TD NMR. *Food Chemistry*, *409*(December 2022). <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.135329>
- Englyst, H. N., & Cummings, J. H. (1988). Improved method for measurement of dietary fiber as non-starch polysaccharides in plant foods. *Journal - Association of Official Analytical Chemists*, *71*(4), 808–814. <https://doi.org/10.1093/jaoac/71.4.808>
- Greer, E. N., & Stewart, B. A. (1959). The water absorption of wheat flour: Relative effects of protein and starch. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *10*(4), 248–252. <https://doi.org/10.1002/JSFA.2740100409>
- Janssen, F., Wouters, A. G. B., Meeus, Y., Moldenaers, P., Vermant, J., & Delcour, J. A. (2020). The role of non-starch polysaccharides in determining the air-water interfacial properties of wheat, rye, and oat dough liquor constituents. *Food Hydrocolloids*, *105*, 105771. <https://doi.org/10.1016/J.FOODHYD.2020.105771>
- Jekle, M., Mühlberger, K., & Becker, T. (2016). Starch-gluten interactions during gelatinization and its functionality in dough like model systems. *Food Hydrocolloids*, *54*, 196–201. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.10.005>
- Lahaye, M., Bouin, C., Barbacci, A., Le Gall, S., & Foucat, L. (2018). Water and cell wall contributions to apple mechanical properties. *Food Chemistry*, *268*, 386–394. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2018.06.110>
- Lahaye, M., Falourd, X., Limami, A. M., & Foucat, L. (2015). *Water Mobility and Microstructure Evolution in the Germinating Medicago truncatula Seed Studied by NMR Relaxometry. A Revisited Interpretation of Multicomponent Relaxation*. <https://doi.org/10.1021/jf505515n>
- Launay, B., & Michon, C. (2008). Biaxial extension of wheat flour doughs: Lubricated squeezing flow and stress relaxation properties. *Journal of Texture Studies*, *39*(5), 496–529. <https://doi.org/10.1111/J.1745-4603.2008.00156.X>

- McCleary, B. V., Gibson, T. S., Allen, H., & Gams, T. C. (1986). Enzymic Hydrolysis and Industrial Importance of Barley β -Glucans and Wheat Flour Pentosans. *Starch - Stärke*, 38(12), 433–437. <https://doi.org/10.1002/STAR.19860381209>
- Medcalf, D. G., & Gilles, K. A. (1965). Determination of starch damage by rate of iodine absorption. *Cereal Chem*, 42, 546–557.
- Meerts, M., Cardinaels, R., Oosterlinck, F., Courtin, C. M., & Moldenaers, P. (2017). The Impact of Water Content and Mixing Time on the Linear and Non-Linear Rheology of Wheat Flour Dough. *Food Biophysics*, 12, 151–163. <https://doi.org/10.1007/s11483-017-9472-9>
- Meeus, Y., Janssen, F., Wouters, A. G. B., Delcour, J. A., & Moldenaers, P. (2021). The role of arabinoxylan in determining the non-linear and linear rheology of bread doughs made from blends of wheat (*Triticum aestivum* L.) and rye (*Secale cereale* L.) flour. *Food Hydrocolloids*, 120(April), 106990. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106990>
- Migliori, M., & Gabriele, D. (2010). Effect of pentosan addition on dough rheological properties. *Food Research International*, 43(9), 2315–2320. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2010.08.008>
- Min, B., Salt, L., Wilde, P., Kosik, O., Hassall, K., Przewieslik-Allen, A., BurrIDGE, A. J., Poole, M., Snape, J., Wingen, L., Haslam, R., Griffiths, S., & Shewry, P. R. (2020). Genetic variation in wheat grain quality is associated with differences in the galactolipid content of flour and the gas bubble properties of dough liquor. *Food Chemistry: X*, 6(May), 0–6. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2020.100093>
- Morel, M., Dehlon, P., Autran, J. C., Leygue, J. P., & Helgouac, C. B. (2000). *Effects of Temperature, Sonication Time, and Power Settings on Size Distribution and Extractability of Total Wheat Flour Proteins as Determined by Size-Exclusion High-Performance Liquid Chromatography*. 77(5), 685–691. <https://doi.org/10.1094/CHEM.2000.77.5.685>
- Nawrocka, A., Krekora, M., Niewiadomski, Z., & Miś, A. (2018). FTIR studies of gluten matrix dehydration after fibre polysaccharide addition. *Food Chemistry*, 252(August 2017), 198–206. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.01.110>
- Parenti, O., Guerrini, L., Zanoni, B., Marchini, M., Tuccio, M. G., & Carini, E. (2021). Use of the ^1H NMR technique to describe the kneading step of wholewheat dough: The effect of kneading time and total water content. *Food Chemistry*, 338(May 2020), 128120. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128120>
- Rakhshi, E., Falourd, X., Adel, R. den, van Duynhoven, J., Lucas, T., & Rondeau-Mouro, C. (2024). Multi-scale investigation of the heat-induced transformation of starch in model dough and starch systems. *Food Hydrocolloids*, 149, 109616. <https://doi.org/10.1016/J.FOODHYD.2023.109616>
- Rezette, L., Kansou, K., Della Valle, G., Le Gall, S., & Saulnier, L. (2025a). The role of wheat flour minor components in predicting water absorption. *Food Chemistry*, 463(P2), 141232. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.141232>
- Rezette, L., Saulnier, L., Morel, M.H., Méléard, B., Le Gall, S. & Kansou, K. (2025b). Do minor components of wheat flour influence the dough behaviour? *For submission in Journal of Cereal Science*.
- Rolee, A., & LeMeste, M. (1999). Effect of moisture content on thermomechanical behavior of concentrated wheat starch-water preparations. *Cereal Chemistry*, 76(3), 452–458. <https://doi.org/10.1094/CHEM.1999.76.3.452>
- Rouillé, J., Chiron, H., Colonna, P., Della Valle, G., & Lourdin, D. (2010). Dough/crumb transition during French bread baking. *Journal of Cereal Science*, 52(2), 161–169. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2010.04.008>
- Shehzad, A., Chiron, H., Della Valle, G., Lamrini, B., & Lourdin, D. (2012). *Energetical and rheological approaches of wheat flour dough mixing with a spiral mixer*. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.12.008>
- Sun, X., Wu, S., Koxsel, F., Xie, M., & Fang, Y. (2023). Effects of ingredient and processing conditions on the rheological properties of whole wheat flour dough during breadmaking - A review. *Food Hydrocolloids*, 135, 108123. <https://doi.org/10.1016/J.FOODHYD.2022.108123>
- Tara, K. A., Bains, G. S., & Finney, P. L. (1972). Damaged Starch and Protein Contents in Relation to Water Absorption of Flours of Indian Wheats. *Starch - Stärke*, 24(10), 342–345. <https://doi.org/10.1002/STAR.19720241005>
- Turbin-Orger, A., Della Valle, G., Doublie, J. L., Fameau, A.-L., Marze, S., & Saulnier, L. (2015). Foaming and rheological properties of the liquid phase extracted from wheat flour dough. *Food Hydrocolloids*, 43, 114–124. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.05.003>
- Turbin-Orger, A., Shehzad, A., Chaunier, L., Chiron, H., & Della Valle, G. (2016). Elongational properties and proofing behaviour of wheat flour dough. *Journal of Food Engineering*, 168, 129–136. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.07.029>
- Uthayakumaran, S., Newberry, M., Phan-Thien, N., & Tanner, R. (2002). Small and large strain rheology of wheat gluten. *Rheologica Acta*, 41(1), 162–172. <https://doi.org/10.1007/S003970200015>
- Van Vliet, T. (2008). Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion. *Journal of Cereal*

Science, 48, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.08.010>

Welch, R. W. (1977). A micro-method for the estimation of oil content and composition in seed crops. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(7), 635–638. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740280710>

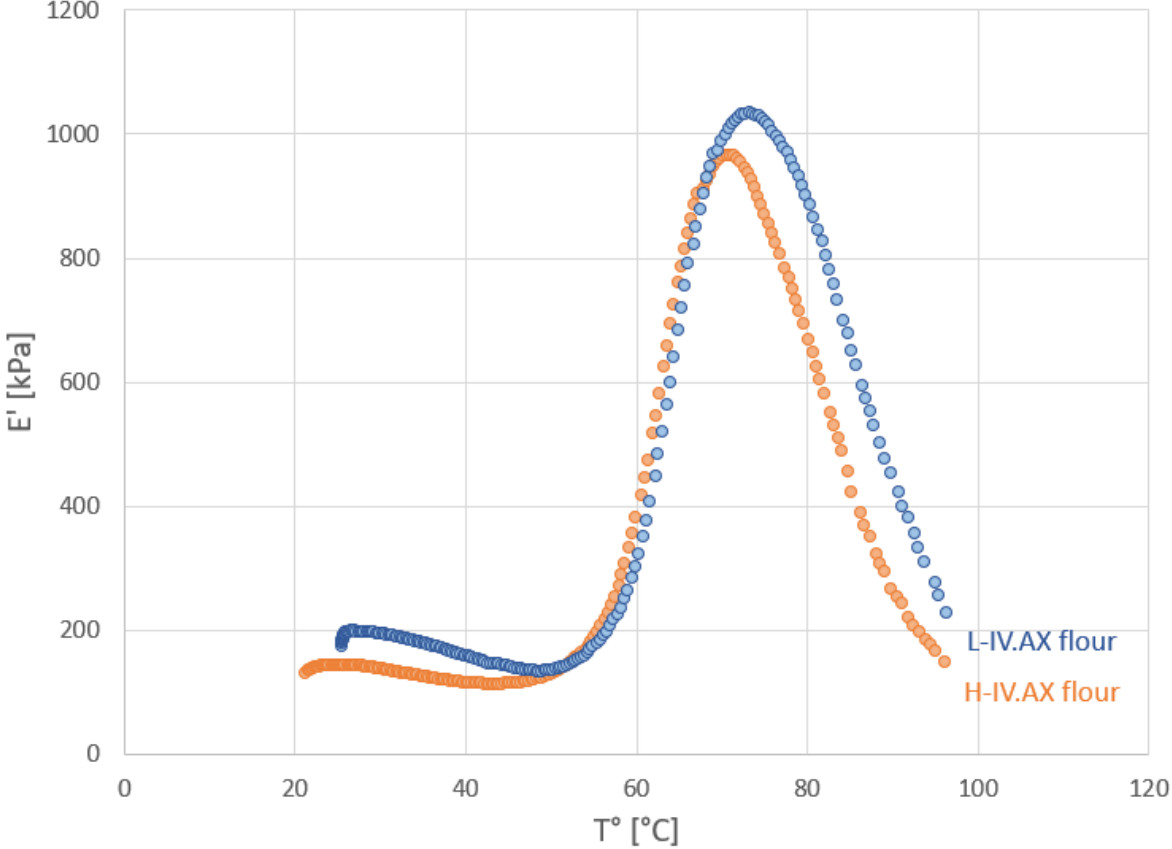
Zhou, Y., Dhital, S., Zhao, C., Ye, F., Chen, J., & Zhao, G. (2021). Dietary fiber-gluten protein interaction in wheat flour dough: Analysis, consequences and proposed mechanisms. *Food Hydrocolloids*, 111(2), 106203. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106203>

SUPPLEMENTARY DATA

S1: results from low deformation and large deformation on the 37 selected samples.

Sample name	E'min (kPa)	E'max (kPa)	E'max/E'min	T°E'min (°C)	T°E'max (°C)	SHI	K (kPa.s ⁿ)	n
2	71	950	13.7	41	71	2.07	16.2	0.26
7	51	693	13.6	42	70	1.77	15.4	0.36
8	57	736	13.0	45	69	1.92	16.0	0.29
12	79	778	9.8	42	69	1.91	16.1	0.27
22	66	812	12.4	43	71	1.83	17.9	0.32
25	104	1032	10.5	44	74	1.92	21.4	0.30
27	63	667	10.7	46	73	1.93	14.6	0.29
37	83	944	11.4	49	72	1.77	22.2	0.37
42	81	806	10.0	49	72	1.45	16.6	0.42
45	90	838	9.4	48	71	1.68	13.3	0.29
50	83	878	11.0	44	71	1.73	21.9	0.37
51	109	929	8.6	43	71	1.72	19.2	0.32
54	57	655	11.6	45	70	1.82	13.0	0.32
55	65	787	12.2	43	72	1.77	17.5	0.34
62	82	743	9.2	45	72	1.73	15.0	0.32
77	83	977	11.7	43	68	1.74	19.1	0.33
80	89	989	11.1	41	67	1.70	19.6	0.32
82	72	651	9.1	45	69	1.73	16.6	0.30
84	62	664	10.7	45	70	1.76	14.1	0.31
85	74	618	8.4	43	69	1.80	16.3	0.30
88	67	945	14.0	42	72	1.84	20.9	0.34
97	84	787	9.5	44	73	1.67	19.8	0.37
100	95	812	8.7	42	72	1.64	20.1	0.31
101	96	754	7.8	41	71	1.72	15.6	0.29
111	95	940	9.9	48	73	1.65	16.0	0.31
112	135	1063	7.9	41	72	1.51	21.1	0.34
113	104	861	8.3	42	72	1.64	15.9	0.30
118	125	963	7.9	49	73	1.54	12.2	0.34
119	87	805	9.2	42	73	1.54	11.1	0.29
124	107	770	7.2	42	71	1.54	16.7	0.32
128	141	1125	8.1	46	72	1.61	18.1	0.33
137	65	861	13.4	42	73	1.68	14.1	0.37
141	93	965	10.4	41	71	1.90	14.3	0.23
143	89	949	10.7	43	73	1.71	12.2	0.28
146	75	939	12.5	43	71	1.55	13.0	0.34
148	91	894	9.8	40	70	1.80	20.5	0.33
150	101	781	7.8	43	70	1.48	13.5	0.34

S2: Typical variations of storage modulus E' as a function of dough temperature determined by DMTA for the two flour with the lowest and highest intrinsic viscosity from arabinoxylans (resp. L-IV.AX and H-IV.AX) but similar protein content.



S3: Results from TD-NMR on the PS-selection (except sample 7 and 128). P_{2i} and Lw_i are expressed in absolute water content (% w/w).

Sample name	T _{2a} (ms)	T _{2b} (ms)	T _{2c} (ms)	T _{2d} (ms)	P _{2a} (%)	P _{2b} (%)	P _{2c} (%)	P _{2d} (%)	Lw _a	Lw _b	Lw _c	Lw _d
7	0,99	3,72	17,79	43,74	4,58	6,78	28,14	2,37	0,29	0,47	0,67	0,18
22	1,16	3,74	16,83	48,85	6,06	7,14	28,73	1,45	0,27	0,47	0,79	0,17
25	0,85	3,93	17,55	43,53	4,65	9,15	26,99	1,93	0,18	0,37	0,69	0,19
55	0,85	3,79	18,54	46,21	4,51	9,21	28,68	1,57	0,20	0,39	0,64	0,16
62	0,72	3,98	17,65	45,76	4,03	9,25	29,48	1,59	0,16	0,32	0,65	0,16
84	0,77	4,26	18,41	46,29	4,67	8,52	28,48	3,03	0,17	0,35	0,69	0,21
88	0,88	4,01	18,28	41,06	4,60	8,45	28,14	2,38	0,20	0,37	0,61	0,15
97	0,87	3,83	16,98	38,73	4,59	8,81	27,42	3,40	0,20	0,39	0,66	0,22
100	0,97	3,91	18,04	40,58	4,96	8,54	27,75	3,10	0,22	0,46	0,64	0,25
101	0,88	3,95	17,61	50,35	4,60	8,87	28,92	1,54	0,20	0,42	0,76	0,19
112	0,77	4,17	18,67	41,88	4,45	8,61	28,73	3,00	0,16	0,32	0,59	0,19
124	0,86	3,92	17,46	42,64	4,40	8,71	29,63	2,19	0,20	0,43	0,69	0,18
128	1,24	4,28	19,07	41,56	6,45	9,01	25,73	6,94	0,24	0,43	0,69	0,36
137	0,79	3,86	17,54	40,00	4,34	9,33	27,72	2,37	0,18	0,36	0,57	0,16
141	0,73	3,87	18,55	53,53	3,89	9,86	29,16	0,89	0,16	0,34	0,74	0,14
143	0,80	3,83	17,39	49,81	4,70	8,78	28,81	1,59	0,20	0,37	0,77	0,16
146	0,69	3,97	16,97	42,88	4,24	9,93	27,19	2,06	0,16	0,33	0,65	0,17

2. COMPLEMENTS D'ARTICLE : CONFRONTATION DES RESULTATS SUR R2

Les relations déterminées à partir des données de la campagne R1, présentées en section 1.2 de ce chapitre ont été confrontées à celles de R2 avec la sélection correspondante qui a été réalisée selon les mêmes critères que pour R1. Cette sélection est illustrée sur la Figure 26.

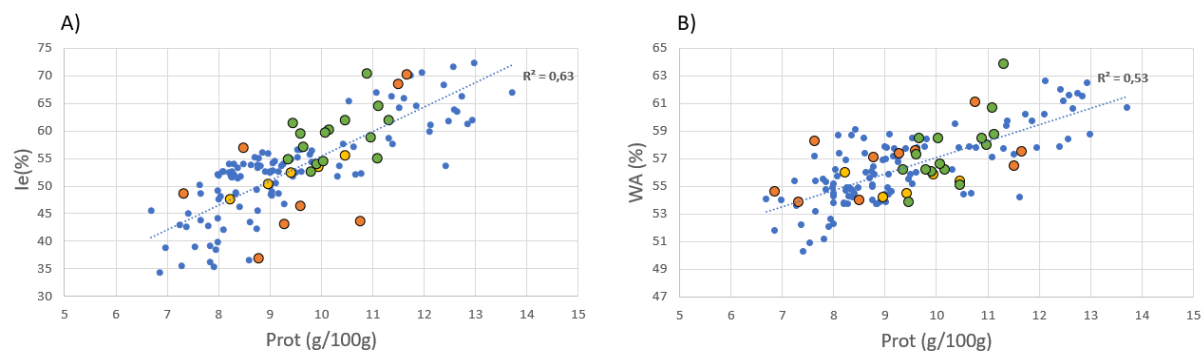


Figure 26 : Sélection des échantillons sur R2 selon les relations de A) Indice d'élasticité (Ie) et B) Absorption d'eau (WA) en fonction du taux de protéines (Prot). Les échantillons de la P-Sélection ● sont caractérisés par leur bonne prédiction de l'Ie par Prot seul ; les échantillons de la PP-Sélection ● sont caractérisés par leur pauvre prédiction de l'Ie par Prot seul ; les échantillons de la PS-Sélection ● sont caractérisés par des variations de WA avec de faibles variations en Prot.

Pour la campagne de récolte R2, la procédure de sélection s'est avérée moins efficace que pour R1, en raison de difficultés à maintenir un équilibre entre les critères de sélection. En effet, les échantillons de la sélection PS (en vert sur la Figure 26.B) avaient pour objectif de rassembler des échantillons présentant des valeurs d'absorption d'eau (WA) variées tout en conservant une teneur en protéines relativement constante, afin d'isoler l'effet d'autres variables sur WA. Cependant, la volonté d'introduire une large variabilité de teneur en arabinoxylanes solubles (WEAX), a nécessité l'inclusion d'échantillons avec des teneurs en protéines plus hétérogènes que ceux de R1. Cette contrainte a rendu la sélection plus laborieuse et moins satisfaisante pour la sélection PS de R2. En outre, les valeurs de l'Indice d'Elasticité (Ie) des échantillons de la sélection PS de R2 sont plus variables (Figure 26.A) que celles de la sélection PS de R1 (voir article en section 1.2 de ce chapitre).

L'analyse des corrélations entre les données issues des mesures de rhéologie en faible déformation par DMTA montre que la relation entre le module de stockage maximal (E'_{max}) et le gluten humide (W.Gluten), est moins satisfaisante que celle établie pour R1 (Figure 27.A). Cependant, la relation est meilleure en comparant E'_{max} à la quantité de gliadines (Gli) (Figure 27.B), ce qui suggère que cette dernière variable serait un meilleur indicateur du taux de structuration initial du gluten par rapport à W.Gluten, alors que pour R1 Gli ou W.Gluten présentaient des corrélations équivalentes avec E'_{max} .

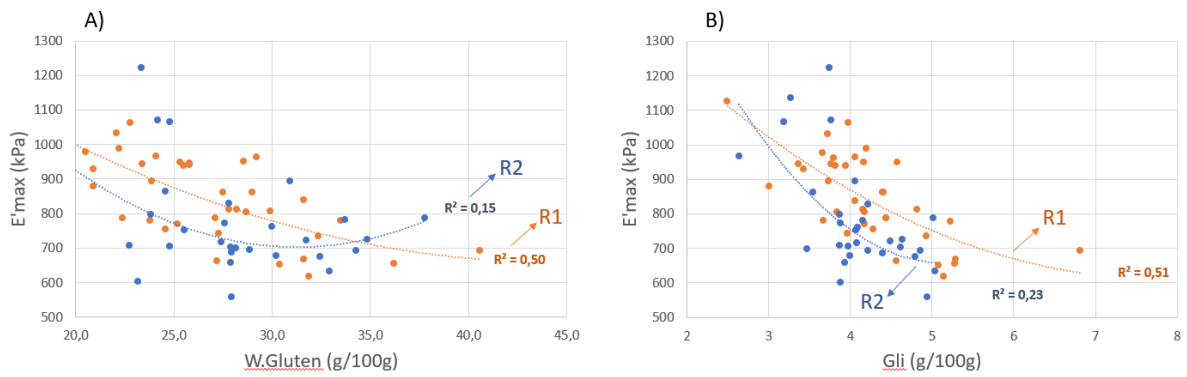


Figure 27 : Comparaison des relations entre la première campagne de récolte (R1, ●) et la deuxième campagne de récolte (R2, ●) pour : A) le module maximum (E'max) et le gluten humide (W.Gluten) ; B) E'max et la quantité de gliadines (Gli)

Concernant les résultats des mesures en grande déformation par LSF, la relation entre la consistance (K) et la viscosité intrinsèque des AX (IV.AX), n'est pas aussi satisfaisante avec R2, qu'avec R1 (Figure 28.A). En effet, la plage de variation des valeurs de viscosité intrinsèque des AX était plus restreinte pour R2 (5,1 à 7,6 dL/g) comparativement à R1 (4,1 à 8,2 dL/g). Toutefois, en prenant en compte les deux campagnes de récolte, la corrélation est plus satisfaisante ($r^2 = 0,46$, Figure 28.B) et se rapproche de celle observée avec R1 ($R^2 = 0,60$).

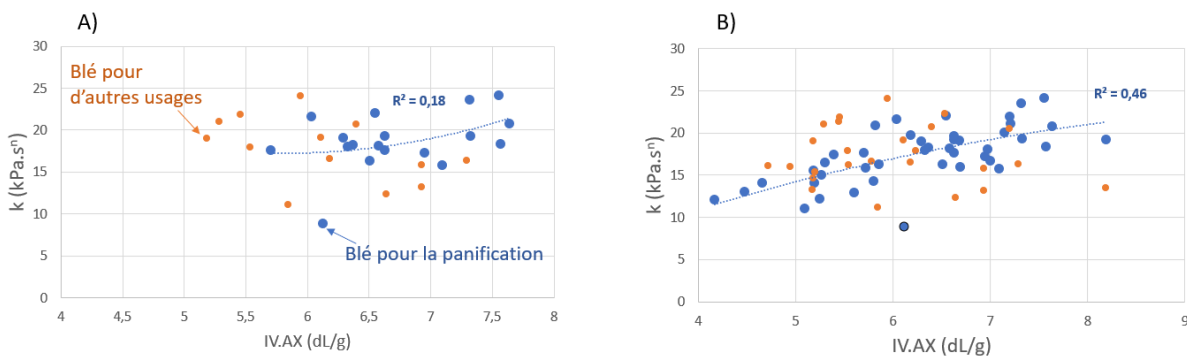


Figure 28 : Relation entre la consistance (K) et la viscosité intrinsèque des arabinoxylanes (IV.AX) pour : A) la campagne de récolte R2, pour les blés panifiables (●) et pour les autres usages (●) ; B) les deux campagnes de récolte R1(●) et R2(●)

Ainsi, la relation entre K et IV.AX n'est observée que pour une plage restreinte des valeurs de IV.AX pour R2 et mériterait donc d'être validée sur un nombre plus grand d'échantillons avec une gamme de valeurs d'IV.AX plus large.

3. COMPLEMENTS SUR LES ETUDE DE LA MOBILITE DE L'EAU PAR TD NMR

La relaxométrie de RMN nous a permis de vérifier l'état d'hydratation optimal du réseau de gluten dans les pâtes réalisées pour l'étude rhéologique (section 1.2 de ce chapitre, l'article soumis pour publication dans Food Hydrocolloids). Dans ce chapitre, nous avons exploré l'impact de la variabilité de composition de notre sélection d'échantillons sur les paramètres de mobilité de l'eau mesurés par relaxométrie RMN.

Objectifs :

Ce travail visait à étudier l'impact des arabinoxylanes (AX) sur la mobilité de l'eau dans les pâtes, en utilisant des techniques de relaxométrie par résonance magnétique nucléaire (TD-NMR). Quinze échantillons sur les 150 lots de la première campagne de récolte Evagrain (R1) ont été sélectionnés spécifiquement en fonction de leurs caractéristiques liées aux composants non protéiques et en se focalisant sur les AX, avec un contenu en protéines peu variable. Pour chaque échantillon, la distribution continue des composantes de relaxation T_2 a été acquise *via* l'application d'une transformée de Laplace inverse sur le signal de relaxation obtenu à partir de la séquence CPMG (Carr-Purcell-Meiboom-Gill). Les différents pics présentés par la distribution correspondent à diverses populations d'eau, en termes de population relative, de mobilité et d'homogénéité. Les recherches antérieures ont montré que ces populations peuvent être reliées à différents états du réseau de gluten (Dufour *et al.*, 2023). Il s'agit ici de vérifier si la mobilité de l'eau évolue en fonction de la composition des farines, en se focalisant sur les arabinoxylanes grâce à la sélection réalisée, et de voir par exemple, si les AX influencent les populations d'eau associées au réseau de gluten.

Résultats :

Comme indiqué précédemment, les résultats de relaxométrie RMN, forme et nombre de pics des distributions du T_2 , coïncident avec des réseaux de gluten bien structurés (Figure 29), selon les résultats de (Dufour *et al.*, 2023). L'objectif d'obtenir des pâtes prêtes de manière à former un réseau de gluten optimal est donc atteint pour l'ensemble des échantillons. En outre l'analyse en relaxométrie RMN de deux échantillons supplémentaires présentant un taux de protéines respectivement très faible et très élevé, ont conduit à des distributions similaires.

Concernant les distributions de T_2 , chaque pic représente une population d'eau dont la quantité est représentée par son aire P_2 , la mobilité par son temps T_2 et l'homogénéité par la largeur de pic à mi-hauteur L_w . Des temps T_2 courts indiquent une eau fortement liée avec une mobilité restreinte. Cette eau est souvent associée aux macromolécules (comme les protéines) ou piégée dans des structures rigides. Des temps T_2 longs indiquent une eau plus libre, avec une plus grande mobilité, souvent trouvée dans des pores plus larges ou dans des espaces interstitiels et associée aux fibres (comme les arabinoxylanes) (Leys *et al.*, 2020 ; Parenti *et al.*, 2021).

L'analyse des corrélations entre variables associées à la mobilité de l'eau (T_2 , P_2) et les données issues des analyses de composition ou technologiques, met en évidence une seule corrélation significative ($r=-0.82$, $p\text{-value}<0,001$) entre le rapport A/X.WU qui reflète le taux de substitution des chaînes d'AX insolubles, et la mobilité de l'eau (T_2) associé à la population C décrite comme l'eau associée au réseau de gluten (Dufour *et al.*, 2023). Cette relation est illustrée sur la Figure 30 avec les écarts-types correspondants aux 5 répétition de mesure du T_2 . La corrélation négative suggère qu'un fort taux de substitution des AX (rapport A/X.WU élevé) est associé à une moindre mobilité de l'eau de la population C (T_2 plus faible).

Les autres corrélations sont moins significatives, et peuvent être plutôt qualifiées de tendances.

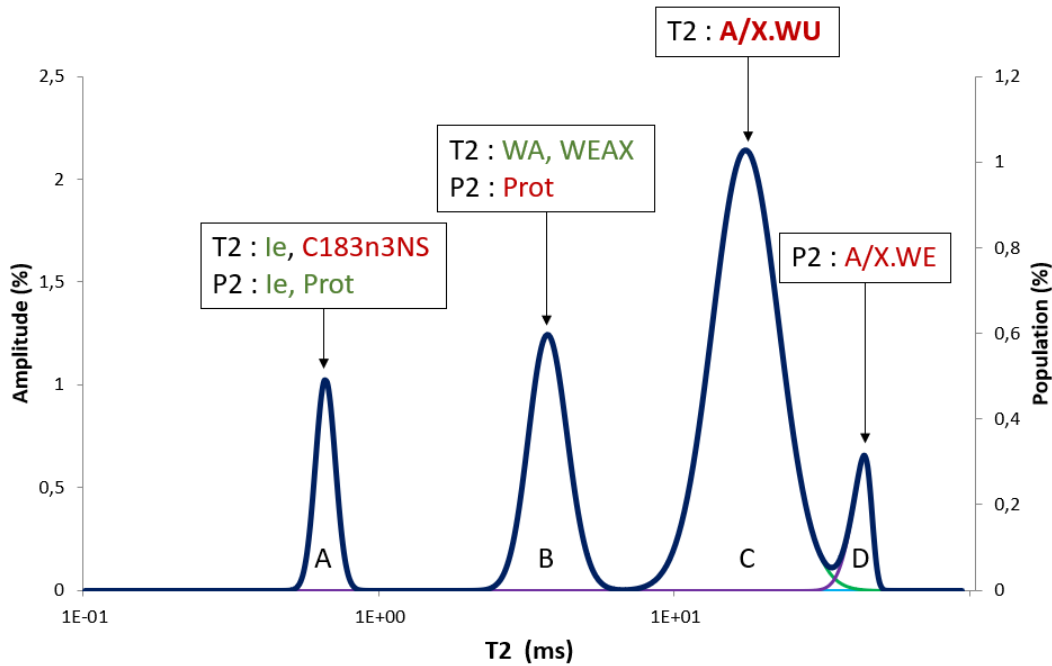


Figure 29 : Représentation caractéristique des résultats de relaxométrie RMN obtenus pour l'ensemble des échantillons sélectionnés. Résumé des corrélations (positives en vert et négatives en rouge) entre les données de composition/technologiques et les variables qui caractérisent les pics (temps de relaxation T₂ représentant la mobilité de l'eau, P₂ représentant la population relative).

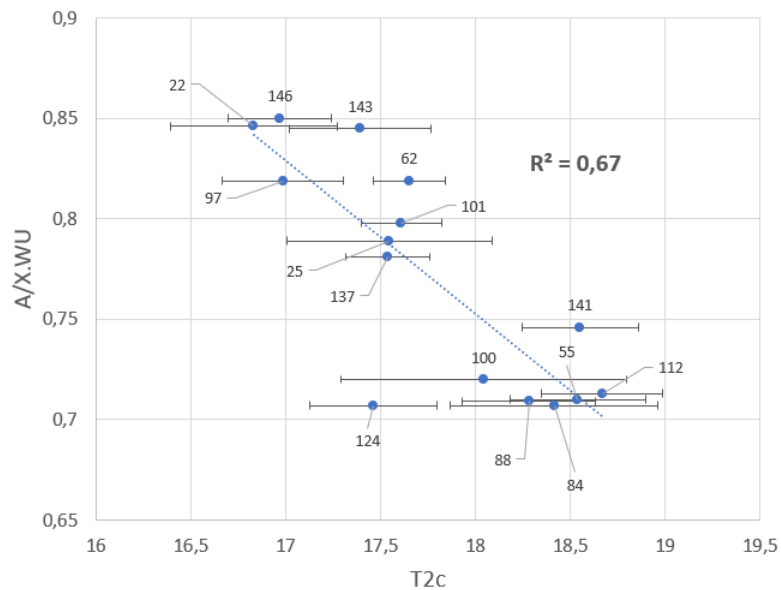


Figure 30 : Corrélation entre le temps de relaxation T₂ du pic C et le rapport Arabinose sur Xylose des Arabinoxylanes insolubles (A/X.WU).

La superposition de deux échantillons présentant des valeurs extrêmes de rapport A/X.WU illustre le décalage du pic C en fonction de ce rapport (Figure 31). Etant donné que la population C est associée à la structuration du réseau de gluten, il est difficile d'expliquer l'impact des AX insolubles sur T_{2c} par un mécanisme simple directement lié à leur structure. A cet égard, dans un système modèle très différent, constitué de films d'AX purs de structures diverses, un rapport A/X élevé (taux de substitution élevé des AX) favorisait au contraire la mobilité de l'eau dans les films (Ying *et al.*, 2013).

A noter que la sélection a été faite en tenant compte de caractéristiques différents selon les AX solubles et non selon d'autres paramètres. Ainsi les tendances relevées avec cet échantillonnage pourraient être confirmées avec

des valeurs plus extrêmes (sur les 150 échantillons de R1, la plage de données pour le rapport A/X.WU va de 0,6 à 0,9, un peu plus large que celui de la sélection allant de 0,7 à 0,85).

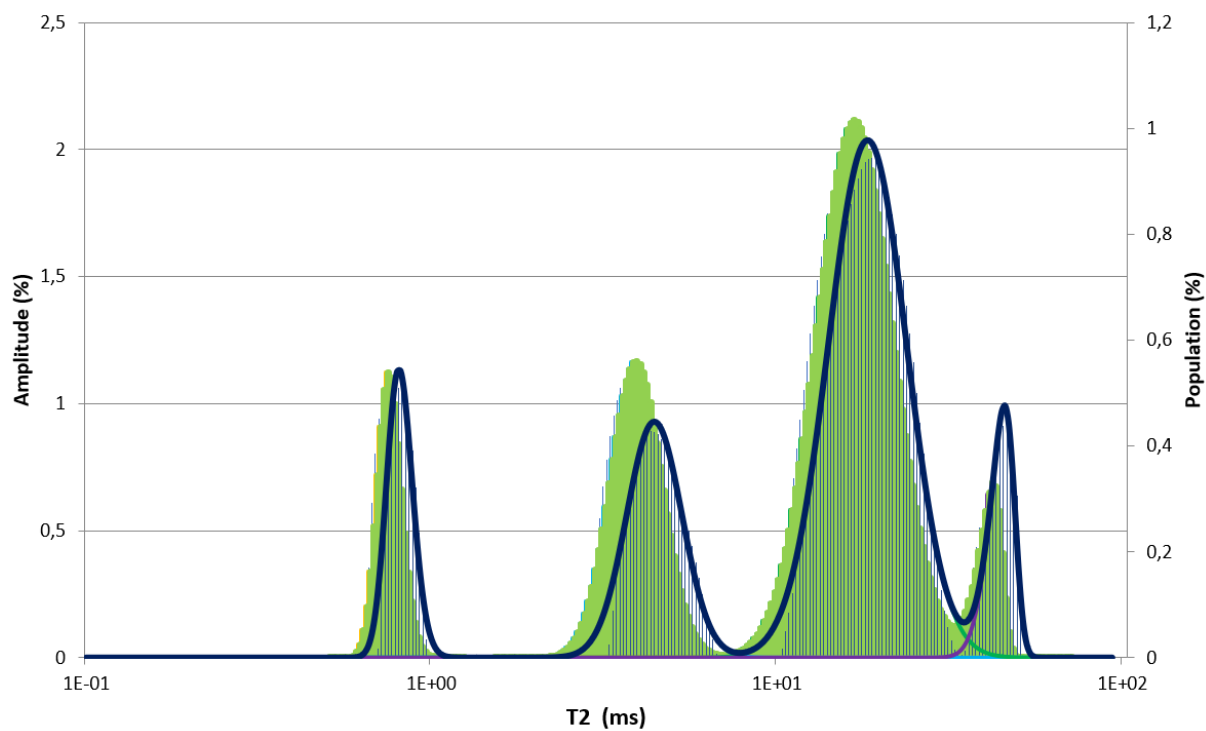


Figure 31 : superposition des distributions de T2 de l'échantillon 84 en bleus strié et l'échantillon 146 en vert uni (les deux échantillons aux valeurs A/X.WU les plus extrêmes de la sélection)

SYNTHESE, CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette thèse apporte une contribution significative à la compréhension des mécanismes structuraux intervenant dans la qualité technologique du blé tendre, en mettant en lumière l'importance des composants minoritaires de l'albumen du grain de blé, les lipides et arabinoxyanes, dans le processus de panification. Grâce à l'étude approfondie de 290 échantillons de blé français dans le cadre du projet ANR EVAGRAIN, elle révèle l'impact crucial de ces composants, souvent sous-estimés, sur les propriétés de la pâte, en allant au-delà des critères traditionnellement utilisés, comme la teneur en protéines et l'amidon endommagé.

Impact des arabinoxyanes solubles dans les pâtes de farines blanches

Les résultats montrent que la variabilité des arabinoxyanes solubles influence significativement l'absorption d'eau des farines, et que cette influence se répercute ensuite sur le comportement des pâtes. L'étude a également mis en évidence des relations entre la consistance de la pâte, déterminée à partir de la viscosité élongationnelle, et la viscosité intrinsèque des arabinoxyanes solubles, suggérant que cette caractéristique, directement reliée à la longueur des chaînes du polymère, joue un rôle crucial dans la détermination des propriétés rhéologiques de la pâte.

Il est intéressant de noter que les arabinoxyanes insolubles, qui sont souvent invoqués dans la littérature pour leurs effets en panification, notamment au travers la capacité d'absorption d'eau attribuée aux fibres/parois, n'ont pas montré d'effet significatif dans cette étude, contrairement aux solubles. Ce résultat pourrait s'expliquer par l'utilisation de farines blanches, où la variabilité des arabinoxyanes insolubles est moindre par rapport à celle des solubles. Il ouvre une piste intéressante pour de futures recherches, notamment en explorant l'impact des farines complètes. Une telle approche permettrait non seulement de prendre en compte les tendances actuelles de consommation, et les recommandations nutritionnelles, mais aussi d'explorer la variabilité des lipides et des arabinoxyanes dans les sons, qui diffère significativement de ceux de l'albumen. Ces composants, considérés comme mineurs dans les farines blanches, deviennent prépondérants dans les farines complètes, et modifient les dynamiques d'interaction dans le processus de panification. Une telle approche ouvrirait une perspective plus large de leur impact sur la qualité boulangère.

Impact des lipides dans les pâtes de farines blanches

Dans notre étude, le rôle des lipides sur le comportement des pâtes est moins systématiquement mis en évidence que celui des arabinoxyanes. Il demeure néanmoins significatif, notamment en ce qui concerne la force boulangère (W) et l'allongement de la pâte au façonnage (DE), ce qui souligne l'importance de la variabilité de ces constituants pour la panification.

Le choix d'analyser les acides gras des lipides liés ou non liés à l'amidon plutôt que les différentes classes de lipides, tels que les glycolipides (GL), phospholipides (PL) et lipides neutre (LN), a été dicté par des considérations techniques, liées au nombre d'échantillons et aux contraintes de temps. Toutefois, cette approche présente des limitations importantes en termes d'interprétation. En effet, l'état de l'art suggère qu'un équilibre entre les différentes classes de lipides est essentiel, et que les GL jouent un rôle spécifique en panification. Or, ces derniers, qui constituent une partie des lipides non-liés à l'amidon, n'ont pas pu être mesurés avec l'approche utilisée. Par conséquent, séparer les classes de lipides plutôt que de mesurer simplement les teneurs en acides gras des fractions liées et non-liées à l'amidon, contribuerait à mettre en évidence l'impact de la variabilité des GL sur le comportement des pâtes.

Variabilité de la composition, tributaire de l'échantillonnage EVAGRAIN

Bien que notre échantillonnage ait permis de maximiser la variabilité de la composition des échantillons de blé, il inclut des blés hors de la catégorie strictement panifiable (BP ou BPS), tels que des blés biscuitiers (BB) et des blés améliorants de force (BAF). Si ces profils extrêmes ont permis d'élargir la diversité des profils, ils ne représentent pas toujours les propriétés caractéristiques des blés panifiables. Il aurait donc pu être pertinent de cibler les analyses de prédiction en se concentrant sur les blés strictement panifiables, qui présentent notamment des variations plus restreintes de teneurs en protéines. Cela pourrait améliorer la précision des modèles prédictifs, comme ce fut le cas pour la viscosité élongationnelle. Les effets des composants minoritaires sur le comportement des farines seraient ainsi mieux révélés, en minimisant l'influence dominante des protéines, et donc du réseau de gluten qui leur est intimement lié.

Impact des composant majoritaires de la farine et évaluation de la qualité par les outils classiques

Le farinographe et l'alvéographe sont des outils largement utilisés pour évaluer la qualité des blés. Cependant les mesures qui en découlent restent très empiriques et ne permettent pas toujours de guider efficacement l'utilisateur, en dehors d'un usage restreint à la comparaison des farines, ni d'établir des relations claires avec la composition des farines. En effet, ces appareils sont utilisés avec des conditions prédéfinies, telles qu'une teneur en eau de 50 % pour l'alvéographe, ou une consistance spécifique pour le farinographe, qui diffèrent des conditions réelles, ce qui réduit considérablement la portée d'interprétation de leurs résultats. Même si l'objectif principal de cette thèse était d'étudier les composants minoritaires, nos travaux ont également apporté des précisions intéressantes sur le rôle indéniable des constituants majoritaires, les protéines et l'amidon. Nous avons notamment confirmé leur fort impact sur l'absorption d'eau, mesurée au farinographe, ainsi que l'influence prépondérante des gluténines insolubles (Glul) sur l'indice d'élasticité (Ie), déterminé à l'aide de l'alvéographe. Par ailleurs, nous avons illustré l'ensemble des relations étudiées entre la composition, les variables technologiques et de qualité dans le chapitre IV, que nous rappelons ici sur la Figure 32, où les flèches épaisses, reliées aux protéines et à l'amidon endommagé, soulignent l'importance de leurs impacts.

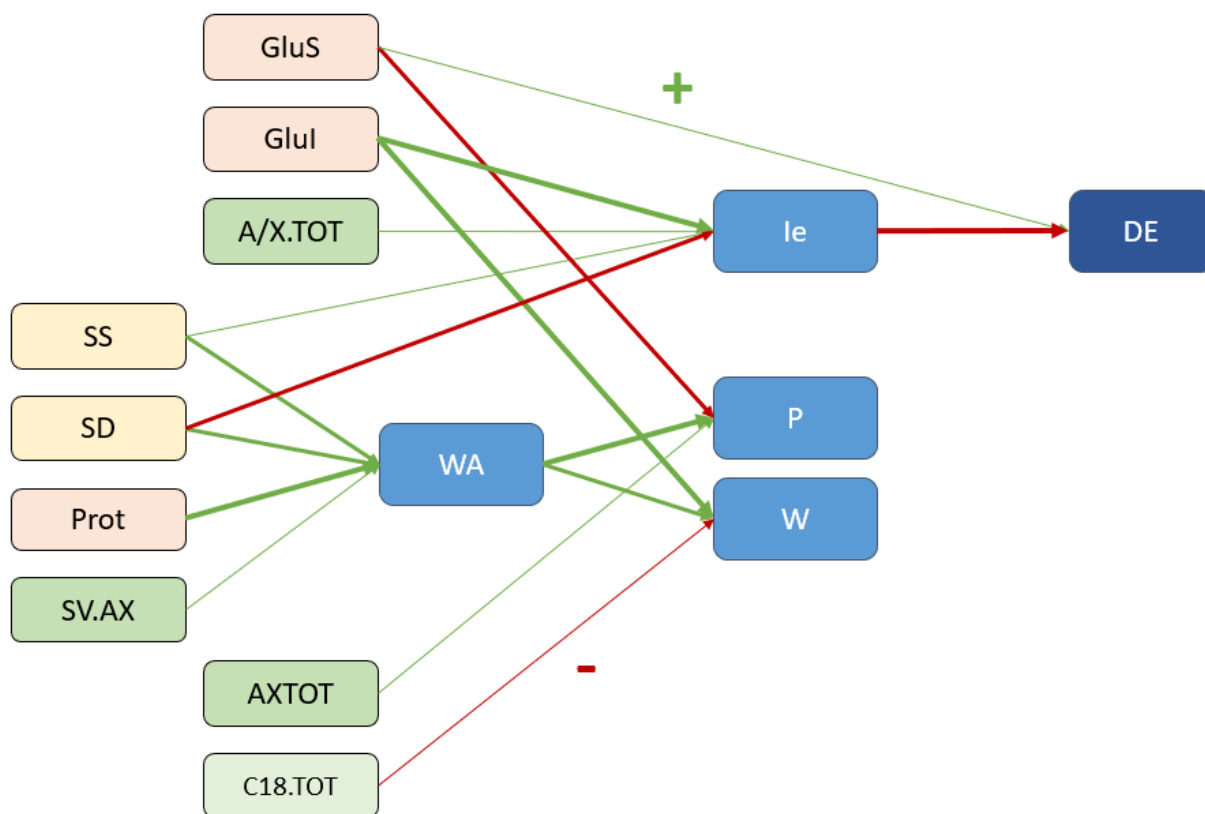


Figure 32 : Résumé des relations entre la composition des farines et les variables technologiques (le, P, W et WA) et de qualité (DE). L'épaisseur des flèches représente l'importance de la relation et leur couleur détermine son signe (rouge négative et verte positive) ;

Cases rouges, les variables relatives aux protéines : Prot : Proteines ; GluI : Glutenines insolubles ; GluS : Glutenines solubles ;
 Cases jaunes, les variables relatives à l'amidon : SS : Amidon soluble ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ;
 Cases vertes, les variables relatives aux composés minoritaires : AXTOT : Arabinoxylanes totaux ; A/X.TOT : Ratio arabinose sur xylose ratio des AXTOT ; IV.AX : Viscosité intrinsèque des arabinoxylanes ; SV.AX : Viscosité spécifique des arabinoxylanes ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total
 Cases bleu clair, les variables technologiques : WA : Absorption d'eau ; le : Index d'élasticité ; W : Force boulangère ; P : Tenacité ;
 Cases bleu foncé, les variables de qualité : DE : Allongement au façonnage.

Approche systémique

Cette thèse a exploré l'impact des composants minoritaires en tenant compte de leur variabilité naturelle et de leur environnement réel, contrairement à l'approche basée sur la reconstitution de farines modèles, où les composants sont ajoutés séparément, sous des formes plus ou moins purifiées (amidon, gluten, et éventuellement fibres/AX). Cette approche a conduit à des travaux examinant l'effet des arabinoxylyanes (AX) *via* l'ajout de fractions isolées (WE-AX ou WU-AX) pour évaluer leur influence sur des propriétés comme l'absorption d'eau et a notamment permis de déduire des valeurs d'absorption pour les fractions solubles (WE-AX) et insolubles (WU-AX).

Cependant, cette approche « isolement et reconstitution » peut conduire à des hypothèses spéculatives sur les mécanismes en jeu et sur le rôle réel des différents constituants dans les propriétés de la pâte. En ce qui concerne les différentes fractions d'AX, la tentative de dissocier une valeur d'absorption d'eau intrinsèque aux fractions solubles (WE-AX), indépendante de celle des fractions insolubles, est contestable. En effet, dans le grain de blé, les AX solubles et insolubles sont colocalisés dans la paroi cellulaire de l'albumen et interagissent lors de l'hydratation de la farine, en compétition avec les autres composants, tels que l'amidon et les protéines.

C'est l'apport d'énergie lors du pétrissage qui permet progressivement aux fractions solubles (WE-AX) de diffuser dans la phase liquide de la pâte, et, par conséquent, d'affecter le comportement rhéologique de la pâte. En toute rigueur, on ne peut pas attribuer une capacité d'absorption d'eau à des fractions solubles telles que les WE-AX. Cela n'exclut cependant pas que la variabilité naturelle des quantités de WE-AX puisse affecter la capacité d'absorption d'eau des farines.

Cette recherche souligne ainsi l'importance cruciale d'avoir adopté ici une approche intégrée « systémique », qui a pris en compte l'ensemble des composants et leurs interactions dans des matrices réelles plutôt que de manière isolée. Elle a permis une compréhension plus nuancée et réaliste des mécanismes à l'œuvre dans la pâte à pain. Il semble plus approprié de considérer que les impacts observés dans des études précédentes, et dans ce présent travail, résultent d'un ensemble complexe d'interactions, de propriétés physico-chimiques et d'une compétition pour l'eau, qui créent des environnements plus ou moins favorables à la structuration des polymères de la matrice, notamment du réseau de gluten.

Une illustration du rôle de chaque constituant dans la matrice d'une pâte à pain est proposée dans la Figure 33. Elle se base sur nos résultats ainsi que sur l'état de l'art de la littérature. Le réseau de gluten enserre les grains d'amidon, tandis que les fibres insolubles interagissent avec ce réseau. Les bulles de gaz sont stabilisées par les lipides, les protéines et les arabinogalactanes. La phase liquide interstitielle contient les constituants solubles de la farine, tels que les oligosaccharides, les protéines (albumines et globulines) ainsi que les arabinoxylyanes solubles (WE-AX). Ces derniers, bien que présents en quantité relativement faibles, comparée aux protéines, jouent un rôle essentiel en contrôlant la viscosité de cette phase liquide, influençant ainsi la consistance de la pâte. La quantité d'AX solubles est directement liée à la viscosité, celle-ci étant également déterminée par leur encombrement en solution, reflété par leur viscosité intrinsèque.

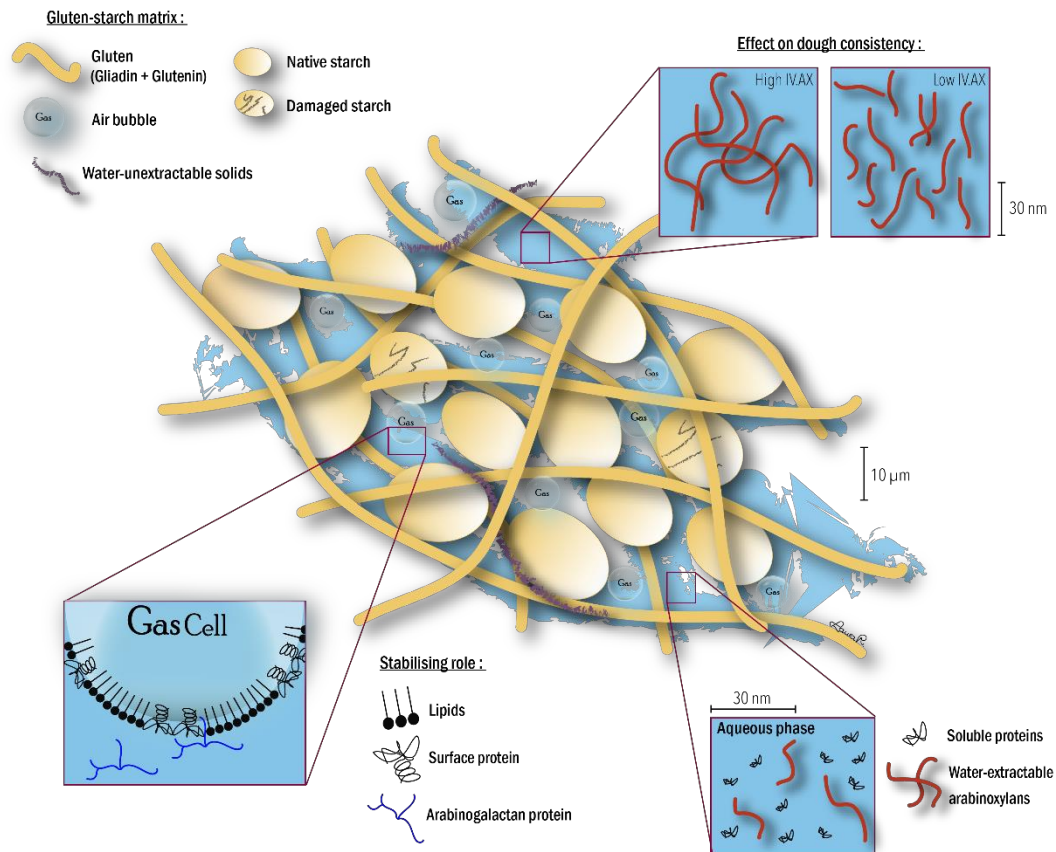


Figure 33 : Proposition d'illustration de localisation et rôle des composants de la farine de blé au sein de la pâte à pain, à l'issue du pétrissage (interface Gas Cell adaptée de Mills *et al.*, (2003) ; Turbin-Orger *et al.* (2015))

Perspectives et applications

En conclusion, cette thèse souligne la nécessité d'une approche systémique dans l'évaluation de la qualité du blé. Elle démontre que la variabilité naturelle des arabinoxylanes et des lipides, composants minoritaires, joue un rôle crucial dans le processus de panification, aux côtés des composants majoritaires que sont les protéines et l'amidon endommagé. Elle apporte ainsi une contribution significative à la compréhension des mécanismes complexes qui régissent la qualité technologique du blé tendre. L'intégration de ces composants minoritaires, en tant que critères de qualité ouvre la voie à de nouvelles stratégies pour améliorer la qualité du blé et optimiser les processus de panification, ouvrant des perspectives prometteuses pour la recherche en science des aliments et l'industrie boulangère, tout en répondant aux exigences croissantes du secteur de la panification.

A titre d'exemple, une perspective de ce travail pour l'évaluation de la qualité des blés serait de développer un dosage rapide des WE-AX par la mesure de la viscosité de l'extrait aqueux de farine de blé, afin d'accéder directement à la viscosité spécifique des arabinoxylanes solubles. Une alternative, serait d'utiliser une approche par spectroscopie proche infrarouge (NIRS) afin de prédire rapidement la teneur en arabinoxylanes solubles. Ces méthodes offriraient aux industriels une solution rapide et efficace pour évaluer ces composants sans recourir à des dosages complexes. De plus, elle pourrait s'intégrer à la conception d'un système d'aide à la décision, capable de générer une évaluation précise de la qualité technologique du blé, et donc répondant à l'objectif du projet EVAGRAIN.

BIBLIOGRAPHIE

- Ali, R., Shakeel Khan, M., Sayeed, S. A., Ahmed, R., Muhammad Gufran Saeed, S., & Mobin, L. (2014). Relationship of damaged starch with some physicochemical parameters in assessment of wheat flour quality. *Pak. J. Bot*, *46*(6), 2217–2225.
- Amemiya, J. I., & Menjivar, J. A. (1992). Comparison of Small and Large Deformation Measurements to Characterize the Rheology of Wheat Flour Doughs. In *Rheology of Foods* (Vol. 16). ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS LTD. <https://doi.org/10.1016/b978-1-85166-877-9.50011-0>
- Babin, P., Della Valle, G., Chiron, H., Cloetens, P., Hoszowska, J., Pernot, P., Réguerre, A. L., Salvo, L., & Dendievel, R. (2006). Fast X-ray tomography analysis of bubble growth and foam setting during breadmaking. *Journal of Cereal Science*, *43*(3), 393–397. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2005.12.002>
- Babin, P., Della Valle, G. D., Chiron, H., Cloetens, P., Hoszowska, J., Pernot, P., Réguerre, A. L., Salvo, L., & Dendievel, R. (2008). In situ Fast X-ray Tomography Study of the Evolution of Cellular Structure in Bread Dough During Proving and Baking. In *Bubbles in Food 2: Novelty, Health and Luxury* (Vol. 7). AACC International, Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-1-891127-59-5.50030-4>
- Bahal, G., Sudha, M. L., Ramasarma, P. R., Sudha, M., & Ramasarma, P. (2013). Wheat Germ Lipoxigenase: Its Effect on Dough Rheology, Microstructure, and Bread Making Quality. *International Journal of Food Properties*, *16*(8), 1730–1739. <https://doi.org/10.1080/10942912.2011.607932>
- Barron, C., Surget, A., & Rouau, X. (2007). Relative amounts of tissues in mature wheat (*Triticum aestivum* L.) grain and their carbohydrate and phenolic acid composition. *Journal of Cereal Science*, *45*(1), 88–96. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2006.07.004>
- Baudouin, F. (2023). *Influence des paramètres du procédé et des composants de la farine de blé sur la formation du réseau de gluten et son extraction*. <https://theses.hal.science/tel-04007068>
- Beauvais, F., Cantat, O., Legouee, P., Madeline, P., Brunel-Muguet, S., Boulonne, L., Gaillard, H., Jolivet, C., Bataille, M.-P., & Medjkane, M. (2022). Changement climatique et culture du blé tendre d’hiver en France aux horizons 2070 et 2100 : étude phénoclimatique et géographique à partir des données issues du modèle ALADIN-Climat. *Cybergeo*. <https://doi.org/10.4000/cybergeo.39679>
- Bechtel, D. B., Abecassis, J., Shewry, P. R., & Evers, A. D. (2009). Properties of the Wheat Grain. *Wheat: Chemistry and Technology*, *35*, 51–95.
- Bekes, F., Zawistowska, U., Zillman, R. R., & Bushuk, W. (1986). Relationship between lipid content and composition and loaf volume of twenty-six common spring wheats. *Cereal Chem.*, *63*(4), 327–331.
- Bell, B. M., Chamberlain, N., Collins, T. H., Daniels, D. G. H., & Fisher, N. (1979). The Composition, Rheological Properties and Breadmaking Behaviour of Stored Flours. *J. Sci. Food Agric*, *30*, 1111–1122. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740301202>
- Berton, B., Scher, J., Villieras, F., & Hardy, J. (2002). Measurement of hydration capacity of wheat flour: Influence of composition and physical characteristics. *Powder Technology*, *128*(2–3), 326–331. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(02\)00168-7](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(02)00168-7)
- Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: Structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, *23*(2), 85–112. [https://doi.org/10.1016/S0141-8130\(98\)00040-3](https://doi.org/10.1016/S0141-8130(98)00040-3)
- Bushuk, W. (1966). Distribution of Water in Dough and Bread. *The Bakers Digest*, *40*, 38–40.
- Chatraei, S., Macosko, C. W., & Winter, H. H. (1981). Lubricated Squeezing Flow: A New Biaxial Extensional Rheometer. *Journal of Rheology*, *25*(4), 433–443. <https://doi.org/10.1122/1.549648>

- Chung, O. K., Pomeranz, Y., & Finney, K. F. (1978). Wheat Flour Lipids in Breadmaking. In *Cereal Chemistry* (Vol. 55, Issue 5, pp. 598–618).
- Clayton, T. A., & Morrison, W. R. (1972). *Storage of Wheat Flour*. 721–736.
- Cooper, D. J., Husband, F. A., Mills, E. N. C., & Wilde, P. J. (2002). *Role of Beer Lipid-Binding Proteins in Preventing Lipid Destabilization of Foam*. <https://doi.org/10.1021/jf0203996>
- Copeland, L., Blazek, J., Salman, H., & Tang, M. C. (2009). Form and functionality of starch. *Food Hydrocolloids*, 23(6), 1527–1534. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.09.016>
- CREDOC. (2016). Comportements alimentaires et consommation de pain en France. In *Observatoire du Pain*.
- De Almeida, J. L., Pareyt, B., Gerits, L. R., & Delcour, J. A. (2014). Effect of Wheat Grain Steaming and Washing on Lipase Activity in Whole Grain Flour. *Cereal Chemistry*, 91(4), 321–326. <https://doi.org/10.1094/CCHEM-09-13-0197-CESI>
- Della Valle, G., Chiron, H., Le-Bail, A., & Saulnier, L. (2020). Food Structure Development in Cereal and Snack Products. In *Food Chemistry, Function and Analysis* (pp. 151–172). <https://doi.org/10.1039/9781788016155-00151>
- Dervilly, G., Saulnier, L., Roger, P., & Thibault, J. F. (2000). Isolation of Homogeneous Fractions from Wheat Water-Soluble Arabinoxylans. Influence of the Structure on Their Macromolecular Characteristics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(2), 270–278. <https://doi.org/10.1021/JF990222K>
- Doblado-Maldonado, A. F., Pike, O. A., Sweley, J. C., & Rose, D. J. (2012). Key issues and challenges in whole wheat flour milling and storage. *Journal of Cereal Science*, 56(2), 119–126. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2012.02.015>
- Dobraszczyk, B. J. (2004). The physics of baking: rheological and polymer molecular structure–function relationships in breadmaking. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 124(1–3), 61–69. <https://doi.org/10.1016/J.JNNFM.2004.07.014>
- Dodds, N. J. H. (1971). Damaged Starch Determination in Wheat Flours in Relation to Dough Water Absorption. *Starch - Stärke*, 23(1), 23–27. <https://doi.org/10.1002/star.19710230108>
- Dubreil, L., Compoin, J. P., & Marion, D. (1997). Interaction of Puroindolines with Wheat Flour Polar Lipids Determines Their Foaming Properties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(1), 108–116. <https://doi.org/10.1021/jf960402j>
- Dufour, M. (2023). *Vers un outil d'aide à la décision pour la mise en œuvre de farine de blé en boulangerie industrielle*.
- Dufour, M., Chaunier, L., Lourdin, D., Réguerre, A.-L., Hugon, F., Dugué, A., Kansou, K., Saulnier, L., & Della Valle, G. (2024). Unravelling the relationships between wheat dough extensional properties, gluten network and water distribution. *Food Hydrocolloids*, 146, 109214. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2023.109214>
- Dufour, M., Foucat, L., Hugon, F., Dugué, A., Chiron, H., Della Valle, G., Kansou, K., & Saulnier, L. (2023). Water mobility and microstructure of gluten network during dough mixing using TD NMR. *Food Chemistry*, 409(December 2022). <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.135329>
- Englyst, H. N., & Cummings, J. H. (1988). Improved method for measurement of dietary fiber as non-starch polysaccharides in plant foods. *Journal - Association of Official Analytical Chemists*, 71(4), 808–814. <https://doi.org/10.1093/jaoac/71.4.808>
- Feil, B., & Stamp, P. (1993). Sustainable agriculture and product quality: A case study for selected crops. *Food Reviews International*, 9(3), 361–388. <https://doi.org/10.1080/87559129309540967>
- Fernandez, R., Caleyá, D. E., Hernandez-Lucas, C., Carbonero, P., & Garcia-Olmedo, F. (1976). Gene expression in allopolyploids: Genetic control of lipopurothionins in wheat. *Genetics*, 83(4), 687–699.

<https://academic.oup.com/genetics/article/83/4/687/5991771>

- Frazier, P. J., Leigh-Dugmore, F. A., Daniels, N. W. R., Eggitt, P. W. R., & Coppock, J. B. M. (1973). The Effect of Lipoxygenase Action on the Mechanical Development of Wheat Flour Doughs. *J. Sci. Fd Agric*, *24*, 421–436. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740240411>
- Gabriele, D., De Cindio, B., & D'Antona, P. (2001). A weak gel model for foods. *Rheologica Acta*, *40*(2), 120–127. <https://doi.org/10.1007/s003970000139>
- Gan, Z., Angold, R. E., Williams, M. R., Ellis, P. R., Vaughan, J. G., & Galliard, T. (1990). The microstructure and gas retention of bread dough. *Journal of Cereal Science*, *12*(1), 15–24. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(09\)80153-7](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(09)80153-7)
- Geneix, N., Dalgalarondo, M., Tassy, C., Nadaud, I., Barret, P., Bakan, B., Elmorjani, K., & Marion, D. (2020). Relationships between puroindoline A-prolamin interactions and wheat grain hardness. *PLOS ONE*, *15*(9), e0225293. <https://doi.org/10.1371/JOURNAL.PONE.0225293>
- Goesaert, H., Brijs, K., Veraverbeke, W. S., Courtin, C. M., Gebruers, K., & Delcour, J. A. (2005). Wheat flour constituents: how they impact bread quality, and how to impact their functionality. *Trends in Food Science & Technology*, *16*(1–3), 12–30. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2004.02.011>
- Greer, E. N., & Stewart, B. A. (1959). The water absorption of wheat flour: Relative effects of protein and starch. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *10*(4), 248–252. <https://doi.org/10.1002/JSFA.2740100409>
- Guzmán, C., Crossa, J., Mondal, S., Govindan, V., Huerta, J., Crespo-Herrera, L., Vargas, M., Singh, R. P., & Itria Iba, M. (2022). Effects of glutenins (Glu-1 and Glu-3) allelic variation on dough properties and bread-making quality of CIMMYT bread wheat breeding lines. *Field Crops Research*, *284*, 108585. <https://doi.org/10.1016/j.fcr.2022.108585>
- Haney, M. A. (1985). The differential viscometer. II. On-line viscosity detector for size-exclusion chromatography. *Journal of Applied Polymer Science*, *30*(7), 3037–3049. <https://doi.org/10.1002/app.1985.070300725>
- Hargin, K. D., & Morrison, W. R. (1980). The Distribution of Acyl Lipids in the Germ, Aleurone, Starch and Non-starch Endosperm of Flour Wheat Varieties. *J. Sci. Food Agric*, *31*, 877–888. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740310904>
- Hayman, D., Hosney, R. C., & Faubion, J. M. (1998). Bread Crumb Grain Development During Baking. *Cereal Chemistry*, *75*(5), 577–580. <https://doi.org/10.1094/CCHEM.1998.75.5.577>
- Hoebler, C., Barry, J. L., David, A., & Delort-laval, J. (1989). Rapid Acid Hydrolysis of Plant Cell Wall Polysaccharides and Simplified Quantitative Determination of Their Neutral Monosaccharides by Gas-Liquid Chromatography. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *37*(2), 360–367. <https://doi.org/10.1021/jf00086a020>
- Huang, J., Wang, Z., Fan, L., & Ma, S. (2022). A review of wheat starch analyses: Methods, techniques, structure and function. *International Journal of Biological Macromolecules*, *203*, 130–142. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.01.149>
- Intercéréales. (2023). *Des chiffres et des céréales*.
- Konopka, I., Czaplicki, S., & Rotkiewicz, D. (2006). Differences in content and composition of free lipids and carotenoids in flour of spring and winter wheat cultivated in Poland. *Food Chemistry*, *95*(2), 290–300. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.01.011>
- Lahaye, M., Bouin, C., Barbacci, A., Le Gall, S., & Foucat, L. (2018). Water and cell wall contributions to apple mechanical properties. *Food Chemistry*, *268*, 386–394. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2018.06.110>
- Launay, B., & Michon, C. (2008). Biaxial extension of wheat flour doughs: Lubricated squeezing flow and stress relaxation properties. *Journal of Texture Studies*, *39*(5), 496–529. <https://doi.org/10.1111/J.1745-4603.2008.00156.X>

- Le Gouis, J., Oury, F.-X., & Charmet, G. (2020). How changes in climate and agricultural practices influenced wheat production in Western Europe. *Journal of Cereal Science*, 93, 102960. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2020.102960>
- Leys, S., De Bondt, Y., Bosmans, G., & Courtin, C. M. (2020). Assessing the impact of xylanase activity on the water distribution in wheat dough: A ¹H NMR study. *Food Chemistry*, 325, 126828. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2020.126828>
- Macmurray, B. T. A., & Morrison, W. R. (1970). *COMPOSITION OF WHEAT-FLOUR LIPIDS*. 21.
- MacRitchie, F. (1981). Flour Lipids : theoretical aspects and functional properties. *Cereal Chemistry*, 58(3).
- Marion, D., Dubreuil, L., & Douliez, J.-P. (2003). Functionality of lipids and lipid-protein interactions in cereal-derived food products. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 10(1), 47–56. <https://doi.org/https://doi.org/10.1051/ocl.2003.0047>
- Marion, D., Le Roux, C., Akokat, S., Telliart, C., & Gallant, D. (1987). Lipid-Protein Interactions in Wheat Gluten: a Phosphorus Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy and Freeze-fracture Electron Microscopy Study. *Journal of Cereal Science*, 5, 101–115. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(87\)80014-0](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(87)80014-0)
- Marion, D., & Saulnier, L. (2020). Minor components and wheat quality: Perspectives on climate changes. *Journal of Cereal Science*, 94(December 2019), 103001. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2020.103001>
- Mariscal-Moreno, R. M., Figueroa-Cárdenas, J. de D., Santiago-Ramos, D., & Rayas-Duarte, P. (2019). Amylose lipid complexes formation as an alternative to reduce amylopectin retrogradation and staling of stored tortillas. *International Journal of Food Science & Technology*, 54(5), 1651–1657. <https://doi.org/10.1111/IJFS.14040>
- McCann, T. H., Small, D. M., Batey, I. L., Wrigley, C. W., & Day, L. (2009). Protein-lipid interactions in gluten elucidated using acetic acid fractionation. *Food Chemistry*, 115(1), 105–112. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.11.070>
- McCormack, G., Panozzo, J., Bekes, F., & MacRitchie, F. (1991). Contributions to breadmaking of inherent variations in lipid content and composition of wheat cultivars. I. Results of survey. *Journal of Cereal Science*, 13(3), 255–261. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(09\)80004-0](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(09)80004-0)
- Meerts, M., Cardinaels, R., Oosterlinck, F., Courtin, C. M., & Moldenaers, P. (2017). The Impact of Water Content and Mixing Time on the Linear and Non-Linear Rheology of Wheat Flour Dough. *Food Biophysics*, 12, 151–163. <https://doi.org/10.1007/s11483-017-9472-9>
- Melis, S., & Delcour, J. A. (2020). Impact of wheat endogenous lipids on the quality of fresh bread: Key terms, concepts, and underlying mechanisms. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12616>
- Mills, E. N. C., Wilde, P. J., Salt, L. J., & Skeggs, P. (2003). Bubble Formation and Stabilization in Bread Dough. *Food and Bioprocess Processing*, 81(3), 189–193. <https://doi.org/10.1205/096030803322437956>
- Morel, M., Dehlon, P., Autran, J. C., Leygue, J. P., & Helgouac, C. B. (2000). *Effects of Temperature , Sonication Time , and Power Settings on Size Distribution and Extractability of Total Wheat Flour Proteins as Determined by Size-Exclusion High-Performance Liquid Chromatography*. 77(5), 685–691. <https://doi.org/10.1094/CHEM.2000.77.5.685>
- Morrison, W. R. (1988). Lipids in cereal starches: A review. *Journal of Cereal Science*, 8(1), 1–15. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(88\)80044-4](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(88)80044-4)
- Morrison, W. R., & Hargin, K. D. (1981). Distribution of soft wheat kernel lipids into flour milling fractions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 32(6), 579–587. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740320609>
- Morrison, W. R., Mann, D. L., & Coventry, W. S. A. M. (1975). Selective extraction and quantitative analysis of non-starch and starch lipids from wheat flour. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 26(4), 507–

521. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740260416>

- Néron, S., Duouenne, É., Zidour, M., Garcia, R., Potus, J., & Nicolas, J. (2012). Composition lipidique et protéique des pâtes et de la liqueur de pâte. Influences de l'ajout de lipase. *Industries Des Céréales*, 180. <https://www.aemic.com/uploads/pdfs/IdC180.13.pdf>
- Nicolas, J., & Drapron, R. (1983). Lipoxygenase and some related enzymes in breadmaking. In P. Barnes (Ed.), *Lipids in Cereal Technology* (Academic P, pp. 213–235).
- Nierle, W., & El Bayâ, A. W. (1990). Lipids and Rheological Properties of Starch Part I: The Effect of Fatty Acids, Monoglycerides and Monoglyceride Ethers on Pasting Temperature and Viscosity of Wheat Starch. *Starch - Stärke*, 42(7), 268–270. <https://doi.org/10.1002/STAR.19900420706>
- Ordaz-Ortiz, J. J., & Saulnier, L. (2005). Structural variability of arabinoxylans from wheat flour. Comparison of water-extractable and xylanase-extractable arabinoxylans. *Journal of Cereal Science*, 42(1), 119–125. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2005.02.004>
- Osborne, T. (1924). The vegetable proteins. *Longmans, Green and Company*.
- Panozzo, J. F., O'Brien, L., MacRitchie, F., & Bekes, F. (1990). Baking quality of Australian wheat cultivars varying in their free lipid composition. *Journal of Cereal Science*, 11(1), 51–57. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(09\)80180-X](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(09)80180-X)
- Parenti, O., Guerrini, L., Zanoni, B., Marchini, M., Tuccio, M. G., & Carini, E. (2021). Use of the 1H NMR technique to describe the kneading step of wholewheat dough: The effect of kneading time and total water content. *Food Chemistry*, 338(May 2020), 128120. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128120>
- Pareyt, B., Finnie, S. M., Putseys, J. A., & Delcour, J. A. (2011). Lipids in bread making: Sources, interactions, and impact on bread quality. *Journal of Cereal Science*, 54(3), 266–279. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2011.08.011>
- Rezette, L., Kansou, K., Della Valle, G., Le Gall, S., & Saulnier, L. (2025). The role of wheat flour minor components in predicting water absorption. *Food Chemistry*, 463(P2), 141232. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.141232>
- Rodríguez-González, F., & Bello-Perez, L. A. (2016). Extensional properties of macromolecules. *Current Opinion in Food Science*, 9, 98–103. <https://doi.org/10.1016/J.COFS.2016.11.003>
- Roman-Gutierrez, A. D., Guilbert, S., & Cuq, B. (2002). Distribution of water between wheat flour components: A dynamic water vapour adsorption study. *Journal of Cereal Science*, 36(3), 347–355. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2002.0470>
- Rouillé, J., Chiron, H., Colonna, P., Della Valle, G., & Lourdin, D. (2010). Dough/crumb transition during French bread baking. *Journal of Cereal Science*, 52(2), 161–169. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2010.04.008>
- Saadi, S., Saari, N., Mohd Ghazali, H., Abdulkarim, S. M., Hamid, A. A., & Anwar, F. (2022). Gluten proteins: Enzymatic modification, functional and therapeutic properties. *Journal of Proteomics*, 251, 1874–3919. <https://doi.org/10.1016/j.jprot.2021.104395>
- Salt, L. J., Gonz Alez-Thuillier, I., Chope, G., Penson, S., Tosi, P., Haslam, R. P., Skeggs, P. K., Shewry, P. R., & Wilde, P. J. (2017). *Intrinsic wheat lipid composition effects the interfacial and foaming properties of dough liquor*. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.08.020>
- Saulnier, L., Guillon, F., Sado, P.-E., Chateigner-Boutin, A.-L., & Rouau, X. (2013). Plant Cell Wall Polysaccharides in Storage Organs: Xylans (Food Applications). *Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering*, 1–32. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-409547-2.01493-1>
- Shehzad, A., Chiron, H., Della Valle, G., Lamrini, B., & Lourdin, D. (2012). *Energetical and rheological approaches of wheat flour dough mixing with a spiral mixer*. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.12.008>

- Shewry, P. R., Tatham, A. S., Forde, J., Kreis, M., & Mifflin, B. J. (1986). The classification and nomenclature of wheat gluten proteins: A reassessment. *Journal of Cereal Science*, 4(2), 97–106. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(86\)80012-1](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(86)80012-1)
- Sroan, B. S., & MacRitchie, F. (2009). Mechanism of gas cell stabilization in breadmaking. II. The secondary liquid lamellae. *Journal of Cereal Science*, 49(1), 41–46. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2008.07.004>
- Stojceska, V., & Butler, F. (2012). Investigation of reported correlation coefficients between rheological properties of the wheat bread doughs and baking performance of the corresponding wheat flours. *Trends in Food Science and Technology*, 24(1), 13–18. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2011.09.005>
- Tang, M. C., & Copeland, L. (2007). Analysis of complexes between lipids and wheat starch. *Carbohydrate Polymers*, 67(1), 80–85. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2006.04.016>
- Tara, K. A., Bains, G. S., & Finney, P. L. (1972). Damaged Starch and Protein Contents in Relation to Water Absorption of Flours of Indian Wheats. *Starch - Stärke*, 24(10), 342–345. <https://doi.org/10.1002/STAR.19720241005>
- Tipples, K. H., Meredith, J. O., & Holas, J. (1978). Factors affecting farinograph and baking absorption. II. Relative influence of flour components. *Cereal Chemistry*, 55, 655–660.
- Török, K., Szentmiklóssy, M., Tremmel-Bede, K., Rakszegi, M., & Tömösközi, S. (2019). Possibilities and barriers in fibre-targeted breeding: Characterisation of arabinoxylans in wheat varieties and their breeding lines. *Journal of Cereal Science*, 86, 117–123. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2019.01.012>
- Tschoegl, N. W., Rinde, J. A., & Smith, T. L. (1970). Rheological properties of wheat flour doughs I.—Method for determining the large deformation and rupture properties in simple tension. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 21(2), 65–70. <https://doi.org/10.1002/JSFA.2740210203>
- Turbin-Orger, A., Della Valle, G., Doublier, J. L., Fameau, A.-L., Marze, S., & Saulnier, L. (2015). Foaming and rheological properties of the liquid phase extracted from wheat flour dough. *Food Hydrocolloids*, 43, 114–124. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.05.003>
- Turbin-Orger, A., Shehzad, A., Chaunier, L., Chiron, H., & Della Valle, G. (2016). Elongational properties and proofing behaviour of wheat flour dough. *Journal of Food Engineering*, 168, 129–136. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.07.029>
- Uthayakumaran, S., Newberry, M., Phan-Thien, N., & Tanner, R. (2002). Small and large strain rheology of wheat gluten. *Rheologica Acta*, 41(1), 162–172. <https://doi.org/10.1007/S003970200015>
- Van Vliet, T. (2008). Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion. *Journal of Cereal Science*, 48, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.08.010>
- Wang, Q., Li, L., & Zheng, X. (2020). A review of milling damaged starch: Generation, measurement, functionality and its effect on starch-based food systems. *Food Chemistry*, 315, 126267. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126267>
- Wang, S., Li, C., Copeland, L., Niu, Q., & Wang, S. (2015). Starch Retrogradation: A Comprehensive Review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 14(5), 568–585. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12143>
- Wang, X., Lu, F., Zhang, C., Lu, Y., Bie, X., Xie, Y., & Lu, Z. (2014). Effects of Recombinated Anabaena sp. Lipoyxygenase on the Protein Component and Dough Property of Wheat Flour. *J. Agric. Food Chem*, 62. <https://doi.org/10.1021/jf503238h>
- Welch, R. W. (1977). A micro-method for the estimation of oil content and composition in seed crops. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(7), 635–638. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740280710>
- Wieser, H. (2007). Chemistry of gluten proteins. *Food Microbiology*, 24(2), 115–119. <https://doi.org/10.1016/J.FM.2006.07.004>

- Wrigley, C. W., Bekes, F., & Bushuk, W. (2006). Chapter 1 Gluten: A Balance of Gliadin and Glutenin. In *Gliadin and glutenin: The unique balance of wheat quality* (pp. 3–32). <https://doi.org/10.1094/9781891127519.002>
- Ying, R., Rondeau-Mouro, C., Barron, C., Mabilhe, F., Perronnet, A., & Saulnier, L. (2013). Hydration and mechanical properties of arabinoxylans and β -d-glucans films. *Carbohydrate Polymers*, *96*(1), 31–38. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.03.090>
- Zahra, N., Hafeez, M. B., Wahid, A., Al Masruri, M. H., Ullah, A., Siddique, K. H. M., & Farooq, M. (2023). Impact of climate change on wheat grain composition and quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *103*(6), 2745–2751. <https://doi.org/10.1002/JSFA.12289>
- Zhang, C., Zhang, S., Lu, Z., Bie, X., Zhao, H., Wang, X., & Lu, F. (2013). Effects of recombinant lipoxygenase on wheat flour, dough and bread properties. *Food Research International*, *54*(1), 26–32. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2013.05.025>

ANNEXES

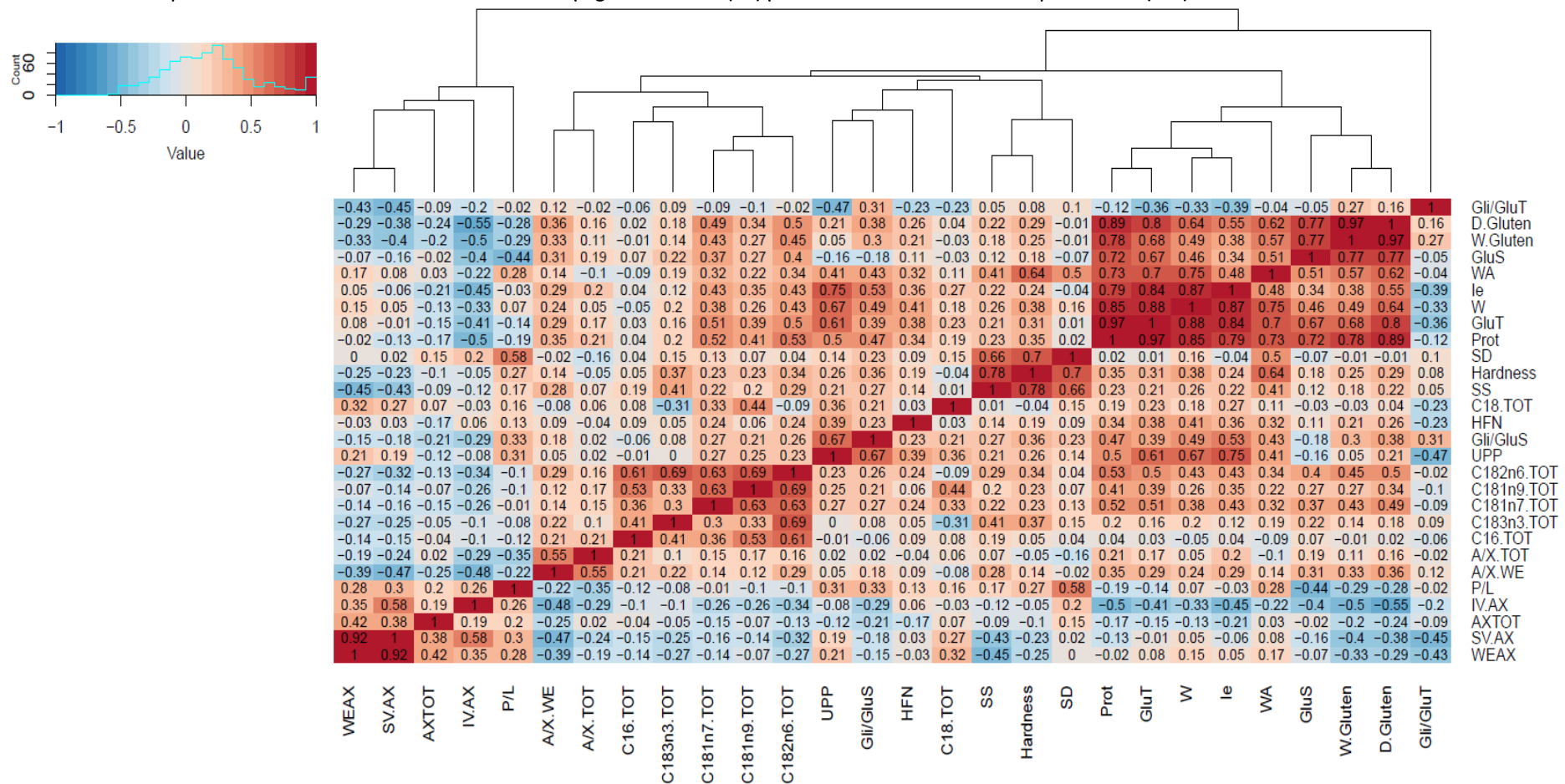
Annexe 1 : Résumé des caractéristiques technologiques et de composition des 140 blés de la deuxième campagne de récolte (R2) utilisés pour la modélisation de WA

Variables technologiques								
	WA	Hardness	HFN	W.Gluten	D.Gluten	P/L*	W*	le*
<i>Unité</i>	%	%	seconds	g	g	/	10 ⁻⁴ J	/
<i>Min-Max</i>	50.3 - 63.9	15 - 100	210 - 502	15.2 - 43.1	4.9 - 13	0.18 - 3.09	67 - 492	25.1 - 72.3
<i>Moyenne</i>	56.4	73	382	27.0	8.3	0.88	237	53.0
<i>CV (%)</i>	4.5	24.8	13.5	20.5	20.7	53.8	39.1	16.7
Variables de composition								
	Prot	UPP	GlUT	GluS	Gli/GluT	Gli/GluS	SS	SD
<i>Unité</i>	g/100 g	/	g/100 g	g/100 g	/	/	g/100 g	UCDc
<i>Min-Max</i>	6.7 - 13.7	0.16 - 0.61	2.44 - 5.72	1.35 - 2.89	0.76 - 1.32	1.29 - 2.87	0.96 - 5.13	12.9 - 25.4
<i>Moyenne</i>	9.4	0.49	3.90	1.96	1.04	2.07	3.09	20.7
<i>CV (%)</i>	16.7	15.8	19.0	15.0	10.7	13.5	29.3	10.0
	AXTOT	WEAX	A/X.TOT	A/X.WE	IV.AX	SV.AX	C16.TOT	C18.TOT
<i>Unité</i>	g/100 g	g/100 g	/	/	dL/g	mV.mL	g/100 g	g/100 g
<i>Min-Max</i>	1.05 - 2.35	0.26 - 1.20	0.59 - 0.93	0.47 - 0.72	5.07 - 8.32	171 - 961	0.19 - 0.38	0.009 - 0.030
<i>Moyenne</i>	1.59	0.53	0.69	0.60	6.48	482	0.29	0.020
<i>CV (%)</i>	15.9	33.4	8.2	8.4	10.4	33.2	10.6	23.1
			C181n7.TOT	C181n9.TOT	C182n6.TOT	C183n3.TOT		
<i>Unité</i>			g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g		
<i>Min-Max</i>			0.006 - 0.014	0.058 - 0.150	0.41 - 0.89	0.02 - 0.06		
<i>Moyenne</i>			0.009	0.092	0.59	0.04		
<i>CV (%)</i>			17.5	19.1	16.0	19.7		

WA : Absorption d'eau ; HFN : Temps de chute d'Hagberg ; W.Gluten : Gluten humide ; D.Gluten : Gluten sec ; P/L : Rapport tenacité sur extensibilité ; W : Force boulangère ; le : Index d'élasticité ; Prot : Protéines ; UPP : pourcentage de protéines polymériques non extractibles ; GluT : Gluténines totales ; GluS : Gluténines solubles ; Gli/GluT : Rapport Gliadines sur GluT ; Gli/GluS : Rapport Gliadines sur GluS ; SS : Amidon Soluble ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ; AXTOT : Arabinoxylyanes totaux ; WEAX : Arabinoxylyanes solubles ; A/X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AXTOT ; A/X.WE : Rapport Arabinose sur Xylose des WEAX ; IV.AX : Viscosité Intrinsèque des WEAX ; SV.AX : Viscosité Spécifique des WEAX ; C16.TOT : Acide palmitique C16 total ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; C181n7.TOT : Acide vaccénique C18:1n-7 total ; C181n9.TOT : Acide oléique C18:1n-9 total ; C182n6.TOT : Acide linoléique C18:2n-6 total ; C183n3.TOT : Acide alpha-linolénique C18:3n-3 total.

*Variables complémentaires non utilisées pour la modélisation de WA.

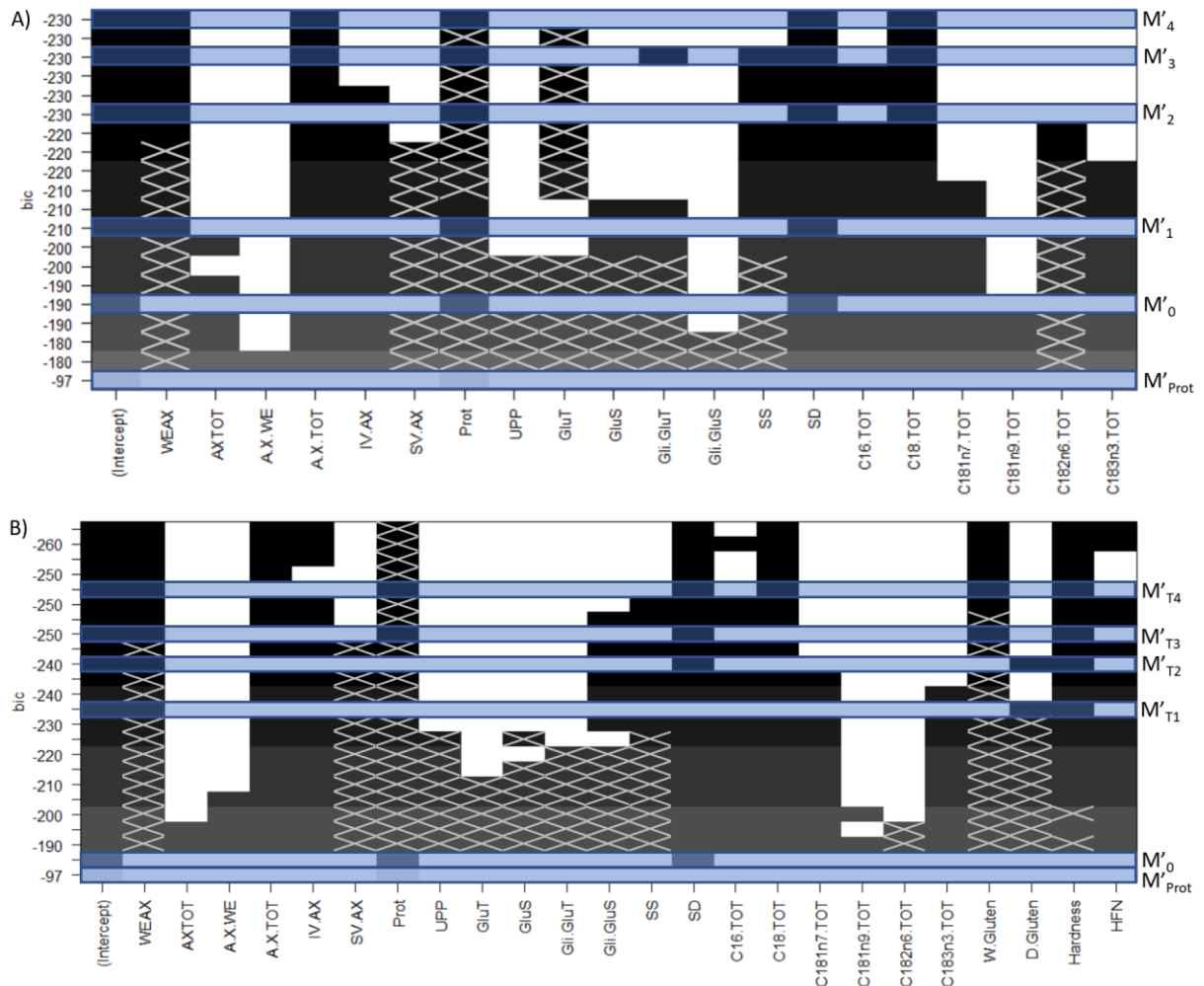
Annexe 2 : Heatmap sur les 140 échantillons de la deuxième campagne de récolte (R2) pour la modélisation de l'absorption d'eau (WA)



WA : Absorption d'eau ; HFN : Temps de chute d'Hagberg ; W.Gluten : Gluten humide; D.Gluten : Gluten sec ; P/L: Rapport tenacité sur extensibilité ; W : Force boulangère ; le : Index d'élasticité ; Prot : Protéines ; UPP : pourcentage de protéines polymériques non extractibles ; GluT : Gluténines totales ; GluS : Gluténines solubles ; Gli/GluT : Rapport Gliadines sur GluT ; Gli/GluS : Rapport Gliadines sur GluS ; SS : Amidon Soluble ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ; AXTOT : Arabinoxylanes totaux ; WEAX: Arabinoxylanes solubles ; A/X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AXTOT ; A/X.WE : Rapport Arabinose sur Xylose des WEAX ; IV.AX : Viscosité Intrinsèque des WEAX ; SV.AX : Viscosité Spécifique des WEAX ; C16.TOT : Acide palmitique C16 total ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; C181n7.TOT : Acide vaccénique C18:1n-7 total ; C181n9.TOT : Acide oléique C18:1n-9 total ; C182n6.TOT : Acide linoléique C18:2n-6 total ; C183n3.TOT : Acide alpha-linolénique C18:3n-3 total.

Annexe 3 : Résultats du test du critère d'information bayésien (BIC) pour prédire l'absorption d'eau (WA) sur la campagne de récolte 2 (R2) avec A) les variables de composition ; B) les variables de composition et technologiques. Chaque ligne représente un modèle, chaque colonne représente une variable. Les modèles étudiés, c'est-à-dire sans multi-colinéarité, sont surlignés en bleu et identifiés ($M'_1, M'_2 \dots$) à droite.

Légende des figures : ■ variable incluse dans le modèle ; ▨ variable incluse dans le modèle mais colinéaire avec une autre variable de ce modèle (VIF score >5)



WEAX : Arabinoxylanes solubles ; AX-TOT : Arabinoxylanes totaux ; A.X.WE : Rapport Arabinose sur Xylose des WEAX ; A.X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AXTOT ; IV.AX : Viscosité Intrinsèque des WEAX ; SV.AX : Viscosité Spécifique des WEAX ; Prot : Protéines ; UPP : pourcentage de protéines polymériques non extractibles ; GluT : Gluténines totales ; GluS : Gluténines solubles ; Gli.GluT : Rapport Gliadines sur GluT ; Gli.GluS : Rapport Gliadines sur GluS ; SS : Amidon Soluble ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ; C16.TOT : Acide palmitique C16 total ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; C181n7.TOT : Acide vaccénique C18:1n-7 total ; C181n9.TOT : Acide oléique C18:1n-9 total ; C182n6.TOT : Acide linoléique C18:2n-6 total ; C183n3.TOT : Acide alpha-linolénique C18:3n-3 total ; W.Gluten : Gluten humide ; D.Gluten : Gluten sec ; Hardness : Dureté ; HFN : Temps de chute d'Hagberg

Annexe 4 : Résumé des caractéristiques technologiques et de composition des 284 blés des deux campagnes de récolte (R1R2) utilisés pour la modélisation de WA

Variables technologiques								
	WA	Hardness	HFN	W.Gluten	D.Gluten	P/L*	W*	le*
<i>Unité</i>	%	%	seconds	g	g	/	10 ⁻⁴ J	/
<i>Min-Max</i>	50.3 - 63.9	15 -100	190 - 502	10.5 - 43.1	3.5 - 13.4	0.13 - 3.09	67 - 546	25.1 - 73
<i>Moyenne</i>	56.2	69	365	26.7	8.4	0.85	233	53.8
<i>CV (%)</i>	4.6	26.7	16.8	19.9	20.0	52.3	37.8	16.2
Variables de composition								
	Prot	UPP	GluT	GluS	Gli/GluT	Gli/GluS	SS	SD
<i>Unité</i>	g/100 g	/	g/100 g	g/100 g	/	/	g/100 g	UCDc
<i>Min-Max</i>	6.1 - 14.0	0.16 - 0.61	2.44 - 5.72	1.30 - 2.89	0.76 - 1.46	1.29 - 2.87	0.96 - 6.21	8.7 - 25.4
<i>Moyenne</i>	9.4	0.47	3.88	2.02	1.06	2.04	3.15	19.1
<i>CV (%)</i>	16.7	15.4	18.5	15.2	10.7	13.3	30.3	15.0
	AXTOT	WEAX	A/X.TOT	A/X.WE	IV.AX	SV.AX	C16.TOT	C18.TOT
<i>Unité</i>	g/100 g	g/100 g	/	/	dL/g	mV.mL	g/100 g	g/100 g
<i>Min-Max</i>	1.05 - 2.69	0.26 - 1.20	0.56 - 0.93	0.45 - 0.72	4.14 - 8.32	171 - 961	0.24 - 0.35	0.008 - 0.030
<i>Moyenne</i>	1.71	0.52	0.70	0.60	6.17	456	0.28	0.017
<i>CV (%)</i>	17.2	30.0	8.5	8.8	12.9	32.8	5.05	26.9
			C181n7.TOT	C181n9.TOT	C182n6.TOT	C183n3.TOT		
<i>Unité</i>			g/100 g	g/100 g	g/100 g	g/100 g		
<i>Min-Max</i>			0.006 - 0.015	0.058 - 0.176	0.41 - 0.89	0.02 - 0.07		
<i>Moyenne</i>			0.010	0.099	0.60	0.04		
<i>CV (%)</i>			16.6	19.9	15.7	23.0		

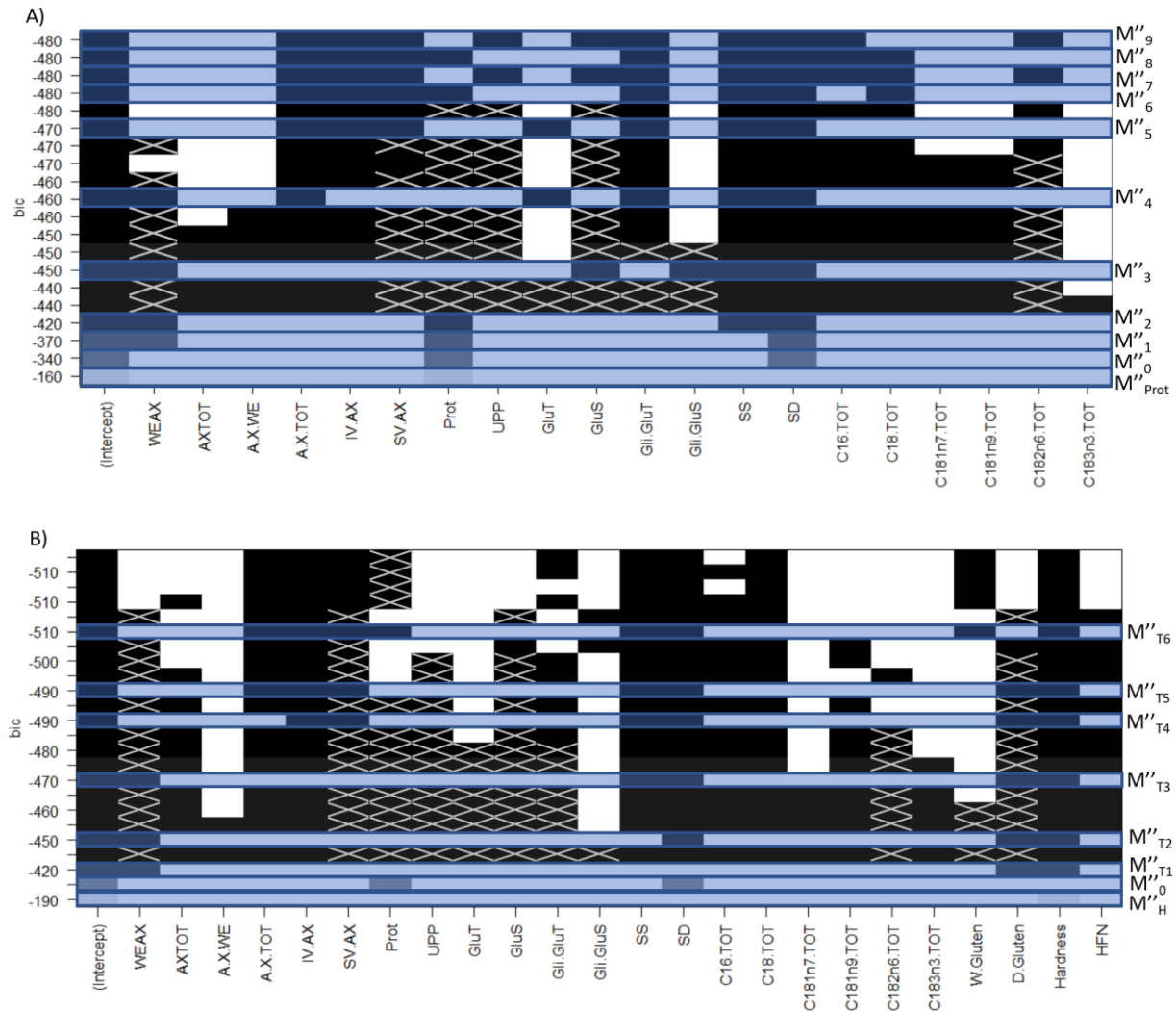
WA : Absorption d'eau ; Hardness : Dureté ; HFN : Temps de chute d'Hagberg ; W.Gluten : Gluten humide ; D.Gluten : Gluten sec ; P/L : Rapport tenacité sur extensibilité ; W : Force boulangère ; le : Index d'élasticité ; Prot : Protéines ; UPP : pourcentage de protéines polymériques non extractibles ; GluT : Gluténines totales ; GluS : Gluténines solubles ; Gli/GluT : Rapport Gliadines sur GluT ; Gli/GluS : Rapport Gliadines sur GluS ; SS : Amidon Soluble ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ; AXTOT : Arabinoxylanes totaux ; WEAX : Arabinoxylanes solubles ; A/X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AXTOT ; A/X.WE : Rapport Arabinose sur Xylose des WEAX ; IV.AX : Viscosité Intrinsèque des WEAX ; SV.AX : Viscosité Spécifique des WEAX ; C16.TOT : Acide palmitique C16 total ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; C181n7.TOT : Acide vaccénique C18:1n-7 total ; C181n9.TOT : Acide oléique C18:1n-9 total ; C182n6.TOT : Acide linoléique C18:2n-6 total ; C183n3.TOT : Acide alpha-linolénique C18:3n-3 total.

*Variables complémentaires non utilisées pour la modélisation de WA.

Annexe 5 : Résultats du test du critère d'information bayésien (BIC) pour prédire l'absorption d'eau (WA) sur les campagnes de récolte 1 et 2 (R1R2) avec A) les variables de composition ; B) les variables de composition et technologiques.

Chaque ligne représente un modèle, chaque colonne représente une variable. Les modèles étudiés, c'est-à-dire sans multi-colinéarité, sont surlignés en bleu et identifiés (M''_0 , M''_1 ...) à droite.

Légende des figures : ■ variable incluse dans le modèle ; ☒ variable incluse dans le modèle mais colinéaire avec une autre variable de ce modèle (VIF score >5)



HFN : Temps de chute d'Hagberg ; W.Gluten : Gluten humide ; D.Gluten : Gluten sec ; Prot : Protéines ; UPP : pourcentage de protéines polymériques non extractibles ; GluT : Gluténines totales ; GluS : Gluténines solubles ; Gli.GluT : Rapport Gliadines sur GluT ; Gli.GluS : Rapport Gliadines sur GluS ; SS : Amidon Soluble ; SD : Amidon endommagé mesuré par absorption d'iode ; AXTOT : Arabinoxylanes totaux ; WEAX : Arabinoxylanes solubles ; A.X.TOT : Rapport Arabinose sur Xylose des AXTOT ; A.X.WE : Rapport Arabinose sur Xylose des WEAX ; IV.AX : Viscosité Intrinsèque des WEAX ; SV.AX : Viscosité Spécifique des WEAX ; C16.TOT : Acide palmitique C16 total ; C18.TOT : Acide stéarique C18 total ; C181n7.TOT : Acide vaccénique C18:1n-7 total ; C181n9.TOT : Acide oléique C18:1n-9 total ; C182n6.TOT : Acide linoléique C18:2n-6 total ; C183n3.TOT : Acide alpha-linolénique C18:3n-3 total.