AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

NANCY-UNIVERSITE
INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

École Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires

Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules

THESE

Présentée à l'Institut National Polytechnique de Lorraine par

Smail MEZIANI

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE
Spécialité : Procédés Biotechnologiques et Alimentaires

Titre de la thèse

Influence du procédé de congélation sur les levures et les propriétés techno-fonctionnelles des pâtes sucrées (type Kougelhopf)

Soutenue publiquement le 15 novembre 2011 devant la commission d'examen

Président du jury :
M Alain LE BAIL, Professeur, ONIRIS, Nantes, France
Rapporteurs :
M Jacques NICOLAS, Professeur, CNAM, Paris, France
M Bernard CUQ, Professeur, SupAgro, Montpellier, France
Examinateurs :
M Stéphane DESOBRY, Professeur ENSAIA, Nancy, France
M Mohamed GHOUL, Professeur, ENSAIA, Nancy, France
Invités :
M Jean-Marc MULLER, Gérant de la Biscuiterie Coco LM, Colmar, France
M Jordane JASNIEWSKI, Maitre de conférences, ENSAIA, Nancy, France

Directeur de thèse : Pr. Stéphane DESOBRY.

Remerciements

Au terme de ce travail, je remercie tout d'abord tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ce travail.

Je commencerai par remercier Stéphane Desobry professeur à INPL pour son encadrement, son grand soutien tout au long de la thèse et aussi pour m'avoir donner toute l'autonomie nécessaire pour mener à bien ce projet. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour sa confiance, sa disponibilité, son dynamisme et son enthousiasme. Je lui exprime ma vive reconnaissance et je lui dédie également ce travail.

Je tiens également à remercier professeur Mohamed Ghoul de m'avoir donné de ses suggestions. Je voudrais remercier particulièrement Monsieur Jordane Jasniewski, Maitre de Conférences à l'INPL pour ses remarques pertinentes.

Ce travail a été financé par la Maison Alsacienne de Biscuiterie Coco LM dans le cadre d'une convention CIFRE. Je remercie très chaleureusement messieurs Jean Marc-Muller et Patrick Loewert, Gérants de Coco LM pour la confiance qu'ils m'ont accordé en me confiant la responsabilité de ce projet. J'adresse également mes chaleureux remerciements au personnel de l'entreprise, qui ont contribué, chacun à sa façon et toujours dans la bonne humeur, au bon déroulement de cette étude.

Je souhaite remercier l'Association Nationale pour la Recherche Technique d'avoir accepté de financer ce travail de thèse (CIFRE).

Je remercie vivement les personnes tous les membres de mon Jury. Leurs suggestions et remarques contribueront à l'amélioration de la version finale de ce mémoire. Je remercie Monsieur Bernard Cuq, professeur à SupAgro, Montpellier et Monsieur Jacques Nicolas, Professeur du CNAM de Paris qui ont assuré la fonction de rapporteurs en apportant une analyse détaillée du manuscrit. Je remercie également Monsieur Alain Lebail, professeur à ONIRIS, Nantes, qui m'a honoré en acceptant de présider le jury.

Je remercie enfin les thésards et tout le personnel du LIBio avec qui j'ai passé des moments agréables au cours de ces années. J'ai vécu au sein du laboratoire une expérience très enrichissante aussi bien sur le plan professionnel que sur le plan humain.

A mes chers parents,
A mon frère, mes soeurs,
A mes grands Parents,
A ma très chère petite lumière.

« Impose ta chance, serre ton bonheur et va vers ton risque.
A te regarder, ils s'habitueront. »

Char René

Sommaire

Sommaire

Publications 9
Présentations Internationales 9
Communications affichées 9

Introduction et objectif de l'étude 1
Le procédé de panification des pâtes congelées 4
1.1. Les ingrédients 5
1.1.1. La farine 5
1.1.2. L'eau 6
1.1.3. Le sel 6
1.1.4. Le sucre 6
1.1.5. L'œuf 7
1.1.6. Le lait 7
1.1.7. Les agents levants 7
1.1.8. La matière grasse (lipides) 8
1.1.9. Les améliorants 9
1.2. Le procédé de fabrication des pâtes sucrées 11
1.3. Produits de viennoiserie issues de la congélation 12
1.3.1. Les pâtes crues congelées (prêtes à pousser) 12
1.3.2. Les pâtes fermentées congelées (pré-poussées ou prêtes à cuire) 12
1.3.3. Les produits précuits congelés 13
1.4. Procédé de fabrication des viennoiseries congelées 15
1.4.1. Le pétrissage 15
1.4.2. La fermentation 17
1.4.3. L'emballage 19
1.4.4. Le stockage 19
1.4.5. La décongélation 19
1.4.6. La cuisson 20
La congélation des pâtes 21
2.1. Les différents états de l'eau dans une matrice biologique 21
2.2. Le diagramme de phase eau/glace 22
2.3. Les différentes méthodes de congélation utilisées dans les pâtes congelées 23

2.3.1. La congélation à air pulsé 23
2.3.2. La congélation par contact 25
2.3.3. La congélation cryogénique (directe) 25
2.3.4. La congélation par immersion (saumure) 26
2.3.5. Nouvelles techniques de congélation 27
2.4. Aperçu de quelques méthodes d'analyse des pâtes 30
2.4.1. Les méthodes manométriques 30
2.4.2. Les méthodes rhéologiques 30
2.4.3. Les méthodes microscopiques 32
2.4.4. Les méthodes thermiques 34
2.4.5. Les méthodes sensorielles 38
Facteurs influençant la durée de vie des pâtes congelées 39
3.1. Perte de rétention du gaz 39
3.2. Perte d'activité de la levure 40
Conclusion 43
Références bibliographiques 44

Chapitre II : Effets des conditions de congélation sur l'activité fermentaire ainsi que sur les propriétés rhéologiques et structurales des pâtes sucrées congelées 48

LWT- Food Science and Technology (2011) 48
Journal of Food Engineering, 107, 358-365 (2011) 48

Chapitre III : Impact de la quantité de levure et de la durée de conservation sur les caractéristiques rhéologiques, structurales et fermentaires des pâtes sucrées congelées 66

Journal of Food Engineering (2011) 67

Chapitre IV : Effet des traitements de congélation et de la quantité de levure sur les caractéristiques physiques des pâtes sucrées congelées et sensorielles du produit fini (Kougelhopf) 74

Food and Bioprocess Technology (En révision) 75
Introduction 76
Materials and methods 78
2.1. Materials 78
2.2. Experimental procedure 78
2.3. Physical assessment 79
2.3.1. Moisture content 79
2.3.2. Porosity analysis 80
2.3.3. Specific volume 80
2.3.4. Texture profile analysis (TPA) 81
2.4. Sensory evaluation 81
2.5. Statistical analysis 82
Results and discussion 82
3.1. Physical and textural analyses 82
3.2. Comparison of gas cell distribution in frozen sweet doughs and Kougelhopf samples baked form these sweet doughs 86
3.3. Result of sensory evaluation 88
Conclusion 89
References 90

Liste des figures hors publications

Figure 1 : Kougelhopf fabriqué par la Biscuiterie Coco LM 4
Figure 2 : Diagramme général de fabrication des pâtes sucrées congelées. (A) pâte prête à pousser congelée, (B) pâte pré-poussée congelée, (C) produit précuit/cuit congelé..... 11
Figure 3 : Schéma représentatif de la formation du réseau du gluten durant le pétrissage 17
Figure 4 : Évolution de la température lors de la congélation d'une solution aqueuse et de l'eau pure..... 21
Figure 5 : Diagramme de phase solide-liquide de l'eau. Les traits en pointillés représentent des estimations et des extrapolations des limites des domaines..... 23
Figure 6 : Exemples de congélateurs à air pulsé utilisés dans la boulangerie industrielle à système continu (tunnel linéaire et le congélateur spirale) et discontinu (congélateur statique) 24
Figure 7 : Photographie d'un congélateur à plaques 25
Figure 8 : Photographie d'un congélateur cryogénique développé par la société Air liquide 26
Figure 9 : Photographie d'un congélateur par immersion 26
Figure 10 : Les différents types de contraintes imposées à la pâte 31
Figure 11 : (a) Schéma représentatif d'un échantillon place entre deux plaques d'un rhéomètre. (b) la réponse par la contrainte à la déformation de cisaillement appliquée à un solide élastique, un liquide visqueux et un matériau viscoélastique 32
Figure 12 : Coupe en microscopie optique de la pâte à Kougelhopf (X20) (Meziani et al., 2001)..... 33
Figure 13 : Micrographe de la pâte à Kougelhopf obtenu par microscopie électronique à balayage (MEB) (Meziani et al., 2001)..... 34
Figure 14 : Schéma représentatif d'une sonde « fil chaud » de mesure de la conductivité thermique..... 36
Figure 15 : Courbe de la température de la sonde en fonction du logarithme du temps..... 37
Figure 16 : Effet de la vitesse de congélation sur les cellules de levures..... 41

Liste des tableaux hors publications

Tableau 1 : Les principaux améliorants utilisés dans la formulation des pâtes congelées 10
Tableau 2 : Les avantages et les inconvénients des produits congelés rapportés dans la littérature (Le Bail & Goff, 2008). 14
Tableau 3 : Les avantages et les inconvénients des deux méthodes de fermentation (directe et indirecte)..... 18
Tableau 4 : Avantages et inconvénients des différents systèmes de congélation (Le Bail & Goff, 2008). 28
Tableau 5 : Les principales méthodes empiriques utilisées pour la caractérisation des produits de boulangerie (Dobraszczyk & Morgenstern, 2003). 30

Liste des publications et des communications

Publications

Smail Meziani, Irina Ioannou, Jordane Jasniewski, Nabila Belhaj, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry: ”Effects of freezing treatments on the fermentative activity and gluten network integrity of sweet dough” *LWT-Food Science and Technology*, (2011).

Smail Meziani, Jordane Jasniewski,Claire Gaiani, Irina Ioannou, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry: ” Effects of freezing treatments on viscoelastic behavior of frozen sweet dough*” Journal of Food Engineering*, , 107, 358-365 (2011).

Smail Meziani, Jordane Jasniewski, Pablo Ribotta, Elmira Arab-Therany, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry :” Influence of yeast and frozen storage on rheological and microbial quality of frozen sweet dough” *Journal of Food Engineering (2011).*

Smail Meziani, Muriel Jacquot, Jordane Jasniewski, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry: “Effect of freezing treatments on sensory and physical properties of Kougelhopf” Journal food bioprocess and technology, 2011(En révision).

Smail Meziani, Elmira Arab-Therany, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry: “Effects of freezing rate on the thermophysical properties of frozen sweet dough” *Journal of Food Engineering (*En cours*).*

Présentations Internationales

Smail Meziani, Irina Ioannou, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry: ”Effects of freezing rate on the fermentative activity of Kougelhopf sweet dough” 3rd International Spring Meeting , April 2011 (MUNICH , ALLEMAGNE).

Smail Meziani, Irina Ioannou, Jordane Jasniewski, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry: ”Effects of freezing treatment on the dough rheology of Kougelhopf sweet dough” 6th International CIGR Technical Symposium, April 2011 (NANTES , FRANCE).

Smail Meziani, Jordane Jasniewski, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry :”Influence of yeast amount and frozen storage on rheological and microbial quality of Kougelhopf frozen sweet dough” Sustinable Biopriduction, September, 19, 2011 (TOKYO , JAPON).

Communications affichées

Smail Meziani, Irina Ioannou, Jordane Jasniewski, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry : “Effet des conditions de congélation sur l’activité fermentaire des pâtes boulangères” Séminaire de l’école doctorale RP2E, 28 janvier 2010.

Smail Meziani, Jean-Marc Muller, Mohamed Ghoul, Stéphane Desobry: ”Effects of freezing treatment on the fermentative activity and dough structure of Kougelhopf sweet dough” Sustinable Bioproduction, September, 19, 2011 (TOKYO , JAPON).

Glossaire

Abréviations

ANRT Association Nationale de la Recherche et de la Technologie

BVP Boulangerie Viennoiserie et Pâtisserie

CIFRE Convention Industrielle De Formation Par La Recherche

CNAM Conservatoire National des Arts et Métiers

DATEM Esters monoacétyltartriques et diacétyltartriques des mono- et diglycérides d'acides gras.

DSC Differential Scanning Calorimetry

ENSAIA Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires

FEBPF Fédération des Entreprises de Boulangerie et Pâtisserie de France

SSL Stéaroyl-2 Lactylate de sodium

RVA Analyseur rapide de viscosité

TPA Profile d'analyse textural

INPL Institut National Polytechnique de Lorraine

LIBIO Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules

IRTF Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

ONRIS Ecole Nationale Vétérinaire, Agroalimentaire et de l'Alimentation Nantes-Atlantique

PDVC Polychlorure de vinylidène

Nomenclature

Bi Nombre de biot (Adimensionnel)

Cp Chaleur spécifique (J/kg °C)

Cp_{eff} Chaleur spécifique effective (J/kg °C)

Cp_w Chaleur spécifique de l'eau (J/kg °C)

Cp_i Chaleur spécifique de la glace (J/kg °C)

J_0 Fonction de Bessel de 1ère espèce non modifiée d'ordre 0

J_1 Fonction de Bessel de 1ère espèce non modifiée d'ordre 1

h Coefficient de transfert thermique

H_{fw} Enthalpie (J/kg)

L_0 Chaleur latente de l'eau (J/kg)

m Masse (kg)

R Rayon du cylindre (m)

I	Intensité du courant (A)
r	Distance radiale du centre du produit (cylindre) (m)
t	Temps (s)
$\mathbf{T_0}$	Température initiale au centre du produit (°C)
$\mathbf{T_{ifp}}$	Température de congélation commençante (°C)
$\mathbf{T_\infty}$	Température du milieu de congélation (°C)
$\mathbf{X_{tw}}$	Fraction massique de l'eau (g H_2O/100g)
$\mathbf{X_{ufw}}$	Fraction massique d'eau non congelable (g H_2O/100g)
$\mathbf{X_i}$	Fraction massique de glace (g H_2O/100g)
Q	Puissance linéique ($W.m^{-1}$)
α	Diffusivité thermique (m^2/s)
$\mathbf{\alpha_w}$	Diffusivité thermique de l'eau (m^2/s)
λ	Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
ρ	Densité (kg/m^3)
θ	Température (°C)

Introduction et objectifs de l'étude

Introduction et objectif de l'étude

Le marché de la viennoiserie industrielle augmente de 12 % par an et gagne des parts de marché sur la boulangerie artisanale : large gamme de produits briochés. En 2009, il représentait plus de 17 % du chiffre d'affaire global de l'activité BVP (Boulangerie Viennoiserie et Pâtisserie) en France. La fabrication de viennoiseries congelées représentait en France 69 % du volume en 2009, dont 50 % de surgelées et d'origine industrielle. La France est le premier producteur et exportateur européen. C'est donc sans surprise que la France est le premier consommateur européen. Avec 42 % et 36 % du volume produit en 2009, les croissants et les pains au lait sont respectivement les stars de la viennoiserie.

La brioche est profondément enracinée dans la culture alimentaire française, elle a toujours une place fixe dans le goût des Français (FEBPF, 2010). Il est évident que la production traditionnelle est limitée et inflexible pour répondre à la demande des clients, d'où l'intérêt d'intégrer l'étape de congélation dans le diagramme de panification donnant ainsi des pâtes congelées fermentées ou non, précuites ou totalement cuites.

L'évolution du marché des produits congelés de la boulangerie viennoiserie et pâtisserie (BVP) est provoquée par les exigences des consommateurs de plus en plus spécifique, telle que la demande en produits frais (toute la journée) ayant une grande variété. Cette augmentation de la demande provoquera ainsi une hausse de l'offre des industries et une amélioration de leur rentabilité.

Les boulangers combinent souvent l'utilisation des pâtes congelées pour couvrir les besoins quotidiens et des produits semi-finis (précuits, fermentés congelés) pour faire face à la demande accrue des consommateurs pendant les périodes de pointe.

L'utilisation de la congélation dans la fabrication des produits de panification permet de maintenir une production constante, indépendante de la demande saisonnière, ce qui réduit les pertes dues au rassissement et permet la suppression des heures de nuit.

Cependant, la congélation induit des conséquences sur la qualité finale des pâtes crues congelées qui se manifestent par une faible prise de volume et une augmentation du temps de fermentation (Casey and Foy, 1995). Ces inconvénients sont attribués à :

- La diminution de l'activité fermentaire de la levure (production de CO_2)

- La dégradation du réseau de gluten de la pâte (rétention de CO_2)

Ces conséquences dépendent de la composition de la pâte congelée, des traitements appliqués (conditions de congélation, décongélation et de conservation). Deux hypothèses principales ont été avancées pour pallier cette perte de volume après décongélation :

- Agir sur la formulation de la pâte (quantité et variété de la levure, quantité de sucre et de gras…).
- Agir sur les paramètres du procédé de fabrication (vitesse et température de congélation, et de décongélation, température et durée du stockage...).

Dans la viennoiserie, la levée de la pâte est un élément majeur pour la qualité du produit fini.

Dans l'ensemble des produits de panification, les viennoiseries se distinguent par la richesse de leur recette en matière grasse et en sucre.

Ce travail de recherche s'est déroulé dans le cadre d'une convention CIFRE entre la biscuiterie Coco LM et le laboratoire LIBio. L'objectif scientifique de cette thèse est d'étudier l'effet des conditions de congélation et de conservation sur les propriétés fermentaires, rhéologiques, structurales et sensorielles de la pâte sucrée congelée (type Kougelhopf). Le but industriel est d'apporter une solution alternative aux systèmes de production traditionnels. La fabrication de type directe ne permet pas d'adapter la quantité de produits finis en fonction de la demande, ce qui engendre une dépendance vis-à-vis de la demande.

Ce travail suscite un intérêt économique non négligeable, face à une production très importante des pâtes congelées en France (67 % de volume en 2009), la maîtrise des conditions de congélation et de stockage de ces produits est indispensable.

Pour atteindre ces objectifs, la pâte sucrée type Kougelhopf a été choisie comme matrice d'étude. Deux types de congélation sont utilisées : la congélation à air pulsé avec différentes températures (-20 °C, -30 °C et -40 °C) et la congélation cryogénique par immersion dans l'azote liquide (-196 °C). Ensuite les pâtes congelées sont stockées à -40 °C pendant 9 semaines.

Ce document présente de manière chronologique les différents articles scientifiques, publiés, ou soumis pour publication, qui seront le fil conducteur de ce travail et qui sont les suivants:

- Étude de l'activité fermentaire des pâtes sucrées congelées : suivi de l'évolution du volume gaz et de l'expansion de la pâte décongelée durant la fermentation (Publication I) ;

- Étude des caractéristiques rhéologiques et structurales des pâtes sucrées congelées (Publication II) ;

- Étude de l'effet de la quantité de levures sur l'activité fermentaire (production de gaz et le volume d'expansion) et les propriétés rhéologiques et structurales des pâtes sucrées congelées durant le stockage (Publication III) ;

- Étude sensorielle du produit cuit réalisée parallèlement à une caractérisation de la structure alvéolaire par analyse d'images, des propriétés mécaniques de la mie pour essayer de corréler avec les résultats de la caractérisation instrumentale (Publication IV).

Avant de présenter les articles, une synthèse de l'état de l'art présentant les différents types de produits obtenus en utilisant le procédé de congélation et les conséquences engendrées par la congélation sur les différentes caractéristiques des produits congelés.

Ce travail se termine par une synthèse des résultats obtenus en vue d'en extraire les principaux apports pour une éventuelle application industrielle. Enfin, nous évoquerons quelques perspectives pour les études à venir.

Chapitre I :Synthèse bibliographique

1. Le procédé de panification des pâtes congelées

Les formules des produits de boulangerie sont fabriquées exclusivement à partir d'une recette de base composée de farine, d'eau, de sel et d'agents levants (levure). Cette catégorie est majoritairement représentée par la famille du pain. Contrairement aux produits de la viennoiserie, la formule de la pâte est riche, elle comporte en plus de la recette de base, de la matière grasse, des œufs, du sucre et dans certains cas des adjuvants.

Dans la viennoiserie, la levée de la pâte est une phase déterminante qui influence fortement la qualité du produit fini.

Ce travail porte sur les produits de viennoiserie produit modèle, le «Kougelhopf».

Le Kougelhopf est une brioche traditionnelle à pâte levée préparée dans un moule en terre cuite, il est l'un des emblèmes de l'Alsace. Le Kougelhopf se reconnaît facilement par sa forme cannelée. Il est décoré avec une couronne d'amandes dans sa partie supérieure et une mie parsemée de raisins secs. Le Kougelhopf est servi au petit déjeuner ou également lors de réceptions et d'apéritifs avec le Kougelhopf salé.



Figure 1 : *Kougelhopf fabriqué par la Biscuiterie Coco LM*

Selon l'étude Inca : jusqu'à 44 ans, les Français consomment 20 g de viennoiseries par jour et cette quantité a baissé, par la suite, pour atteindre 10 g par jour.

La viennoiserie industrielle fait partie de la pâtisserie industrielle. Elle est composée de plusieurs produits tels que :

- Brioches tranchées ;
- Pains au lait ;
- Goûters pour enfants ;
- Brioches à partager ;
- Pains au chocolat ;
- Croissants ;
- Brioches individuelles (brioche vendéenne, Kougelhopf, Panettone, Cougnou etc).



1.1. Les ingrédients

La qualité finale des pâtes congelées dépend aussi de celles de ses composants. Nous aborderons dans cette partie les ingrédients qui composent la formulation des viennoiseries.

1.1.1. La farine

La farine est l'ingrédient majeur de la pâte, elle est responsable de la structure finale du produit.

Deux types de farine sont obtenus selon la variété du blé : les farines de « blé dur» plus utilisées en panification, alors que les farines de « blé tendre» sont plus adaptées aux autres produits de boulangerie (gâteaux, biscuits …). Les farines de blé dur contiennent des fractions de protéines comprises entre 11 à 13 % (Kulp & Ponte, 2000). Les protéines de la farine de blé sont représentées par les gliadines et les gluténines.

Les gliadines représentent 30 à 35 % des protéines totales de la farine avec une masse moléculaire qui s'étale entre 25 et 100 kDa et comportant des ponts disulfures uniquement intramoléculaires contribuant à la plasticité ou l'extensibilité d'une pâte (Lindsay & Skerritt, 1999 ; Schwartzberg & Hartel, 1992). Graveland & Henderson (1987) ont décrit les gliadines comme un diluant dont le rôle est de réduire la rigidité du gluten.

Les gluténines (40 à 50 % des protéines totales) sont composées de sous-unités capables de s'associer entre elles par les ponts disulfures intra et intermoléculaires (Weegels et al., 1996; Eliasson & Larsson, 1993). Les gluténines contribuent à la ténacité et l'élasticité du gluten contrairement aux gliadines qui facilitent son extensibilité (Schofield & Booth, 1983).

Durant le pétrissage, l'association des gliadines et les gluténines entre elles et avec les autres composants (amidon, matières grasses) de la pâte permet de former le réseau tridimensionnel de gluten aux propriétés viscoélastiques capable de retenir le CO_2 produit lors de la fermentation (Giannou et al., 2003; Hoseney, 1994).

En général, les farines de blé à forte teneur en protéines (12-14%) sont recommandées pour la fabrication des pâtes congelées, car elles garantissent une meilleure rétention de gaz (Lorenz & Kulp, 1995; Inoue & Bushuk, 1992; Collins, 1985; Marston, 1978).

Pendant la congélation, des composés réducteurs (glutathion) sont libérés par des cellules de levure mortes, ce qui peut briser les ponts disulfures entre les protéines et d'affaiblir la structure du gluten (Inoue & Bushuk, 1992). Les modifications rhéologiques observées lors de la congélation ne sont pas seulement dues à l'effet des levures mortes, mais

également à la présence de cristaux de glace formés au cours de la congélation et du stockage pouvant endommager le réseau de gluten.

Marston (1978) recommande un faible niveau de dégradation des granules d'amidon lors de la mouture de la farine pour la fabrication des pâtes congelées.

1.1.2. L'eau

L'eau est un ingrédient essentiel pour la formation de la pâte ainsi que sa fluidité. Elle est responsable de la dispersion des cellules de levures et de la dissolution du sucre et du sel (Giannou et al., 2003). L'eau donne lieu à des liaisons hydrogène et des interactions hydrophobes à l'intérieur et entre les protéines (Bloksma, 1990). L'hydrolyse de l'amidon et du saccharose nécessite la présence d'eau.

Il est recommandé de réduire la quantité d'eau dans la formulation des pâtes congelées, ce qui réduit la quantité d'eau libre lors de la congélation limitant ainsi la formation de cristaux de glace (Gelinas et al., 1995).

1.1.3. Le sel

L'incorporation du sel est estimée à 1-2 % sur la base du poids de la farine. Le sel améliore la saveur du produit et ralentit l'activité de la levure par l'inhibition des activités enzymatiques. Les interactions hydrophobes importantes du réseau du gluten sont améliorées par l'ajout de sel (Tolstoguzov, 1997), donnant une structure plus rigide et une pâte moins collante (Collins & B, 1985). L'ajout de sel réduit l'absorption d'eau par le gluten ce qui retarde sa formation (Seguchi et al., 2003).

Dans le cas des pâtes congelées, le sel retarde la fermentation ce qui provoque une diminution de la production de CO_2 par la levure (Yadavet al., 2009).

1.1.4. Le sucre

Le sucre «saccharose» est le plus utilisé, en raison de sa pureté et de son faible coût (Chaboissier, 1981). Il est la principale source d'énergie pour la levure durant la fermentation. Le sucre participe à améliorer la saveur des produits finis et assure en grande partie la coloration de la croûte lors de la cuisson grâce aux réactions de Maillard (Chaboissier, 1981). Une teneur en sucre de 5 % améliore la vitesse de fermentation. En revanche, lorsque la teneur en sucre dépasse les 8 % dans la recette, la pression osmotique produite détruit les cellules de levure et donc ralentit significativement la vitesse de fermentation.

Dans le cas des pâtes congelées, la quantité de sucre dépend du type du produit et des caractéristiques de la croûte attendues, mais elle doit être plus élevée que dans les pâtes

conventionnelles (Dubois & Dreese, 1984). Un taux de 8 – 10 % est recommandé en raison des propriétés hygroscopiques du sucre, ce qui diminue la quantité d'eau à absorber par la pâte, réduisant ainsi les dommages de la levure (Brüinsma & Giesenschlag, 1984).

1.1.5. L'œuf

L'œuf est un ingrédient principal dans la viennoiserie et la pâtisserie, car il est utilisé en grandes quantités. Bennion & Bamford (1973) ont énuméré les principales fonctions de l'œuf dans une pâte:

- Humidification de la pâte en raison de la grande quantité d'eau présente (75 %) ;
- Aération de la pâte grâce aux propriétés moussantes ;
- Enrichissement de la pâte en raison de la présence d'une proportion assez élevée de lipides dans le jaune d'œuf ;
- Des propriétés émulsifiantes de la lécithine du jaune d'œuf ;
- Structuration de la pâte due à la présence des protéines dans le jaune et le blanc qui coagulent au chauffage.

En outre, l'œuf améliore l'apparence du produit fini, il est responsable de couleur dorée de la croute et de la teinte jaune de la mie.

L'ajout du jaune d'œuf peut aussi améliorer la qualité des pâtes congelées et protègent les protéines contre la dépolymérisation lors de la congélation et le stockage (Hosomi, Nishio, & Matsumoto, 1992).

1.1.6. Le lait

Le lait remplit les mêmes fonctions que l'eau dans la fabrication des pâtes. Le lait est utilisé dans les viennoiseries pour remplacer l'eau de certains produits comme les brioches ; il participe à la coloration de la croute par les réactions de Maillard grâce à sa forte teneur en lactose.

1.1.7. Les agents levants

- **La levure**

La levure «*Saccharomyces cerevisiae»* est l'un des ingrédients fondamentaux; son rôle majeur est de transformer les sucres fermentescibles (glucose, fructose, saccharose et maltose) en dioxyde de carbone et en éthanol, induisant aussi la production de composés aromatiques (Giannou et al., 2003).

Différents types de levures sont utilisées en boulangerie : la levure comprimée, la levure sèche instantanée, et la levure sèche active. La levure comprimée est plus utilisée dans les pâtes congelées et stockées entre 2 et 4 semaines (Casey & Foy, 1995). Le séchage de la levure affecte la structure et l'intégrité fonctionnelle de la membrane cytoplasmique des cellules augmentant ainsi la sensibilité à la congélation (Rasper & Walker, 2000; Brüinsma & Giesenschlag, 1984; Wolt & D'Appolonia, 1984a; Kline & Sugihara, 1968).

Dans l'objectif de compenser les pertes de viabilité de levures durant la congélation et le stockage, des quantités élevées de levure (5 – 6 % sur la base du poids de la farine) sont utilisées dans les pâtes congelées (Marston, 1978; Lorenz, 1974). Casey & Foy (1995) ont recommandé l'utilisation des souches de levures osmotolérantes et thermorésistantes pour la fabrication des pâtes congelées.

- **Le levain**

Un levain (français) est une pâte particulière préparée à partir de levures sauvages (comme *Saccharomyces candida*) et de bactéries présentes dans les matières premières utilisées et dans l'air ambiant. Ces microorganismes favorisent une fermentation plutôt acide (prédominance des bactéries lactiques, comme *Lactobacillus*) et produisent des composés aromatiques.

1.1.8. La matière grasse (lipides)

L'incorporation des matières grasses dans les produits de panification améliore leur qualité de conservation en retardant le rassissement (Collar et al., 1999; Autio & Laurikainen, 1997) et contribue à leur texture et à la production d'arômes particuliers (Stauffer, 1999).Les lipides interagissent avec les protéines au cours du pétrissage et contribuent à la stabilisation des cellules de gaz participant ainsi au développement des propriétés viscoélastiques du réseau de gluten nécessaire à la rétention de gaz lors de la fermentation (Demiralp, Çelik, & Köksel, 2000). Un taux de 4 à 5% de lipide a été recommandé dans la fabrication des pâtes congelées (type pain) (Lorenz & Kulp, 1995).

Les lipides peuvent être utilisés dans la panification soit sous forme d'huiles végétales qui sont liquides à température (ambiante ou moyenne) (huile de colza, tournesol…) et de graisses dont les points de fusion sont supérieurs à la température (ambiante ou moyenne) (beurre, margarine …).

- **Les huiles végétales**

Les huiles végétales utilisées en viennoiserie proviennent de diverses sources : les arachides, olives, colza, palme et les graines de tournesol.... Le faible coût et la disponibilité sont les deux facteurs qui justifient leur utilisation.

- **Le beurre**

Le beurre (matière grasse du lait) est défini comme un produit alimentaire fabriqué exclusivement à partir de lait ou de crème ou des deux, avec ou sans sel, il est constitué de plus de 80 % de son poids de matières grasses du lait. Les composés non gras du beurre sont représentés par l'eau (16 % au maximum) et des matières sèches (2.5 % au minimum) (O'Brien, 1998). Le beurre a traditionnellement été utilisé pour sa contribution à la saveur du produit, mais en raison des coûts il est de plus en plus remplacé par d'autres matières grasses (margarine, huile de palme …).

- **La margarine**

La margarine est fabriquée à partir de différentes matières grasses hydrogénées animales et végétales, elle contient aussi des composés aromatisants, émulsifiants et colorants. Elle est composée de 80 à 85 % de matières grasses, 10-1 5% d'eau, environ 5 % de sel, matières sèches du lait et autres composants (Bumbalough, 2000). Deux grandes catégories de margarines sont utilisées par les boulangers : les margarines de boulangerie et celles de pâtisserie. Les margarines de boulangerie sont souples et crémeuses, alors que celles de pâtisserie sont plus fermes et plus élastiques avec une texture cireuse, elles sont destinées à la fabrication des pâtes en forme de couches (pâte feuilletée).

1.1.9. Les améliorants

Dans le but d'améliorer ou d'effacer certains défauts qui apparaissent lors de la fabrication des produits de panification, des composés naturels ou synthétiques peuvent être utilisés. Toutefois, leur utilisation est réglementée en termes de dose et d'étiquetage. Ils sont classés par rôle technologique: les adjuvants (gluten, malt, levure désactivée et la farine de fève), les additifs (acide ascorbique) et les auxiliaires technologiques (enzymes). Le tableau 1 regroupe les améliorants et leurs fonctions les plus utilisés dans les pâtes congelées (Roussel & Chiron, 2002).

Tableau 1 : Les principaux améliorants utilisés dans la formulation des pâtes congelées

Améliorants	Nom	Fonction	Référence
Additifs	Gomme de guar	Augmente le volume de la pâte Augmente le taux de cellules de gaz dans le pain	(Ribotta et al., 2001, 2003) (Mandala, 2005)
	DATEM (E472e)	Augmente le volume du produit	(Sahlstrom et al., 1999)
	Lécithine (E322)	Renforce la farine	(Grandvoinnet, Portier & Bonnet, 1986)
	SSL (E481)	Réduit l'effet de la congélation sur le volume des produits	(Abd El-Hady, El-Samahy & Brümmer, 1999)
Adjuvants	Gluten	Renforce le réseau de gluten	(Wang & Ponte, 1995)
	Glucose oxydase, hémicellulase	Empêche la diminution du volume de la pâte causée par la congélation	(Yadav et al., 2009)
Auxiliaires technologiques	α-amylase	Hydrolyse l'amidon pour libérer les sucres fermentescibles	(Larson, 1991)

1.2. Le procédé de fabrication des pâtes sucrées

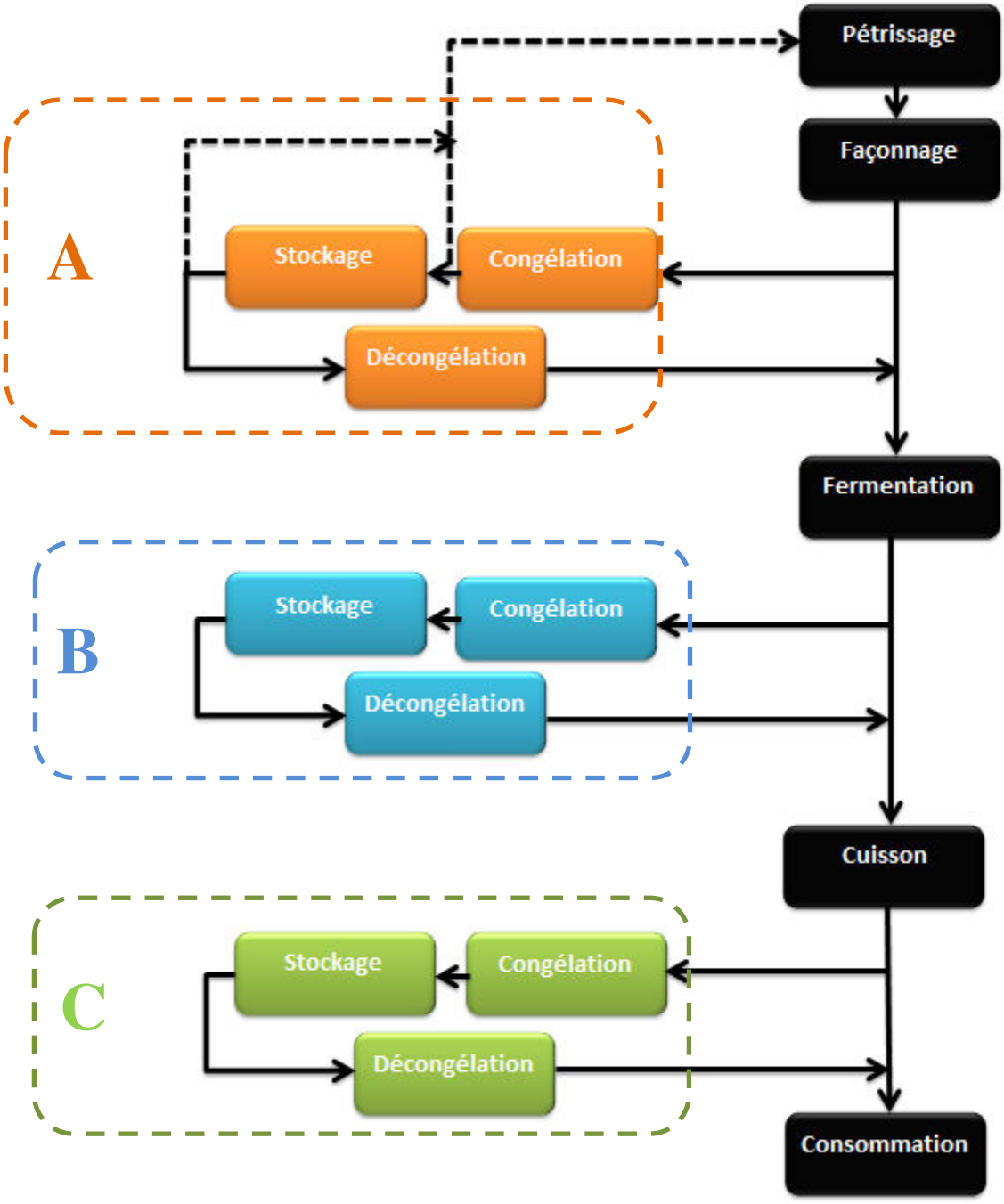


Figure 2 : *Diagramme général de fabrication des pâtes sucrées congelées. (A) pâte prête à pousser congelée, (B) pâte pré-poussée congelée, (C) produit précuit/cuit congelé*

1.3. Produits de viennoiserie issues de la congélation

La technologie « Bake-off » ou cuisson différée consiste à fabriquer des produits de BVP à partir de semi-produits industriels (congelés, fermentés congelés, précuit congelés). Les opérations se déroulent dans des terminaux de cuisson, ou des points de vente (points chauds) équipés d'un four et d'enceinte climatique contrôlable pour la décongélation et la fermentation, le personnel est généralement peu qualifié (Le Bail & Goff, 2008).

Comme le montre le diagramme de fabrication des pâtes congelées (Figure 2), selon le stade où la congélation intervient, divers produits sont obtenus (Best, 1995):

1.3.1. Les pâtes crues congelées (prêtes à pousser)

Les pâtes sont obtenues à partir des étapes suivantes : pétrissage, division, façonnage, ensuite elles sont congelées avant que la fermentation ne commence. La transformation finale de la pâte congelée est un processus en trois étapes nécessitant la décongélation, la fermentation et enfin la cuisson. Les pâtes crues congelées présentent une qualité similaire à celle des pâtes conventionnelles, mais nécessitent 8 à 10 heures de préparation entre le début de la décongélation et la cuisson. Une faible vitesse de congélation est recommandée pour ce type de produits.

Ce procédé semble satisfaisant et présente un certain nombre d'avantages. En particulier, les coûts de transport entre le site de fabrication et le terminal de cuisson qui sont minimaux en raison du faible volume des pâtes (pas de fermentation avant la congélation).

Quelques exemples de viennoiseries crues congelées : croissants, pains au chocolat, pains aux raisins, boules de brioche, pains au lait.

1.3.2. Les pâtes fermentées congelées (pré-poussées ou prêtes à cuire)

Cette méthode est intéressante pour pallier une forte demande imprévue. Le but est de supprimer les heures de travail de nuit et d'augmenter les ventes grâce à la diversité des produits. La fermentation est bloquée entre 1/3 et 1/2 par rapport à la fermentation complète (Hanneforth, Brack & Valerius, 1994). Les produits sont ensuite immédiatement congelés. Une congélation rapide est recommandée dans la littérature. Les produits peuvent être mis au four sans décongélation (Brümmer & Neumann, 1993).

Cependant, le résultat peut être médiocre car des traces blanches peuvent être observées au niveau de la mie (signe de sa déshydratation).

Les pâtes fermentées congelées sont moins développées en raison de la non maîtrise de la qualité des produits.

1.3.3. Les produits précuits congelés

Les produits précuits congelés sont obtenus par les opérations suivantes : pétrissage, façonnage, fermentation, sauf que la cuisson est arrêtée avant la coloration de la croûte. Ensuite, les produit sont congelés, puis distribués. Ce produit peut être placé directement dans le four sans décongélation.

Il est recommandé de cuire les produits pendant les deux tiers du temps requis pour la cuisson complète, jusqu'au changement de couleur de la croûte dû aux réactions de Maillard. Cette méthode, adaptée plutôt aux petites pièces, est surtout utilisée en hôtellerie et restauration hors foyer.

Tableau 2 : Les avantages et les inconvénients des produits congelés rapportés dans la littérature (Le Bail & Goff, 2008).

Produits	Avantages	Inconvénients
Pâtes crues congelées	➢ Faibles coûts de production. ➢ suppression des heures de nuit ➢ Transport est facilité (livraison une fois par semaine)	➢ Diminution de la capacité de rétention du CO_2 par le réseau de gluten ➢ Diminution de la viabilité de la levure qui se répercute sur l'activité fermentaire.
Pâtes fermentées congelées	➢ Pas d'étape de décongélation ➢ Réduction du temps de production ➢ Transfert de chaleur amélioré (congélation rapide) ➢ Non nécessité de main d'œuvre qualifiée	➢ Qualité dépendant du processus ➢ Volumineux ➢ Gourmands en énergie ➢ Écaillage de la croûte
Produits précuits congelés	➢ absence d'étape de décongélation	➢ Vorace en énergie

En 2009, la production industrielle de produits de boulangerie congelés en France était de 56 % pour les pâtes crues congelées et 27 % pour les produits précuits congelés tandis que les produits frais ne représentent que 17 % (FEBPF, 2010).

1.4. Procédé de fabrication des viennoiseries congelées

La figure 2 regroupe les différentes étapes composant le digramme de fabrication des viennoiseries à base de levure.

1.4.1. Le pétrissage

Le pétrissage constitue la première étape dans le digramme de fabrication des pâtes congelées. C'est ce dernier qui rend le produit léger, aéré et lui confère un goût agréable. Il se compose de deux phases effectuées à l'aide d'un pétrin.

- **Le frasage** : consiste à mélanger les ingrédients à vitesse lente.
- **Le pétrissage** : cette deuxième phase se déroule à vitesse rapide.

Ces deux phases visent à développer le réseau glutineux, à structurer la pâte et à emprisonner l'air (Autio & Laurikainen, 1997). Les particules de gluten gonflent pour devenir collantes et s'attachent les unes aux autres pour former le réseau de gluten (Bloksma, 1990).

Trois types de pétrin existant sont utilisés en panification :

- **Le pétrin à axe oblique** : composé de deux branches (le plus répondu en France)
- **Le pétrin à spirale** : le mouvement rotatoire est assuré par la cuve contrairement au précédent pétrin (origine anglo-saxonne).
- **Le pétrin à deux bras plongeants :** composé de deux bras afin de reproduire les mouvements des bras du boulanger (rare).

Le pétrissage s'effectue en trois méthodes :

- **Le pétrissage à vitesse lente (PVL**) : il est peu intense. Le produit a du goût, mais il est peu développé avec une mie jaune.
- **Le pétrissage intensifié (PI) :** il est intense. Le produit est fade, très développé avec une mie blanche et un risque d'écaillage de la croûte.
- **Le pétrissage amélioré (PA) :** il se situe entre les 2 méthodes précédentes. Le produit a du goût et un développement acceptable avec une mie de couleur crème.

Lors du pétrissage différents phénomènes physico-chimiques ont lieu, ces phénomènes sont les suivants (Bloksma, 1990) :

- La dispersion uniforme des ingrédients de la recette.

- La dissolution et d'hydratation des ingrédients, en particulier les protéines et les granules d'amidon endommagés de la farine.
- L'incorporation de bulles d'air dans la pâte qui sert de nucléi gazeux pour le dioxyde de carbone généré au cours de la fermentation par les levures.

Le nombre et la taille des bulles de gaz dans la pâte à la fin du pétrissage sont fortement influencés par le mécanisme de formation de la pâte et les paramètres du pétrissage (Cauvain, 2001).

Les propriétés viscoélastiques des pâtes dépendent principalement d'une phase continue de protéines dans laquelle se trouvent de nombreux éléments dispersés: granules d'amidon, cellules de levure, globules lipidiques (Bloksma, 1990). Le réseau protéique de la pâte se développe grâce aux liaisons chimiques lors du pétrissage, elles sont de types covalents et secondaires. Les liaisons covalentes sont des ponts disulfures (S-S) inter ou intramoléculaires des chaînes protéiques (Figure 3) (Meredith, 1964). Les liaisons secondaires sont de type hydrogène, hydrophile, des liaisons hydrophobes, ioniques et des interactions polaires entre les constituants (Kulp et al., 1995).

Les conditions du pétrissage sont à prendre en considération. En effet, le pétrissage doit être rapide, homogène et à température contrôlée (Giannou et al., 2003), on obtient une pâte avec des cellules de gaz dont le diamètre est compris entre 1 et 10 mm. Le nombre et la taille des bulles de gaz ont un effet significatif sur les caractéristiques finales du produit. Toutefois, un pétrissage long peut augmenter les effets d'oxydation des groupements thiol (S-H) des protéines dépolymérisés (Demiralp et al., 2000). Il en résulte habituellement une pâte collante en raison des forces mécaniques appliquées à la pâte qui diminuent le poids moléculaire des protéines (Autio & Laurikainen, 1997).

À la fin du pétrissage une élévation de la température est constatée. En effet, les produits fabriqués à partir des pâtes congelées avec une température finale supérieure à 20 °C qui induit le démarrage de la fermentation ce qui rend les levures plus sensibles à la congélation, par conséquent, une baisse de l'activité fermentaire des levures ainsi que la qualité globale du produit (Zounis et al., 2002).

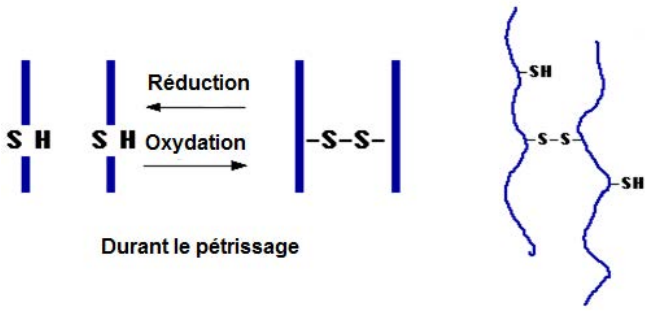


Figure 3 : *Schéma représentatif de la formation du réseau du gluten durant le pétrissage*

1.4.2. La fermentation

La fermentation (pousse) est de type a°Coolique provoquée par l'action de la levure qui transforme les sucres présents dans la pâte en a°Cool (éthanol) et en gaz carbonique (CO_2), accompagnée d'un dégagement d'énergie.

En l'absence d'oxygène, la fermentation anaérobique se déroule selon l'équation suivante:

$$C_6H_{12}O_6 \rightarrow 2\,CO_2 + 2\,C_2H_5OH + Energie$$

La fermentation s'effectue dans une enceinte climatique entre 28 et 30 °C avec une humidité relative entre 80 et 90 %, elle se fait en trois étapes:

- Le pointage
- L'apprêt
- Début de la cuisson

Le rôle de la fermentation est de produire du dioxyde de carbone dans la pâte qui sera par la suite retenu par le réseau glutineux. Le pouvoir fermentatif dépend de plusieurs facteurs : nombre de cellules de levure et la quantité de sucre (Autio & Sinda, 1992).

Dans un premier temps, le gaz carbonique s'accumule dans la phase aqueuse de la pâte provoquant une diminution du pH (Beuchat, 1987). Après saturation, il s'accumule sous forme gazeuse dans les alvéoles et exerce une pression interne sur le réseau de gluten ce qui provoque une expansion du volume de la pâte (Giannou et al., 2003).

Diverses méthodes de fermentation sont utilisées:

- **Directe** «***Straight dough***»:

C'est la méthode la plus simple, tous les ingrédients sont mélangés en une seule opération et la pâte fermente dans le pétrin en vrac pendant 1 à 2 heures.

Pour les pâtes sucrées «riches », la méthode directe est modifiée pour assurer une distribution uniforme de la matière grasse et du sucre dans la matrice. Tout d'abord, la graisse,

le sucre, le sel, les œufs et le lait sont mélangés. Puis la farine et la levure sont ajoutées ce qui forme une pâte lisse et homogène.

- **Indirecte** «***Sponge dough***» :

Cette méthode est caractérisée par l'utilisation du levain et se déroule en plusieurs étapes. Tout d'abord, le levain est composé d'eau, farine et de levure, le tout est laissé fermenter. Puis le reste des ingrédients sont mélangés pour former de la pâte. Dans cette méthode, le pointage est court car il est précédé d'une longue fermentation du levain. Par contre, l'apprêt est long du fait d'une activité plus lente des agents de fermentation et de leur population plus faible.

Tableau 3 : Les avantages et les inconvénients des deux méthodes de fermentation (directe et indirecte)

Paramètres	Méthode directe	Méthode indirecte
Quantité de levure	Importante	Faible
Temps de fermentation	Court	Long
Maîtrise de la fermentation	-	+
Coûts du personnel, équipements et dépense d'énergie	Faibles	Importants
Vitesse de rassissement	Rapide	Lente
Saveur	Moins prononcée	Plus prononcée

Au cours de la fermentation, la croissance des cellules de gaz dépend en partie de leur taille et leur stabilité ainsi que leur capacité à retenir le gaz. Elles sont d'un intérêt considérable car elles déterminent la structure de la mie et le volume final du produit.

Dans le cas des pâtes congelées, la taille et la distribution des cellules de gaz sont influencées par la congélation et le stockage. En effet, la phase gazeuse dispersée dans la matrice des pâtes peut être sujette à différents types d'instabilités physiques (crémage, maturation d'Ostwald, agrégation et coalescence) (Van Vliet, 2008).

Les pâtes congelées sont caractérisées par un temps de fermentation plus long par rapport aux pâtes fraiches. Cela est dû à la diminution de l'activité fermentaire des levures et la perte du pouvoir de rétention du CO_2 par le réseau de la pâte causée par le processus de congélation (Kulp et al., 1995).

1.4.3. L'emballage

Des brûlures dues à la congélation sont visibles à la surface des produits congelés, au contact de l'oxygène des réactions d'oxydation peuvent se produire, ce qui altère irréversiblement la couleur, la texture et la saveur. Elles sont causées par la sublimation de la glace sur la surface des pâtes congelées où la pression de la vapeur d'eau est supérieure à la celle de l'air, ce qui conduit à une perte constante d'eau sous forme de vapeur (pâtes non protégées) (Bárcenas et al., 2003).

Les pâtes façonnées et emballées dans un film étanche (matériau résistant à la vapeur) évitent considérablement l'évaporation (Kulp et al., 1995). Pour la congélation des pâtes (sans sucre et matières grasses), comme la pâte à pain, le polyéthylène ou le PDVC (Polychlorure de vinylidène) sont souhaitables (Yadav et al., 2009).

1.4.4. Le stockage

Après le façonnage et la congélation, les pâtes congelées (pain) sont stockées à -20 °C durant 8 à 9 semaines (Le Bail et al., 1999). Les pâtes à pain sont élaborées sur le site de production ensuite acheminées au niveau des terminaux de cuisson (bake-off). Cependant, le temps de fermentation augmente avec la durée du stockage.

Les conditions de stockage et de transport ont une grande influence sur la qualité des pâtes congelées.

La formation des cristaux de glace durant la congélation provoque des modifications qui détériorent la qualité des pâtes congelées. Bien que ces modifications soient ralenties à basses températures, elles continuent pendant le stockage.

Les principaux changements physiques durant le stockage des pâtes congelées sont la redistribution de l'eau et la recristallisation des cristaux de glace (Zaritzky, 2000; Fennema, 1973).

1.4.5. La décongélation

Le processus de décongélation doit être effectué à température constante (Lorenz & Kulp, 1995) ou avec une température qui augmente graduellement pour éviter la condensation à la surface de la pâte d'une part (Kenny et al., 2001). D'autre part, une décongélation rapide élève les températures de surface qui seront prêtes pour la fermentation, alors que le centre de la pâte reste encore congelé. Selon Marston (1978) la décongélation respectant le mieux la qualité des pâtes congelées (volume final et texture de la mie) semble être de l'ordre de 12 heures entre 0 et 5 °C (Lorenz & Kulp, 1995)

1.4.6. La cuisson

Au cours de la cuisson une série de transformations physiques, chimiques et biochimiques concomitantes telles que : l'expansion du produit, la perte d'eau par évaporation, la formation d'une croûte et d'une structure alvéolaire plus ou moins développée, les réactions de brunissement, le changement de structures des protéines qui se fait par formation de ponts disulfures, la gélatinisation de l'amidon (Sablani et al., 1998). La température de cuisson varie d'un four à un autre et avec le produit, elle se situe entre 180 et 250 °C durant 20 à 30 minutes.

La température du four influence considérablement la qualité du produit. Une température du four trop basse provoque une diminution du volume due à l'effondrement de certaines cellules de gaz tandis que d'autres grandissent avec des parois épaisses. Cependant, si la température du four est trop élevée, la croûte se forme rapidement tandis que l'intérieur est encore cru provoquant ainsi une bosse (effet cheminée) sous la pression interne.

Dans le cas des pates sucrées, les températures élevées peuvent être utilisées, car les graisses et le sucre augmentent la température de coagulation des protéines dans la croûte.

2. La congélation des pâtes

2.1. Les différents états de l'eau dans une matrice biologique

La congélation est une méthode de conservation largement répandue dans l'industrie. Elle consiste à abaisser la température du produit sous le point de congélation commençante, jusqu'à ce qu'une partie de l'eau se transforme en glace. Le pouvoir de conservation du froid agit par l'abaissement de l'activité de l'eau (a_w) ralentissant les cinétiques des réactions de dégradation ainsi que le développement de microorganisme.

Comme le montre la figure 5, la courbe de l'évolution de la température est divisée en trois phases distinctes: une phase de pré-refroidissement dans laquelle la produit est refroidi à partir de sa température initiale jusqu'à la température du point de congélation ; l'intervalle de changement de phases représente la cristallisation de l'eau, une phase de refroidissement dans laquelle le produit atteint la température finale de l'environnement (Delgado & Sun, 2001).

La cristallisation débute par l'étape de nucléation dans laquelle apparaissent les nucléus à partir desquels se développe le cristal. Deux catégories de nucléation ont été identifiées. La nucléation homogène (spontanée) d'une part où les germes sont spontanément générés au sein du même produit et la nucléation hétérogène, d'autre part où les nucléus sont formés par des particules étrangères ou sur des surfaces sur lesquelles un noyau peut se former (Reid, 1998). La nucléation hétérogène est la plus fréquente dans les systèmes biologiques.

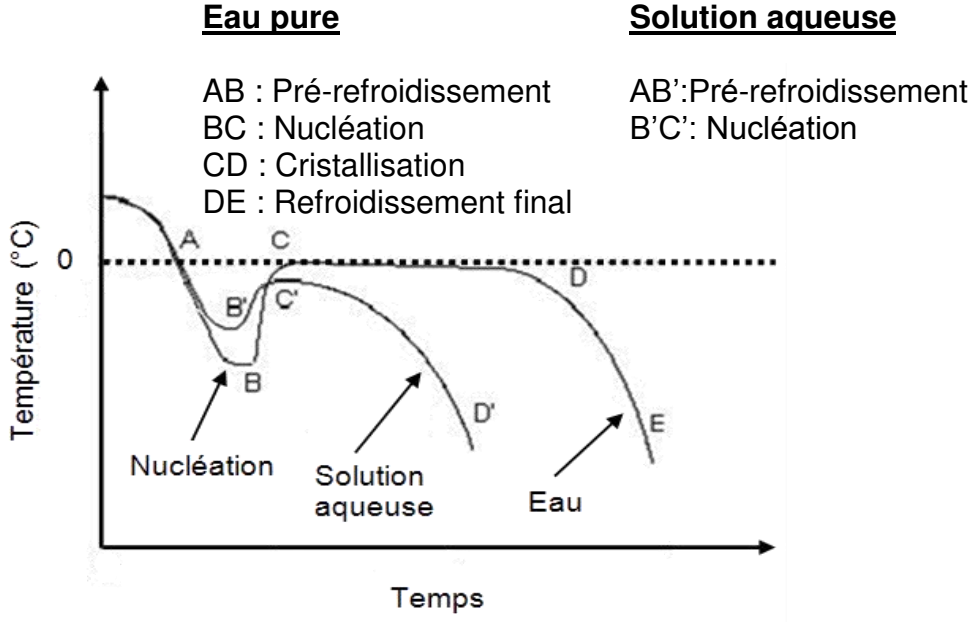


Figure 4 : *Évolution de la température lors de la congélation d'une solution aqueuse et de l'eau pure*

La présence d'un soluté dans la solution aqueuse provoque un abaissement de la température de solidification de l'eau vers les températures négatives et ce d'autant plus que la concentration du soluté est importante. Après le phénomène de surfusion, la température de la solution aqueuse atteint la température de congélation commençante (plus basse que celle de l'eau pure). Ensuite, la température ne reste pas constante, mais descend rapidement, contrairement à l'eau pure où la température reste constante (0°C), après la phase de surfusion (B).

2.2. Le diagramme de phase eau/glace

La qualité et la texture des produits congelés sont améliorées en minimisant la forme et la taille des cristaux de glace formés durant la congélation. Ces derniers dépendent de la vitesse de congélation (Ramaswamy & Tung, 1984). Une congélation lente provoque la formation de gros cristaux de glace exclusivement dans les zones extracellulaires, tandis que les vitesses de congélation élevées produisent de nombreux petits cristaux uniformément répartis ce qui conduit à un produit de qualité supérieure.

Outre de la vitesse de congélation, la glace peut apparaître selon la température et la pression sous plus de dix formes morphologiques différentes (I à XI). Elles sont représentées dans la Figure 5. La glace la plus courante obtenue à pression atmosphérique est de type hexagonal (Ih) observée jusqu'à une pression de 200 MPa. La glace I présente une augmentation de volume de 9 % par rapport à l'eau liquide lors de la congélation. En plus de ces formes cristallines, la glace existe sous une forme amorphe ou vitreuse. Cette forme est caractérisée par une mobilité réduite des molécules par rapport aux formes cristallines (Blanchard et al., 1987).

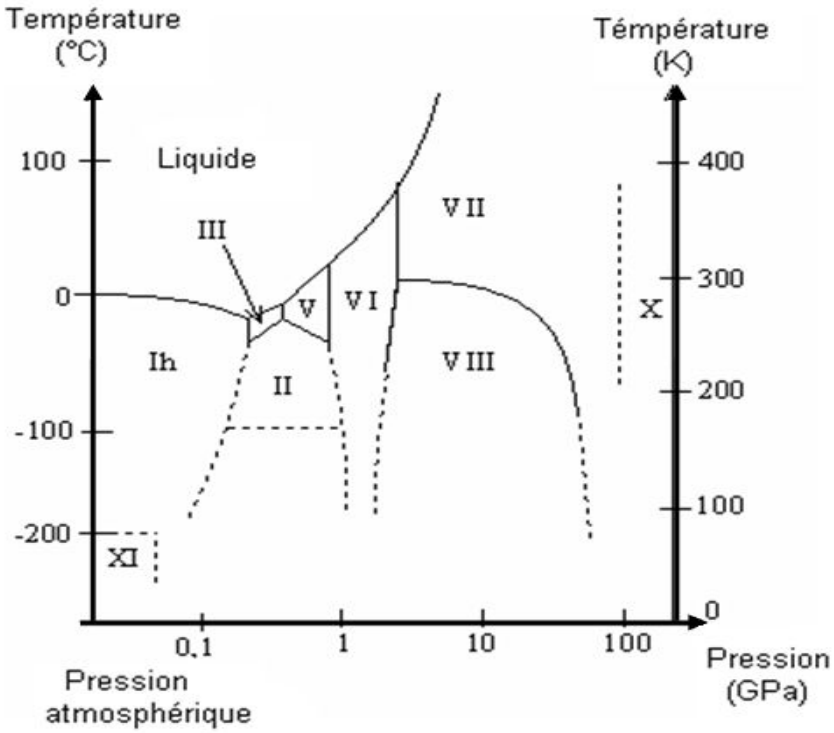


Figure 5 : *Diagramme de phase solide-liquide de l'eau. Les traits en pointillés représentent des estimations et des extrapolations des limites des domaines*

2.3. Les différentes méthodes de congélation utilisées dans les pâtes congelées

La congélation d'une matrice alimentaire passe par l'exposition à des températures négatives pendant une durée suffisante pour éliminer sa chaleur latente et sensible.

Divers systèmes de congélation sont utilisés dans la congélation des produits alimentaires. Parmi ces techniques de congélation : la congélation à air pulsé, congélation par contact, la congélation par immersion et la congélation cryogénique (directe) (George, 1997). Le choix du système de congélation dépend des caractéristiques du produit à congeler.

2.3.1. La congélation à air pulsé

Ce procédé est le plus utilisé dans la congélation des produits alimentaires à l'échelle industrielle, car il est économique, hygiénique et non corrosif pour l'équipement. Dans ce système de congélation l'air est utilisé comme fluide frigorifique. Le principe de fonctionnement est basé sur le fait qu'un ventilateur aspire l'air pour le refroidir à travers un serpentin réfrigéré (évaporateur) puis le souffler sur le produit avec une vitesse comprise entre 1 et 5 m/s pour les applications industrielles, conduisant à un coefficient de transfert de chaleur efficace de l'ordre de 10 à 50 W/m²K.

Deux types de congélateurs à air pulsé ont été développés : le tunnel à convoyeur linéaire et celui à spirale. Le temps de refroidissement est le paramètre qui détermine la longueur du tunnel. Limitées par l'espace dans les usines, les tunnels linéaires sont remplacés par les congélateurs à spirale (Figure 7). Cependant, la congélation à air pulsé procure de faibles vitesses de congélation, ce qui provoque la formation de gros cristaux de glace affectant ainsi la qualité finale des produits.

Ces dernières années, les fabricants ont développés une nouvelle technique dit: «*Impingement*» qui est utilisée pour augmenter la surface de transfert de chaleur (Newman, 2001). Cette technologie consiste à diriger un jet d'air à vitesse élevée (20 à 30 m/s) contre la surface des aliments pour briser la couche limite isolante qui entoure le produit. Cette étape contribue à réduire considérablement le temps de congélation, ce qui donne parfois des résultats similaires à ceux obtenus avec des systèmes cryogéniques (Newman, 2001).

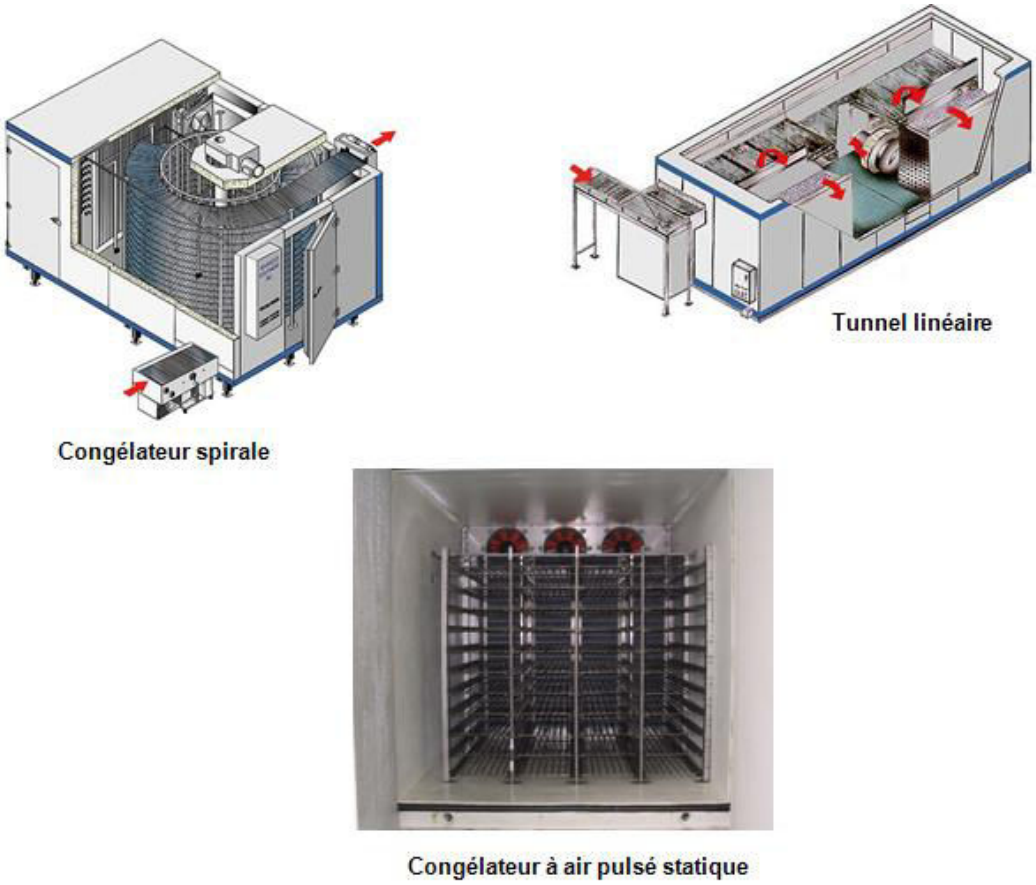


Figure 6 : *Exemples de congélateurs à air pulsé utilisés dans la boulangerie industrielle à système continu (tunnel linéaire et le congélateur spirale) et discontinu (congélateur statique)*

2.3.2. La congélation par contact

Ce système de congélation est basé sur le transfert de chaleur entre le produit et les surfaces des plaques métalliques du congélateur dans lesquelles circulent le fluide frigorifique. Ces plaques peuvent être horizontales ou verticales. L'avantage de la congélation par contact réside dans son meilleur transfert de chaleur et une économie d'énergie considérable. Le transfert de chaleur dépend de l'épaisseur et de la conductivité du produit. Cependant, son utilisation est conseillée pour des produits de formes géométriques régulières avec de grandes surfaces planes nécessitant un emballage. L'épaisseur des produits limite l'utilisation de la congélation par contact, elle est estimée entre 50 et 70 mm au maximum. Pour un meilleur contact, les plaques doivent être nettoyées (dégivrées) régulièrement.



Figure 7 : *Photographie d'un congélateur à plaques*

2.3.3. La congélation cryogénique (directe)

La congélation cryogénique consiste à mettre en contact la matrice avec le liquide frigorifique comme l'azote liquide ou le dioxyde de carbone liquide. Cette congélation se réalise soit par aspersion ou immersion pendant une courte durée (Le Bail, 2004). Ce procédé de congélation est très rapide, nécessitant pas d'installation. Cependant, il est très coûteux limitant, ainsi son utilisation (produits à haute valeur marchande).



Figure 8 : *Photographie d'un congélateur cryogénique développé par la société Air liquide*

2.3.4. La congélation par immersion (saumure)

Un congélateur d'immersion est constitué d'un réservoir contenant un liquide de refroidissement qui peut être constitué de n'importe quel sel non toxique ($CaCl_2$, NaCl), de sucre, de propylène glycol, d'éthanol ou de mélanges entre ces différentes solutions (Venger & Nikiforov, 1990). Dans ce liquide de refroidissement est plongé le produit emballé. La congélation par immersion est utilisée pour la congélation des produits carnés (surface de la volaille) (Persson & Londahl, 1993), elle est également utilisée pour les petits produits tels que les crevettes pour éliminer l'excès d'eau par déshydratation. La congélation par la saumure est généralement suivie par un procédé à air pulsé. L'inconvénient majeur de la technique d'immersion est le changement de la concentration de la saumure durant le traitement, nécessitant un ajustement précis.



Figure 9 : *Photographie d'un congélateur par immersion*

2.3.5. Nouvelles techniques de congélation

D'après le tableau 4, aucun des systèmes de congélation ne répond parfaitement à la bonne qualité du produit. De nouvelles techniques de congélation ont vu le jour grâce à la combinaison de deux systèmes de congélation. Le système «cryomécanique» a été développé pour la congélation des produits fragiles dont résistance mécanique est faible (fraises, framboises, crevettes, pâtisseries), des produits dont l'apparence change durant la congélation (poulet) ou des produits qui collent (pommes de terre : frites) (Löndahl et al., 1995). Le procédé cryomécanique est composé successivement d'un congélateur à immersion cryogénique (Azote ou CO_2 liquide pour faire un croûtage) combiné à un congélateur à air pulsé (mécanique pour compléter la congélation) (Agnelli & Mascheroni, 2001).

Tableau 4 : Avantages et inconvénients des différents systèmes de congélation (Le Bail & Goff, 2008).

Système de congélation	Avantages	Inconvénients
Congélation à air pulsé	➢ Souplesse d'utilisation ➢ Absence de contrainte de forme ou de taille ➢ Fonctionnement en continu et en discontinu	➢ Faible coefficient de transfert de chaleur (10 à 50 W/m²k) ➢ Faible vitesse de congélation ➢ Formation de gros cristaux
Congélation par contact	➢ Bon coefficient de transfert de chaleur (100 W/m²k) ➢ Économie d'énergie	➢ Chargement et déchargement manuels. ➢ Nécessité du personnel ➢ Forme géométrique et régulière ➢ Épaisseur du produit ➢ Encrassement des plaques ➢ Fonctionnement uniquement en discontinu ➢ Emballage : première résistance thermique
Congélation cryogénique	➢ La congélation ultra-rapide ➢ Pas besoin d'installations spécifiques ➢ Protection des produits fragiles par la formation de la croute ➢ Absence de bruit ➢ Effet bactériostatique (CO_2)	➢ Mise en place onéreuse ➢ Absence de maitrise de la température ➢ Risques de brulures à l'utilisation (immersion)
Congélation par	➢ Très bon coefficient de transfert de	➢ Variation de la concentration de la saumure

immersion (saumure)	chaleur (900 W/m²k) ➢ Mise en place facile	➢ Dénaturation du produit ➢ Contamination croisée

2.4. Aperçu de quelques méthodes d'analyse des pâtes

La caractérisation des produits de boulangerie crus ou cuits fait appel à diverses méthodes : manométriques, rhéologiques, microscopies, thermiques et sensorielles.

2.4.1. Les méthodes manométriques

Le volume ou la pression du gaz (CO_2) dégagé au cours de la fermentation est utilisé comme indicateur de l'activité des levures dans une pâte. Le risographe ou le fermentomètre de Burrows & Harrison (1959) sont les principaux appareils utilisés pour mesurer le volume total du gaz (pression) généré durant 2 à 3 heures de fermentation.

2.4.2. Les méthodes rhéologiques

Les principales techniques rhéologiques utilisées pour la caractérisation des pâtes céréalières ont été traditionnellement classées en méthodes empiriques et fondamentales (Dobraszczyk & Morgenstern, 2003).

a. Les méthodes empiriques

Le tableau 5 résume la large gamme d'appareils utilisés dans la caractérisation rhéologiques des pâtes comme les pétrins enregistreurs (Mixographe et Farinographe Brabender) mettant en jeu un étirement qui est en rapport avec des phénomènes intervenant lors de la mise en forme et la levée de la pâte (Rasper & Walker, 2000).

Tableau 5 : Les principales méthodes empiriques utilisées pour la caractérisation des produits de boulangerie (Dobraszczyk & Morgenstern, 2003).

Dispositif utilisé	Type de produit	Propriétés caractérisées
➢ **Mixographe**	➢ Pâte	➢ Temps de pétrissage
➢ **Farinographe**		➢ Viscosité apparente
➢ **Extensographe**	➢ Pâte/gluten	➢ Extensibilité
➢ **Alvéographe**		➢ Extensibilité biaxiale
➢ **Amylographe et RVA**		➢ Viscosité apparente et consistance
➢ **Fermentomètre**	➢ Pâte	➢ Volume de pâte
➢ **Pénétromètre**		➢ Dureté et fermeté
➢ **Texturomètre et TPA**		➢ Texture (élasticité, dureté, collant, adhérence)

b. Les méthodes fondamentales

Les méthodes fondamentales sont à leur tour divisées en deux catégories : petites déformations (rhéologie dynamique ou oscillatoire) et grandes déformations. La figure 10 regroupe les principales déformations appliquées à la pâte lors des tests rhéologiques (extension biaxiale ou uniaxiale, cisaillement et compression).

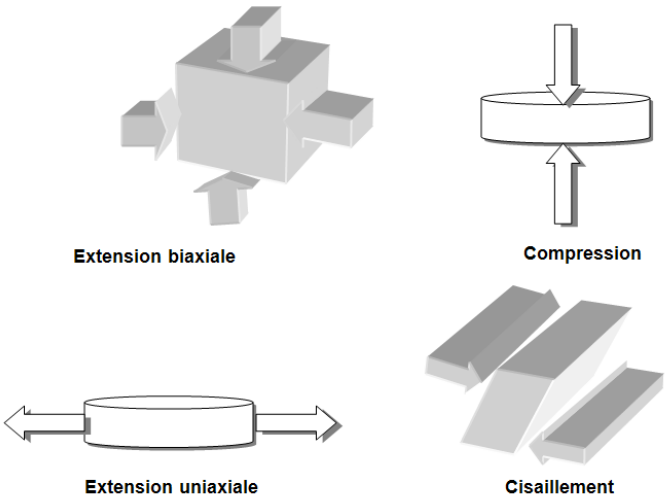


Figure 10 : *Les différents types de contraintes imposées à la pâte*

- **Le principe de mesure d'oscillations dynamiques (petites déformations)**

Dans les mesures d'oscillation dynamique, l'énergie potentielle et l'énergie dissipée en chaleur sont mesurées séparément en tant que module de stockage (élastique) G' et module de perte (visqueux) G". La mesure est basée sur la déformation de cisaillement imposée à l'échantillon ($\gamma = \gamma_0 \sin \omega\, t$) qui répond à cette déformation avec une contrainte sinusoïdale ($\sigma = \sigma_0 \sin \omega\, t$) dépendante des propriétés de l'échantillon, avec :

ω : Fréquence angulaire ;

γ_0 : déformation de cisaillement ;

σ_0 : contrainte de cisaillement.

L'ange de perte δ (déphasage) est le rapport viscoélastique, il reflète l'importance relative du caractère élastique ou visqueux du produit.

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{G''}{G'} = \frac{\frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin \delta}{\frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos \delta}$$

Pour un solide élastique la contrainte est en phase avec la déformation, indépendamment de la fréquence de sollicitation, toute l'énergie absorbée est transférée sous

forme d'énergie potentielle ($\delta = 0$), mais pour un liquide visqueux newtonien la contrainte est en phase avec la vitesse de déformation ($\delta = \frac{\pi}{2}$).

Si $0 < \delta < \frac{\pi}{2}$, une partie de l'énergie fournie lors de la déformation est emmagasinée par le produit est l'autre partie est dissipée, ce qui confère à l'échantillon un comportement viscoélastique (Berland & Launay, 1995; Hoseney, 1994).

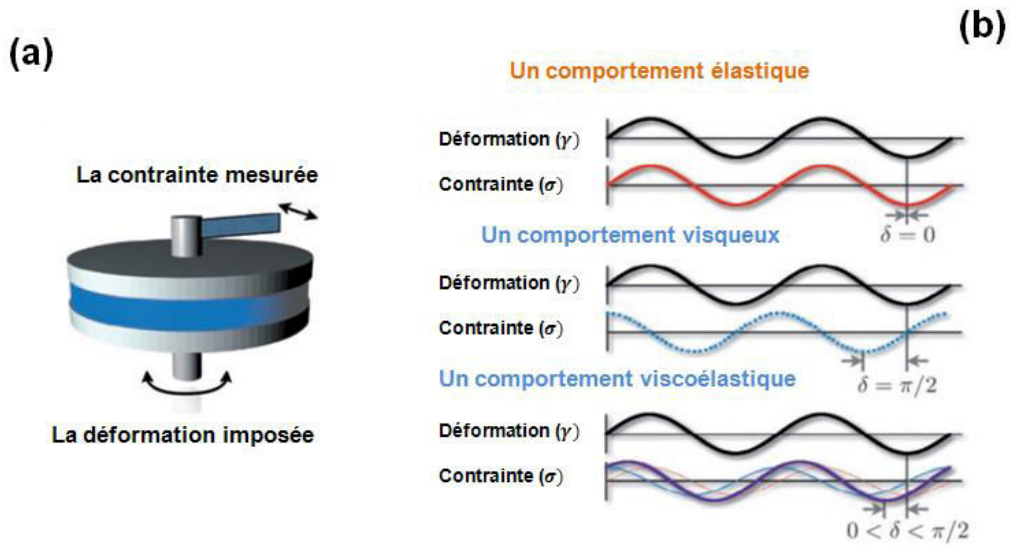


Figure 11 : *(a) Schéma représentatif d'un échantillon place entre deux plaques d'un rhéomètre. (b) la réponse par la contrainte à la déformation de cisaillement appliquée à un solide élastique, un liquide visqueux et un matériau viscoélastique*

2.4.3. Les méthodes microscopiques

Pour étudier de près la microstructure de la pâte, plusieurs techniques sont utilisées : la microscopie électronique et la microscopie optique.

- **La microscopie optique**

Grâce à l'utilisation de colorants qui se fixent sur certains composés de la matrice, la microscopie optique est utilisée pour localiser l'amidon et les protéines dans la pâte (Figure 13). En revanche, cette méthode est connue pour sa faible résolution par rapport la microscopie électronique (Autio & Salmenkallio-Marttila, 2001).

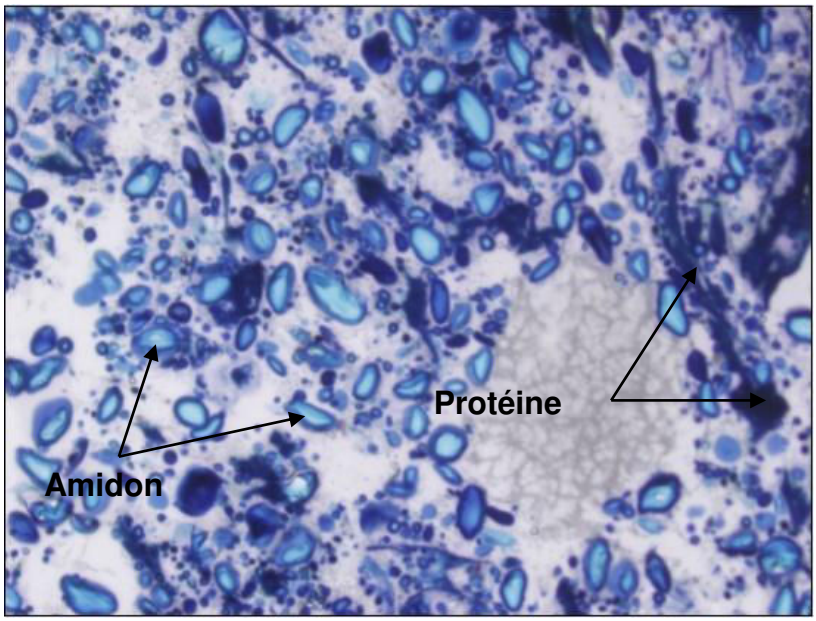


Figure 12 : *Coupe en microscopie optique de la pâte à Kougelhopf (X20) (Meziani et al., 2001)*

- **La microscopie électronique**

Ces techniques représentées par la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie à transmission (MET) sont beaucoup utilisées dans l'étude de l'ultrastructure des pâtes. Brooker (1996) a pu mettre en évidence la mise en place des cristaux de matière grasse autour des cellules de gaz de la pâte à pain par microscopie électronique à transmission. Ribotta et al. (2003), ont utilisé la microscopie électronique à balayage pour montrer l'augmentation des fractions de vide entre les grains d'amidon et le réseau du gluten par l'ajout, dans la pâte, de l'émulsifiant DATEM. Ce dernier a un effet sur la quantité d'air incorporé durant l'étape du pétrissage. Dans le cas des pâtes congelées, Berglund et al. (1991) ont constaté, en microscopie électronique à balayage, la formation de cristaux de glace dans la pâte stockée durant 24 semaines, ce qui provoque la rupture du réseau du gluten avec séparation des granules d'amidon.

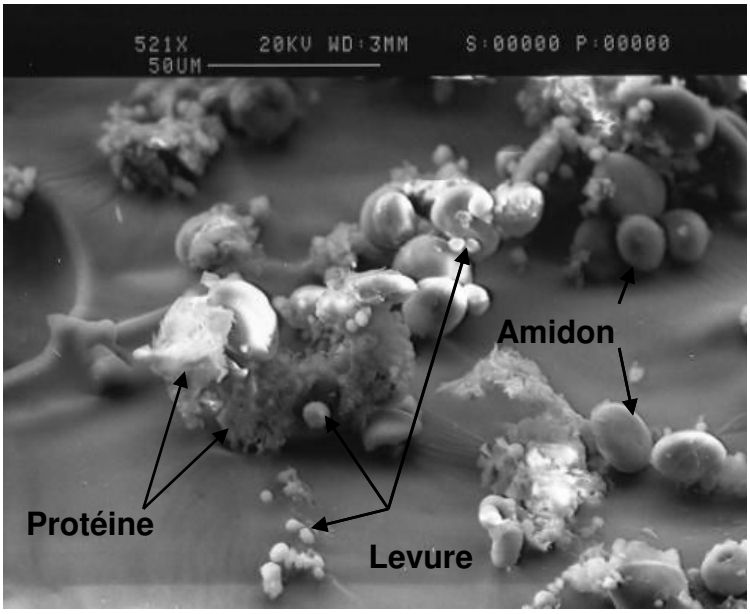


Figure 13 : *Micrographe de la pâte à Kougelhopf obtenu par microscopie électronique à balayage (MEB) (Meziani et al., 2001)*

2.4.4. Les méthodes thermiques

Les valeurs des propriétés thermiques des produits sont nécessaires pour simuler, concevoir et contrôler des traitements thermiques ainsi que pour garantir une qualité irréprochable des matrices alimentaires. Les principales propriétés utilisées dans la modélisation des transferts de chaleur sont : l'enthalpie (ΔH), la chaleur spécifique (Cp), la diffusivité thermique (α) et la conductivité thermique (λ) (Singh, 1995). Dans tous les aliments riches en eau, les propriétés thermiques sont dépendantes de la température, particulièrement dans la zone où se produit le changement de phase de l'eau (Eau/glace). Ces variations sont dues à la différence entre les propriétés de l'eau liquide et celles de la glace, ainsi que la variation de la fraction de la glace en dessous du point de congélation commençante (T_f) (Lind, 1991). Ce dernier correspond au début du palier pour l'eau pure (0 °C) et du pseudo palier dans le cas d'une matrice (Figure 5), la température de congélation commençante dépend de la composition du produit.

La teneur en eau totale (X_{tw}) des produits alimentaires est divisée en deux catégories : l'eau congelable et l'eau non congelable (X_{ufw}), influençant fortement les propriétés thermiques (Lind, 1991).

- **Quantité de glace en fonction de la température**

Divers modèles ont été développés pour évaluer les fractions massiques de glace (X_i) pour les températures inférieures à (T_f) (Fikiin, 1998). La relation entre la fraction de la glace et la température (T) de l'échantillon peut être donnée par la relation suivante:

$$\boldsymbol{X_i(T)} = \left(\boldsymbol{X_{tw}} - \boldsymbol{X_{ufw}}\right)\left(1 - \frac{T_f}{T}\right)$$

$$Si \quad T_f < T$$

$$\boldsymbol{X_i(T)} = 0$$

$$\text{Si } T_f \geq T$$

Où T_f est la température de congélation commençante, X_{tw} est la fraction massique totale de l'eau, et X_{ufw} la fraction massique d'eau non congelable qui peut être ca°Culée à partir de l'équation :

$$\mathrm{X}_{ufw} = \mathrm{X}_{tw} - \frac{\Delta H_{fw}}{L_o}$$

Avec ΔH_{fw} l'enthalpie de fusion de la glace et L_0 la chaleur latente de fusion de l'eau (335 $kJ.kg^{-1}$).

- **Chaleur spécifique (Cp_{eff}) et Enthalpie (H)**

La chaleur spécifique effective et l'enthalpie sont deux grandeurs liées entre elles. La chaleur spécifique (Cp) est la dérivée de la fonction enthalpie par rapport à la température (dH/dT); cette chaleur spécifique prend en compte la chaleur sensible et la chaleur latente du changement d'état. Ainsi, l'enthalpie de l'échantillon peut être donnée par l'équation suivante :

$$H = \int_{\theta_r}^{\theta} Cp_{eff}(\theta)d\theta$$

Où θ_r (-40 °C) est la température de référence, à laquelle H=0 (Wang & Kolbe, 1991).

La chaleur spécifique effective (Cp_{eff}) d'un produit est obtenue par la somme des chaleurs spécifiques de chaque constituant pondérée par sa fraction massique (solide, liquide et glace). Dans le cas du changement d'état (congélation), la chaleur latente libérée par la fusion de la glace doit être pris en compte (Miles et al., 1983).

La chaleur spécifique effective de la matrice alimentaire peut être estimée par l'équation suivante:

$$Cp_{eff}(\theta) = Cp_{tw}(\theta)X_{tw} + Cp_i(\theta)X_i + Cp_s(\theta)X_s + L_0\frac{d_{X_{tw}}(\theta)}{d\theta}$$

Où Cp_i, Cp_{tw} et Cp_s sont respectivement la chaleur spécifique de la glace, de l'eau et du solide, Cp_s peut être déterminée par calorimétrie de la matière sèche (produit sec) (Saad & Scott, 1996).

- **Conductivité thermique (λ)**

La conductivité thermique permet d'apprécier la vitesse de propagation du front froid à l'intérieur des produits alimentaires. La conductivité thermique des aliments est fonction de la teneur en eau et de la structure de l'aliment. Plusieurs méthodes analytiques et expérimentales (méthode sonde à fil et méthode flash) sont utilisées pour mesurer la conductivité thermique des matrices alimentaires, des modèles mathématiques sont développés pour évaluer la conductivité thermique (modèles parallèles et perpendiculaires). La méthode de la sonde à fil chaud ou sonde à choc est la plus utilisée dans la détermination expérimentale de la conductivité thermique. Elle s'appuie sur la théorie de la source linéaire de chaleur à puissance constante.

La figure 15 montre la sonde utilisée pour mesurer la conductivité thermique, elle est composée d'une aiguille hypodermique équipée d'un élément chauffant et d'un thermocouple.

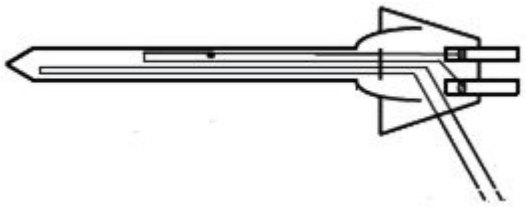


***Figure 14** : Schéma représentatif d'une sonde « fil chaud » de mesure de la conductivité thermique*

La conductivité thermique λ de la pâte est estimée par l'équation suivante :

$$\lambda = \frac{Q}{4\pi\vartheta}$$

Où ϑ est la pente de courbe $\Delta T = f(ln(t)) + cte$ tracée dans la figure 15 et Q ($W.m^{-1}$) représente la puissance linéique de l'élément chauffant,

$$Q = I^2R$$

Avec I est l'intensité du courant (A) et R la résistance linéique du fil chauffant ($\Omega.m^{-1}$).

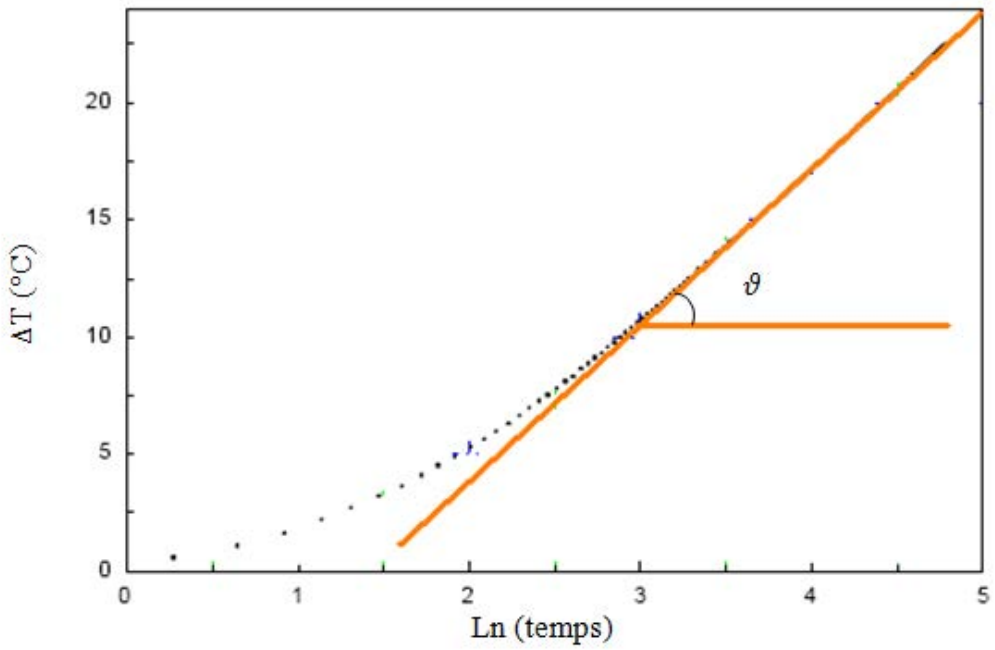


Figure 15 : *Courbe de la température de la sonde en fonction du logarithme du temps*

- **Diffusivité thermique (α)**

La diffusivité thermique (α) est liée à la conductivité thermique (λ), à la chaleur spécifique (Cp), et à la densité (ρ) par la relation suivante (Carciofi et al., 2002):

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho\, Cp}$$

La diffusivité thermique peut être déterminée dans les produits conducteurs en utilisant des profils temps-température obtenus lors du chauffage ou du refroidissement de l'échantillon. Si la température de l'environnement est constante et que le transfert de chaleur par convection entre le milieu et le produit est efficace, l'équation de Bhowmik & Hayakawa (1979) peut être utilisée pour la détermination de la diffusivité thermique (α) en fonction de la température:

$$\theta = \frac{T_\infty - T}{T_\infty - T_0} = 2Bi \sum_{n=1}^{n=\infty} [e^{\left(-\frac{\alpha \beta_n^2 t^2}{R^2}\right)}] \left[\frac{J_0(\frac{\beta_n r)}{R}}{(\beta_{i^2} + \beta^2{}_n) J_1(\beta_n)}\right]$$

Où r est le rayon du cylindre de pâte et Bi =hR/ **λ** le nombre de Biot.

Cette technique a été appliquée par (Ben-Yoseph & Hartel, 1998) pour estimer la diffusivité thermique pendant le chauffage et le refroidissement de la crème glacée. La même méthode a été utilisée par (Kumcuoglu & Tavman, 2007) pour la détermination et la comparaison de la diffusivité thermique de la pâte à pizza et d'une pâte feuilletée durant la congélation.

Des modèles mathématiques ont été proposés pour évaluer la diffusivité thermique des produits. (Riedel, 1961) a proposé l'équation suivante :

$$\alpha = 8.8\,10^{-8} + (\alpha_w - 8.8\,10^{-8})X_{tw} \quad (m^2/s)$$

Avec α_w diffusivité thermique de l'eau.

Lind, (1991) suppose que la diffusivité thermique est dépendante de la température au-dessus du point de congélation initial :

$$\alpha = (52.7\,10^{-3}X_{tw} + 13.8\,10^{-3}\,X_i + 3\,10^{-4}\,\theta)10^{-6} \quad (m^2/s)$$

2.4.5. Les méthodes sensorielles

Les produits de panification ont une durée de conservation très courte. Le rancissement et le rassissement sont les deux facteurs responsables de la détérioration de la qualité des viennoiseries. L'apparence, l'odeur, la couleur, la texture et la saveur sont les attributs utilisés dans la détermination des caractéristiques sensorielles des produits de panification. La commercialisation d'un produit sera certainement un échec sur le marché si l'un de ces attributs ne répond pas aux attentes des consommateurs. Chaque produit a son profil sensoriel caractéristique regroupant des attributs spécifiques. Les caractéristiques sensorielles des viennoiseries sont largement influencées par leur formulation, la présence de certains ingrédients, tel que le beurre, confère une saveur caractéristique au produit final. En plus des matières premières utilisées, le procédé de fabrication modifie considérablement les propriétés sensorielles du produit.

Stone & Sidel (2004) ont défini l'analyse sensorielle comme étant une discipline scientifique utilisée pour évoquer, mesurer, analyser et interpréter les caractéristiques d'un produit tel qu'il est perçu par les cinq sens ; la vue, l'odorat, le goût, le toucher et l'ouïe. Le déroulement et l'organisation des séances d'évaluations sensorielles sont longuement décrites dans la littérature (Stone & Sidel, 2004 ; Meilgaard et al. 1999).

Les caractéristiques sensorielles des produits sont déterminées par un groupe de juges appelé «panel», dont le recrutement et la taille sont soumis à des conditions particulières.

En général, les méthodes d'analyse sensorielle peuvent être divisées en plusieurs types : tests de différenciation et d'analyse descriptive. Le choix de la méthode sensorielle dépend du but attendu du produit. Dans le cas des produits de panification, les analyses descriptives sont utilisées pour déterminer les profils sensoriels (Stone & Sidel, 2004 ; Meilgaard et al. 1999). Cependant, malgré l'importance des évaluations sensorielles, leur mise en place reste une procédure très longue est onéreuse pour les industriels. Diverses études ont montré une

forte corrélation entre les analyses sensorielles et instrumentales. Ces dernières permettraient de fournir des données expérimentales pour prédire des descripteurs sensoriels.

Collar & Bollain (2005) ont obtenu une forte corrélation entre les mesures instrumentales et sensorielles de la texture de la mie du pain additionnée d'enzymes au cours du vieillissement. Une bonne corrélation entre les deux mesures a été observée pour l'intensité de la couleur du pain contenant de l'extrait de thé vert (Wang et al., 2007).

3. Facteurs influençant la durée de vie des pâtes congelées

Les traitements de congélation et de décongélation influencent profondément la stabilité des pâtes congelées. Les effets se traduisent par une diminution du volume du produit et une augmentation du temps de fermentation, les conséquences augmentent avec la durée du stockage. Inoue & Bushuk (1992) constatent une diminution considérable du volume du pain obtenu à partir des pâtes congelées stockées pendant une semaine à -20 °C.

La dégradation de la qualité des pâtes congelées est attribuée à deux problèmes fondamentaux : la rétention du gaz par le réseau de gluten et la production du CO_2 par les levures.

3.1. Perte de rétention du gaz

Un cycle de congélation-décongélation et un stockage peuvent entraîner des changements dans les propriétés rhéologiques de la pâte «relâchement», ce qui affecte négativement la capacité de retenir le gaz produit durant la fermentation.

La détérioration du réseau de gluten a été attribuée à l'action des cristaux de glace formés durant la congélation, provoquant la rupture physique du gluten, ce qui affaiblit les liaisons hydrophobes, et engendre la redistribution de l'eau dans la structure du gluten (Inoue & Bushuk, 1992; Autio & Sinda, 1992; Berglund et al., 1991; Varriano-Marston, Hsu, & Mahdi, 1980).

La déshydratation progressive du gluten due à la recristallisation des cristaux a également été proposée (Bhattacharya et al., 2003; Lu & Grant, 1999; Räsänen et al., 1998; Berglund et al., 1991).

Divers auteurs ont suggéré que les perturbations observées dans le réseau de gluten des pâtes congelées résultent de l'effet des substances réductrices comme le glutathion libéré par les cellules de levures mortes durant la congélation (Hsu et al., 1979; Kline & Sugihara, 1968). Wolt et d'Appolonia (1984) ont constaté une corrélation entre la mortalité des levures

et la quantité de glutathion libéré par les levures durant le stockage des pâtes congelées. Le glutathion réduit les ponts interchaînes du réseau de gluten, se traduisant par une diminution de l'élasticité de la pâte.

Berglund et al (1991) ont étudié le rôle de la durée de stockage sur la structure du réseau de gluten par la microscopie électronique. Ils ont observé la séparation des grains d'amidon du réseau de gluten durant le stockage et le réseau gluten semble moins uniforme et discontinu.

Les perturbations des propriétés structurales du réseau de gluten qui ont lieu lors de la congélation ou durant le stockage pourraient expliquer la faible rétention du CO_2.

3.2. Perte d'activité de la levure

La survie des levures et la production de gaz sont fortement affectées par la vitesse de congélation, les températures de congélation et la durée du stockage.

D'après la figure 16, une faible vitesse de congélation conduit à la formation des cristaux de glace à l'extérieur de la cellule de levure et provoque une augmentation de la concentration extracellulaire (conditions hyperosmotiques), causant un efflux d'eau du milieu intracellulaire vers le milieu extracellulaire (Chua & Chou, 2009). Ce transfert d'eau par exosmose provoque une déshydratation des cellules de levure (Beney et al., 2000). Au contraire, une vitesse de congélation élevée entraîne la formation de petits cristaux de glace à l'intérieur des cellules de levure (congélation intracellulaire) (Dumont et al., 2003). La recristallisation des petits cristaux en gros pendant un stockage prolongé et une décongélation lente à basses températures conduit à la rupture des membranes cellulaires des levures.

Bhattacharya et al. (2003) ont montré qu'une faible vitesse de congélation semble préférable pour préserver l'activité fermentaire des levures. D'autres auteurs ont trouvé que la congélation à air pulsé à -20 °C produit une meilleure conservation de l'activité fermentaire contrairement aux températures plus basses, mais les résultats sont contradictoires quant à l'effet de la vitesse de l'air (Havet et al., 2000 ; Le Bail et al., 1999 ; El-Hady et al., 1996).

La fermentation avant l'étape de congélation est à éviter impérativement pour les pâtes congelées. En effet, la libération des produits de fermentation tels que l'éthanol serait responsable de la diminution de l'activité fermentaire de levures (Hsu et al., 1979). D'autres facteurs découlant de la pré-fermentation, sont responsables de la réduction du pouvoir fermentaire. Les cellules de levures en pleine activité métabolique peuvent présenter une forte sensibilité au froid (Neyreneuf & Van Der Plaat, 1991). L'effet de la pré-fermentation peut en partie provoqué l'abaissement de la température de pétrissage (Zounis et al., 2002; Kenny et

al., 2001; Meric et al., 1995; Neyreneuf & Delpuech, 1993). Cependant, les pâtes nécessitent un temps et une intensité de pétrissage plus longs pour développer convenablement le réseau du gluten (Zounis et al., 2002; Neyreneuf & Van Der Plaat, 1991).

Plusieurs auteurs ont suggéré différentes approches pour minimiser l'effet de la congélation sur la stabilité des pâtes congelées telle que : la recherche de nouvelles souches de levures ou amélioration des souches existantes pour les rendre mieux résistantes à la congélation (Hosomi et al., 1992).

Ribotta et al. (2001) ont rapporté que les pâtes congelées faites à base de levures séchées présentent un temps de fermentation plus long, avec un risque de libération du glutathion par les cellules endommagées affectant le réseau de gluten. Enfin, il est suggéré que la quantité de levure dans la recette des pâtes congelées doit être plus importante (surdosage) pour compenser les pertes durant la congélation et le stockage. En revanche, une grande quantité de levure peut augmenter le coût de production et modifier le goût final du produit (Lorenz & Kulp, 1995; Neyreneuf & Van Der Plaat, 1991).

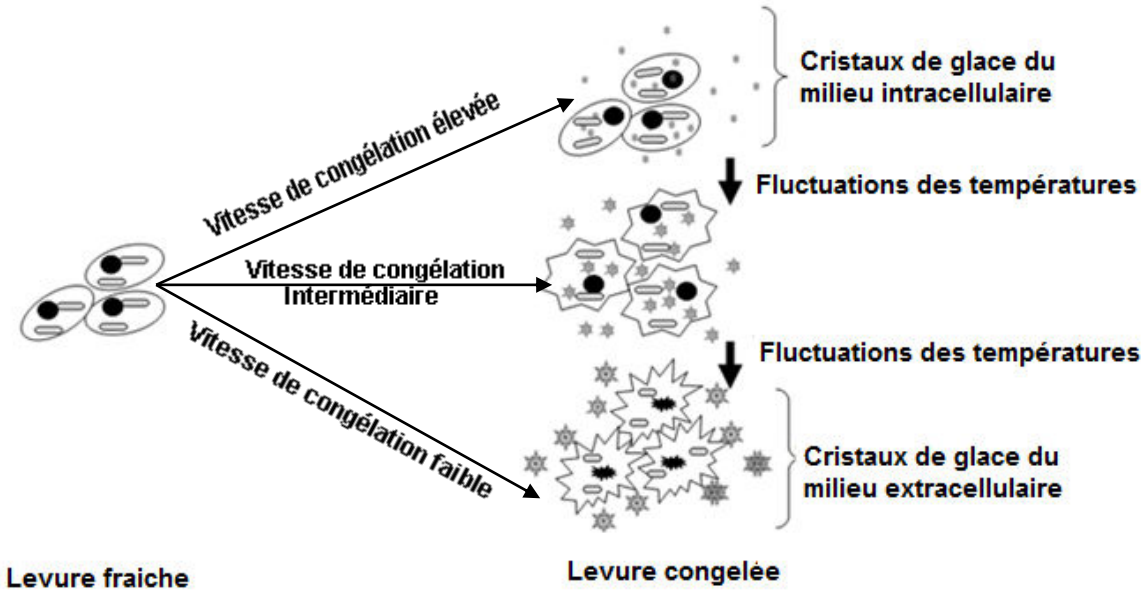


Figure 16 : *Effet de la vitesse de congélation sur les cellules de levures*

Les cristaux de glace formés au cours de la congélation subissent des changements métamorphiques durant le stockage. La recristallisation peut être définie comme un changement au niveau du nombre, de la taille, de la forme et de l'orientation des cristaux de glace (Hartel, 1998). Selon Mazur (1976), le phénomène de la recristallisation des cristaux de glace interviendrait aussi durant l'étape de la décongélation occasionnant des perturbations dans les cellules de levure par la rupture de leurs membranes cellulaires.

La recristallisation est influencée par les facteurs suivants:

- Le procédé de congélation qui détermine le nombre, la taille et l'orientation des cristaux. Une congélation lente est caractérisée par une vitesse de nucléation lente conduisant à la production d'un petit nombre de gros cristaux de glace, tandis qu'une congélation rapide provoque une vitesse de nucléation élevée conduisant à la formation d'un grand nombre de petits cristaux de glace.
- La température de stockage, plus celle°Ci est élevée plus la recristallisation est accélérée.
- Les fluctuations de températures durant le stockage : plus les variations sont importants plus les effets de la recristallisation sont visibles.
- La composition du produit : présence de certains stabilisants (α carraghénane à 0.5 %) (Bárcenas et al., 2003).

Différents mécanismes de recristallisation sont décrits dans la littérature (Zaritzky, 2006; Hartel, 2001 ; Fennema, 1973): maturation d'Ostwald, recristallisation par accrétion, recristallisation par pression induite, et la recristallisation éruptive.

- **La maturation d'Ostwald**

Elle correspond à la fusion des petits cristaux au détriment des plus gros. Les petits cristaux ont de plus petits rayon de courbure, et donc plus d'énergie spécifique que les grands. Par conséquent, les petits fondent plus facilement.

- **La recristallisation par accrétion**

Elle se produit lorsque les cristaux proches créent un pont, les deux sous unités forment un seul cristal.

- **La recristallisation par pression induite**

Elle survient lorsque les forces sont appliquées à un groupe de cristaux (Pham & Mawson, 1997; Roos, 1995).

- **La recristallisation éruptive**

Dans des conditions de congélation très rapide, les produits se congèlent dans un état amorphe. Au cours du réchauffement et à une certaine température critique, la cristallisation de la glace se produit brusquement.

4. Conclusion

Dans ce chapitre les ingrédients utilisés dans la recette des viennoiseries ainsi que les opérations qui composent leur diagramme de fabrication ont tout d'abord été présentés. Nous avons ensuite présenté quelques généralités sur la congélation d'une part et d'autre part lister les différents systèmes de congélation utilisés dans la production des pâtes congelées. Nous avons isolé les principaux problèmes inhérents de la congélation des pâtes (baisse de la production de gaz et sa rétention par le réseau de gluten). En enfin, un aperçu global des méthodes utilisées pour caractériser les pâtes congelées (thermiques, rhéologiques,…).

Références bibliographiques

Abd El-Hady, E. A., El-Samahy, S. K., & Brümmer, J. M. (1999). Effect of oxidants, sodium-stearoyl-2-lactylate and their mixtures on rheological and baking properties of nonprefermented frozen doughs. *LWT - Food Science and Technology, 32* (7), 446-454.

Agnelli, M. E., & Mascheroni, R. H. (2001). Cryomechanical freezing. A model for the heat transfer process. *Journal of Food Engineering, 47* (4), 263-270.

Autio, K., & Laurikainen, T. (1997).Relationships between flour/dough microstructure and dough handling and baking properties. *Trends in Food Science & Technology, 8* (6), 181-185.

Autio, K., & Salmenkallio-Marttila, M. (2001). Light Microscopic Investigations of Cereal Grains, Doughs and Breads. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie, 34* (1), 18-22.

Autio, K., & Sinda, E. (1992). Frozen doughs: Rheological changes and yeast viability. *Cereal Chem., 69* (4), 409-413.

Bárcenas, M. E., Haros, M., Benedito, C., & Rosell, C. M. (2003). Effect of freezing and frozen storage on the staling of part-baked bread.*Food Research International, 36* (8), 863-869.

Ben-Yoseph, E., & Hartel, R. W. (1998). Computer simulation of ice recrystallization in ice cream during storage. *Journal of Food Engineering, 38* (3), 309-329.

Beney, L., Martinez de Maranon, I., Marechal, P.-A., & Gervais, P. (2000). Influence of thermal and osmotic stresses on the viability of the yeast saccharomyces cerevisiae. *International Journal of Food Microbiology, 55* (1-3), 275-279.

Bennion, E. B., & Bamford, G. S. T. (1973). Eggs and egg products.Chapter 4.*In: The technology of cake making. London: Leonard Hill Books*, 28.

Berglund, P, T., Shelton, D, R., Freeman, & T, P. (1991). *Frozen bread dough ultrastructure as affected by duration of frozen storage and freeze-thaw cycles* (Vol. 68). St. Paul, MN, Etats-Unis: American Association of Cereal Chemists.

Berland, S., & Launay, B. (1995). Rheological properties of wheat flour doughs in steady and dynamic shear: effect of water content and some additives. *Cereal Chemistry., 72* (1), 48-52.

Best, D. (1995). Economic potential of frozen and refrigerated doughs and batters. *Frozen & Refrigerated Doughs and Batters*, 1-18.

Beuchat, L. R. (1987). Traditional fermented food products. *Food and Beverage Mycology*, 269-306.

Bhattacharya, M., Langstaff, T. M., & Berzonsky, W. A. (2003).Effect of frozen storage and freeze-thaw cycles on the rheological and baking properties of frozen doughs. *Food Research International, 36* (4), 365-372.

Bhowmik, S. R., & Hayakawa, K.-I.(1979). A new method for determining the apparent thermal diffusivity of thermally conductive food. *Journal of Food Science, 44* (2), 469-474.

Blanchard, J. M. V., Franks, F., Bello.,& Perez. (1987). *Ice crystallization and its control in frozen-food systems.Food structure and Behaviour.* New York. : Academic Press; 1987. .

Bloksma, A. K. (1990). Dough structure, dough rheology and baking quality.*Cereal Foods World, 35*, 237-244.

Brooker, B. E. (1996). The role of fat in the stabilisation of gas cells in bread dough. *Journal of Cereal Science, 24* (3), 187-198.

Brüinsma, B. L., &Giesenschlag, J. (1984). Frozen dough performance compressed yeast-instant dry yeast. *Baker's Dig., 58* (6), 6-11.

Brümmer, J. M., & Neumann, H. (1993). Tiefkühlung von vorgegarten Teiglingenfür Weizenbrötchen. *GetreideMehlBrot, 47*, 25-29.

Bumbalough, J. (2000). Chapter 23: Margarine types and preparation technology. In F. W. In: O'Brien RD, Wan PJ, editors. Introduction to fats and oils technology. Lancaster, PA: AOCS Press (Ed.), (pp. 452- 462).

Burrows, S., & Harrison, J. S. (1959).Routine method for determination of the activity of baker's yeast. *J. Inst. Brew., 65*, 39-45.

Carciofi, B. A. M., Faistel, J., Aragão, G. M. F., &Laurindo, J. B. (2002). Determination of thermal diffusivity of mortadella using actual cooking process data.*Journal of Food Engineering, 55* (1), 89-94.

Casey, G. P., & Foy, J. J. (1995). Yeast performance in frozen doughs and strategies for improvement. *Frozen and Refrigerated Doughs and Batters*, 19-51.

Cauvain, S. P. (2001). Breadmaking: In (Eds. Gavin Owens). *Cereals processing technology. CRC press Boca Raton Boston New York Washington, DC.*

Chaboissier, D. (1981). Les pâtes à génoises. *In: Le compagnon pâtissier, V. J, ed., France*, 344-349.

Chua, K. J., & Chou, S. K. (2009). On the study of the freeze-thaw thermal process of a biological system. *Applied Thermal Engineering, 29* (17-18), 3696-3709.

Collar, C, Andreu, P, Martinez, J, C., Armero, & E. (1999).*Optimization of hydrocolloid addition to improve wheat bread dough functionality: a response surface methodology study* (Vol. 13). Oxford, Royaume-Uni: Elsevier.

Collar, C., & Bollain, C. (2005).Impact of microbial transglutaminase on the staling behaviour of enzyme-supplemented pan breads.*European food research and technology = Zeitschrift fur Lebensmittel-Untersuchung und -Forschung. A, 221* (3-4), 298-304.

Collins,& B. (1985). Breadmaking processes. In: National Association of Master Bakers (Great Britain). *the master bakers' book of breadmaking. 2nd ed. Ware, Hertfordshire, UK: National Association of Master Bakers.*, 1-46.

Delgado, A. E., & Sun, D.-W. (2001). Heat and mass transfer models for predicting freezing processes - a review. *Journal of Food Engineering, 47* (3), 157-174.

Demiralp, H., Çelik, S., & Köksel, H. (2000). Effects of oxidizing agents and defatting on the electrophoretic patterns of flour proteins during dough mixing. *European Food Research and Technology, 211* (5), 322-325.

Dobraszczyk, B. J., & Morgenstern, M. P. (2003). Rheology and the breadmaking process. *Journal of Cereal Science, 38* (3), 229-245.

Dubois, D. K., & Dreese, P. (1984). Frozen white bread dough - Effect of sweeteners level. *AIB Tech. Bull., 6* (7), 1-9.

Dumont, F., Marechal, P.-A., & Gervais, P. (2003). Influence of cooling rate on Saccharomyces cerevisiae destruction during freezing: unexpected viability at ultra-rapid cooling rates. *Cryobiology, 46* (1), 33-42.

El-Hady, E. A., El-Samahy, S. K., Seibel, W., & Brümmer, J. M. (1996). Changes in gas production and retention in non-prefermented frozen wheat doughs. *Cereal Chemistry, 73* (4), 472-477.

Eliasson, A. C., & Larsson, K. (1993). Cereals in Bread Making: A Molecualar Colloidal Approach. *Food Science and Technology*, 346-347.

Fennema, O. R. (1973). Nature of freezing process. *Low Temperature Preservation of Foods and Living Matter*, 151-222.

Fikiin, K. A. (1998). Ice content prediction methods during food freezing: a survey of the Eastern European literature. *Journal of Food Engineering, 38* (3), 331-339.

Gelinas, P, Deaudelin, I, Grenier, & M. (1995). *Frozen dough: effects of dough shape, water content, and sheeting-molding conditions* (Vol. 40). St. Paul, MN, Etats-Unis: American Association of Cereal Chemists.

George, R. M. (1997). Freezing systems. In: Erickson MC, Hung Y°C. Quality in frozen food. *New York: Chapman & Hall.* , p 3-9.

Giannou, V., Kessoglou, V., &Tzia, C. (2003). Quality and safety characteristics of bread made from frozen dough. *Trends in Food Science and Technology, 14* (3), 99-108.

Grandvoinnet, P., Portier, A., & Bonnet, M. (1986). *Procedure for the production of bread*: French patent FR 2,577,388 A1.

Graveland, A., & Henderson, M. H. (1987). Structure and functionality of gluten proteins.*Proc. Int. Workshop on Gluten Proteins*, 238-246.

Hanneforth, U., Brack, G., &Valerius, U. (1994). Herstellung von Hefefeigebäckaus Vorgegärten Tiefkühlteigen. *GetreideMehl und Brot, 48*, 36-42.

Hartel, R. W. (1998). Mechanisms and kinetics of recrystallization in ice cream. *The Properties of Water in Foods, 6*, 287-319.

Hartel, R. W. (2001). Crystal growth. *Crystallization in foods*, 192-232.

Havet, M., Mankai, M., & Le Bail, A. (2000). Influence of the freezing condition on the baking performances of French frozen dough. *Journal of Food Engineering, 45* (3), 139-145.

Hoseney, R. C. (1994). Principles of Cereal Science and Technology. *Second Edition. American Association of Cereal Chemists, St Paul*, 29-34.

Hosomi, K., Nishio, K., & Matsumoto, H. (1992). Studies on frozen dough baking. I. Effects of egg yolk and sugar ester. *Cereal Chemistry. 69*, 89-92.

Hsu, K. H., Hoseney, R. C., &Seib, P. A. (1979). Frozen dough. II. Effects of freezing and storing conditions on the stability of yeasted doughs. *Cereal Chem., 56* (5), 424-426.

Inoue, Y., &Bushuk, W. (1992).Studies on frozen doughs. II. Flour quality requirements for bread production from frozen dough. *Cereal Chemistry., 69* (4), 423-428.

Kenny, S., Wehrle, K., Auty, M., & Arendt, E. K. (2001). Influence of sodium caseinate and whey protein on baking properties and rheology of frozen dough. *Cereal Chemistry, 78* (4), 458-463.

Kline, L., & Sugihara, T. E. (1968). Factors affecting the stability of frozen doughs. I. Prepared by straight dough method. *Baker's Digest, 53*, 26-29.

Kulp, K., Lorenz, K., & Brümmer, J. (1995). *Frozen and Refrigerated Doughs and Batters*, 63-65.

Kulp, K., & Ponte, J. G. (2000). Breads and yeast-leavened bakery foods. *Handbook of cereal science and technology*, 539-573.

Kumcuoglu, S., &Tavman, S. (2007). Thermal diffusivity determination of pizza and puff pastry doughs at freezing temperatures. *Journal of Food Processing and Preservation, 31* (1), 41-51.

Larson, P. A. (1991). A Method for preparing frozen yeast dough product. In *PCT International Patent* (Vol. WO/91/01088).

Le Bail, A. (2004). Freezing process: physical aspects. *Handbook of Frozen Foods*, 1-11.

Le Bail, A., & Goff, H. D. (2008). Freezing of bakery and dessert products. *Frozen Food Science and Technology*, 184-203.

Le Bail, A., Havet, M., & Pasco, M. (1998). Influence of the freezing rate and of storage duration on the gassing power of frozen bread dough. *International Congress of Refrigeration*, 16-18.

Le Bail, A. L., Grinand, C., Cleach, S. L., Martinez, S., & Quilin, E. (1999). Influence of storage conditions on frozen French bread dough. *Journal of Food Engineering, 39* (3), 289-291.

Lind, I. (1991). The measurement and prediction of thermal properties of food during freezing and thawing -A review with particular reference to meat and dough. *Journal of Food Engineering, 13* (4), 285-319.

Lindsay, M. P., & Skerritt, J. H. (1999). The glutenin macropolymer of wheat flour doughs: structure-function perspectives. *Trends in Food Science & Technology, 10* (8), 247-253.

Löndahl, G., Göransson, S., Sundstein, S., Andersson, A., & Tornberg, E. (1995).Quality differences in fast freezing.*In 19th International Congress of Refrigeration, 1*, 197-203.

Lorenz, K. (1974). Frozen dough: Present trend and future outlook. *Baker's .Dig.*, 48:14-18.

Lorenz, K., &Kulp, K. (1995). Freezing of doughs for the production of breads and rolls in the United States. *Frozen and Refrigerated Doughs and Batters*, 135-153.

Lu, W., & Grant, L. A. (1999). Effects of prolonged storage at freezing temperatures on starch and baking quality of frozen doughs. *Cereal Chemistry, 76* (5), 656-662.

Mandala, I. G. (2005). Physical properties of fresh and frozen stored, microwave-reheated breads, containing hydrocolloids. *Journal of Food Engineering, 66* (3), 291-300.

Marston, P. E. (1978). Frozen dough for breadmaking. *Baker's Digest, 52* (5), 18-20.

Mazur, P. (1970). Cryobiology: The freezing of biological systems. *Science*, 168(3934), 939-949.

Meilgaard, M., Civille, G. V., & Carr, B. T. (1999). Sensory Evaluation Techniques. *Affective tests: consumer tests and in-house panel acceptance tests*, (pp. 231-263).

Meredith, P. (1964). A theory of gluten structure. *Cereal Science Today*, 9, 34, 54.

Meric, L., Lambert-Guilois, S., Neyreneuf, O., & Richard-Molard, D. (1995). Cryoresistance of baker's yeast Saccharomyces cerevisiae in frozen dough: Contribution of cellular trehalose. *Cereal Chemistry, 72* (6), 609-615.

Miles, C. A., Van Beek, G., & Veerkamp, C. H. (1983).Ca°Culation of thermophysical properties of foods.*Physical Properties of Foods*, 269-312.

Newman, M. (2001). Cryogenic impingement freezing utilizing atomized liquid nitrogen for the rapid freezing of food products. *In Rapid Cooling of food, Meeting of IIR Commission C2, Bristol (UK).*

Neyreneuf, O., & Delpuech, B. (1993). Freezing experiments on yeasted dough slabs. Effects of cryogenic temperatures on the baking performance. *Cereal Chemistry, 70* (1), 109-111.

Neyreneuf, O., & Van Der Plaat, J. B. (1991). Preparation of frozen French bread dough with improved stability. *Cereal Chemistry., 68* (1), 60-66.

O'Brien, R. D. (1998). Baking shortening. *Fats and Oil: Formulating and Processing for Applications*, 343-382.

Persson, P. O., & Londahl, G. (1993). Freezing technology. *Frozen Food Technology*, 20-58.

Pham, Q. T., &Mawson, R. F. (1997). Moisture migration and ice recrystallization in frozen foods. *Quality in Frozen Food*, 67-91.

Ramaswamy, H. S., & Tung, M. A. (1984). A review on predicting freezing times of foods. *Journal of Food Process Engineering, 7* (3), 169-203.

Räsänen, J., Blanshard, J. M. V., Mitchell, J. R., Derbyshire, W., &Autio, K. (1998). Properties of Frozen Wheat Doughs at Subzero Temperatures. *Journal of Cereal Science, 28* (1), 1-14.

Rasper, V. F., & Walker, C. E. (2000). Quality evaluation of cereals and cereal products. *Handbook of cereal science and technology*, 505-537.

Reid, D. S. (1998). Freezing-nucleation in foods and antifreeze actions. *The properties of water in foods IOSOPOW, 6*, 275-286.

Ribotta, P. D., Leon, A. E., & Anon, M. C. (2001). Effect of freezing and frozen storage of doughs on bread quality. *Journal of Agricultural and Food Chemistry, 49* (2), 913-918.

Ribotta, P. D., Leon, A. E., & Anon, M. C. (2003). Effects of yeast freezing in frozen dough. *Cereal Chemistry, 80* (4), 454-458.

Riedel, L. (1961). Zum Problem des gebundenenWassers in Fleisch. *Kältetechnik, 13* (3), 122-128.

Roos, Y. H. (1995). Phase transitions in foods. *Food Science and Technology*, 109-154.

Roussel, P., & Chiron, H. (2002). Les Pains Français: Evolution, Qualité , Production. *1 ed., MAE-ERTI. (Eds), France.*

Saad, Z., & Scott, E. P. (1996). Estimation of temperature dependent thermal properties of basic food solutions during freezing. *Journal of Food Engineering, 28* (1), 1-19.

Sablani, S. S., Marcotte, M., Baik, O. D., & Castaigne, F. (1998). Modeling of Simultaneous Heat and Water Transport in the Baking Process. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie, 31* (3), 201-209.

Sahlstrom, S, Nielsen, A, O., Faergestad, E, M., Lea, P, Park, W, J., Ellekjaer, & M, R. (1999). *Effect of dough processing conditions and DATEM on Norwegian hearth bread prepared from frozen dough* (Vol. 76). St. Paul, MN, Etats-Unis: American Association of Cereal Chemists.

Schofield, J. D., & Booth, M. R. (1983). Wheat proteins and their technological significance. *Developments in Food Proteins, 2*, 1-65.

Schwartzberg, H. G., & Hartel, R. W. (1992). Physical Chemistry of Foods.*New York: Marcel Dekker.*, 83-221.

Seguchi, M., Nikaidoo, S., & Moromoto, N. (2003). Centrifuged liquid and breadmaking properties of frozen-and-thawed bread dough. *Cereal Chemistry,. 80*, 264-268.

Singh, R. P. (1995). Thermal properties of frozen foods.*Engineering Properties of Foods*, 139-167.

Stauffer, C. E. (1999). Bakery products. *Eagan Press Handbook Series*, 47-66.

Stone, H., & Sidel, J. L. (2004). Sensory evaluation practices. *Affective testing*, 247-277.

Tolstoguzov, V. (1997). Thermodynamic aspects of dough formation and functionality. *Food Hydrocolloids, 11* (2), 181-193.

Van Vliet, T. (2008). Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion. *Journal of Cereal Science, 48* (1), 1-9.

Varriano-Marston, E., Hsu, K. H., & Mahdi, J. (1980). Rheological and structural changes in frozen dough. *Baker's Dig., 54* (1), 32-34.

Venger, K. P., & Nikiforov, V. B. (1990). Freezing of fish by immersion in non-boiling liquid. *Kholodil'nayaTekhnika, 5*, 30-32.

Wang, D. Q., & Kolbe, E. (1991). Thermal Properties of Surimi Analyzed using DSC. *Journal of Food Science, 56* (2), 302-308.

Wang, R., Zhou, W., & Isabelle, M. (2007). Comparison study of the effect of green tea extract (GTE) on the quality of bread by instrumental analysis and sensory evaluation. *Food Research International, 40* (4), 470-479.

Wang, Z. J., & Ponte Jr, J. G. (1995). Storage stability of gluten-fortified frozen dough. *Cereal Foods World, 40* (11), 827-831.

Weegels, P. L., Hamer, R. J., & Schofield, J. D. (1996). Functional properties of wheat glutenin. *Journal of Cereal Science, 23* (1), 1-17.

Wolt, M. J., & D'Appolonia, B. L. (1984a). Factors involved in the stability of frozen dough. I. The influence of yeast reducing compounds on frozen-dough stability. *Cereal Chemistry., 61* (3), 209-212.

Wolt, M. J., & D'Appolonia, B. L. (1984b). Factors involved in the stability of frozen dough. II. The effects of yeast type, flour type, and dough additives on frozen-dough stability. *Cereal Chemistry., 61* (3), 213-221.

Yadav, D. N., Patki, P. E., Sharma, G. K., & Bawa, A. (2009). Role of ingredients and processing variables on the quality retention in frozen bread doughs. *Journal of Food Science and Technology, 46* (1), 12-20.

Zaritzky, N. (2006). Physical°Chemical principles in freezing. *Handbook of Frozen Food Processing and Packaging*, 3-31.

Zaritzky, N. E. (2000). Factors affecting the stability of frozen foods. *Managing Frozen Foods*, 111-135.

Zounis, S., Quail, K. J., Wootton, M., & Dickson, M. R. (2002). Effect of final dough temperature on the microstructure of frozen bread dough. *Journal of Cereal Science, 36* (2), 135-146.

Chapitre II :

Effets des conditions de congélation sur l'activité fermentaire ainsi que sur les propriétés rhéologiques et structurales des pâtes sucrées congelées

Chapitre II : Effets des conditions de congélation sur l'activité fermentaire ainsi que sur les propriétés rhéologiques et structurales des pâtes sucrées congelées

De nombreuses études ont montré les défauts des pâtes congelées qui se manifestent par une faible prise de volume au cours de la fermentation. Ces perturbations sont attribuées à la diminution de l'activité fermentaire (viabilité des levures et leur capacité à produire du dioxyde de carbone), et à la dégradation de la structure du réseau de gluten affectant ainsi sa capacité à retenir le CO_2 (Casey & Foy, 1995; Wolt & D'Appolonia, 1984). Des travaux antérieurs ont révélé que les conséquences de la congélation dépendent de la composition de la pâte et des conditions du procédé de fabrication. La formulation des pâtes et les traitements appliqués peuvent améliorer la résistance aux perturbations dues au procédé de congélation et décongélation (Kenny et al., 2001; Abd El-Hady & Brümmer, 1999). Bien que la plupart des études se focalisent sur la pâte à pain, très peu d'études sur les pâtes sucrées ont été faites selon la littérature.

Pour évaluer les effets des traitements appliqués sur l'activité fermentaire des levures et l'intégrité du réseau de gluten des pâtes sucrées, deux procédés de congélation sont utilisés à savoir un système à air pulsé (vitesses de congélation faibles et moyennes) et une congélation cryogénique pour obtenir des vitesses de congélation élevées.

Article 1

LWT- Food Science and Technology (2011)

LWT - Food Science and Technology xxx (2011) 1-9

Contents lists available at SciVerse ScienceDirect

LWT - Food Science and Technology

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

Effects of freezing treatments on the fermentative activity and gluten network integrity of sweet dough

Smail Meziani [a, b,*], Irina Ioannou [a], Jordane Jasniewski [a], Nabila Belhaj [a], Jean-Marc Muller [b], Mohamed Ghoul [a], Stéphane Desobry [a, *]

[a] Nancy Université, ENSAIA-INPL, Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules (LIBio), 2 avenue de la Forêt de Haye, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France [b] Coco LM Company (Maison Alsacienne de Biscuiterie), 7 rue Emile Schwoerer, 68000 Colmar, France

Article info

Article history:
Received 1 February 2011
Received in revised form 10 October 2011 Accepted 25 October 2011

Keywords:
Freezing
Freezing rate
Yeast
Gluten network
Sweet dough
TEM

abstarct

The effect of freezing treatments on sweet dough was studied. The dough was frozen at -20 °C, -30 °C and -40 °C in air-blast freezer cabinet and by immersion in liquid nitrogen. The yeast viability, gassing power, dough volume and dough network integrity from fresh and thawed sweet doughs were assessed. The results showed that both parameters depend on the freezing rate, which controls ice crystals size and location. Dough volume loss after freezing was attributed to reduced yeast fermentative activity and gluten network alteration in frozen dough. Fermentative activity reduced significantly in frozen dough using liquid nitrogen, causing 70% decrease on yeast population. Gluten integrity seemed to be affected by slow freezing treatment, i.e. -20 °C and -30 °C. Gas loss was also evaluated as a decrease of 25% - 2 in dough volume. A correlation was observed between the freezing rate and osmotic pressure effects which influence strongly the yeast viability.

© 2011 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Many bakery products are now manufactured from frozen doughs using air-blast and cryogenic methods (George, 1997). Freezing can be applied to different manufacturing process levels: before, after proofing and after baking, giving various frozen bakery products (Lorenz & Kulp, 1995b). Unfermented frozen dough requires a thawing and proofing steps. Currently many products are manufactured employing this technology, i.e. croissants, buns, pizza and sweet rolls which provides fresh products, with excellent organoleptic and textural properties (Decock & Cappelle, 2005). However, freezing treatments induced consequences on the final product quality like decreasing in specific volume and an increasing in proofing time, compared to fresh dough products (Casey & Foy, 1995). These consequences depend on the composition of frozen dough, the freezing step, freezing and thawing treatments applied. Thawing process can be carried out at constant temperature or with a gradually increasing temperature to avoid external condensation and the irregular proofing (Lorenz & Kulp, 1995a). Numerous studies have shown frozen bakery products defects in maintaining (i) viability and fermentative capacity of yeast (fermentative activity), (ii) dough rheological properties (iii) and its capacity to retain carbon dioxide (Wolt & D'Appolonia, 1984). In addition, frozen storage and thawing process increase the loss of fermenta-tive activity and rheological properties changes (Ribotta, Leon, & Anon, 2003). On the other hand, the gassing power of frozen dough depends on the number of yeast cells, cells activity and fermentable sugar content (Autio & Sinda, 1992). Nevertheless, preservation of frozen dough is difficult because slow freezing rate preserves fermentative activity (Le Bail, Havet, & Pasco, 1998; Neyreneuf & Delpuech, 1993) and ensures a high yeast activity (Le Bail, Grinand, Cleach, Martinez, & Quilin, 1999), but the gluten network structure is less distorted with a high freezing rate. Indeed, high freezing rate limits dehydration and crystals ice size which may damage yeast cells and gluten network (Mazur, 1970; Phimolsiripol, Siripatrawan, Tulyathan, & Cleland, 2008).

Previous works suggested that dough formulation and freezing treatments can improve freezingethawing resistance and yeast cells viability. Modifications in the formula of bakery products avoid defects produced during dough freezing (Abd El-Hady, El-Samahy, & Brümmer, 1999; Asghar, Anjum, Allen, Daubert, & Rasool, 2009; Kenny, Wehrle, Auty, & Arendt, 2001). Increased yeast content allows compensating the loss of fermentative activity during frozen storage (Lorenz & Kulp,1995b).

* Corresponding author. Nancy Université, ENSAIA-INPL, Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules (LIBio), 2 avenue de la Forêt de Haye, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France. Tel.: þ33 3 83 59 58 80; fax: þ33 3 83 59 57 72.
83 Corresponding author. Tel.: þ33 3 83 59 58 80; fax: þ33 3 83 59 57 72. E-mail addresses: smail.meziani@ensaia.inpl-nancy.fr (S. Meziani), stephane.desobry@ensaia.inpl-nancy.fr (S. Desobry).

0023-6438/$ e see front matter _ 2011 Elsevier Ltd. All rights reserved.
doi:10.1016/j.lwt.2011.10.017

Most of these works were interested to bread dough produced from a basic recipe. This work is distin-guished by the complexity of sweet dough formulation (high fat and sugar content) and use of cryogenic immersion to achieve freezing rates ultra-fast. These factors influence intrinsic dough properties. The milk and lipids contained in sweet dough which can contribute to cryoprotection, while sugar enhances yeast's growth before freezing (Wolt & D'Appolonia, 1984). To elucidate this point, unfer-mented frozen sweet doughs were prepared by in the same condi-tions different freezing treatment. Similarly, use of natural additives like whey proteins, surfactants and enzymes are also gaining importance to control the water redistribution problems in the frozen doughs' structures (Asghar, Anjum & Allen, 2011).

The objectives of this study were (i) to evaluate the effects of different freezing treatments with air-blast at -20 °C, -30 °C, -40 °C and liquid nitrogen immersion on fermentative activity (gas production, and yeast viability) and gluten network integrity (gas retention) in frozen sweet doughs and these properties with fresh dough (ii) to connect all experimental measurements to obtain a global view of the freezing impact on fermentative activity and (iii) to define the best freezing treatment for sweet dough.

2. Material and methods

2.1. Material

All ingredients used in sweet dough manufacturing were provided bythe Coco LMcompany (flour, butter, sugar, eggs, milk, salt and yeast). The oxytetracycline glucose agar base (OGA) and tryptone salt were purchased from Biokar Diagnostics, Beauvais, France.

Glutaraldehyde, cacodylate sodium buffer, osmium tetroxide, resin embed 812 kit and propylene oxide were purchased from Sigma Aldrich France S.A., Lille, France. Ethanol was purchased from Fisher Scientific S.A.S, Strasbourg, France. Glutathione assay kit was purchased from Sigma France S.A.

2.2. Dough preparation

The sweet dough was manufactured using the formulation of Coco LM Company (Colmar, France). Dough was prepared with 1000 g flour (14.20% moisture content, 13.00% protein and 0.52% ash), UHT semi-skimmed milk 500 g, eggs 130 g, sugar 200 g, salt 20 g, butter 300 g, compressed yeasts Saccharomyces cerevisiae (Lesaffres, Strasbourg, France) 20 g. All dough components were mixed in a bread machine (Moulinex Ow 5000, Nancy, France) in two steps. The ingredients were mixed during 10 min at a low-speed (40 rpm), and then butter was added at a high-speed (80 rpm) during 10 min. Dough temperature was 23 ± 2 °C at the end of mixing. The dough portion (220 g) was put in polypropylene tube of 5 cm in diameter, 15 cm length and 100 mm in thickness (Sigwald SA, Colmar, France). Ten cylinders of dough were prepared for each freezing treatment.

2.3. Freezing treatments

Two types of freezing treatments were used to treat the dough:

2.3.1. Air-blast freezer cabinet

The freezing process for the sweet dough was done in a pilot-scale freezer CRN 504 SP manufactured by Didatec Technology (Fraisses, France); the freezer was monitored to produce three different air-blast temperatures -20 °C, -30 °C and -40 °C (Fig. 1). The dough was removed from the pilot-freezer when the cylinder center temperature reached -20 °C. At the end of freezing, the dough remained 4 to 5 h in the freezer (-20 °C) awaiting the thawing step.

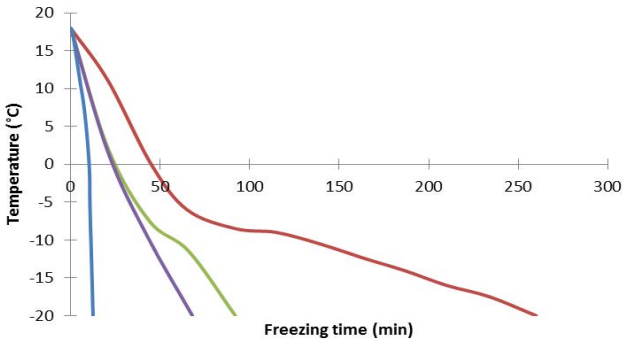


Fig. 1. Time-temperature history of sweet dough center at different freezing treatments: (—) 20 °C, (—) 30 °C, (—) 40 °C and (—) liquid nitrogen.

2.3.2. Cryogenic immersion

Dough cylinder was immersed into liquid nitrogen until the core temperature reached -20 °C. Temperature in cryogenic process was recorded using a thermocouple (300 mm diameter Ahlborn, Holzkirchen, Germany) connected to an Almemo data logger (model 2290-8 V5 AMR). The thermocouples were calibrated using a reference thermometer at -0.1 °C. For each freezing treatment, three replicates were done. All doughs were frozen at -20 °C, -30 °C, -40 °C and with liquid nitrogen, thawed and analyzed simultaneously.

2.4. Thawing and preparation of dough for analysis

The thawing was carried out into two steps according to method previously described by Havet, Mankai, and Le Bail (2000). First, the dough cylinder was put in a cold chamber at 4 °C (Sanyo MIR-253, Osaka, Japan) until the core of sample temperature reached -4 °C. As the dough texture was similar to butter at -4 °C, dough was cut in slices of 25 ± 1 mm and both extremities of the dough rolls were rejected. Thawing was then extended for 2 h at +4 °C.

2.5. Dough fermentative activity

The fermentative activity of unfrozen and frozen dough was evaluated in triplicate for each freezing treatment.

2.5.1. Yeast survival determination

The protocol described previously by Phimolsiripol et al., (2008) was used to determine yeast cells number. The microbiological counts were carried after the dilution of 10 g of dough in 90 g of tryptone salt solution. The diluted suspension (0.1 mL) was cultured on Petri dishes with 15 mL of OGA base. The plates were incubated at 25 °C for 72 h. The developed colony-forming units (CFUs) were expressed per gram of dough.

2.5.2. Dough volume determination during proofing

Dough slices (around 30 g) were placed in a sterilized graduated test-tube (5 cm diameter and 10 cm height). The test-tube with dough was placed at 28 °C and 85% relative humidity for 300 min. The dough volume (mL) was determined with graduation in the test-tube according to Havet et al. (2000).

2.5.3. Gas production

Gassing power corresponding to the fermentative capacity that measured according to a method adopted from Peighambardoust, Fallah, Hamer, and van der Goot (2010). To avoid any pressure difference, the sweet dough (30 g) was placed in jar (1000 mL) with open valve then heated for 15 min at 28 °C in a water bath. When the dough temperature reached 28 °C, the valve was closed to initiate the CO_2 volume measurement.

ARTICLE IN PRESS

This long time was neces-sary to observe gluten network swelling (dough open porosity point). To avoid any CO_2 dissolution in water, the vessel was con-nected to inverted test-tube filled with acidified water adjusted at pH 2.0 with hydrochloric acid (HCl) and hermetically closed. The tap was turned off after 20 min of fermentation and gas volume was measured at regular intervals through the displacements of water in the test-tube representing the CO_2 volume produced by yeasts.

2.6. Transmission electron microscopy observations

2.6.1. Sample preparation

To observe the microstructure of unfrozen and frozen doughs, dough preparation was carried out according to the protocol developed earlier by Kontogiorgos, Goff, and Kasapis (2007). The dough sample (1 mm^3) was fixed by overnight immersion at 4 °C in a 25 g/L glutaraldehyde solution in 0.1 mol/L cacodylate sodium buffer (pH 7.2). Following fixation, they were washed three times a cacodylate buffer over a period of 3 h. The second washing, post-fixation was carried out in osmium tetroxide (10 g/L) in cacodylate buffer for 1 h at 25 °C. Dehydration was performed by increasing amounts of solvents. The samples were sequentially immersed in solvents compound ethanol/distilled water 30:70 (V/V), 50:50 (V/ V), 70:30 (V/V), 80:20 (V/V) and 90:10 (V/V) for 5 min for each solvent and in 100:0 (V/V) ethanol for 20 min, this last step was repeated four times.

2.6.2. Transmission electron microscopy (TEM)

The damages caused by freezing rate on the yeast cells and rheological network were observed by Transmission electron microscopy. After ethanol treatment, a preimpregnation in blend: resin Embbed 812 and propylene oxide (1:1) were done during 1 h. The samples were impregnated progressively with increasing amounts of blend (Embbed 812 and propylene oxide 1:2,1:1, 2:1) for 20 min. An embedding in pure resin was carried out overnight. Finally, the samples were placed into latex molds, covered with the resin and polymerized for 48 h at 56 °C. The ultra-thin sections of 70-90 nm were prepared with ReicherteYoung ultra-microtome (Vienna, Austria) layers were contrasted with uranyl acetate and lead nitrate. The different samples were observed under TEM (CM-12 Phillips, Eindhoven, Netherlands) at an operating voltage of 100 kV.

2.7. Glutathione assay (GSH)

The GSH quantification was performed on fresh and frozen doughs (at -20, -30, -40 °C and liquid nitrogen). 0.5 g of sweet dough was solubilized in 50 mL of distilled water. The mixture was centrifuged at 1957 x g for 10 min at 4 °C. After removing the thin layer formed at the surface, the supernatant was recovered and analyzed as follows.

GSH was determined using the enzymatic kit from Sigma Aldrich (Lille, France) in 96-well plate according to Richie, Abraham, and Leutzinger (1996). The enzymatic procedure was based on continuous reduction of 5,5'-dithiobis (2-nitrobenzoic acid) (DTNB) to 5-thio-2-nitrobenzoic acid (TNB) by catalytic amounts (nmol) of GSH according to the following reaction:

$$2\ GSH + DTNB \rightarrow GSSG + 2\ TNB$$

Immediately before analysis, assay buffer (5x) was prepared with 0.5 mol/L potassium phosphate and 0.005 mol/L EDTA adjusted to pH 7.0 with HCl. Working mixture was elaborated using 8 mL of assay buffer (1x), 228 mL of glutathione reductase (6 units/ mL) and 228 mL of DTNB solution (1.5 mg/mL). In 10 mL of this solution, 100 mL of 5-Sulfosalicylic acid (SSA) were added, 150 mL of working mixture at room temperature. The reaction was initiated by adding 50 mL of NADPH (0.16 mg/mL).

$$GSSG + NADPH + H^+ \rightarrow 2GSH + NADP^+$$

The yellow product TNB was measured at 412 nm with a 96-well plate reader (Thermo Scientific Multiskan GO microplate, Finland). Assays were performed with five independent samples.

2.8. Dough rheology

The rheological analysis was carried out on seven samples of fresh and thawed dough for each type of freezing process. Uniaxial strain was used to evaluate freezing treatment effect on dough (Havet et al., 2000), using a universal testing machine (LRX-LLOYD tensile°Compression, Ametek, UK). During the experiment, dough disk of 5 cm in diameter, 2.5 cm thickness and 30 g weight was prepared. The sample was compressed with a 5 N force using an aluminum probe of 5 cm in diameter, a test speed of 1 cm/min andthe relaxation recorded for a 60 s. Measurements were carried out at 8 ±1 °C.

2.9. Statistical analysis

Statistical analyses were carried out by using analysis of vari-ance techniques (ANOVA) with Microsoft EXCEL software (2007). At 95% significance level to find out if the effects of different freezing treatments on the fermentation activity of sweet dough were significantly different.

3. Results and discussion

3.1. Analysis of kinetic thermograms

Timeetemperature profiles were recorded in dough core for each freezing treatment with a common pace (Fig. 1). The profile of curve can be divided in three zones: i) the initial cooling phase, when temperature decreased down to the freezing point (the initial freezing temperature), was in all cases at -7.5 °C. ii) the pseudo plateau corresponding to progressive crystallization due to cry-oconcentration (80% of water transformed into ice crystals) (Chen, 1985), iii) the final tempering stage corresponding to temperature reduction in the product until reaching the environmental temperature.

According to previous studies, final frozen products quality was closely related to the ice crystals size formed during freezing, and depended on freezing rate (Olivera & Salvadori, 2009). A high freezing rate formed small size ice crystals, which were less damaging to the cellular structure and preserved the final frozen products quality. In contrary, a low freezing rate produced large ice crystals (Olivera & Salvadori, 2009).

The freezing rate (Fr) expressed in °C /min, was determined according to equation (1), and based on the definition the International Institute of Refrigeration (1986):

$$Fr = \frac{(T2 - T1)}{(t2 - t1)} \qquad (1)$$

where T1 is the initial freezing temperature (correspond to initial freezing point), T2 is the final freezing point (-18.5 °C), and (t2 - t1) is the time elapsed between the beginning and the end of freezing. The choice of T1 and T2 strongly influences the value the freezing rate (Le Bail et al., 1998). The freezing rates obtained for each freezing treatment are presented in Table 1. The respective freezing rates were 8.6 °C /min for the cryogenic immersion and less than 0.5 °C /min for the air-blast freezing treatment.

The first value is representative of rapid freezing. However, the air-blast freezing rate is relatively slow, ranging between 0.06 and 0.36 °C /min. According to the literature, the highest freezing obtained by cryo-genic freezing applied for bakery products was 2.528 °C /min and 0.348 °C /min for freezing air-blast (Neyreneuf & Delpuech, 1993).

3.2. Effects of freezing treatment on yeast cells and ultrastructure investigations

The yeast survival results according to the different freezing treatment were presented in Fig. 3A. Yeast viability significantly decreased ($P < 0.05$) with increasing freezing rate. The yeast viability of frozen dough (-20 °C and -30 °C) decreased by half compared to the reference.

The highest damage to cells yeast was occurred at -40 °C and in liquid nitrogen treatment (68.7% and 70%). Defects were observed in the case cryogenic freezing by Neyreneuf and Delpuech (1993) and Masovic and Jankovic (2002) for freezing at -40 °C by Hsu, Hoseney, and Seib (1979), which could be attributed to intracel-lular freezing.

The freezingethawing process presents a double stress for the cell yeast: (i) hyperosmotic stress and (ii) thermal stress, which proceed simultaneously during cooling (Dumont, Marechal, and Gervais, 2003). Physical changes occurred in yeast cells during freezing. When the temperature decreased down to -5 °C, cells and suspension medium remained unfrozen. This was due to the supercooling and the presence of intra or extracellular solutes which reduced the freezing point. Moreover, cell membranes pre-vented extracellular ice from propagating into the cell (Yi & Kerr, 2009). The mass transfer between intracellular and extracellular medium is limited by the water-membrane permeability value of yeast cell (Dumont et al., 2003).

The freezing rate had a direct influence on maintaining osmotic equilibrium into the cell yeast membrane during freezing. When slow freezing rate was applied, the kinetics of water transfer from intracellular to extracellular medium was favored through yeast membrane by exosmosis. The external cellular solution increased, so a hyperosmotic environment was created and the extern ice crystals were formed. This loss of water had a direct influence on cell survival (Chua & Chou, 2009) and accelerated to relative increasing in vapor pressure of intracellular supercooled water (Mazur, 1970). Release of intracellular water provoked extreme conditions these cells could be dehydrated and plasmolysed. When external osmotic pressure increased, yeast cells quite rapidly shrink and reflected the high permeability of the cell membrane to water (Beney, Martinez de Maranon, Marechal, & Gervais, 2000). This effect was well illustrated by TEM micrograph in Fig. 4B.

Furthermore, high freezing rate, did not allow water efflux into extracellular medium, resulting in the formation of intracellular ice crystals visible in TEM micrographs (Fig. 4D-E). Therefore, the more the freezing rate increases, the lower is the transmembrane water flux is low favoring the formation of intracellular ice crystals, until the optimal conditions for vitrification are reached (Dumont et al., 2003). Nonetheless, the small ice crystals were thermody-namically unstable and might recrystallize into large crystals progressively, during thawing (around 20 h). The formation of intracellular ice was almost always lethal to the cells (Meryman, 1974). In addition, intracellular ice formation and expansion during dough warming could exert sufficient force to rupture the membranes (Mazur, 1970). Muldrew and McGann (1990) suggested that high freezing rate led to the highest osmotic pressure gradients share across the membrane, resulting in rupturing the membrane and allowing ice to propagate into the cell.

In this present study, the sugar content of sweet dough led also to high osmotic pressure on yeast, which could explain loss of 50% yeast population during slow freezing rate.

In this study, the thawing conditions used were similar to Dubois & Blockcolsky (1986) that suggested that best results were obtained for 16e24 h at 5 °C.

The thawing rate effect is particularly pronounced when the freezing was done quickly, it could explain the greater of yeast viability in quickly frozen dough (-40 °C and liquid nitrogen). Mazur and Schmidt (1968) indicated that the small ice crystals formed by rapid freezing in the yeast cells, and if thawing is done slowly (this study) they would have time to grow according to the recrystallization process.

Thereby, an optimal freezing and thawing rates were necessary to taking into consideration dough composition. Freezing rate should be simultaneously high to avoid the exposure of cells at high osmotic pressure and slow to minimize the formation of intracel-lular crystals ice. These results suggest that the slow freezing preserve the yeast viability in frozen sweet doughs.

3.3. Effects of freezing treatment on gassing power and dough volume during proofing

Fermentative capacities of dough were represented by the gassing power after freezing treatments and are represented in Fig. 5B. Three phases were observed during proofing for the non-frozen dough: a) time lag (0-30 min) corresponding to yeast metabolism adaptation and equilibration dough temperature at 28 °C provided by the water bath; b) an exponential pha-se(65-180 min), where the fermentation rate is maximum and constant with a high CO_2 release and c) finally a phase of slower gas power was observed after 180 min of proofing. This choice of time line resulted from the industrial process which consists in a 3 h proofing time before cooking.

As a result of different freezing treatments, the total CO_2 volume produced at 180 min was defined as the general parameter expressing the overall power of gassing power.

In general, gas production of frozen dough decreased signifi°Cantly ($P < 0.05$) by increasing freezing rate in comparison with the control (fresh dough) as shown in Fig. 5B. The unfrozen dough produced 2.85 - 0.10 mL CO_2/g. The highest gas volumes obtained for dough frozen at -20 °C and -30 °C with 2.14 - 0.09 and 2.55 - 0.14 mL/g dough (no significant differences at $P > 0.05$).

Table 1

Freezing rate and dough porosity (rupture volume and rupture time evolution) according to the freezing treatment.

Freezing treatment	Freezing rate (°C/min)		Dough porosity	
			Rupture volume (ml)	Rupture time (min)
Fresh	-	-	2.54 ± 0.13^{a}	120.00 ± 08.00^{a}
-20°C	-0.06 ± 0.01^{a}	Slow freezing rate	1.85 ± 0.12^{b}	197.07 ± 10.00^{b}
-30°C	-0.23 ± 0.08^{a}	Slow freezing rate	2.03 ± 0.01^{b}	217.02 ± 15.02^{bc}
-40°C	-0.36 ± 0.07^{b}	Intermediate freezing rate	1.22 ± 0.04^{c}	260.23 ± 10.98^{c}
Liquid nitrogen	-8.60 ± 0.53^{c}	Rapid freezing rate	-	-

Each experiment was carried out in triplicate. Each measurement was performed in triplicate.
Values followed by different superscript letters are significantly different at $P < 0.05$.

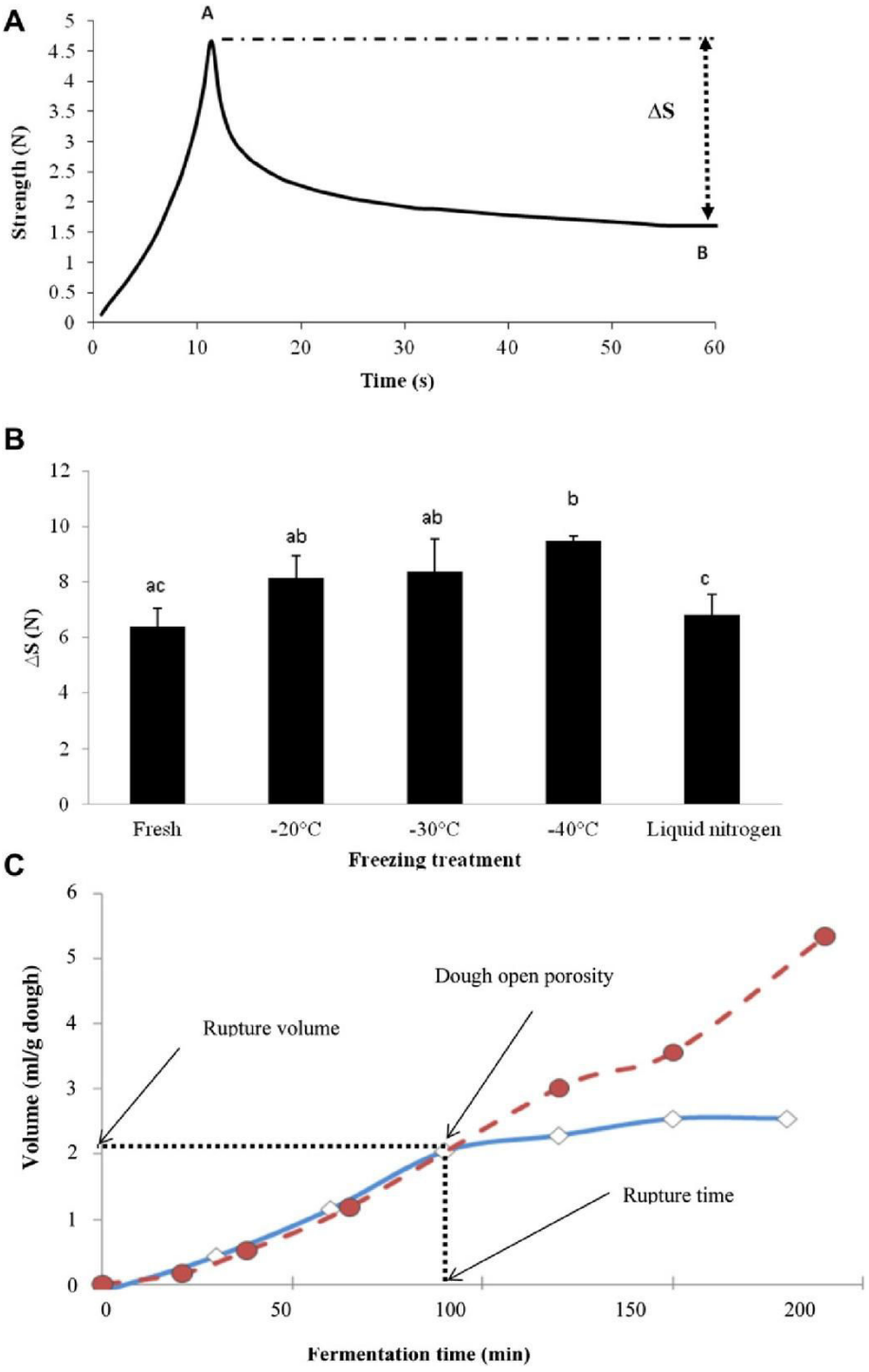


Fig. 2 (A) Representative uniaxial compression curve of fresh sweet dough. (B) Effect of freezing rate on the compression rate of fresh and thawed sweet doughs. (C) Dough open porosity curve of fresh sweet dough: ( ) dough volume (ml/g dough), ( ) CO_2 volume (ml/g dough). Data are presented as mean ± standard deviation; a, b, c: means with different letters indicates significant differences ($P < 0.05$) among freezing treatment.

The lowest gas volume was obtained for the dough immerged in liquid nitrogen (0.47 - 0.07 mL/g dough).

The total CO_2 volume produced by the frozen dough at -40 °C and liquid nitrogen was decreased significantly ($P < 0.05$) by 55% and 83%, respectively. Several authors reported that gassing power considerably decreased from dough frozen for -40 °C to -120 °C with a mixture of air and liquid nitrogen (Masovic & Jankovic, 2002; Neyreneuf & Delpuech, 1993).

As shown in Fig. 5A, the corresponding dough volume revealed the same trend and it was in line with those reported by Havet et al. (2000). Overall, the trends in CO_2 production and yeast viability were closely related and contributed to the fermentative capacity. As shown in Fig. 3B, the decrease in yeast population under the effect of freezing has not explained the gassing power losses.

However, the freezing of yeast caused a decrease in the number of yeast cells then the ability to produce gas from the surviving ones. The freezing rate influenced yeast metabolism and also led to osmotic stress (Yi & Kerr, 2009).

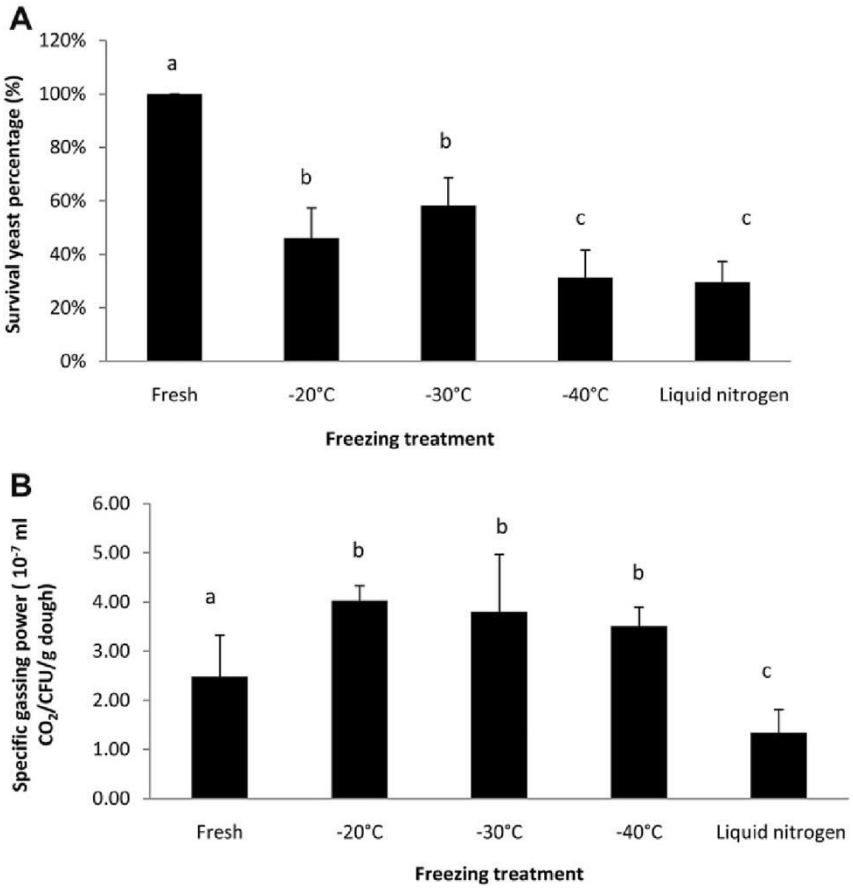


Fig. 3. (A) Effect of freezing rate on yeast survival percentage (%) of the sweet dough among freezing treatment.(B) Specific CO_2 production at 180 min of proofing according to freezing treatment. Data represent averages of three independent repeats. Data are presented as mean - standard deviation; a, b: means with different letters indicates significant differences ($P < 0.05$).

The ratio of gassing power and survival yeasts number present in frozen dough in air-blast freezer (-20 °C, -30 °C and -40 °C) was much higher than fresh dough ratio. The lysed yeasts boost survival yeasts by releasing growth factors (Lewis, 2000) that explained a better specific CO_2 production.

3.4. Effects of freezing treatment on dough open porosity

To study the open porosity of fresh and frozen sweet doughs, the CO_2 and dough volumes curves obtained during proofing were studied. The intersection between the CO_2 volume and dough volume plateau tangents defined the dough open porosity coordi-nates (rupture time and rupture volume) as described in Fig. 2C. For dough volume a plateau was observed with all freezing treatment indicating freezing damage of gluten network resulted in non-retention of CO_2.

No dough porosity was observed in liquid nitrogen after a 5 h proofing, probably because of the loss of yeast viability and capacity to produce gas (reduced gassing) as shown in Fig. 3B.

The rupture volume and rupture time related to freezing rate were shown in Table 1.

The average fresh dough rupture volume was 2.54 - 0.13 mL/g and the average rupture time was 120 - 8 min. The rupture volume decreases whereas the rupture time increases significantly by increasing freezing rate.

No significant difference ($P > 0.05$) was found between treat-ments at -20 °C and -30 °C. The rupture volume decreased significantly ($P < 0.05$) by 27% and 50%, respectively, for the treat-ments at -20 °C and -40 °C and the rupture time increased significantly ($P < 0.05$) by 40% and 53% compared to the unfrozen dough.

Similar results were reported by Havet et al. (2000) who observed a decrease in the rupture volume in French frozen dough bread versus freezing conditions; these results were confirmed by Rouille, Le Bail, & Courcoux (2000). The later authors concluded a reverse trend for rupture time by addition of ascorbic acid and α amylase with hemicellulase activity.

The open porosity depends on two main factors: amount of gas produced (gassing power) and power to retain the gas. The open porosity study results suggested that freezing rate had a significant effect on the rheological properties of frozen doughs. The disrup-tions were reflected by reduction in the elasticity of dough. These results were in agreement with the results shown in Fig. 2B.

3.5. Effects of freezing treatment on dough rheology

The ΔS was the difference between the maximum force (A) and the strength after the relaxation (B) (Fig. 2A), the results were grouped in Fig. 2. ANOVA revealed the effect of freezing treatment on dough rheological properties. The difference between the maximum force and power that remained after the relaxation (ΔS) increased by 32% between the unfrozen dough and -40 °C treatment, in agreement with the results of Havet et al. (2000). This result could be explained by a decrease in dough elasticity with the increase of freezing rate (Angioloni, Balestra, Pinnavaia, & Rosa, 2008). However, no significant differences for the maximum strength and the residual force after relaxation were observed between fresh and cryogenic treatment.

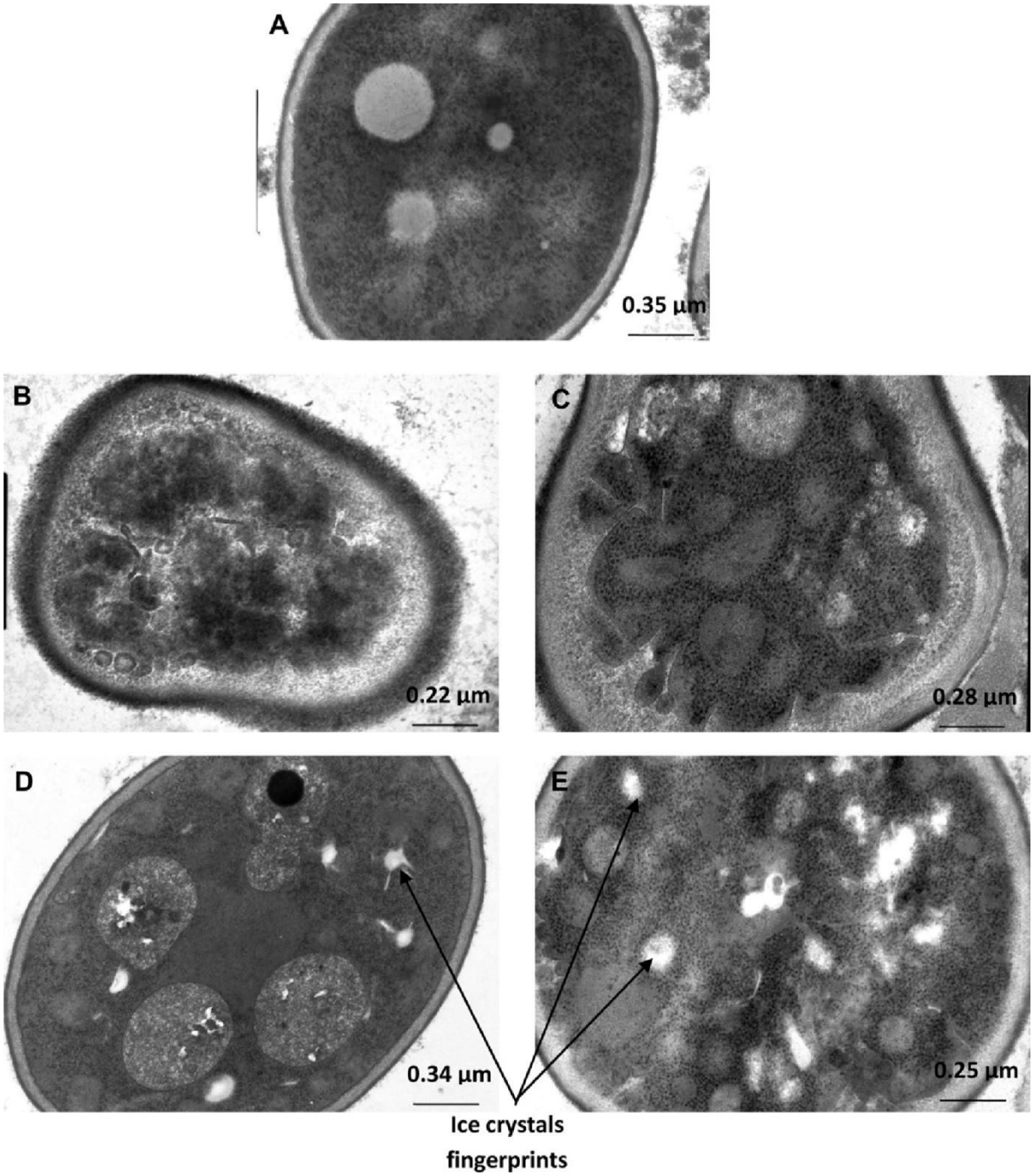


Fig. 4. (A) TEM micrographs of dough: yeast in unfrozen dough. Scale bar 0.35 mm. (B) yeast in dough freezing at -20 °C. Scale bar 0.22 mm; (C) yeast cell freezing at -30 °C. Scale bar 0.28 mm. (D) yeast cell freezing at -40 °C. Scale bar 0.34 mm and (E) yeast cell in dough freezing in liquid nitrogen. Scale bar 0.25 mm.

Cryogenic immersion better preserved the gluten network probably due to the small size of ice crystals formed by rapid freezing rate. These results were confirmed by Meziani et al. (2011).

For other freezing process, the alterations of gluten network were probably due to rupture gluten bonds caused by mechanical action of ice crystals. The integrity of the gluten network depends on location and size of ice crystals that are governed by freezing rate (Mazur, 1970; Phimolsiripol et al., 2008). The disruption of gluten matrix results in a less continuous and more ruptured protein matrix. Ice crystal formation led to starch dehydration and the gluten network became separated from granules reducing strongly the mechanical properties (Angioloni et al., 2008; Havet et al. 2000).

To elucidate the effect of glutathione (GSH) released by lysed yeast during freezingethawing, the glutathione was assayed in different frozen and fresh sweet doughs. The results presented are shown in Fig. 6. The GSH amount significantly increased ($P < 0.05$) with increasing freezing rate. The highest GSH amount was ob-tained at -40 °C followed by liquid nitrogen treatment (9.16 - 0.51 and 7.81 - 0.34) compared to the reference.

Wolt and D'Appolonia (1984) found an increase of dead yeast number and glutathione amount released by yeasts during storage of frozen dough.

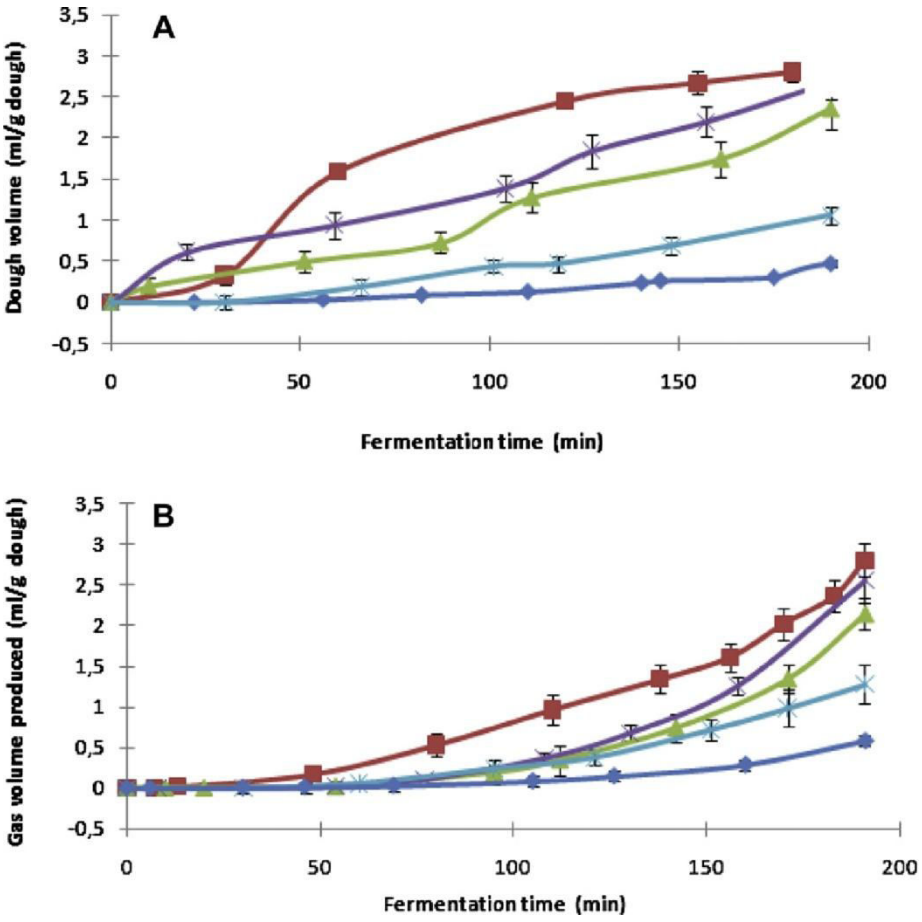


Fig. 5. (A) Dough volume evolution and **(B)** Gas volume evolution according to freezing treatment: ( ) fresh sweet dough, ( ) -20°C, ( ) -30°C, ( ) -40°C and ( ) liquid nitrogen. The results are average of three independent replicates.

Kline and Sugihara (1968) supposed that the decrease in the elasticity of frozen dough could be due to glutathione (GSH) released by lysed yeast, which reduced interchain disulfide bonds of the gluten network.

According to Berland and Launay (1995) to have a significant effect on the rheological properties of frozen sweet dough, the amount of glutathione (GSH) must be between 50 and 150 GSH mg/g dough. In this study, the amount of glutathione released by yeasts during freezing is then insufficient to reduce some disulfide bonds and induce rheological changes in frozen sweet doughs. No significant change in the structure of the dough was observed.

It can be concluded that the rheological changes of gluten network of frozen sweet doughs are mainly due to the ice crystals action formed during freezing.

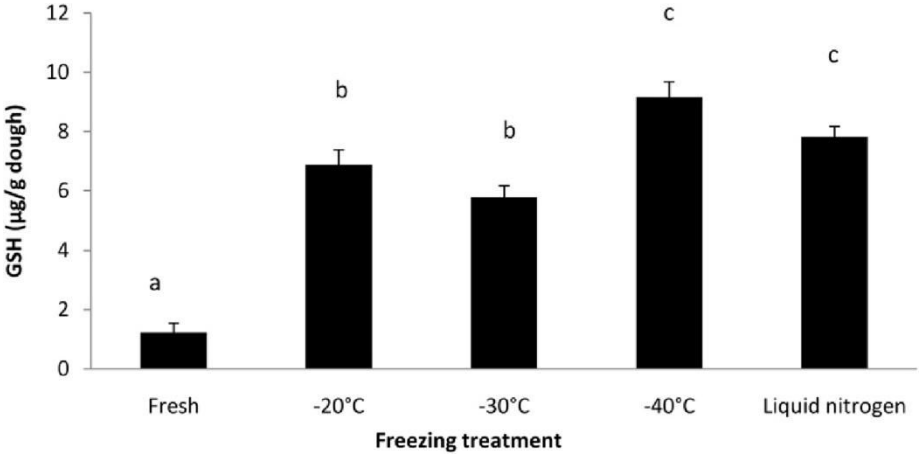


Fig. 6. Effect of freezing rate on glutathione released in sweet dough. Each experiment was carried out in duplicate; each measurement was performed in triplicate each time. Data are presented as mean - standard deviation; a, b: means with different letters indicates significant differences ($P < 0.05$).

ARTICLE IN PRESS

These previous explanations were consistent with the results obtained in the dough open porosity. Volume rupture decrease with an increasing freezing rate explains the degree of damage to the gluten network of the dough.

4. Conclusion

The main objective of this study was to reveal the influence of freezing rate on fermentative activity and rheological properties of frozen sweet dough. It was confirmed in the study that the rapid freezing preserves the integrity of gluten network, thus it contrib-uted to CO_2 retention. In contrast, the yeast population decreased down to 30% of initial population (Cryogenic immersion); this decay was expressed by lower dough volume and long proofing time.

On the other hand, the relatively low freezing rates ensured yeast viability for maintaining gassing power. As shown by dough open porosity results, the rheological properties were affected by the freezing rate. This was expressed by perforation of three-dimensional network during slower freezing rate.

In case, the freezing treatment -20 °C and -30 °C (the lowest freezing rate) had given overall, better results regarding fermen-tative activity and the rheology of the frozen sweet dough. More-over, the gassing power depends on the yeast cells number, the cell activity and the fermentable sugars amount. A strong correlation exists between the lysed yeasts and the glutathione released during freezing treatments. These findings could used for dough stabili-zation at industrial scale.

Acknowledgements

We are very grateful to Coco LM Company (Maison Alsacienne de Biscuiterie) and ANRT French Agency for their financial support. Special thanks to Carole Perroud and Carole Jeandel for their technical support.

References

Abd El-Hady, E. A., El-Samahy, S. K., & Brümmer, J. M. (1999). Effect of oxidants, sodium-stearoyl-2-lactylate and their mixtures on rheological and baking properties of nonprefermented frozen doughs. LWT e Food Science and Tech-nology, 32(7), 446-454.

Angioloni, A., Balestra, F., Pinnavaia, G. G., & Rosa, M. D. (2008). Small and large deformation tests for the evaluation of frozen dough viscoelastic behaviour. Journal of Food Engineering, 87(4), 527-531.

Asghar, A., Anjum, F. M., & Allen, J. C. (2011). Utilization of dairy byproduct proteins, surfactants, and enzymes in Frozen Dough. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 51(4), 374-382.

Asghar, A., Anjum, F. M., Allen, J. C., Daubert, C. R., & Rasool, G. (2009). Effect of modified whey protein concentrates on empirical and fundamental dynamic mechanical properties of frozen dough. Food Hydrocolloids, 23(7), 1687-1692.

Autio, K., & Sinda, E. (1992). Frozen doughs: rheological changes and yeast viability. Cereal Chemistry, 69(4), 409-413.

Beney, L., Martinez de Maranon, I., Marechal, P.-A., & Gervais, P. (2000). Influence of thermal and osmotic stresses on the viability of the yeast Saccharomyces cer-evisiae. International Journal of Food Microbiology, 55(1-3), 275-279.

Berland, S., & Launay, B. (1995). Rheological properties of wheat flour doughs in steady and dynamic shear: effect of water content and some additives. Cereal Chemistry, 72(1), 48-52.

Casey, G. P., & Foy, J. J. (1995). Yeast performance in frozen doughs and strategies for improvement. Frozen and Refrigerated Doughs and Batters, 19e51.

Chen, C. S. (1985). Thermodynamic analysis of the freezing of bread. LWT e Food Science and Technology, 18(3), 192-196.

Chua, K. J., & Chou, S. K. (2009). On the study of the freeze-thaw thermal process of a biological system. Applied Thermal Engineering, 29(17-18), 3696-3709.

Decock, P., & Cappelle, S. (2005). Bread technology and sourdough technology. Trends in Food Science and Technology, 16(1-3), 113-120.

Dubois, D. K., & Blockcolsky, D. (1986). Frozen bread dough, effect of dough mixing and thawing methods. American Institute of Baking, 8(4), 1-7.

Dumont, F., Marechal, P.-A., & Gervais, P. (2003). Influence of cooling rate on Saccharomyces cerevisiae destruction during freezing: unexpected viability at ultra-rapid cooling rates. Cryobiology, 46(1), 33-42.

George, R. M. (1997). Freezing systems. In M. C. Erickson, & Y.°C. Hung (Eds.), Quality in frozen food (pp. 3-9). New York: Chapman & Hall.

Havet, M., Mankai, M., & Le Bail, A. (2000). Influence of the freezing condition on the baking performances of French frozen dough. Journal of Food Engineering, 45(3), 139-145.

Hsu, K. H., Hoseney, R. C., & Seib, P. A. (1979). Frozen dough. II. Effects of freezing and storing conditions on the stability of yeasted doughs. Cereal Chemistry, 56(5), 424e426.

International Institute of Refrigeration. (1986). Recommendations for the processing and handling of frozen foods (3rd ed.). Paris: France. pp. 32e39.

Kenny, S., Wehrle, K., Auty, M., & Arendt, E. K. (2001). Influence of sodium caseinate and whey protein on baking properties and rheology of frozen dough. Cereal Chemistry, 78(4), 458e463.

Kline, L., & Sugihara, T. F. (1968). Factors affecting the stability of frozen bread doughs. I. Prepared by the straight dough method. Baker's Digest, 42(5), 44e50.

Kontogiorgos, V., Goff, H. D., & Kasapis, S. (2007). Effect of aging and ice structuring proteins on the morphology of frozen hydrated gluten networks. Bio-macromolecules, 8(4), 1293e1299.

Le Bail, A. L., Grinand, C., Cleach, S. L., Martinez, S., & Quilin, E. (1999). Influence of storage conditions on frozen French bread dough. Journal of Food Engineering, 39(3), 289e291.

Le Bail, A., Havet, M., & Pasco, M. (1998). Influence of the freezing rate and of storage duration on the gassing power of frozen bread dough. In Hygiene, quality and safety in the cold chain and air conditioning (pp. 181e188). Nantes, France. Paris: International Institute of Refrigeration.

Lewis, K. (2000). Programmed death in bacteria. Microbiology and Molecular Biology Reviews, 64(3), 503e514.

Lorenz, K., & Kulp, K. (1995a). Freezing of doughs for the production of bread and rolls in the US. Cereal Chemistry, 134e153.

Lorenz, K., & Kulp, K. (1995b). Freezing of doughs for the production of breads and rolls in the United States. Frozen and Refrigerated Doughs and Batters, 135e153.

Masovic, S..Jankovic, M. (2002). Quality changes of yeasted dough influenced by different freezing regime. In V. Chrz (Ed.), Cryogenics 2002. The seventh cryo-genics 2002 IIR international conference proceedings, April 23e26 2002, Praha, Czech RepublicIcaris.

Mazur, P., & Schmidt, J. J. (1968). Interactions of cooling velocity, temperature, and warming velocity on the survival of frozen and thawed yeast. Cryobiology, 5(1), 1e17.

Mazur, P. (1970). Cryobiology: the freezing of biological systems. Science, 168(3934), 939-949.

Meryman, H. T. (1974). Freezing injury and its prevention in living cells. Annual Review of Biophysics and Bioengineering, 3(0), 341-363.

Muldrew, K., & McGann, L. E. (1990). Mechanisms of intracellular ice formation. Biophysical Journal, 57(3), 525-532.

Meziani, S., Jasniewski, J., Gaiani, C., Ioannou, I., Muller, J.-M., Ghoul, M., et al. (2011). Effects of freezing treatments on viscoelastic and structural behavior of frozen sweet dough. Journal of Food Engineering, 107(3-4), 358-365.

Neyreneuf, O., & Delpuech, B. (1993). Freezing experiments on yeasted dough slabs. Effects of cryogenic temperatures on the baking performance. Cereal Chemistry, 70(1), 109-111.

Olivera, D. F., & Salvadori, V. O. (2009). Effect of freezing rate in textural and rheological characteristics of frozen cooked organic pasta. Journal of Food Engineering, 90(2), 271-276.

Peighambardoust, S. H., Fallah, E., Hamer, R. J., & van der Goot, A. J. (2010). Aeration of bread dough influenced by different way of processing. Journal of Cereal Science, 51(1), 89-95.

Phimolsiripol, Y., Siripatrawan, U., Tulyathan, V., & Cleland, D. J. (2008). Effect of cold pre-treatment duration before freezing on frozen bread dough quality. Inter-national Journal of Food Science and Technology, 43(10), 1759-1762.

Ribotta, P. D., Leon, A. E., & Anon, M. C. (2003). Effects of yeast freezing in frozen dough. Cereal Chemistry, 80(4), 454-458.

Richie, J. P., Jr., Abraham, P., & Leutzinger, Y. (1996). Long-term stability of blood glutathione and cysteine in humans. Clinical Chemistry, 42(7), 1100-1105.

Rouille, J., Le Bail, A., & Courcoux, P. (2000). Influence of formulation and mixing conditions on breadmaking qualities of French frozen dough. Journal of Food Engineering, 43(4), 197-203.

Wolt, M. J., & D'Appolonia, B. L. (1984). Factors involved in the stability of frozen dough. II. The effects of yeast type, flour type, and dough additives on frozen-dough stability. Cereal Chemistry, 61(3), 213-221.

Yi, J., & Kerr, W. L. (2009). Combined effects of freezing rate, storage temperature and time on breaddough and baking properties. LWT Food Science and Technology, 42(9), 1474-1483.

Please cite this article in press as: Meziani, S., et al., Effects of freezing treatments on the fermentative activity and gluten network integrity of sweet dough, LWT - Food Science and Technology (2011), doi:10.1016/j.lwt.2011.10.017

Article 2

Journal of Food Engineering, 107, 358-365 (2011)

Journal of Food Engineering 107 (2011) 358–365

Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Food Engineering

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

Effects of freezing treatments on viscoelastic and structural behavior of frozen sweet dough

Smail Meziani [a,b*], Jordane Jasniewski [a], Claire Gaiani [a], Irina Ioannou [a], Jean-Marc Muller [b], Mohamed Ghoul [a], Stéphane Desobry [a,*]

[a] Nancy Université, ENSAIA–INPL, Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules (LIBio), 2 avenue de la Forêt de Haye, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France [b] COCO LM Company (Maison Alsacienne de Biscuiterie), 7 rue Emile Schwoerer, 68000 Colmar, France

Article info

Article history:
Received 30 March 2011
Received in revised form 29 June 2011
Accepted 4 July 2011
Available online 13 July 2011

Keywords:
Frozen sweet dough
Freezing rate
Freezing temperature
ATR FTIR
Starch
Amide III
Rheologic properties

abstract

Fresh and frozen (-20 °C, -30 °C, -40 °C and immersion in liquid nitrogen) sweet doughs were evaluated for structural and rheologic properties explored by different and complementary methods: Fourier transform infrared (FTIR), rheologic measurements and differential scanning calorimetry (DSC).
The results revealed the effect of low freezing rates on the frozen sweet dough rheologic properties,resulting in elasticity reduction of 8.6% and 12% for freezing at -30 °C and -40 °C, respectively. This can be attributed to dehydration of the dough network, and the starch retrogradation phenomenon.
FTIR results revealed the protein aggregation of dough frozen slowly that is manifested by a decrease in the amount of α-helix connected to the increased content of β-sheet fraction extended.
This present study also showed that freezing rate is not the only parameter responsible for rheologic changes that occur during freezing. External freezing temperature could be explain the changes taking place at slow freezing rates.

© 2011 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The bakery market is in constant evolution and must be able to adapt quickly. The bakery and pastry industry need flexibility and ability to produce many different products (Olivera and Salvadori, 2009). In addition, consumer's requests become more and more specific. For example, demands increase for freshly baked, healthy, ethnic and safe products. To this end, freezing allows manufacturers to develop products to face their requests more likely.

The use frozen dough in the bakery industry permits the baker to reduce night work and reduce logistic constraints. In addition, using frozen dough facilitates the centralization of dough production and extends the distribution area. The frozen processes give a longer shelf life and preserve freshness; this parameter is greatly depen-dent on an adequate control of freezing rate and thawing (Angioloni et al., 2008). This is some reasons why frozen doughs are now well widespread in the bakery and pastry market.

Frozen dough is obtained by adapting mechanized processes usually developed by international companies, which reduce production costs. Moreover, manufacturers can provide standard products at any time (Rosell and Gomez, 2007).

Different freezing treatments are currently used in bakery as freezing by contact, air blast and cryogenic methods.

The key technologies of frozen bakery products depend on the time of the freezing step in manufacturing process: unfermented frozen doughs prefermented frozen doughs and baked or partially frozen products (Lorenz and Kulp, 1995).

The unfermented frozen dough allows baking on sale point (hot point) and does not require staff competences, provides fresh products, with excellent organoleptic and textural properties. However, frozen dough is often exposed to a decrease of specific volume. This phenomenon is responsible of an increase proofing time compared to fresh dough products during freezing and long frozen storage (Anon et al., 2004).

Different causes have been given to explain this proofing delay. First, the viability and fermentative capacity of yeast could be deteriorated during freezing process. Indeed, yeast lysis occurs during freezing treatment and a loss of the gluten network integrity cause a lower capacity to retain carbon dioxide during proofing.

The quality of the bakery product made from frozen dough is largely influenced by dough formulation (Rouille et al., 2000) as well as by processing parameters such as dough mixing time, freezing rate, frozen storage temperature, storage duration, and thawing rate (Bail et al., 1996). The freezing rate plays an important role in the final quality of frozen product, two opposite effects are observed. A high freezing rate allows the formation of ice micro crystals, which do not affect the integrity of the three-dimensional gluten

* Corresponding authors. Tel.: +33 3 83 59 58 70; fax: +33 3 83 59 57 72. E-mail addresses: smail.meziani@ensaia.inpl-nancy.fr (S. Meziani), stephane.desobry@ensaia.inpl-nancy.fr (S. Desobry).

network. This remains the most important parameter which re-duces physical damage (disturbance and dehydration of gluten net-work) induced by freezing, ultimately to the extent that the starch granules appear to be associated with the network gluten (Angiolo- ni et al., 2008). Nonetheless, rapid freezing might fatally compro-mise the yeast activity. A compromise of freezing rate is needed to freeze the dough, slowly enough to maximize yeast activity but fastly enough to limit dough weakening.

On other hand, during freezing the death yeast release reducing agents (glutathione) in dough have been which reduces disulfide cross the gluten network (Collins and Haley, 1992).

In the scientific literature, the adverse rheologic effects could be reduced by using different ingredients such as very strong flours (Inoue and Bushuk, 1992), the gluten (Wang and Ponte, 1995) or by the use of additives such as sodium or ca°Cium stearoyllactilate (SSL and CSL) or the diacetyl-tartrate ester of monoglyceride (DATEM) (Nemeth et al., 1996).

Several authors revealed the effect of freezing on dough rheol-ogy. Although the majority of previous works concerned bread dough produced from a basic recipe. Manufacturing sweet bakery products from frozen dough adds more challenges than those of an unsweetened frozen dough. To better understand the action mechanisms of freezing rate on the sweet dough rheologic proper-ties, various investigation methods were used in this study. Up to now, only Esselink et al. (2003) studied the long-term storage ef-fect of frozen dough using spectroscopy and microscopy analysis. According to the literature, no study focalized on the freezing rate effect on the rheologic properties of sweet dough gluten network (with complex recipe) using ATR Fourier transform infrared (FTIR). Van Velzen et al. (2003) used ATR FTIR spectroscopy to characterize the surface sticky dough. The characterization allows us to understand the distribution of protein, starch, water and fat during kneading.

A singularity of this study is limited the complexity of the sweet dough recipe with 20% sugar and 30% butter; these ingredients with milk contribute to cryoprotection.

In order to give direct answers to the industry, variable freezing treatments on sweet dough were compared to definite the process the less destructuring. The different freezing treatments were fixed at -20 °C, -30 °C, -40 °C and liquid nitrogen on sweet dough. For this purpose, rheologic and structural characteristics of frozen sweet dough were studied by means of different instrumental analysis: dynamic mechanical analysis (DMA), differential scanning calorimetry (DSC) and ATR FTIR spectroscopy. The results of different freezing treatments were compared to a fresh dough value. Finally, the best freezing treatment preserving the fresh dough properties was determined.

2. Materials and methods

2.1. Dough preparation

Sweet dough was manufactured using the formulation and ingre-dients from Coco LM Company (Colmar, France). The dough recipe comprised: 100 g flour (14.2% moisture content, 13.0% protein content and 0.5% ash), UHT semi-skimmed milk 50 g, eggs 13 g, sugar 20 g, salt 2 g, butter 30 g and compressed yeast (Saccharomy°Ces cerevisiae, Fala) 2 g. Dough components were stored at +4 °C.

All ingredients were mixed in a bread machine (Moulinex OW 5000, France) with double propellers. Two steps were followed. The ingredients were mixed during 10 min at a low-speed (40 rpm), and then butter was added at a high-speed (80 rpm) during 10 min.

The dough portion (200 g) was put in a plastic tube (Sigwald SA, France); the polypropylene had a thickness of 100 Im, 48 mm in diameter and 15 cm in length. Ten rolls of dough were obtained from each freezing treatment. Dough temperature was 23 ± 2 °C at the end of mixing. The reference (fresh dough) was analyzed, be-fore each treatment.

2.2. Freezing treatments

Two types of freezing processes were used to treat the dough: air-blast freezer and cryogenic immersion. The dough cylinder was fitted with thermocouples placed at different radial locations. The K type thermocouples (0.1 mm diameter, OMEGA-USA) were calibrated using a thermometer ±0.1 °C. For each freezing process, three replicates were used.

2.2.1. Air-blast freezer cabinet

The freezing was done in a pilot-freezer (CRN 504 SP Didatec Technology, France). The pilot-freezer was adjusted to give three different air blast temperatures -20 °C, -30 °C, -40 °C. The dough was removed from the pilot-freezer when the cylinder cen-ter temperature reached -20 °C.

2.2.2. Cryogenic immersion

Dough was immersed into liquid nitrogen, until the core temper-ature reached -20 °C. Temperature in cryogenic process was moni-tored by a K type thermocouples (300 Im diameter Ahlborn France) connected to a data logger (model Almemo 2290-8 V5 AMR).

The use of cryogenic immersion is an effective way to obtain ra-pid freezing rates. On contrary, air freezer cabinet lead to slow freezing rates. The latter depending on air speed and temperatures.

The freezing rate (Fr) expressed in °C/min was determined according to Eq. (1), based on the definition the International Insti-tute of Refrigeration (1986):

$$\mathrm{Fr} = \frac{(\mathrm{T2} - \mathrm{T1})}{(\mathrm{t2} - \mathrm{t1})} \qquad (1)$$

where T1 is the initial freezing temperature (-7.5 °C) correspond to initial freezing point, T2 is the final freezing point (-20 °C) and (t2 - t1) is the elapsed time between the beginning and the end of freezing. The choice of T1 and T2 strongly influences the value the freezing rate (Le Bail et al., 1999). Firstly, the initial freezing point of frozen sweet doughs in all cases was -7.5 °C. This temper-ature is taken as the initial freezing time for ca°Culate the freezing rate according to Le Bail et al. (1996) and Olivera and Salvadori (2009).

The beginning criterion (T1) equal to the initial freezing temper-ature appears to be preferable before the initiation of ice nucle-ation is not supposed to be influent on the size and the number of ice crystals (Le Bail et al., 1996).

In present work, the freezing rates in dough cylinder center are estimated at: 0.083 °C /min, 0.233 °C /min, 0.303 °C /min and 7.3 °C / min, respectively, for -20 °C, -30 °C, -40 °C and cryogenic immer-sion (fast freezing rate).

2.3. Thawing and preparation of dough for analysis

To cut of the rolls of dough in slices, the thawing is carried out in two steps according to method previously described (Havet et al., 2000). First, it was carried out in cold chamber (Sanyo MIR-253) with controlled temperature until the core of sample was reached -4 °C. As the dough texture was similar to butter at -4 °C, dough was cut in slices of 25 mm thickness and extremities of the dough rolls were rejected. Thawing was continued for 2 h at +4 °C.

2.4. Infrared measurement and date manipulation

FTIR scans were obtained with a Tensor 27 mid-FTIR Bruker spectrometer (Bruker, Karlsruhe, Germany) equipped with an ATR cell

(Total Attenuated Reflection mode) and a DTGS detector. Scanning rate was 10 kHz and 256 scans were used for reference and samples between 4000 cm^{-1} and 850 cm^{-1}. The nominal instrument resolution was 4 cm^{-1}. References were recorded on air. Then, the dough was put on the ZnSe crystal of the optical cell. The ATR equipment was purged with dry air for the duration of the measurements. Six replicates were done for each dough.

All treatments were carried out using OPUS software (Bruker, Karlsruhe, Germany). Raw absorbance spectra were smoothed using a nine-points Savitsky-Golay smoothing function. Spectra were cut between 1200 cm^{-1} and 1350 cm^{-1} for analyzing the amide III band. Elastic baseline correction using 200 points was then applied to spectra. Then, spectra were centered and normalized using OPUS software. Second derivative spectra were ca°Culated on centered and normalized data with an additional nine-points Savitsky-Golay smoothing function. These second derivative spectra were used only for identifying individual peak positions as already described (Farrell et al., 2001).

Finally, the treated spectra were deconvoluted by a non-linear regression curve fitting program of Gaussian peaks to the original spectra (Opus Software). Integrated areas of each peak were ca°Culated and related to secondary structural features (α-helix, β-sheet, β-turn, random coil). This deconvolution allowed the determination of the fraction of the various secondary elements in the protein under different freezing treatment.

2.5. Freezing point depression

The physicochemical and structural dough changes depending on the freezing rate were investigated, by freezing-point depression. Relations between freezing-point depression and physicochemical variations during a hydrolysis or retrogradation of dough compo-nents (starch) were investigated. The freezing point determination was carried with a cryoscope (Model 4250 Cryoscope, USA) with 2 ml of dough solution (1 g dough/19 ml distilled water). The cryo-scope was calibrated with distilled water and a calibration standard at -0.512 °C.

Freezing point measurements were carried out on five repli°Cates of fresh and frozen doughs for each type of freezing.

2.6. Rheologic measurements

The small deformation oscillatory shear properties of the dough samples were carried with a Kinexus rheometer (Malvern, England). Parallel plate geometry of 20 mm in diameter (PU 20 SC0047SS) and 2 mm gap was employed throughout. Silicone oil was added around the plate edges to prevent sample dehydration. To avoid the fermen-tation effect, all rheologic assessments were achieved at 8 ± 0.5 °C. A frequency sweep test was conducted to identify the linear viscoelas-tic region and a target 1 Hz, which was within this linear region, was chosen for measurements. A frequency sweep test (0.1–100 Hz) was used to study the dough rheologic variations. Each test was carried out on four samples of fresh and frozen doughs for each type of freez-ing. The elastic modulus (G'), the viscous modulus (G'') and tan δ (G''/ G') were determined as function frequency in the linear viscoelastic region. In this region, rheologic properties do not depend on the frequency.

2.7. T_g measurement

T_g was measured with Netzcsh DSC 204 F1 Phoenix-, Germany) by differential scanning calorimetry (DSC). The samples were fast cooled from 20 °C to -60 °C, held at this temperature for 5 min and heated at 2 °C/min from -60 °C to 30 °C. Dry nitrogen gas flow of 20 ml/min was used to minimize water condensation in the mea-suring cell.

2.8. Statistical analysis

Statistical analyses of variance (ANOVA) were processed with Excel software (Microsoft corporation version 2007). All tests were executed at 95% significance level to find out if the effects of differ-ent freezing treatments on the rheologic properties of sweet dough were significantly different.

3. Results and discussion

Sweet dough cylinder (5 cm diameter) were frozen in the cham-ber under four temperatures conditions (air at -20 °C, -30 °C and -40 °C and liquid nitrogen at -196 °C). Temperature probes were inserted at different positions in the dough (Fig. 1); freezing rates were measured at different distances from dough cylinder surface for each freezing treatment. A linear regression was applied be-tween the surface freezing rate and central position for each freez-ing treatment. As shown by the coefficients R^2 (between 0.93 and 0.97), a good correlation exists between the radius position and the freezing kinetic and the freezing rate decreased linearly from the surface to the dough core.

As previously showed in the literature, the freezing rate deter-mines the type, size and distribution of ice crystals formation dur-ing freezing. A slow freezing rate promotes the large ice crystals formation inducing the dehydration of dough matrix. However, a rapid freezing prevents the water migration and promotes numer-ous small ice crystals. As the freezing rate lightly varies during according to the position in the sweet dough cylinder, ice crystals could slightly vary between the surface and the center of the dough cylinder. These data showed if the effect of cylinder position influ-ence lightly freezing kinetic of air blast freezing, a strong effect exist for liquid nitrogen immersion due to the limiting effect of dough thermal conductivity. This confirms that freezing rates ca°Culated at the dough core do not give complete information to describe the phenomena occurring throughout the all radius dough.

In this work, the linear evolution of freezing rate vs radius was used to compare the different freezing treatments, three groups have been distinguished: freezing at -20 °C and cryogenic immersion represents the two extremes with 0.002 °C min^{-1} cm^{-1} and 9.984 °C min^{-1} cm^{-1}, respectively and the average behavior -30 °C and -40 °C with 0.025 °C min^{-1} cm^{-1} and 0.041 °C min^{-1} cm^{-1}.

3.1. Effects of freezing treatment on rheologic properties of dough

Due to the sensitivity of gluten network rheologic properties to temperature, freezing condition influence dough textural proper-ties (Gélinas et al., 2004). Fig. 2 presents an example of rheologic modulus changes vs frequency for fresh dough. This determination was done for each dough sample after freezing and reheating 8 °C. This temperature allows having a good representation of dough rheologic properties without yields growing.

Dynamic rheologic measurements were expressed as the elastic modulus (G') and viscous modulus (G'') and tan d (G''/G') at 1 Hz fre-quency (Table 1). The moduli G' and G'' describe the character solid/ elastic and the viscous/liquid state of the sample, respectively. Tan d indicates the dominant character. At 8 °C the values of elastic mod-ulus (G') are largely superior to viscous modulus values (G'') for all doughs, indicating that the doughs were more elastic than viscous.

Results also suggest that G', G'' and tan d of frozen dough at 1 Hz frequency were affected by different freezing treatments except nitrogen liquid treatment. This behavior could be due to gluten network weakening produced by freezing treatment (Angioloni et al., 2008).

The sweet dough frozen at -20 °C showed elastic and viscous moduli (G' = 50,485 Pa and G'' = 28,940 Pa), slightly above those of

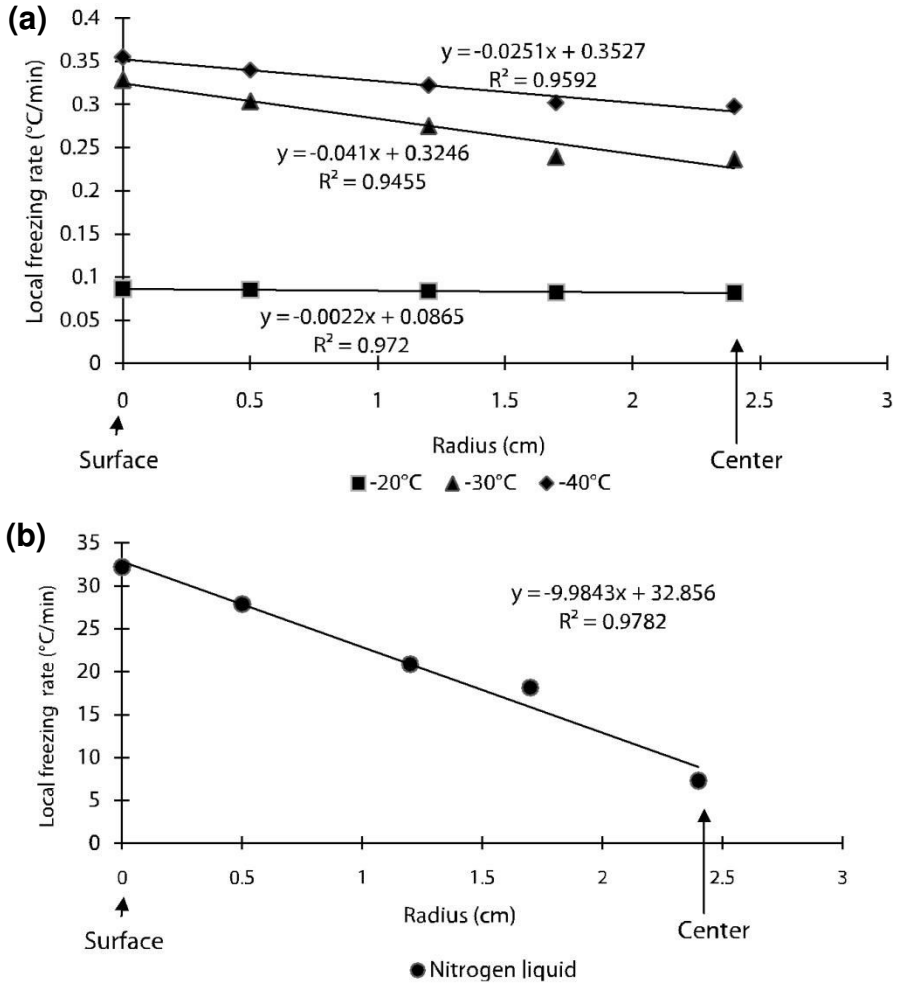


Fig. 1. Local freezing rate according to the radial position in 5 cm-diameter cylindrical sweet dough different freezing temperatures: (a) air-blast freezing (■) -20 °C, (▲) -30 °C, (♦) -40 °C and (●) cryogenic immersion (d).

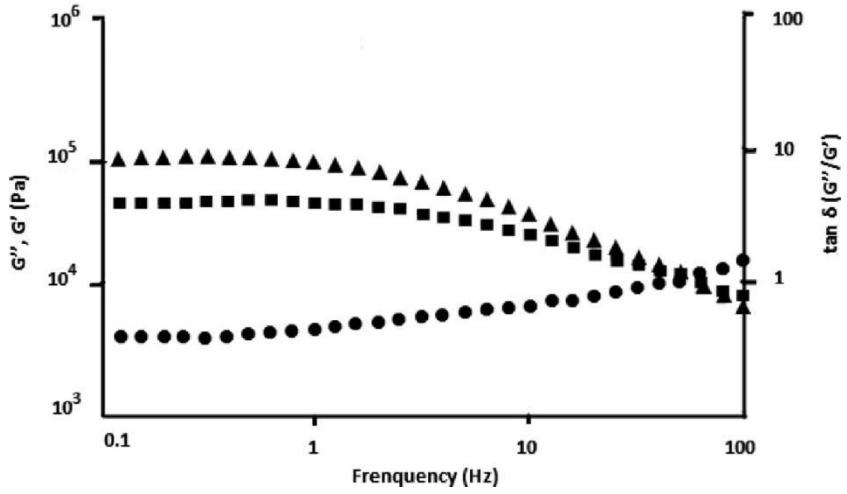


Fig. 2. Representative frequency sweep measurement of storage modulus (G', ▲), loss modulus (G'', ■) and tan δ (G''/G', δ,●) for fresh sweet dough at 1 Hz.

unfrozen sweet dough (G' = 48,475 Pa and G'' = 28,235 Pa) at the same frequency. Elastic modulus values (G') for air blast freezing treatment at -30 °C and -40 °C increased significantly ($P < 0.05$) respectively by 14% and 23%, compared to fresh dough. The same trends were observed for viscous modulus G''. The increase of rheologic parameters (G' and G'') for slow freezing processes (air blast freezing treatment) indicates an increase in dough rigidity.

These results could be explained by the gluten network disrup-tion of frozen sweet dough caused by ice crystallization and the water redistribution provoked by a modification in the water

Table 1
Effect of freezing treatment on the rheologic parameters (G', G" and tan δ) of sweet dough at 1 Hz.

	Elastic modulus G' (Pa)		Viscous modulus G" (Pa)		Tan δ (G"/G')	
	Average	SD	Average	SD	Average	SD
Fresh	48475[a]	6146	28235[a]	1124	0.58[a]	0.02
-20 °C	50485[a]	6356	28940[a]	1569	0.57[a]	0.11
-30 °C	55415[b]	6908	29620[b]	2347	0.53[b]	0.17
-40 °C	59765[b]	6403	30185[b]	1777	0.51[b]	0.01
Liquid nitrogen	47765[a]	6583	27265[a]	1569	0.60[a]	0.05

Within column, within each sample, values with the same following letter do not differ significantly from each other (P 6 0.05).

binding capacity of dough components (Havet et al., 2000). Indeed, dough weakening during freezing has been attributed to the reduc-tion of gluten by reducing substances, glutathione, released from dead yeast cells (Collins and Haley, 1992). Freezing causes a rise in osmotic pressure of the external medium and rapidly frozen, causing the water efflux from the matrix. The ice formation com-presses the network, thereby altering the dough components dis-tribution (starch, yeast). Rheologic changes of dough occurred during slow freezing can be explained by the large size crystals for-mation and the mechanical action of ice crystals, while the rapid freezing rate led to small ice crystals growth without consequences on the dough (Angioloni et al., 2008). Here, cryogenic immersion treatment preserves the gluten network properties (no G' and G" changes). High freezing rate has also been shown to result in lower starch retrogradation than slow freezing. The rapid freezing advan-tages can be attributed to the prevention of starch retrogradation nuclei formation due to the fast transition through the rubbery state during which both nucleation and propagation occur (Ferrero et al., 1994).

In this study, the sweet dough formulation is composed of 30% butter do not prevent ice crystals formation in sweet dough. How-ever, a decrease in tan d versus control signifies that slow freezing (air blast freezing treatments) increased the solid behavior more than the elastic one. Lipids also contribute to viscoelastic behavior considering that lipid globules may act as network filling. Indeed, amylose–lipid and lipid–granule interactions can help strengthen the network (Navarro et al., 1997). On the other hand, the freezing and thawing treatment promote a reduction in the dough resistance.

3.2. Effect of freezing treatment on protein denaturation

During freezing, temperature, pH, and high ionic strength influ-ence dehydration, protein denaturation and aggregates formation due to competition with existing electrostatic bonds, lipid oxida-tion, enzymatic reaction, surface tension and physical effects of ice (Wagner and Anon, 1986). The temperature interval of -2 °C and -10 °C is critical for many proteins. Protein integrity is af-fected by freezing rate. In general, high freezing rates do not allow water diffusion in the dough network, local smaller ice crystals are formed and cause less damage. The ice crystals damage may be direct (mechanical) and consequent (water distribution).

The secondary structure of dough gluten network was studied using Fourier transform infrared spectroscopy (Fig. 3). The distinc-tive absorption bands of the main components were shown in infrared spectrum of the sweet dough (Fig. 3a). Different zones were identified: water (3350 cm^{-1}); fat (2958 cm^{-1}); Amide I (1650 cm^{-1}); Amide II (1546 cm^{-1}) and Amide III (1245 cm^{-1}).

Although most of the literature studies investigated the amide I band for its strong signal, interferences with the water vibration band

limit its exploitation (Cai and Singh, 1999). To elude the water interactions on secondary structure determination, we exploited the amide III band in FTIR spectrum. The amide III band deconvolution was shown in Fig. 3b. The various peaks and their frequencies correspond to: α-helix (1330–1295 cm^{-1}), β-turn (from 1295 cm^{-1} to 1270 cm^{-1}) and random coil (1270–1250 cm^{-1}) and β-sheet (1250 – \1220 cm^{-1}) (Cai and Singh, 1999). The quantitative estimation of each shoulder areas have been grouped in Table 2. These results suggest that gluten proteins mainly contained β-sheet fractions (around 70%). Notable differences were observed when the dough proteins were frozen compared with fresh dough. The comparison of the amide III band secondary structures of frozen and fresh dough revealed a decrease in α-helix content according to freezing rate. The sweet dough frozen at air blast freezing treatments showed a slight increase in b-sheet fraction by 4%, 1% and 1%, respectively, for -20 °C, -30 °C and -40 °C compared with those of unfrozen and cryogenic immersion.

These results suggest that b-sheet and a-helix are sensitive to freezing; the b-sheets were partially unfolding under freezing rate effect. This can be interpreted as the formation of a range of new b-sheet together with a shift to less strongly hydrogen-bonded structures (Georget et al., 2006). On the other hand, the results showed that other structures were less sensitive to freezing; it would be probably due to formation of new proteins bonds with other components (Cai and Singh, 1999). The secondary structures change indicates proteins aggregation. This observation is consis-tent with the results from thermal denaturation of globular proteins studied by Georget et al. (2006).

Slow freezing could denature the protein by generation of chemical effects such as concentration of chemicals in liquid phase, increased acidity and lowering pH (Pikal°Cleland et al., 2000). Freezing process caused yeast lyses and the release of reducing substances as glutathione reduced interchain disulfide bonds of the gluten network thus leading to dough weakening (Collins and Haley, 1992). Changes in the protein structure could be as-signed to the reducing agents like glutathione. The slow freezing (air blast freezing) promoted a decrease in the a-helix fraction cor-related with increased content of extended b-sheet amount. This revealed the sensitivity of β-sheet and α-helix to freezing. This change could be regarded as a sign of protein aggregation.

Various studies have shown freezing effect on proteins denatur-ation. During freezing, water diffuses and migrates to form ice crys-tals, resulting in the interruption of the organized hydrogen bonding system that stabilizes the protein structure, therefore hydrophobic and hydrophilic regions of proteins are exposed to a new environment. New intermolecular cross-links can appear within the protein molecule or between two neighboring molecules (Santos-Yap, 1996). This study confirmed that rapid freezing (liquid nitrogen) better preserves the secondary structure of gluten proteins.

3.3. Effect of freezing treatment on starch retrogradation

FTIR spectroscopy is a technique also used to study the conforma-tional changes of starch. The spectral region of 800–1200 cm^{-1} was used to investigate the changes in starch structure of frozen dough (Fig. 3c). The amplitudes of absorbance for each spectrum at 1047 cm^{-1} and 1022 cm^{-1} are characteristic of the crystalline and amorphous zones of the starch, respectively (Hernández-Uribe et al., 2010). The intensity ratio of 1047/1022 cm^{-1} was used as an indicator to follow the ordering of starch components according to freezing rate (Table 2). -30 °C and -40 °C freezing increased the crystallinity degree of dough starch; however, a low ratio informs on the amorphous starch content (Lopez-Rubio et al., 2008). The IR spectra of frozen dough at -30 °C and -40 °C appeared to be different at 1022 cm^{-1} frequency compared with fresh dough spectrum (Fig. 3c). An increase in values of the ratio 1047/1022 cm^{-1} was may be due to starch retrogradation reducing the amorphous mate-rial with an increase in crystallinity (Hernández-Uribe et al., 2010).

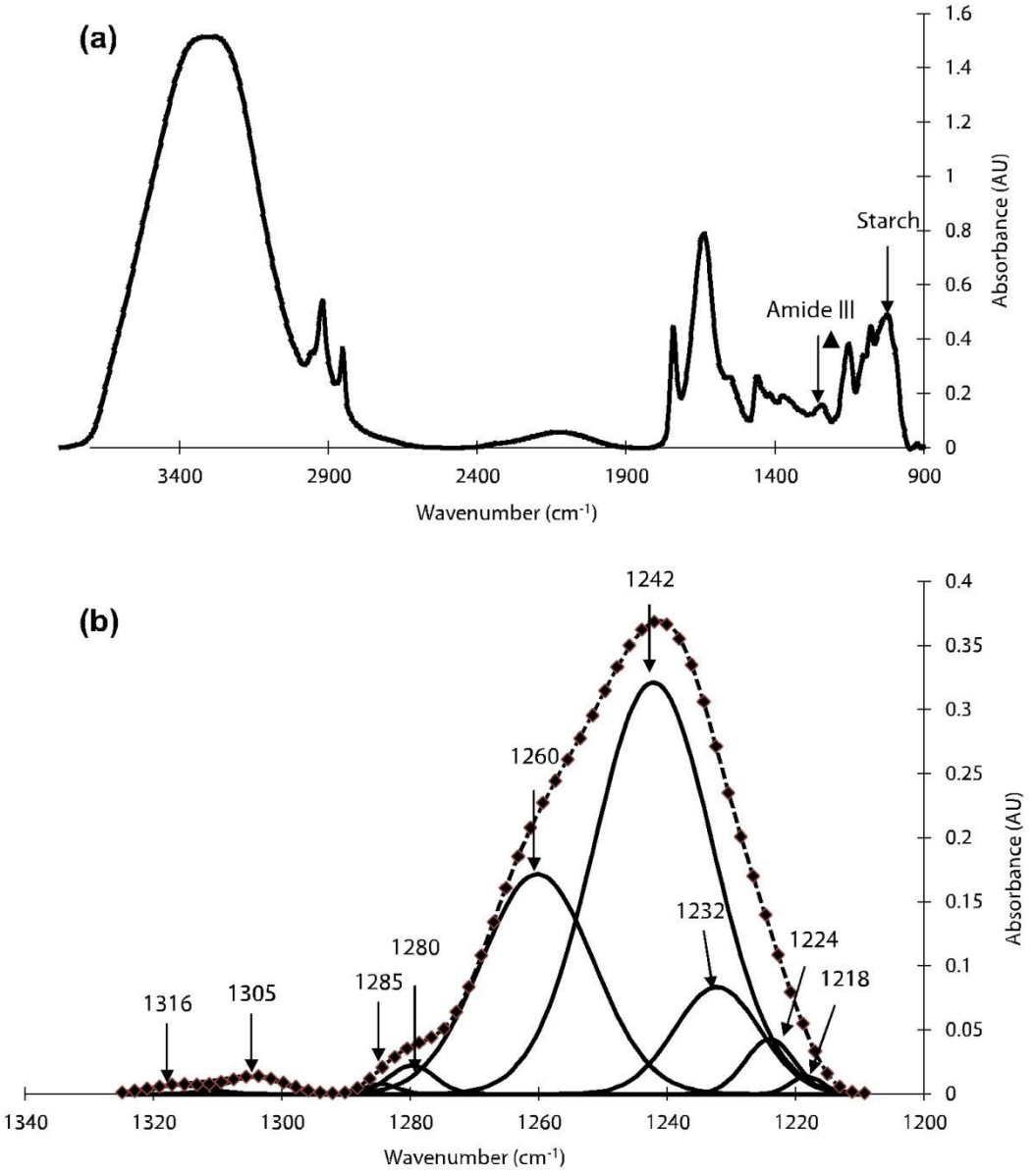


Fig. 3. (a) Absorbance Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) spectrum of the 3500–850 cm^{-1} region of the fresh sweet dough (unfrozen dough). The amide III (1210– 1300 cm^{-1}) and starch regions of the spectra (945–1195 cm^{-1}) have been identified. (b) Deconvoluted infrared amide III band of fresh sweet dough. Curve fitting was applied to resolve infrared bands at 1330–1295 cm^{-1} (α-helix), 1295–1270 cm^{-1} (β-turns) and 1270–1250 cm^{-1} (random coil) and 1250–1220 cm^{-1} (β-sheet). (c) Fourier transformed infrared spectra of the 1195–945 cm^{-1} corresponding starch region of fresh sweet dough according to the freezing treatment, fresh (------), -20 °C (--------), -30 °C (---------),-40 °C (---------) and liquid nitrogen (---------).

No significant difference ($P > 0.05$) was found between treat-ments at -20 °C and liquid nitrogen. This ratio increased significantly ($P < 0.05$) for dough frozen at -30 °C and -40 °C with 0.93 and 0.94, respectively and reflects starch retrogradation in response to freezing treatments.

Indeed, various studies revealed the effect of freezing tempera-ture above the glass transition temperature accelerated the starch retrogradation, therefore increasing the frozen dough hardness (Charoenrein and Preechathammawong, 2010). In this study, the glass transition temperature (T_g) of dough was -37 °C. The results of freezing point depression (Fig. 4), showing a trend of starch retro-gradation for -40 °C treatment when compared with the unfrozen sweet dough and other freezing treatments. Air blast treatment below T_g reduced the freezing point depression showing lower water/dough components interactions. The phenomenon of starch retrogradation, indicating the water expulsion (syneresis), is even faster at low temperature, which complicates their use in the frozen products manufacturing.

In order to explain the above-mentioned results, numerous works have shown on the effect of freezing rate on the starch retrogradation (syneresis) starch-based products (Satmalee and Charoenrein, 2009). In addition, the large ice crystals formed during slow freezing distort the system structure and contribute to the starch retrogradation process. Slow freezing would allow amylose molecules to align and release the trapped water, favoring retrogradation of starch (Navarro et al., 1997). Low temperature such as -40 °C can lead to phase transitions. Charoenrein et al. (2008) used water release to measure water syneresis of frozen rice starch gel. In this present study, freezing point determination was used as an indicator of the starch retrogradation degree.

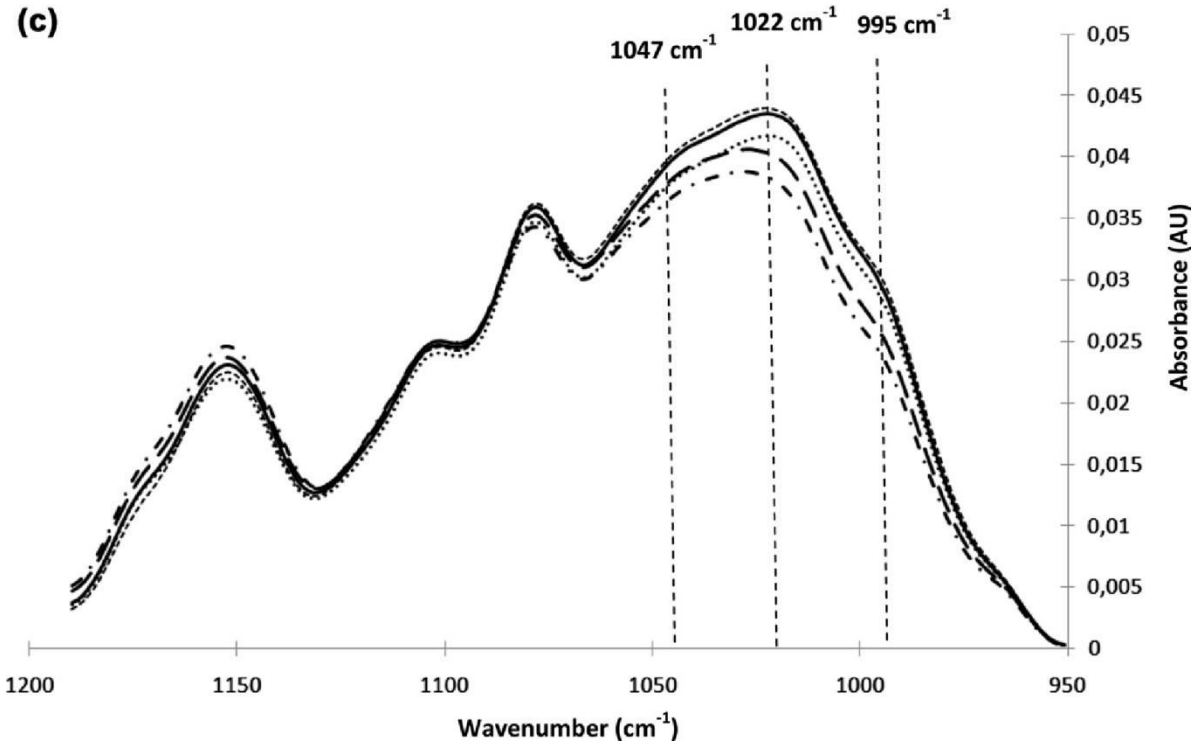


Fig. 3 (continued)

Table 2

Conformational changes in the secondary structures of amide III band and starch band intensity ratio for different freezing treatment. Secondary structures fractions determined (Cai and Singh, 1999) at: 1330–1295 cm^{-1} (α-helix), 1295–1270 cm^{-1} (β-turn), 1270–1250 cm^{-1} (random coil) and 1250–1220 cm^{-1} (β-sheet).

	Secondary structures (%)				Crystal/amorphous starch ratio
	α-helix	β-sheet	β-turn	Random coil	1047/1022 [a] (cm^{-1})
Fresh	2.39 ± 0.66	66.65 ± 1.73	2.30 ± 0.54	27.84 ± 0.82	0.898 ± 0.016
-20 °C	2.13 ± 0.91	69.19 ± 1.11	1.81 ± 0.46	26.39 ± 1.19	0.898 ± 0.008
-30 °C	1.65 ± 0.29	67.10 ± 0.55	1.95 ± 0.11	28.56 ± 0.62	0.935 ± 0.003
-40 °C	2.35 ± 0.60	67.27 ± 1.21	2.15 ± 0.17	27.48 ± 1.63	0.944 ± 0.011
Liquid nitrogen	2.25 ± 0.39	66.43 ± 0.42	2.18 ± 0.52	28.45 ± 0.57	0.896 ± 0.012

[a] Intensity ratios of bands representative for crystallinity (1047/1022).

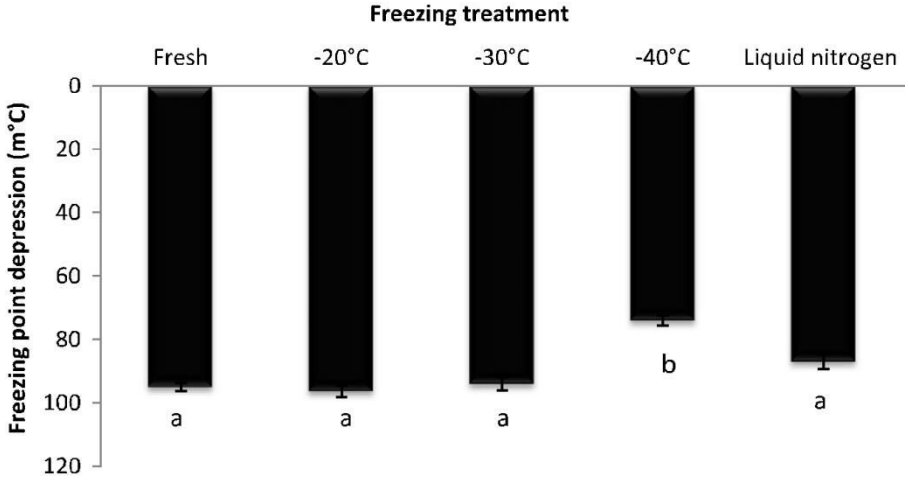


Fig. 4. Effect of freezing rate on sweet dough freezing point depression. Data have been presented as mean ± standard deviation; a, b: means with different letters indicates significant differences ($P < 0.05$) among freezing treatment.

4. Conclusion

Rheologic and structural methods can be used in order to evalu-ate the influence of freezing rate on frozen sweet dough rheologic properties. The overall results confirmed that the freezing rate had a significant effect on the sweet dough's viscoelastic and struc-tural parameters.Linear regression showed that a linear correlation exists between local freezing rate and radial position for each freez-ing treatment.

Air blast freezing increased significantly the elastic modulus val-ues (G') and decreased the tan d compared with fresh dough, this was due to starch retrogradation as shown by Fourier transform infrared spectroscopy. On the other hand, slow freezing causes pro-tein aggregation manifested by a decrease in the amount of a-helix correlated with increased content of extended b-sheet fraction.

In general, the rheologic changes in frozen sweet dough are might be due to the formation and the mechanical action of ice crystals, leading to dehydration of the dough components, these ef-fects were particularly significant for low freezing rates.

It can be concluded that the immersion cryogenic freezing (fast freezing rate) gave the overall best results with regard to the rhe-ologic properties of frozen dough.

The results of this study to understand the action mechanisms of freezing on the sweet dough rheologic properties, it will be interest-ing to study sensorial and texture attributes after bake of frozen sweet doughs.

Acknowledgements

The authors are grateful to Coco LM Company (Maison Alsaci-enne de Biscuiterie) and ANRT French Agency for their financial support. Carole Perroud and CaroleJeandel are also acknowledged for their technical support.

References

Angioloni, A., Balestra, F., Pinnavaia, G.G., Rosa, M.D., 2008. Small and large deformation tests for the evaluation of frozen dough viscoelastic behavior. Journal of Food Engineering 87 (4), 527–531.

Anon, M.C., Le-Bail, A., Leon, A.E., 2004. Effect of freezing on dough ingredients. In: Hui, Y.H. et al. (Eds.), Handbook of Frozen Foods. Marcel Dekker, New York, pp. 571–580.

Cai, S., Singh, B.R., 1999. Identification of b-turn and random coil amide III infrared bands for secondary structure estimation of proteins. Biophysical Chemistry 80 (1), 7–20.

Charoenrein, S., Tatirat, O., Muadklay, J., 2008. Use of centrifugation-filtration for determination of syneresis in freeze–thaw starch gels. Carbohydrate Polymers 73 (1), 143–147.

Charoenrein, S., Preechathammawong, N., 2010. Undercooling associated with slow freezing and its influence on the microstructure and properties of rice starch gels. Journal of Food Engineering 100 (2), 310–314.

Collins, B., Haley, S., 1992. Frozen bread doughs: effect of ascorbic acid addition and dough mixing temperature on loaf properties. Chorleywood Digest 114, 21– 23.

Esselink, E., Van Aalst, H., Maliepaard, M., Henderson, T.M.H., Hoekstra, N.L.L., Van Duynhoven, J., 2003. Impact of industrial dough processing on structure: a rheology, nuclear magnetic resonance, and electron microscopy study. Cereal Chemistry 80 (4), 419–423.

Farrell, H.M., Wickham, E.D., Unruh, J.J., Qi, P.X., Hoagland, P.D., 2001. Secondary structural studies of bovine caseins: temperature dependence of b°Casein structure as analyzed by circular dichroism and FTIR spectroscopy and correlation with micellization. Food Hydrocolloids 15 (4-6), 341–354.

Ferrero, C., Martino, M.N., Zaritzky, N.E., 1994. Corn starch–xanthan gum interaction and its effect on the stability during storage of frozen gelatinized suspension. Starch – Stärke 46 (8), 300–308.

Gélinas, P., McKinnon, C.M., 2004. Effect of flour heating on dough rheology. Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie 37 (1), 129–131.

Georget, Dominique, M.R., Belton, Peter, S., 2006. Effects of temperature and water content on the secondary structure of wheat gluten studied by FTIR spectroscopy. American Chemical Society, Washington, DC, USA.

Havet, M., Mankai, M., Le Bail, A., 2000. Influence of the freezing condition on the baking performances of French frozen dough. Journal of Food Engineering 45 (3), 139–145.

Hernández-Uribe, J., Ramos-López, G., Yee-Madeira, H., Bello-Pérez, L., 2010. Rheological and structural characteristics of starch in maize tortillas. Plant Foods for Human Nutrition (formerly Qualitasplantarum) 65 (2), 152–157.

Inoue, Y., Bushuk, W., 1992. Studies on frozen doughs II. Flour quality requirements for bread production from frozen dough. Cereal Chemistry 69 (4), 423– 428.

Le Bail, A., Havet, M., Pasco, M., Chourot, J.M., 1996. Application of freezing rate expressions and gassing power to frozen bread dough. In: Proceedings of the ASME Congress, HTD/BED-vol. 34, Atlanta, USA, 17–22 November 1996, pp. 9–13.

Le Bail, A.L., Grinand, C., Cleach, S.L., Martinez, S., Quilin, E., 1999. Influence of storage conditions on frozen French bread dough. Journal of Food Engineering 39 (3), 289–291.

Lopez-Rubio, A., Flanagan, B.M., Shrestha, A.K., Gidley, M.J., Gilbert, E.P., 2008. Molecular rearrangement of starch during in vitro digestion: toward a better understanding of enzyme resistant starch formation in processed starches. Biomacromolecules 9 (7), 1951–1958.

Lorenz, K., Kulp, K., 1995. Freezing of doughs for the production of breads and rolls in the United States. Frozen and Refrigerated Doughs and Batters, 135– 153.

Navarro, A.S., Martino, M.N., Zaritzky, N.E., 1997. Viscoelastic properties of frozen starch-triglycerides systems. Journal of Food Engineering 34 (4), 411– 427.

Nemeth, L.J., Paulley, F.G., Preston, K.R., 1996. Effects of ingredients and processing conditions on the frozen dough bread quality of a Canada Western Red Spring wheat flour during prolonged storage. Food Research International 29 (7), 609–616.

Olivera, D.F., Salvadori, V.O., 2009. Effect of freezing rate in textural and rheological characteristics of frozen cooked organic pasta. Journal of Food Engineering 90 (2), 271–276.

Pikal°Cleland, K.A., Rodríguez-Hornedo, N., Amidon, G.L., Carpenter, J.F., 2000. Protein denaturation during freezing and thawing in phosphate buffer systems: monomeric and tetrameric b-galactosidase. Archives of Biochemistry and Biophysics 384 (2), 398–406.

Rosell, C.M., Gomez, M., 2007. Frozen dough and partially baked bread: an update. Food Reviews International 23 (3), 303–319.

Rouille, J., Le Bail, A., Courcoux, P., 2000. Influence of formulation and mixing conditions on breadmaking qualities of French frozen dough. Journal of Food Engineering 43 (4), 197–203.

Santos-Yap, E., 1996.Fish and seafood, Freezing Effects on Food Quality. Jeremiah Lester E p. 109.

Satmalee, P., Charoenrein, S., 2009. Acceleration of ageing in rice stick noodle sheets using low temperature. International Journal of Food Science and Technology 44 (7), 1367–1372.

Van Velzen, E.J.J., Van Duynhoven, J.P.M., Pudney, P., Weegels, P.L., Van der Maas, J.H., 2003. Factors associated with dough stickiness as sensed by attenuated total reflectance infrared spectroscopy. Cereal Chemistry 80 (4), 378–382.

Wagner, J.R., Anon, M.C., 1986. Effect of frozen storage on protein denaturation in bovine muscle 1 Myofibrillar ATPase activity and differential scanning calorimetric studies. International Journal of Food Science and Technology 21 (1), 9–18.

Wang, Z.J., Ponte Jr., J.G., 1995. Storage stability of gluten-fortified frozen dough. Cereal Foods World 40 (11), 827–831.

Chapitre III :

Impact de la quantité de levure et de la durée de conservation sur les caractéristiques rhéologiques, structurales et fermentaires des pâtes sucrées congelées

Chapitre III : Impact de la quantité de levure et de la durée de conservation sur les caractéristiques rhéologiques, structurales et fermentaires des pâtes sucrées congelées

Les produits congelés ne sont pas indéfiniment stables, ils se détériorent progressivement jusqu'a ce qu'ils atteignent un niveau de qualité inacceptable. Cette perte de qualité se traduit par une faible prise de volume de la pâte avec une augmentation du temps de fermentation par rapport à une pâte fraiche. Ces phénomènes sont probablement dus d'une part à la redistribution de l'eau dans la pâte lors de la congélation (Giannou et Tzia, 2007). D'autre part, les variations de température lors du stockage et du transport modifient la qualité de la pâte congelée par la recristallisation de l'eau (Gormley et al., 2002).

La durée de conservation des pâtons congelés est estiméE entre 8-9 semaines, si les conditions de transport et de stockage sont respectées (Le Bail et al., 1999).

Les levures sont très sensibles aux conditions d'environnement et elles semblent être fortement altérées par la congélation. Leurs activités fermentaires paraissent largement diminuées. La déshydratation et la présence de cristaux de glace sont responsables de ces dommages physiologiques.

Pour améliorer les performances fermentaires des pâtes congelées la variété et la quantité de levure initiale doivent être prises en considération pour compenser la perte de l'activité fermentaire. Les propriétés rhéologiques et structurales des pâtes congelées peuvent être modifiées par l'action mécanique des cristaux de glace durant la congélation et le stockage, conduisant à une mauvaise rétention de gaz durant la fermentation.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence de la quantité de levure et de la durée de conservation sur les propriétés rhéologiques, structurelles et fermentaire des pâtes sucrées congelées.

.

Article 3

Journal of Food Engineering (2011)

ARTICLE IN PRESS

Journal of Food Engineering xxx (2011) xxx–xxx

Contents lists available at SciVerse ScienceDirect

Journal of Food Engineering

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

Influence of yeast and frozen storage on rheological, structural and microbial quality of frozen sweet dough

Smail Meziani [a,c,*], Jordane Jasniewski [a], Pablo Ribotta [b], Elmira Arab-Tehrany [a], Jean-Marc Muller [c], Mohamed Ghoul [a], Stéphane Desobry [a,*]

[a] Nancy-Université, ENSAIA–INPL, Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules (LIBio), 2 Avenue de la Forêt de Haye, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France

[b] Universidad Nacional de Cordoba, Instituto Superior de Investigacion, Desarrollo Servicios en Alimentos, ISIDSA, Av. Filloy s/n, Cuidad Univerditaria°CP, 5000 Cordoba, Argentina [c] Coco LM Company (Maison Alsacienne de Biscuiterie), 7 Rue Emile Schwoerer, 68000 Colmar, France

Aticle info

Article history:
Received 23 August 2011
Received in revised form 20 October 2011
Accepted 22 October 2011
Available online xxxx

Keywords:
Frozen storage
Yeast
Sweet dough
FTIR
Rheological properties

abstract

The aim of the present study was to investigate the effect of yeast content and frozen storage (9 weeks at -40 °C) on the structural and rheological parameters, and fermentative activity of frozen sweet dough. Two types of dough were studied (to estimate dough shelf life): simple yeasted dough (SY) and double yeasted dough (DY). Fermentative activity (yeast viability, gassing power, and dough volume), rheological and textural parameters were assessed for frozen sweet doughs.

These effects were explored by different and complementary methods: Fourier transform infrared (FTIR), dynamic rheology, texture profile analysis (TPA) and differential scanning calorimetry (DSC).

The data showed that the longer the frozen storage time at -40 °C, the higher the decreased of frozen sweet dough quality. The rheological attributes such as hardness, ΔS, springiness, tan d and yeast activity declined significantly during frozen storage. This modification led to lower specific volume of frozen sweet dough during proofing.

The observed changes of the frozen sweet doughs rheological properties after thawing may be attrib-uted to the damage on the gluten cross-linking, mainly produced by the ice crystallization during frozen storage. The storage effect was particularly concentrated in the first 27 days of storage.

© 2011 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Frozen products are not indefinitely stable; they gradually deteriorate until they reach an unacceptable quality. This quality loss is reflected by reduction in dough volume and an increase in proofing time in comparison with dough prepared by using traditional methods.

The shelf life of frozen dough is estimated for 8–9 weeks if the dough has not been abused during transportation and frozen stor-age (temperature, formulation, freezing, transportation) (Le Bail et al., 1999).

However, the decrease of frozen dough volume is related to phenomena that occur during freezing and frozen storage: (i) re-duced yeast fermentative capacity (ii) loss of the gluten network integrity. This behavior affects the dough machinability, creating a problem in the industrial chain (reducing the dough shelf life), because the dough quality is reduced (resistance losses during proofing) (Selomulyo and Zhou, 2007). The resistance decrease leads to cracking of dough gluten network, the latter resulting in poor gas retention and loss of volume when baking.

These phenomena are probably due to uneven water redistribu-tion in dough matrix during freezing (Giannou and Tzia, 2007). On the other hand, Gormley et al. (2002) presented that the tempera-ture fluctuations during storage and transportation altered frozen dough quality due to the crystal ice recrystallization. Indeed, the gassing power depends on the yeast cells number, strain, physio-logical state of yeast and fermentable sugars amount (Teunissen et al., 2002).

Freezing and frozen storage affect the viability and activity of yeast cell. The volume of carbon dioxide produced has been used as a measure of yeast activity, since it is primarily produced by yeast. Various studies reported the freezing effect on properties of yeast which is a major concern in the frozen dough manufacturing. Nemeth et al. (1996) demonstrated that yeast viability is strongly influenced by time and dough temperature before freezing.

In the case of frozen dough, it is important that dough temper-ature before freezing stayed below 20 °C to prevent the fermenta-tion onset (Hino et al., 1987). This phenomenon can be explained by a high sensitivity of yeast cells to damage caused by osmotic pressure in dough matrix.

⇑ Corresponding authors at: Nancy-Université, ENSAIA–INPL, Laboratoire d'Ingé-nierie des Biomolécules (LIBio), 2 Avenue de la Forêt de Haye, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France. Tel.: +33 3 83 59 58 80; fax: +33 3 83 59 57 72.

E-mail addresses: smail.meziani@ensaia.inpl-nancy.fr (S. Meziani), stephane.de-sobry@ensaia.inpl-nancy.fr (S. Desobry).

The freezing rate can be considered a key indicator in the frozen dough quality because it regulates yeast activity. The freezing rate must be slow enough to avoid the crystals ice formation in the cell, while quick to minimize the cells exposure to the effects of solu-tion concentration caused by water crystallization. Other authors discussed the damage of yeast membranes exposed to high con°Centrations as well as temperature (Morris and Clarke, 1987).

However, the injuries caused by freezing and storage can be minimized by adopting appropriate measures during formulation and use adapted production process.

The yeast quantity used in frozen doughs, depends on the time of frozen storage, the formulation of the dough and wished fer-mentation duration after thawing (Brüinsma and Giesenschlag, 1984). To improve freezing performance, some technological parameters, such as freezing rate and freezing temperature must be taken into consideration as well as yeast strain choice and increasing the yeast amount to compensate the loss of fermenta-tive activity. This practice is to add between 50% and 100% more than the standard level according to the frozen storage time. However, over addition of yeast increases the process cost and could cause a yeasty taste in the final product (Lorenz and Kulp, 1995; Neyreneuf and Van Der Plaat, 1991).

Various authors have reported the frozen storage time effect on the dough textural and rheological properties (Gelinas and McKin- non, 2004). During freezing, there are also structural changes in frozen dough due to the mechanical action of ice crystals during freezing and storage, leading to a deterioration of frozen dough network which is manifested by dough strength decrease and poor gas retention during proofing (Berglund et al., 1991).

In addition, the gluten network weakening of frozen dough is attributed to the release of yeast substance reducing such as gluta-thione (Kline and Sugihara, 1968).

Several authors investigated the individual effects of storage time or temperature on the bread dough properties. El-Hady et al. (1996) studied the yeast content influence on the structural properties of frozen sweet doughs during storage.

According to the literature, no FTIR spectroscopy studies describing the effect of freezing rate and storage time on the rheological properties of frozen dough were published.

A singularity of this work was to investigate effect of yeast con-tent and frozen storage time at glass transition temperature (Tg) on the rheological and textural parameters of frozen sweet dough with 20% sugar and 30% butter, which reduces the water activity of the sweet dough. We also investigated the yeast content effects on the fermentative activity (gas production, yeast viability and specific volume) and rheological behaviors in frozen sweet doughs during frozen storage and these properties were compared to control (0 day) (ii) to define the optimal storage time for sweet doughs.

2. Material and methods

2.1. Sample preparation

Samples of dough have been prepared as described in a previous work (Meziani et al., 2011). Dough experiments were done in duplicate. In order to study the effect of yeast and the freezing time, two types of dough were studied: simple yeasted dough (SY) and double yeasted dough (DY).

2.2. Freezing process and frozen storage

Total dough cylinders were placed in an industrial freezer (Panem, France); the freezer produced air blast temperature at -40 °C. The freezing rate was estimated to be about -0.39 °C/ min. Temperature in the dough during freezing process was recorded using a K type thermocouple (300 Im diameter Ahlborn France) connected to an Almemo data logger (model 2290-8 V5 AMR). The thermocouples were calibrated using a reference ther-mometer at ±0.1 °C. At the end of freezing, the dough cylinders were stored at -40 ± 1 °C in the freezer (TT 151 Curtiss, France) for 9 weeks.

2.3. Thawing and preparation of dough for analysis

After frozen storage, frozen dough samples were thawed into two steps according to the method previously described by Meziani et al. (2011). All dough analyses were performed on four frozen doughs samples tested for each dough type during storages period.

2.3.1. Yeast survival determination

After thawing, the number of viable yeasts was determined in the each dough sample, using the direct plate count method (Phi-molsiripol et al., 2008). Logarithmic dilution counts were carried after the dilution of 10 g of dough in 90 g of tryptone salt solution (Biokar Diagnostics, France). The diluted suspension (0.1 ml) was cultured on Petri dishes with 15 ml of OGA (Oxytetracycline Glucose Agar) base (Biokar Diagnostics, France). The cells were incu-bated at 25 °C for 72 h. The developed CFUs were expressed per gram of dough. Triplicates plates were prepared for each of three dough samples per sweet dough (SY and DY).

2.3.2. Gassing power and dough volume evaluation during proofing

The CO_2 production was measured. Thirty grams of dough were put in a vessel (1000 ml volume) immerged into a water bath at 28 °C for 180 min. The vessel was connected to inverted test-tube filled with water at pH 2 and hermetically closed. The CO_2 volume was measured at regular intervals through the displacements of water in the test-tube (Peighambardoust et al., 2010).

The dough volume was determined by the method described by Havet et al. (2000). Dough pieces were placed in a sterilized grad-uated test-tube (5 cm diameter and 10 cm height). The device was placed in a chamber at 2.8 °C and 85% relative humidity for 180 min. The vertical displacement of the cursor due to the dough volume increase in graduated test-tube during proofing gave the dough volume (ml). All measurements were performed in tripli°Cates using four dough samples per sweet dough (SY and DY).

2.3.3. Infrared measurements

Similarities and differences in secondary structures of sweet doughs according frozen storage time were investigated using Fou-rier-transform infrared (FT-IR) spectroscopy. The protocol used in this study has been previously described by Meziani et al. (2011). Six independent experiments were done for each sweet dough.

Data analysis was carried out using the OPUS 3.0 software (Bru-ker, Karlsruhe, Germany) as described by Meziani et al. (2011). This decomposition allowed the determination of the fraction of the various secondary elements in the protein during frozen storage time.

Different zones were identified: water (3350 cm^{-1}); fat (2958 cm^{-1}); Amide I (1650 cm^{-1}); Amide II (1546 cm^{-1}) and Amide III (1245 cm^{-1}). To study the water effect on protein on secondary structure; the amide III band was investigated. The amide III band deconvolution provide various peaks and their frequencies correspond to: α-helix (1330–1295 cm^{-1}), β-turn (from 1295 to 1270 cm^{-1}) and random coil (1270–1250 cm^{-1}) and β-sheet (1250–1220 cm^{-1}) (Cai and Singh, 1999).

2.3.4. Dough rheology

2.3.4.1. Textural analysis. The compression-tension measurement is one of the standard assays used to measure the dough textural

properties. The textural parameters were carried out on seven samples for each type of sweet dough. TPA was used to evaluate freezing treatment effect on dough (Olivera and Salvadori, 2009), using a universal testing machine (LRX-LLOYD tensile compression) equipped with a 50 mm probe (P/50). The experimental parameters were the following: dough disk: 5 cm in diameter, 2.5 cm thickness and 30 g weight.

The double compression cycle was carried out at test speed of 60 mm/s, with a 40% of compression and a resting period of 60 s. Hardness is defined as the peak force during the first compression cycle and the springiness is defined as the ratio of length of dough detected height during the second compression to that the first compression. Hardness and springiness were measured in the absence of dough adhesiveness by using a plastic film on the dough surface to avoid the distortion induced by the negative peak of adhesiveness (Collar et al., 1999).

Havet et al. (2000) method was used for determining the difference between the maximum force and the strength after the relaxation (ΔS). The experimental samples data were: 5 cm in diameter, 2.5 cm thickness and 30 g weight. The sample was compressed with a 5 N force using to an aluminum probe 5 cm in diameter, a test speed of 1 cm/min and the relaxation was recorded for a 60 s.

To avoid the fermentation effect, all rheological assessments were realized at 8 °C on thermo stated plate connected to an external bath insulated with polystyrene.

2.3.4.2. Rheological measurements.

Dynamic rheological measure-ments were performed with a Kinexus rheometer (Malvern, Eng-land) using the method described previously by Meziani et al. (2011).

2.3.5. Tg measurement using DSC

The glass transition temperature was measured using differen-tial scanning calorimetry (Netzcsh DSC 204 F1 Phoenix, Germany) according to Meziani et al. (2011).

2.3.6. Statistical analysis

Pearson correlation analysis and analysis of variance (ANOVA) were computed using the KyPlot software (Version 2.0 beta 15, 1997–2001 Koichi Yoshioka). All tests were done at the 95% signif-icance level to find out if the effects frozen storage time and yeast amount on the sweet dough properties were significantly different.

3. Results and discussion

3.1. Effect of frozen storage on yeast cells

Frozen storage at -40 °C caused considerable decay in yeast population of sweet doughs, as shown in the Fig. 1.

The reduction kinetics of yeast cells that affect the overall qual-ity of products (bread products in our study) could be obtained from the following equation:

$$-\frac{dN}{dt} = K N^n \quad (1)$$

where N is yeast population number, (t) is variable time, K is death rate constant and n is equation order (can be 0, 1 and 2).

The survival yeast percentage was assessed on two doughs SY and DY ($N_{0DY} = 2 - N_{0SY}$) stored at -40 °C for 9 weeks. The different reaction orders were studied (0, 1 and 2).

The model equations and their correlation coefficients (R^2) were determined for each reaction order and the slope K was deter-mined from these equations. Meanwhile, analysis of linear regres-sion results showed that the kinetics of decrease in yeast population of both SY and DY doughs obeyed a first order model reaction 1 (R^2_{SY} = 0.917 and R^2_{DY} =0.906). The values of yeast loss rate (K) obtained for the doughs SY and DY are 9.00E-03±0.0027 and 1.40E-02±0.0013 CFU/days, respectively.

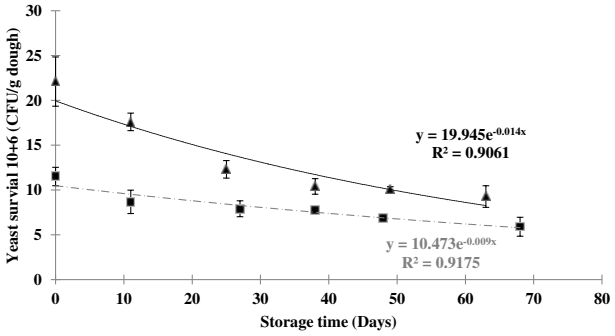


Fig. 1: Yeast survival of SY (■) and DY (▲) frozen sweet doughs with increasing storage time at -40°C

The majority of authors recommends to increase or double yeast quantity to compensate this loss in the frozen dough manufacturing (Phimolsiripol, 2009).

The yeast survival results during frozen storage of DY and SY dough is shown in Fig. 1. During frozen storage, the kinetic of yeast viability decrease seemed to follow the same trend for both doughs. After 27 days of frozen storage, the percentage of survival yeast cells decreased by 31% and 44% of SY and DY dough respec-tively, compared with the unfrozen doughs. For the same time, the yeast survival number on DY was equivalent to the SY dough be-fore freezing. Beyond 27th day, the yeast population decreased slightly until the end of the study, ending with 27% and 42% of SY and DY, respectively.

Statistical analysis showed highly significant correlations ($P < 0.01$) between all the viability parameters with storage time for both doughs ($r = -0.93$ and -0.92 for SY and DY, respectively).

The desiccation and electrolyte release giving to hyperosmotic stress during freezing (Hatano et al., 1996), also could explain partly yeast lysis during first step of frozen storage, this situation gets worse in frozen sweet dough, because the dough recipe con-tains a high sugar content (20% sugar). In addition, frozen storage allows ice crystals to grow, which results in cellular damage by fracture of the cell membrane and destruction of sub°Cellular orga-nization. This recrystallization can occur during prolonged frozen storage and especially during slow thawing at low temperatures (Mazur, 1970).

Yeast cells viability in frozen dough depends on the composi-tion and integrity of the cell membrane. During freezing, the yeast membrane integrity is subjected to high osmotic pressure, to with-stand a high content of phospholipids to prevent rupture (Codon et al., 2003). Hohmann (1997) suggested that exposure to hyperos-motic stress leads to rapid dehydration of the cells thus limiting CO_2 production, which results in increases in proofing time. These effects are enhanced in frozen sweet dough, because yeast is ex-posed to high osmotic pressures and reduced water activity during freezing and frozen storage.

On the other hand, the direct consequence of temperature on yeast cell walls and cytoplasmic cell membranes cannot be excluded; temperature determines the amount of ice present in the matrix. Berglund et al. (1991) suggested that temperature fluctua-tions were causing especially damaging on the yeast cells. A lower temperature can lead to phase transitions and loss fluidity of the lipid bilayer and alter interactions between the bilayer membrane proteins (Morris and Clarke, 1987).

This present study revealed that the yeast population number of SY dough at 0 days was equivalent to that DY frozen dough stored for 27 days.

Analysis of variance (ANOVA) was applied, within 95% confidence interval, to the results obtained according to frozen storage time, indicated that the content of the yeast influenced significantly the sweet dough quality (shelf life dough); after thawing the higher content increased fermentative activity (CO_2 production, specific volume) due to higher yeast activity during proofing.

3.2. Effect of frozen storage on yeast activity

The effect of frozen storage time of both SY and DY frozen doughs on the CO_2 production (gassing power) and specific volume are shown in Table 1. As a result, gas production decreased signif-icantly with frozen storage time. The gassing power of the DY dough at 0 day was higher of 15% than that of SY dough at the same time. The CO_2 production of SY and DY frozen sweet doughs during the first week of frozen storage declined by about 13% and 15%, respectively, compared to the control.

Table 1
Gassing power and specific volume of SY and DY frozen sweet doughs with increasing frozen storage duration.

Sample	Storage time (days)	Yeast activity	
		Gassing power (ml/g dough)	Specific volume (ml/g dough)
SY	0	5.01 ± 0.31^{aw}	3.02 ± 0.24^{aw}
	11	4.36 ± 0.11^{ax}	2.73 ± 0.06^{ax}
	27	$4.12 \pm 0.31^{bx\,*}$	2.59 ± 0.14^{ax}
	38	$3.04 \pm 0.19^{cy\,*}$	$2.38 \pm 0.13^{bx\,*}$
	48	$2.85 \pm 0.13^{cy\,*}$	$1.96 \pm 0.07^{cx\,*}$
	63	$2.39 \pm 0.02^{dz*}$	$1.54 \pm 0.18^{cy*}$
DY	0	5.88 ± 0.20^{aw}	3.53 ± 0.24^{aw}
	11	5.01 ± 0.09^{aw}	3.24 ± 0.20^{aw}
	27	4.84 ± 0.32^{bx}	3.32 ± 0.01^{aw}
	38	$4.28 \pm 0.16^{bx\,*}$	2.60 ± 0.16^{bx}
	48	$4.59 \pm 0.29^{bx\,*}$	$2.41 \pm 0.05^{bx\,*}$
	63	$3.79 \pm 0.16^{cy*}$	$2.30 \pm 0.06^{bx*}$

In bold: 0 represented the SY control (0 day).
For dough, values with the same following letter do not differ significantly from each other ($P < 0.05$).
^{a,b,c,d} Same letters within each dough do not significantly differ ($P < 0.05$). ^{w,x,y,z} Same letter within each column do not significantly differ ($P < 0.05$). * Differ significantly with the control 0c (SY dough) ($P < 0.05$).

After 33 days frozen storage, the CO_2 production of SY and DY frozen sweet doughs decreased significantly ($P < 0.05$) by 39% and 27%, respectively, compared to unfrozen doughs.

El-Hady et al. (1996), reported that the total CO_2 production de°Creased with the increase of storage periods (from 33% compared to unfrozen dough) during four weeks of storage time and this de°Crease can reach 50% for the same storage period, using three freeze–thaw cycles. At the end of frozen storage (63 days), the gas-sing power significantly ($P < 0.05$) reduced by 52% and 36% for SY and DY frozen sweet doughs, respectively.

The corresponding dough volume followed the same trend as the gassing power (affected by storage time). Particularly, after 63 days of frozen storage, the specific volume declined signifi°Cantly ($P < 0.05$) by 49% and 35% for SY and DY frozen sweet doughs, respectively, compared to control (0 day), which was in agreement with (Havet et al., 2000).

It is commonly known that a freezing process followed by stor-age in frozen condition affects the CO_2 production (El-Hady et al., 1996).

The fermentative activity (CO_2 production and specific volume) of DY sweet dough stored for 27 days is equivalent to the SY sweet dough that is not frozen; this can be explained by maintaining a sufficient yeast population.

The results showed that yeast activity parameters (yeast popu-lation, specific volume and gassing power) of both frozen sweet doughs showed a strong negative correlation with frozen storage time.

The frozen storage caused a decrease in yeast cells number which induces a decrease in gas production capacity from residual surviving yeast. The CO_2 production depends on the frequency, the number of yeast cells, the cell activity and the amount of ferment-able sugars.

Meric et al. (1995) remarked that in a complex matrix such as dough, yeast cell lysis is not the sole cause of gassing power loss, and nonlethal cryo-damage should also be taken into account. In other words yeast cells may suffer nonlethal damage in frozen dough that precludes them from forming colonies on a plate while retaining the ability to ferment sugars and produce CO_2 in dough.

As shown in Table 1, up to 27 days, the yeast quantity had no significant effect on yeast gassing power. This can be explained by the limitation of substrate (fermentable sugars). Beyond 27 days of frozen storage, the ability of fermentative yeasts is strongly influenced by the duration of storage. These changes are

Table 2
Effect of frozen storage duration on the texture properties (Hardness, springiness and ΔS) of frozen sweet doughs (SY and DY).

Sample	Storage time (days)	Texture analyses		
		Hardness (N)	Springiness	ΔS (N)
SY	0	60.11 ± 10.62^{aw}	0.71 ± 0.12^{aw}	5.94 ± 0.28^{aw}
	11	$71.35 \pm 15.52^{bx\,*}$	0.68 ± 0.07^{aw}	6.49 ± 0.24^{aw}
	27	$73.62 \pm 9.23^{bx\,*}$	$0.48 \pm 0.11^{bx\,*}$	$6.74 \pm 0.21^{bx\,*}$
	38	$75.67 \pm 7.76^{bx\,*}$	$0.41 \pm 0.08^{bx\,*}$	$7.23 \pm 0.73^{cy\,*}$
	48	$78.76 \pm 12.29^{cy\,*}$	$0.38 \pm 0.06^{bx\,*}$	$7.93 \pm 1.17^{dz\,*}$
	63	$90.91 \pm 6.98^{dz*}$	$0.31 \pm 0.03^{cy*}$	$8.54 \pm 1.45^{dz*}$
DY	0	56.55 ± 9.33^{aw}	$0.59 \pm 0.02^{aw\,*}$	$4.45 \pm 0.98^{aw\,*}$
	11	66.18 ± 17.08^{bx}	$0.48 \pm 0.03^{bx\,*}$	$4.74 \pm 0.74^{aw\,*}$
	27	66.43 ± 6.76^{bx}	$0.31 \pm 0.06^{cy\,*}$	$5.28 \pm 1.24^{bx\,*}$
	38	68.36 ± 5.76^{bx}	$0.28 \pm 0.02^{cy\,*}$	5.46 ± 0.65^{cy}
	48	$72.21 \pm 10.19^{cy\,*}$	$0.25 \pm 0.04^{cy\,*}$	5.58 ± 0.84^{cy}
	63	$85.52 \pm 7.66^{dz*}$	$0.22 \pm 0.05^{dz*}$	5.86 ± 0.65^{dz}

In bold: 0 represented the SY control (0 day).
For dough, values with the same following letter do not differ significantly from each other ($P < 0.05$). ^{a,b,c,d} Same letters within each dough do not significantly differ (P 6 0.05).
^{w,x,y,z} Same letter within each column do not significantly differ (P 6 0.05). * Differ significantly with the control 0c (SY dough) (P 6 0.05).

manifested by a gradual decrease in specific volume of sweet doughs; this decline is related to both gassing power and yeast population decrease.

The results obtained in this study were consistent with the re-sults of Le Bail et al. (1999) that worked specifically on bread dough, this author to attribute the dough volume decrease to tem-perature fluctuations. Neyreneuf and Delpuech (1993) suggested that temperature fluctuations accelerate ice recrystallization that reduces fermentative activity of frozen sweet doughs.

3.3. Effects of frozen storage on dough rheology

The three textural parameters (hardness, springiness and ΔS) of the two doughs were significantly affected by frozen storage time (Table 2). The hardness and ΔS values were increased significantly ($P < 0.05$) by 19% and 17%, 9% and 7% for DY and SY doughs com-pared to control (0 day) during the first week of storage (Table 2). Then they remained constant up to 27 days and increased significantly until the end of storage to reach 50% and 42% (hardness) and 44% and 32% (DS) for SY and DY doughs. No significant differ-ence was found between the DY sweet dough stored (during 38 days) and the SY control.

The results of this study are in accordance with Angioloni et al. (2008) that suggested the frozen effect is particularly accented in the early days of frozen storage. Indeed, the hardness and DS in°Crease during frozen storage could be interpreted as a reduction in elasticity due to disruption of gluten network bonds caused by mechanical action of ice crystals (Havet et al., 2000). Regarding the springiness of frozen sweet doughs have suffered the same fate as the previous settings. The results in Table 2show a significant decrease ($P < 0.05$) in springiness during 27 days approaching 32% and 47% for SY and DY sweet frozen sweet doughs, respec-tively, compared to unfrozen sweet doughs, then decreases slightly to stabilize at the end of storage.

The rheological measurement results were expressed as tan δ (G''/G'), which indicates the dominant character between elastic or solid in sample. Results of rheological properties grouped in Fig. 2 show the tan d values for both SY and DY frozen sweet doughs at 1 Hz frequency were affected by frozen storage.

As shown by the compression-tension measurements, similar trends were observed with tan d for the two types of sweet doughs (SY and DY). However, for the two types of sweet dough, the rheological behavior was divided in two parts. During the first four weeks of frozen storage, the tan d decrease. Tan d was corroborated with elasticity results ($P < 0.05$). After four weeks of storage, tan d increased. This phenomenon was due to the recrystallization of water in the dough matrix. These results were in accordance with the FTIR study.

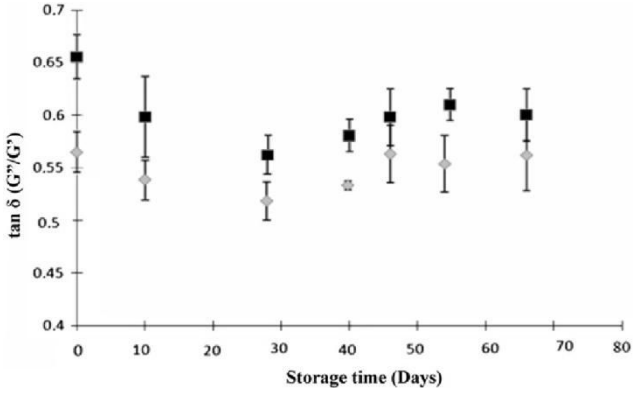


Fig. 2: Evolution of tan δ (G''/G') for frozen sweet dough according to storage time: DY (◆) and SY (■).

Leray et al. (2010) studied the storage of wheat dough at two temperatures -18 °C and -30 °C, they observed the modification of rheological parameters (G', G''and tan δ) of dough stored at -30 °C resulting changes in dough structure but the rheological properties of dough stored at -18 °C were closer to those of wheat dough (0 day). The authors explained these rheological changes to the storage temperature that covers the glass transition tempera-ture (Tg).

During frozen storage the total ice quantity will not vary unless ice formation was kinetically inhibited during freezing, however ice crystals may undergo changes in shape and size. Migratory recrystallization, also called 'grain growth' and 'Ostwald ripening,' refers to the tendency for large crystals to grow at the small crystals expense (Baier-Schenk et al., 2005). Indeed, the ice crystals growth induces a water redistribution causing mechanical damage to the gluten network of frozen doughs (Selomulyo and Zhou, 2007), which leads to a reduction of gluten cross-linking. On other hand, transmission electron microscope (TEM) micrographs high-light the intracellular ice crystals on the yeast cells during freezing (data not shown). Baier-Schenk et al. (2005) used the scanning electron microscope (SEM) to show the growth of ice crystals dur-ing frozen storage.

However, the ice recrystallization accelerated by temperature fluctuations during storage leads to changes in dough matrix by reducing its ability to retain gas (Neyreneuf and Delpuech, 1993).

In addition, the physical state of frozen sweet doughs during frozen storage may affect dough quality. Therefore, it is important to understand phase and state transitions, including glass transi-tion, occurring in sweet doughs at sub-zero temperatures. It has been suggested that the glass transition of frozen dough and its components may affect stability, as the glass transition may con-trol rates of recrystallization of ice and diffusion°Controlled-reac-tions. Laaksonen and Roos (2000) suggested that the glass transition temperatures (Tg) of frozen wheat doughs were between -30 °C and -43.5 °C, depending on the flour used. Räsänen et al. (1998), reported that the glass transition temperatures (Tg) of fro-zen as less than -30 °C. The difference between the observed val-ues and the one reported by Laaksonen and Roos (2000) could have resulted from the use of different recipes (in this paper water–flour mixture). Sugar, salt and butter (used in our study) have a great ef-fect on freezing properties, decreasing the freezing point.

At this temperature of storage, the dough is close to glassy state thermodynamically unstable and a low energy intake can destabi-lize and eventually promote the recrystallization water.

In addition, prolonged storage at temperature near the glassy state can expose the sweet dough for a maximum cryoconcentra-tion effect (maximum dehydration of the matrix, because most of the water is frozen around Tg), this phenomenon is amplified by the water diffusion into ice crystals. Bhattacharya et al. (2003) sug-gested that freezable water does not bind to gluten during dough formation, freezes when the dough is subjected to frozen storage.

Indeed, other authors have shown other effects of freezing as mechanical damage of starch (Berglund et al., 1991). These starch modifications cause a redistribution of the total water present in the sweet dough matrix and changes in proteins (protein depoly-merization) (Ribotta et al., 2001), which could also affect the rheo-logical properties of frozen sweet dough. Statistical analysis showed highly significant correlations ($P < 0.01$) between all the textural parameters with storage time for both doughs. As shown in the coefficient values (r) of both sweet doughs, the same correlations are observed for SY and DY sweet doughs.

Dough hardness ($r_{SY} = 0.95$ and $r_{DY} = 0.93$) and □S ($r_{SY} = 0.99$ and $r_{DY} = 0.98$) showed high positive correlation with the frozen storage time while a strong negative correlation was found be-tween the dough springiness ($r_{SY} = -0.98$ and $r_{DY} = -0.95$) and

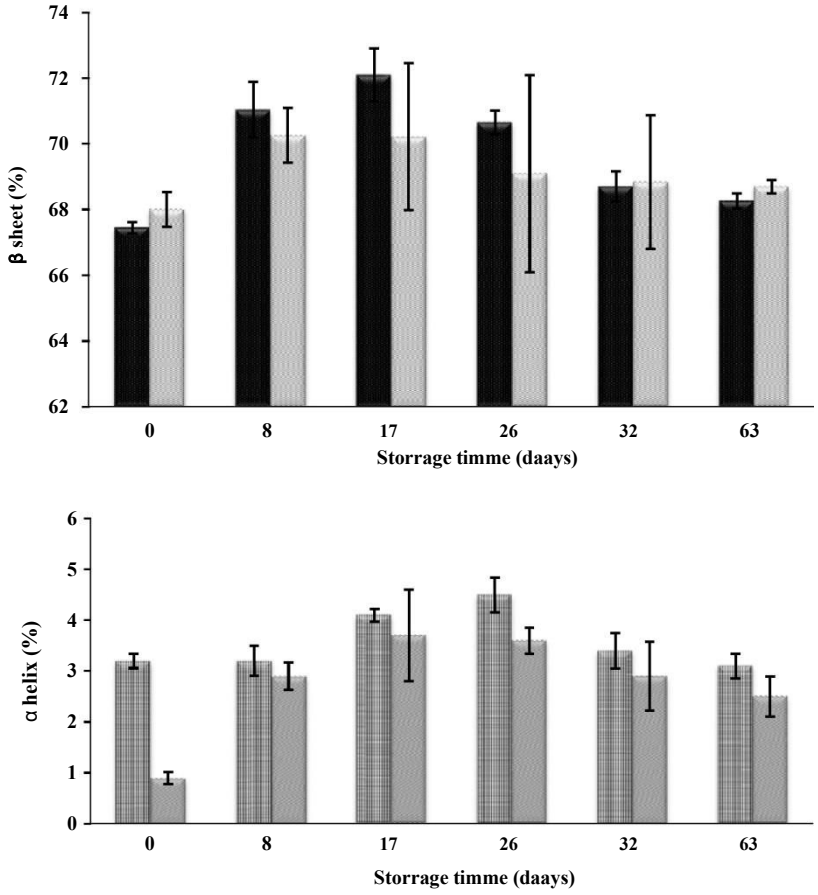


Fig. 3: Conformational changes in the secondary structures of amide III band of SY and DY frozen sweet doughs according to the storage time. The β-sheet and α-helix fractions identified at: 1330-1295 cm^{-1} (α-helix), 1250-1220 cm^{-1} (β-sheet). SY β-sheet ( ), DY β-sheet ( ), SY α-helix ( ) and DY α-helix ( ).

storage time. These results indicated that all parameters were important for evaluate the frozen sweet dough rheology.

The trends observed with rheological results were corroborated by spectroscopy infrared (FTIR) estimation. The gluten network disruptions can be caused by direct action (mechanical) of crystals ice and indirectly by redistributing water.

On other hand, the presence of dead yeast in dough releases different reducing agents, which can break the S–S linkage in the glu-ten of the sweet dough, preventing CO_2 retention and affecting dough quality (Codon et al., 2003, Ribotta et al., 2001).

The secondary structures of protein gluten network were stud-ied by infrared spectroscopy. The amide III band was deconvoluted and the different peaks and their frequencies correspond to: α-helix (1330–1295 cm^{-1}) and β-sheet (1250–1220 cm^{-1}) (Cai and Singh, 1999). The quantitative estimation of b-sheet and a-helix fractions of SY and DY sweet doughs are grouped in Fig. 3. Other secondary structures (β-turn and random coil) are not shown in this study because they are not influenced by freezing and frozen storage probably due to the formation of new proteins bonds with other components (Cai and Singh, 1999). However, the b-sheet and a-helix fraction are sensitive to freezing and frozen storage; the β-sheets were partially increased during the first four weeks of storage. This can be interpreted as the formation of a range of new b-sheet together with a shift to less strongly hydrogen-bonded struc-tures (Georget et al., 2006). After four weeks of storage, a slight decrease of secondary structures had been observed. This phenomenon could be explained by the redistribution of water in the dough matrix during the ice recrystallization (Leray et al., 2010).

The secondary structure changes indicated proteins aggrega-tion. The FTIR results revealed a slight increase of secondary struc-tures for both sweet doughs (DY and SY) during the first week of storage. A significant decrease ($P < 0.05$) was observed on α-helix (SY = 28% and DY = 24%) and β-sheet (SY = 2% and DY = 3%) until approximately 4 weeks of frozen storage. These results suggested that a-helix and b-sheet were sensitive to frozen storage. Protein denaturation is governed by various factors including temperature, pH and high ionic strength (Wagner and Anon, 1986). The second-ary structure change indicates proteins aggregation.

4. Conclusion

The influence of yeast content and frozen storage time of sweet dough was studied. The frozen storage time had a significant effect on the dough's hardness, ΔS springiness and viscoelasticity.

DY frozen sweet dough (higher yeast content) gave dough with a higher specific volume due to higher yeast activity, whereas the specific volume decreased during frozen storage.

This present study revealed that the yeast content of SY dough (0 day) is equivalent to that DY frozen dough stored for 27 days.

The rheological parameters were not influenced by yeast level. However, hardness and ΔS increased and springiness and tan δ de°Creased since four weeks of frozen storage. These modifications of the rheological properties could be explained by ice crystals growth induces a water redistribution causing mechanical damage to the gluten network of frozen sweet doughs. Indeed, after four weeks of storage a decrease in the amount of α-helix correlated with content of extended β-sheet fraction has been observed.

These results suggest an aggregation of the gluten network pro-teins. These findings are confirmed by the rheology study, in par-ticular by the slight increase of tan d after four weeks of storage.

The storage effect was particularly concentrated in the first 27 days of storage. This effect is in accordance with the decreased elasticity and the phenomena accentuated with temperature fluc-tuations during frozen storage. In this study, the temperature fluc-tuations comprised between ±2 and ±3.6 °C. Due to the fact that the temperature fluctuations are unavoidable, Phimolsiripol et al. (2008) suggested that variations in temperature must be kept to a minimum or no more than ±3 °C.

To continue this study, it will be interesting to study sensorial and textural attributes after bake of frozen sweet dough during fro-zen storage.
Different freezing treatment and storage conditions will be con-ducted to improve the overall sweet dough quality, to minimize the specific volume loss.

Acknowledgements

We gratefully acknowledge the financial support of Coco LM Company (MaisonAlsacienne de Biscuiterie) and ANRT French Agency. Gauthier Lahache, Carole Perroud and Carole Jeandel are also acknowledged for their technical support.

References

Angioloni, A., Balestra, F., Pinnavaia, G.G., Rosa, M.D., 2008. Small and large deformation tests for the evaluation of frozen dough viscoelastic behaviour. Journal of Food Engineering 87 (4), 527–531.

Baier-Schenk, A., Handschin, S., von Schönau, M., Bittermann, A.G., Bächi, T., Conde-Petit, B., 2005. In situ observation of the freezing process in wheat dough by confocal laser scanning microscopy (CLSM): formation of ice and changes in the gluten network. Journal of Cereal Science 42 (2), 255–260.

Berglund, P.T., Shelton, D.R., Freeman, T.P., 1991. Frozen Bread Dough Ultrastructure as Affected by Duration of Frozen Storage and Freeze-Thaw Cycles. American Association of Cereal Chemists, St. Paul, MN, Etats-Unis.

Bhattacharya, M., Langstaff, T.M., Berzonsky, W.A., 2003. Effect of frozen storage and freeze-thaw cycles on the rheological and baking properties of frozen doughs. Food Research International 36 (4), 365–372.

Brüinsma, B.L., Giesenschlag, J., 1984. Frozen dough performance compressed yeast-instant dry yeast. Baker's Digest 58 (6), 6–11.

Cai, S., Singh, B.R., 1999. Identification of b-turn and random coil amide III infrared bands for secondary structure estimation of proteins. Biophysical Chemistry 80 (1), 7–20.

Codon, A.C., Rincon, A.M., Moreno-Mateos, M.A., Delgado-Jarana, J., Rey, M., Limon, C., Rosado, I.V., Cubero, B., Penate, X., Castrejon, F., Benitez, T., 2003. New Saccharomyces cerevisiae baker's yeast displaying enhanced resistance to freezing. Journal of Agricultural and Food Chemistry 51 (2), 483–491.

Collar, C., Andreu, P., Martinez, J.C., Armero, E., 1999. Optimization of Hydrocolloid Addition to Improve Wheat Bread Dough Functionality: A Response Surface Methodology Study. Royaume-Uni, Elsevier, Oxford.

El-Hady, E.A., El-Samahy, S.K., Seibel, W., Brümmer, J.M., 1996. Changes in gas production and retention in non-prefermented frozen wheat doughs. Cereal Chemistry 73 (4), 472–477.

Gelinas, P., McKinnon, C.M., 2004. Effect of Flour Heating on Dough Rheology. Royaume-Uni, Elsevier, Kidlington.

Georget, Dominique, M.R., Belton, Peter, S., 2006. Effects of Temperature and Water Content on the Secondary Structure of Wheat Gluten Studied by FTIR Spectroscopy. American Chemical Society, Washington, DC, United States.

Giannou, V., Tzia, C., 2007. Frozen dough bread: quality and textural behavior during prolonged storage – prediction of final product characteristics. Journal of Food Engineering 79 (3), 929–934.

Gormley, R., Walshe, T., Hussey, K., Butler, F., 2002. The effect of fluctuating vs. constant frozen storage temperature regimes on some quality parameters of selected food products. LWT – Food Science and Technology 35 (2), 190–200.

Hatano, S., Udou, M., Koga, N., Honjoh, K.I., Miyamoto, T., 1996. Impairment of the glycolytic system and actin in baker's yeast during frozen storage. Bioscience Biotechnology and Biochemistry 60 (1), 61–64.

Havet, M., Mankai, M., Le Bail, A., 2000. Influence of the freezing condition on the baking performances of French frozen dough. Journal of Food Engineering 45 (3), 139–145.

Hino, A., Takano, H., Tanaka, Y., 1987. New freeze-tolerant yeast for frozen dough preparations. Cereal Chemistry 64 (4), 269–275.

Hohmann, S., 1997. Shaping up: the response of yeast to osmotic stress. In: Hohmann, S., Mager, W.H. (Eds.), Yeast Stress Responses. Springer, New York, pp. 101–146.

Kline, L., Sugihara, T.F., 1968. Factors affecting the stability of frozen bread doughs. I. Prepared by the straight dough method. Bakers Digest 42 (5), 44–50.

Laaksonen, T.J., Roos, Y.H., 2000. Thermal, dynamic-mechanical, and dielectric analysis of phase and state transitions of frozen wheat doughs. Journal of Cereal Science 32 (3), 281–292.

Le Bail, A.L., Grinand, C., Cleach, S.L., Martinez, S., Quilin, E., 1999. Influence of storage conditions on frozen French bread dough. Journal of Food Engineering 39 (3), 289–291.

Leray, G.n., Oliete, B., Mezaize, S., Chevallier, S., de Lamballerie, M., 2010. Effects of freezing and frozen storage conditions on the rheological properties of different formulations of non-yeasted wheat and gluten-free bread dough. Journal of Food Engineering 100 (1), 70–76.

Lorenz, K., Kulp, K., 1995. Freezing of doughs for the production of breads and rolls in the United States. Frozen and Refrigerated Doughs and Batters 135, 153.

Mazur, P., 1970. Cryobiology: the freezing of biological systems. Science 168 (3934), 939–949.

Meric, L., Lambert-Guilois, S., Neyreneuf, O., Richard-Molard, D., 1995. Cryoresistance of baker's yeast Saccharomyces cerevisiae in frozen dough: contribution of cellular trehalose. Cereal Chemistry 72 (6), 609–615.

Meziani, S., Jasniewski, J., Gaiani, C., Ioannou, I., Muller, J.-M., Ghoul, M., Desobry, S., 2011. Effects of freezing treatments on viscoelastic and structural behavior of frozen sweet dough. Journal of Food Engineering 107 (3–4), 358–365.

Morris, G.J., Clarke, A., 1987. Cells at low temperatures. In: Morris, G.J., Grout, B.W.W. (Eds.), The Effects of Low Temperature on Biological Systems. Edward Arnold, Baltimore, MD, pp. 71–129.

Nemeth, L.J., Paulley, F.G., Preston, K.R., 1996. Effects of ingredients and processing conditions on the frozen dough bread quality of a Canada Western Red Spring wheat flour during prolonged storage. Food Research International 29 (7), 609–616.

Neyreneuf, O., Delpuech, B., 1993. Freezing experiments on yeasted dough slabs. Effects of cryogenic temperatures on the baking performance. Cereal Chemistry 70 (1), 109–111.

Neyreneuf, O., Van Der Plaat, J.B., 1991. Preparation of frozen French bread dough with improved stability. Cereal Chemistry 68 (1), 60–66.

Olivera, D.F., Salvadori, V.O., 2009. Effect of freezing rate in textural and rheological characteristics of frozen cooked organic pasta. Journal of Food Engineering 90 (2), 271–276.

Peighambardoust, S.H., Fallah, E., Hamer, R.J., van der Goot, A.J., 2010. Aeration of bread dough influenced by different way of processing. Journal of Cereal Science 51 (1), 89–95.

Phimolsiripol, Y., 2009. Shelf life determination of frozen bread dough stored under fluctuating temperature conditions. Kasetsart Journal – Natural Science 43 (1), 187–197.

Phimolsiripol, Y., Siripatrawan, U., Tulyathan, V., Cleland, D.J., 2008. Effect of cold pre-treatment duration before freezing on frozen bread dough quality. International Journal of Food Science and Technology 43 (10), 1759–1762.

Räsänen, J., Blanshard, J.M.V., Mitchell, J.R., Derbyshire, W., Autio, K., 1998. Properties of frozen wheat doughs at subzero temperatures. Journal of Cereal Science 28 (1), 1–14.

Ribotta, P.D., Leon, A.E., Anon, M.C., 2001. Effect of freezing and frozen storage of doughs on bread quality. Journal of Agricultural and Food Chemistry 49 (2), 913–918.

Selomulyo, V.O., Zhou, W., 2007. Frozen bread dough: effects of freezing storage and dough improvers. Journal of Cereal Science 45 (1), 1–17.

Teunissen, A., Dumortier, F., Gorwa, M.F., Bauer, J., Tanghe, A., Lorenz, A., Smet, P., Van Dijck, P., Thevelein, J.M., 2002. Isolation and characterization of a freeze-tolerant diploid derivative of an industrial baker's yeast strain and its use in frozen doughs. Applied and Environmental Microbiology 68 (10), 4780–4787.

Wagner, J.R., Anon, M.C., 1986. Effect of frozen storage on protein denaturation in bovine muscle1. Myofibrillar ATPase activity and differential scanning calorimetric studies. International Journal of Food Science and Technology 21 (1), 9–18.

Please cite this article in press as: Meziani, S., et al. Influence of yeast and frozen storage on rheological, structural and microbial quality of frozen sweet dough. Journal of Food Engineering (2011), doi:10.1016/j.jfoodeng.2011.10.026

Chapitre IV :

Effet des modes de congélation et de la quantité de levure sur les caractéristiques physiques des pâtes sucrées congelées et sensorielles du produit fini (Kougelhopf)

Chapitre IV : Effet des traitements de congélation et de la quantité de levure sur les caractéristiques physiques des pâtes sucrées congelées et sensorielles du produit fini (Kougelhopf)

La qualité des produits de boulangerie est souvent liée aux caractéristiques de leur croûte (épaisseur, croustillant et couleur) et de la structure de leur mie (saveur, texture douce, la taille et le nombre des alvéoles). Cependant, leur durée de vie est courte, la perte de la fraîcheur est appelée rassissement, exprimé par un certain nombre de modifications chimiques et physiques. Le rassissement des produits de panification et de biscuiterie se traduit par leur raffermissement, leur tendance à l'émiettement et la disparition de leurs flaveurs, son importance économique est considérable.

La texture est largement reconnue comme un attribut important déterminant la qualité du produit et l'acceptabilité des consommateurs, elle est influencée négativement par la congélation. L'évaluation de la structure alvéolaire des produits de panification se base sur plusieurs critères tels que la taille, la forme et le nombre des alvéoles. Les alvéoles sont primordiales dans la fabrication des produits de panification et l'analyse de la texture permet de quantifier cette structure alvéolaire à travers la distribution spatiale.

Le profil sensoriel (odeur, texture, goût…) a une forte influence sur le jugement du consommateur. Le coût et les difficultés de la mise en place des tests sensoriels, encourage la compréhension des relations existantes entre les mesures instrumentales et sensorielles pour fournir des informations utiles qui permettraient de prédire les attributs sensoriels des produits.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'impact des conditions de congélation et de la quantité de levure sur les caractéristiques physiques, texturales et sensorielles du Kougelhopf.

Article 4

Food and Bioprocess Technology (En révision)

Article 4: Effect of freezing treatments and yeast amount on sensory and physical properties of sweet dough

Smail Meziani [a,b*], Muriel Jacquot [a], Jordane Jasniewski [a], Jean-Marc Muller [b], Mohamed Ghoul [a], Stéphane Desobry [a]*

[a] Nancy-Université, ENSAIA–INPL, Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules (LIBio), 2 avenue de la Forêt de Haye, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France.

[b] Coco LM Company (Maison Alsacienne de Biscuiterie), 7 rue Emile Schwoerer, 68000 Colmar, France.

*** Corresponding authors:**

E-mail address: smail.meziani@ensaia.inpl-nancy.fr

Tel.: +33 3 83 59 58 70

Fax: +33 3 83 59 57 72

Abstract

The frozen bakery market has grown significantly in developed countries over the past decade.

Of the available preservation technologies, freezing has been recognized as an excellent method of preserving the quality characteristics of bakery products. The aim of this work was to study the influence of freezing conditions (-20°C, -30°C,-40°C and cryogenic immersion) and yeast content on the sensory and physical properties in the final baked product (Kougelhopf).

Physical parameters such as specific volume, moisture, hardness, gas cells distribution and size were determined experimentally. A sensory evaluation (appearance, color, flavor, taste, texture and overall acceptability) was performed in Kougelhopf obtained from fresh and frozen sweet doughs.

The experimental results showed that higher freezing rates were correlated with more extended damage, yeast activity loss and lower Kougelhopf specific volume.

The freezing rate also influenced the gas cells distribution and size. It was shown that increasing yeast content in frozen sweet doughs improved the overall quality of Kougelhopf compensating for the loss of yeast activity during the freezing process. Kougelhopf produced from sweet dough with higher yeast content (DY) presented a higher specific volume, whereas freezing rate increases its hardness. Sensory tests confirmed that instrumental results were detected by panelists.

Keywords: Kougelhopf; frozen sweet dough; yeast; freezing rate; TPA (Textural profile analysis); porosity analysis; sensory evaluation.

1. Introduction

The frozen bakery market has increased significantly in developed countries in recent years. Baking terminals have proliferated in public places such as supermarkets, bakery shops, airports (Le Bail and Goff, 2008). This technology allows for a time lag between frozen dough and selling step and several advantages have been recognized among them the standardization of the final product quality (Bárcenas and Rosell, 2007).

The quality of fresh bakery products is often related to its crust (thickness, crispiness, color, and taste) and to the crumb structure (flavor, soft texture, size of the cells). However, bakery products have a short shelf-life, and the loss of freshness influence negatively the product's quality and consumer acceptance, expressed by a number of chemical and physical changes (staling). Indeed, the appearance, odor, color, texture and flavor attributes are used to determinate sensory properties of bakery products (Stone and Sidel, 2004). Each product has its characteristic sensory profile that is comprised of specific attributes. The product sale will certainly be a failure if some of these attributes do not meet consumer expectations.

The variety of frozen bakery products has increased significantly since their introduction to the market; this list includes breads and rolls, croissants, muffins, cakes, cookies, pastries, laminated dough, pizza (Decock and Cappelle, 2005).

However, these products are available as part baked and fully baked frozen presentation. Both kinds present advantages. A major problem of the part-baked and fully baked frozen bakery product is crust flaking probably due to the intensity of thermo-mechanical shock during chilling–freezing and final baking (Le Bail et al., 2005). Carr et al. (2006) reported that their products had a rougher crust and very compact crumb caused by freezing. The main competitor of the partly-baked and fully baked frozen bakery product is the unfermented frozen dough.

The frozen unfermented product has a better prospective for the industry. However, unfermented frozen dough often exhibits a specific volume decrease manifested by an increase proofing time compared to fresh dough products during freezing and long frozen storage (Añon et al., 2004). Several authors suggested that the formulation and processing parameters such as freezing and thawing rate (Le Bail et al., 1998), frozen storage time (Lu

and Grant, 1999) and mixing time (Rouille et al., 2000) influence significantly the bakery product quality obtained from frozen dough.

These parameters can act either independently or synergistically to reduce the yeast activity resulting in reduced gas production (Rosell and Gomez, 2007) or damage to the dough structure due to poor CO_2 retention (Wolt and D'Appolonia, 1984) and poor baking performance. Havet et al. (2000) found a 20% decrease of bread specific volume obtained from dough frozen at -20°C (3 m/s air velocity). Several studies have shown that the freezing rate was directly related to the ice crystals size causing the disruption of dough gluten network during freezing (Havet et al., 2000; Inoue and Bushuk, 1996; Kulp, 1995; Spiess, 1980). Olivera and Salvadori (2009), suggested that rapid freezing formed small size ice crystals, which were less damaging to the cellular structure and preserved the final frozen products quality. In contrary, a slow freezing produced large ice crystals.

Havet et al. (2000) reported that the freezing rate greatly affects the bread volume of French frozen dough. The specific bread volume decreased with increasing freezing rate (1–3 m/s air speed in an air blast freezer at -20°C).

The sensory characteristics of bakery products are heavily influenced by their formulation; the presence of some ingredients such as butter gives a characteristic flavor to the final product. In addition to the raw materials used, the manufacturing process substantially alters the sensory properties of the bakery product.

In addition, the limit of expansion of these gas cells is directly related to their stability, due to coalescence and the eventual loss of gas when the bubbles collapse. The rheological properties of the gas cells will therefore be important in maintaining stability against premature failure during baking, and also in relation to gas cell stabilization and gas retention during proofing, and thus to the final structure and volume of baked product (Dobraszczyk and Morgenstern, 2003). Two mechanisms are involved in the destabilization of the gas cells during proofing, disproportionation and coalescence. Disproportionation (analogous to Ostwald ripening in emulsions) involves a diffusion mechanism by which CO_2 migrates from smaller gas cells to larger ones. Gas cells coalescence is caused by the rupture of the thin dough films, which results in gas loss and an irregular crumb structure (Kokelaar and Prins, 1995). Textural properties of bakery products are most often measured because of the strong correlation between crumb firmness and quality and consumer acceptance. Carson and Sun, (2001) studied six types of bread and showed the existence of a strong correlation between the instrumental results (cohesiveness, springiness, adhesiveness) and those of the sensory

analysis. The sensory evaluation is a lengthy and costly process for manufacturers, which strongly encourages instrumental- sensory correlation studies. They would provide simple instrumental measurements for the prediction of sensory descriptors.

According to the literature, freezing consequences on baking performances of bakery products can be corrected by adjusting the yeast amount or the strain choice. However, the taste and texture of product could be negatively affected by adjusting the processing parameters (freezing rate). Several papers already dealt with bread (Gabric et al., 201; Gonzales-Barron and Butler, 2006; Van Duynhoven et al., 2003). No study on freezing rate and formulation effect on sweet dough properties with complex recipes have been published. Kougelhopf is the emblem of the Alsace region in eastern France; it is easily recognized bit its grooved shape. The cake crust is light brown, sprinkled with icing sugar and decorated with almonds on top. Its tender and brioche crumb is strewn with raisins. Its manufacturing process is similar to that of the bread.

The objectives of this work were (i) to study the influence of freezing conditions and yeast quantity on physical, textural and sensory characteristics of fully baked sweet product Kougelhopf and (ii) to compare these parameters to those obtained from fresh Kougelhopf and iii) to define the best freezing treatment and formulation for Kougelhopf.

2. Materials and methods

2.1. Materials

Two types of sweet doughs were used SY (Simple yeasted dough) and DY (Double yeasted dough) to produce Kougelhopf sweet dough. The dough formulas used in this study were: wheat flour (1000g), UHT semi-skimmed milk (500g), butter (300g) sugar, (200g), eggs (130g), salt (20g), compressed yeasts *Saccharomyces cerevisiae* (Lesaffres, France) (25 or 50g), respectively for SY and DY doughs. The components and recipe were provided by Coco LM Company (Colmar, France)

2.2. Experimental procedure

All ingredients were stored at +4°C before use and were mixed in a bread machine (Moulinex Ow 5000, France) for 10 minutes at low-speed (40rpm) and at a high-speed (80rpm) during 10 minutes with butter. Dough temperature was 23±2°C after mixing.

After resting for 20 min at room temperature, the sweet dough was divided and molded into 60 g pieces (3.5cm diameter).

A part of sweet dough was frozen in a pilot-scale freezer CRN 504 SP manufactured by Didatec Technology, France at -20°C, -30°C, -40°C. The sweet dough was removed from the pilot-freezer when the center temperature reached -20°C.

The remaining was immersed into liquid nitrogen until the dough core temperature reached -20°C.

Thawing was carried out in a cold chamber (Sanyo MIR-253, Japan) at +4°C during 16 hours. Immediately, after thawing, the different samples were placed in silicon molds and proofed at 28°C and 85% relative humidity for 180 min in a stove (Sanyo MIR-253, Japan).

After that, the dough pieces were baked for 28 minutes in an oven (Eurofours 25-02T03-1 Gommegnies, France) at 185°C with baking steam during the first minute. Then, baked Kougelhopf were kept at ambient temperature (25°C) for one hour.

2.3. Physical assessment

After 1 hour of cooling at 25°C and 50% RH, kougelhopf samples were subjected to the following analysis: moisture content, specific volume, porosity parameters.

2.3.1. Moisture content

Moisture of samples was determined according to AOAC Official Method 935.25 (AOAC, 1995): approximately 5g of Kougelhopf, placed in a previously weighed container were dried in a forced convection oven (WTB binder Amilabo, Germany) at 103°C until they reached constant weight (24 hours). The samples were cooled in a desiccator and weighed by an analytical balance (sensitivity 0.01 mg).

The moisture content (in percentage) of the sample was calculated according to Equation (1):

$$M(\%) = \frac{Wi - Wf}{Wi} X100 \qquad (1)$$

Where W_i is the initial sample weight, W_f is the final sample weight and M (%) is the percentage moisture content, in wet basis. The moisture content measurements were done in triplicate using three different samples from the same sample.

2.3.2. Porosity analysis

A preparation procedure was established to assess the distribution size and number of cells gas formed during proofing. After a thawing step (frozen sweet doughs) or mixing for fresh dough, disks of dough were placed in Petri dishes during 180 min of proofing (Fig.1A). The images were acquired using a flatbed scanner (HP Scanjet G4050 Photo Scanner) with a resolution of 4800 x 9600 dpi, and images were saved as TIF files. On the other hand, ten Kougelhopf (SY and DY) pieces for each sweet dough (fresh and frozen doughs) were sliced transversely using an electric slicer to obtain 20-mm thick slices (Fig.1B). Five central slices of each Kougelhopf were scanned on one side using the same method mentioned previously. Images were analyzed by Image J (Image Tool 1.43U 2010, National Institutes of Health, USA) according to Gonzales-Barron and Butler (2006). Each image was converted to grey-level image (eight bits). Number of cells per cm^2, cell's size and total area were ca°Culated to evaluate the changes in gas cell size and distribution during baking. After thawing, a petri dish was placed on top of fresh and frozen doughs and after 3 hours proofing, the images were acquired using the same method cited previously.

.

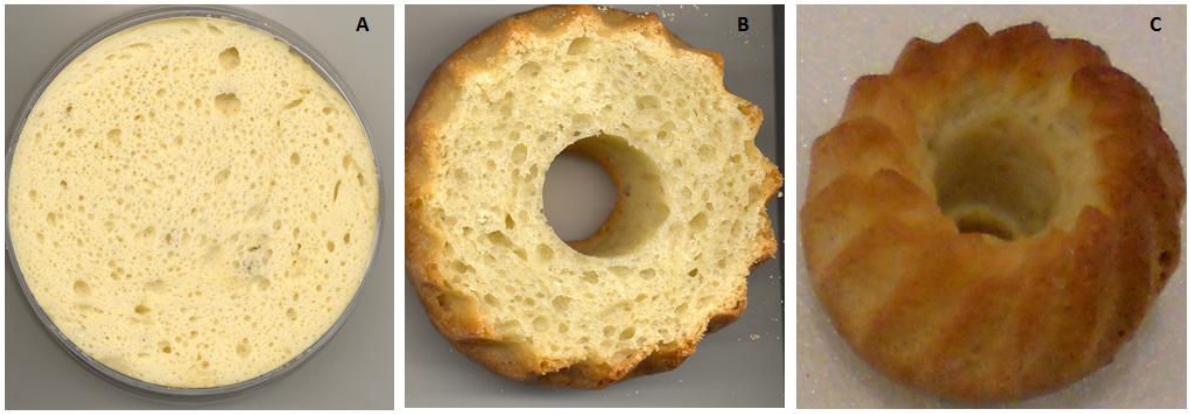


Fig. 1. *(**A**) Sweet dough (**B**) slices Kougelhopf (**C**) Kougelhopf used in sensory analysis.*

2.3.3. Specific volume

The Kougelhopf made from fresh and frozen doughs were evaluated for their weight, volume and weight to volume ratio. The volume of Kougelhopf samples were measured by rapeseed displacement as described by Havet et al. (2000).

2.3.4. Texture profile analysis (TPA)

The textural parameters were carried out on seven samples Kougelhopf fresh and made from frozen dough (-20°C,-30°C,-40°C and liquid nitrogen). Texture profile analysis (TPA) was used to evaluate freezing treatment effect on textural changes of Kougelhopf (Olivera and Salvadori, 2009), using a universal testing machine (LRX-LLOYD tensile°Compression, Ametek, UK) equipped with a 40mm probe (P⁄40). One slice of 25mm thick slices for each test sample was used and the end slices of Kougelhopf were discarded (AACC, 2006).

The double compression cycle was carried out at test speed of 60 mm/s, with a distance of 40% of compression and a resting period of 60s. Hardness represented by the peak force during the first compression cycle. The testing temperature was 22±1°C.

2.4. Sensory evaluation

Tests were carried out in a sensory room with 24 analysis boxes. The sensory evaluation of Kougelhopf samples was done by 150 untrained panelists (84 male and 66 female, between 20 and 59 years old). All panelists were students or employees of the INPL (Institut National Polytechnique de Lorraine) and Coco LM Company.

A piece (50g) (Fig.1C) of each sample was given to each panelist at room temperature (22±2°C). Pieces were presented in random order and identified with 3-digit codes.

The panelists were asked to evaluate the samples of Kougelhopf made from fresh and frozen doughs (-20°C,-30°C and -40°C), 2h after baking for appearance, color, flavor, taste, texture and overall acceptability.

No sensory evaluation was studied in Kougelhopf made from dough immersed in liquid nitrogen, because the dough volume did not properly develop.

The score sheets required the judges to rank their 4 samples from least (=1) to most (=4) pleasant for each attribute (Meilgaard et al., 1999). The rank sum of each sample was used to ca°Culate Friedman value (F). Comparing it with values given in the Friedman test (level of significance =0.05), it can be inferred whether there is an overall difference among all the Kougelhopf samples.

2.5. Statistical analysis

ANOVA and five-sample comparison analyses were performed in all results using the statistical program Microsoft EXCEL software (2007), at a confidence interval of 95%. The means between Kougelhopf samples in sensory analysis were compared by the Friedman test (Meilgaard et al., 1999).

3. Results and discussion

3.1. Physical and textural analyses

Kougelhopf samples obtained by both sweet doughs (SY and DY) frozen at -20°C, -30°C, -40°C and liquid nitrogen were evaluated for their water content, specific volume and hardness. Results presented in Fig.2 show that after the Kougelhopf moisture was not statistically different for the SY and DY Kougelhopf samples obtained by the different freezing treatments.

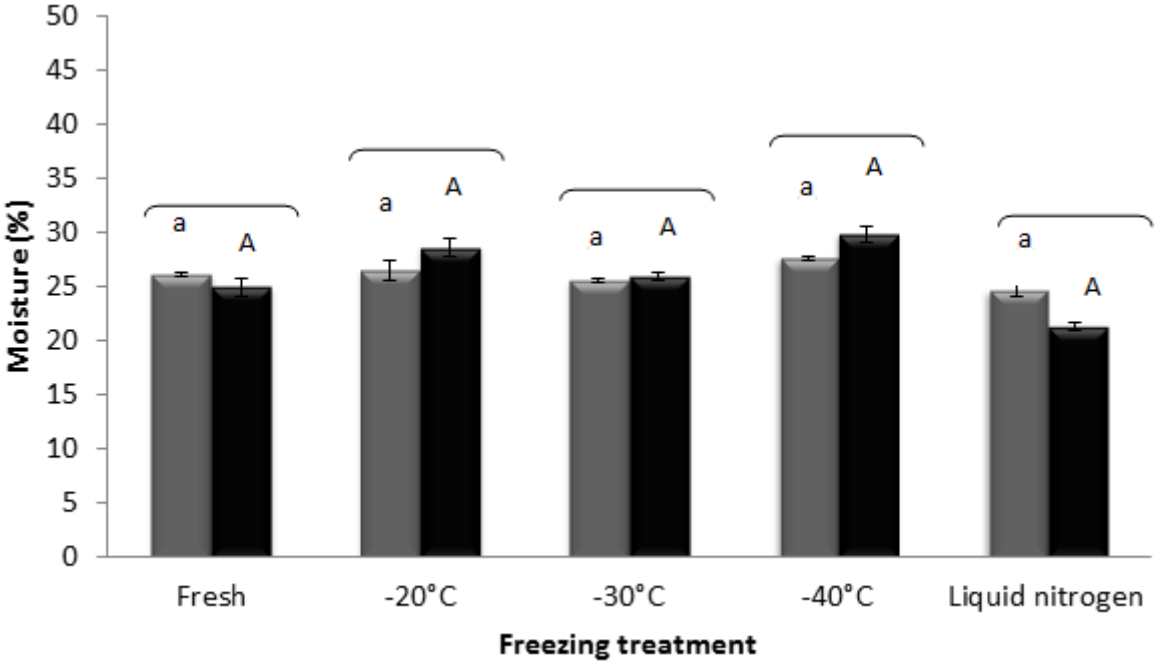


***Fig. 2**. Moisture of Kougelhopf samples (■) SY and (■) DY according to freezing treatment.*
a, b, c, Same letters within SY Kougelhopf samples do not significantly differ (p< 0.05)
A, B, C, D Same letter within DY Kougelhopf samples do not significantly differ (p< 0.05)
** Differ significantly between SY and DY Kougelhopf samples (p< 0.05)*

The specific volume of Kougelhopf obtained from sweet doughs frozen at -20°C, -30°C, -40°C and liquid nitrogen is shown in Fig.3. Statistical analysis showed significant difference (P> 0.05) between SY and DY Kougelhopf samples obtained from sweet doughs frozen at -20°C, -30°C and -40°C, but no significant difference was found between sweet doughs (SY and DY), fresh and frozen in liquid nitrogen. Indeed, decrease in the specific volume of Kougelhopf obtained from SY dough frozen at different freezing treatment was observed. The specific volume decreased significantly (P<0.05) by 17%, 28%, 40% and 68%, respectively, between the fresh Kougelhopf (SY sweet dough) and Kougelhopf obtained from SY dough frozen at -20°C, -30°C, -40°C and liquid nitrogen. However, the specific volume of Kougelhopf obtained from frozen DY dough was stay constant compared to the control (DY fresh Kougelhopf) despite freezing, except sweet dough frozen in liquid nitrogen decreased (70% decrease).

These findings show that the Kougelhopf obtained from DY sweet dough (high yeast content) compensates the loss of the yeast activity during freezing.

These results were in accordance with Havet et al. (2000) that observed a decrease in bread specific volume by 20%, 27% and 28% for -20°C, -30°C and -40°C, respectively.

When analyzing frozen sweet doughs, yeast survival decreased as freezing rate increased (data not shown), resulting in a decrease in CO_2 production (Meziani et al., 2011).

Various authors have studied the freezing rate on bread (El-Hady et al., 1996; Giannou and Tzia, 2007) and reported that gas production considerably decreased in dough frozen for -40°C to -120°C with a mixture of air and liquid nitrogen.

The effect of freezing rate on Kougelhopf specific volume during freezing could be explained by changes in yeast activity expressed by reduction of viable cells numbers as well as losses in the ability to produce gas, but also by changes occurring into the gluten network which induces loss the gas retention capacity to retain sweet dough. Ribotta et al. (2003) suggested that the yeast activity can be modified by freezing and thawing steps.

The freezing rate strongly influences the frozen dough quality. Indeed, a slow freezing rate preserves the fermentative activity and ensures a high yeast activity but the gluten matrix structure is altered by the large ice crystals formed during slow freezing (Le Bail et al., 1998). However, high freezing rates promote the formation of small ice crystals which preserves the rheological properties of gluten network (Phimolsiripol et al., 2008). On other hand, the rapid freezing rate induces a decrease of the yeast population caused by intracellular freezing. For

this reason, a compromise of freezing rate is needed to freeze the dough, slowly enough to maximize yeast activity but fastly enough to limit dough weakening.

On the other hand, the recipe of Kougelhopf sweet dough is made with high amounts of sugar and fat (butter) which reduces water activity and exposes yeast cells to high osmotic pressure during freezing-thawing steps. The yeast exposure to hyperosmotic stress leads to rapid dehydration of cells limiting their CO_2 production correlated with a decrease in specific volume (Hohmann, 1997).

.

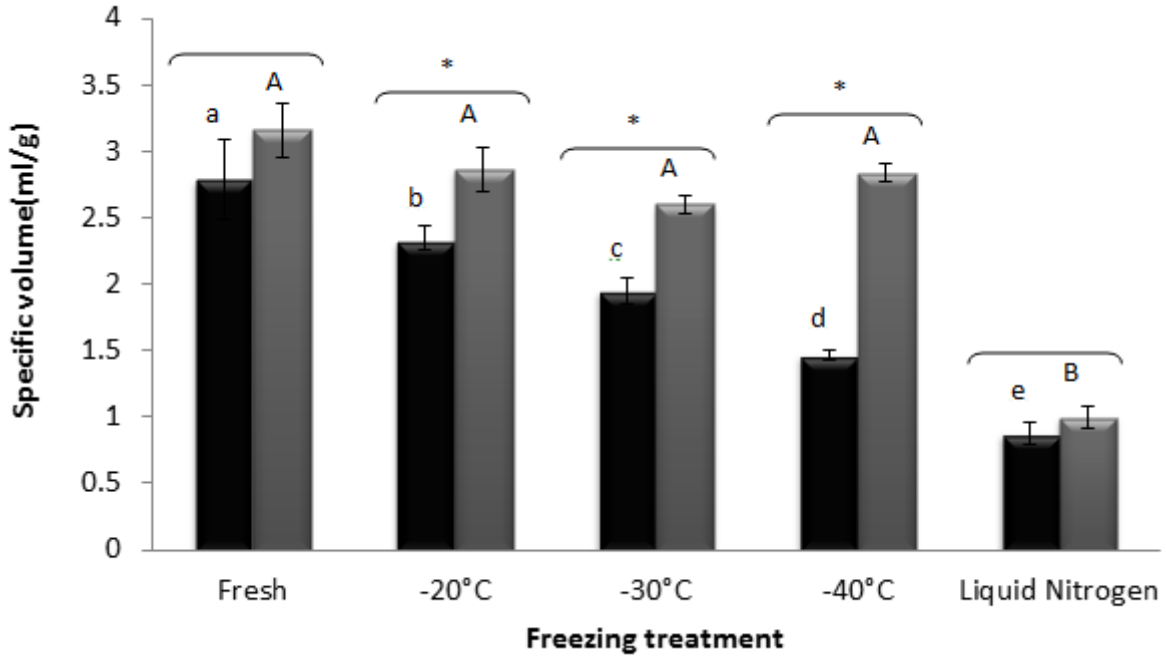


Fig. 3. *Specific volume evolution of Kougelhopf obtained by (■) SY and (■) DY according to freezing treatment.*
a, b, c, Same letters within SY sweet dough do not significantly differ (p<0.05)
A, B, C, D Same letter within DY sweet dough do not significantly differ (p<0.05)
** Differ significantly between SY and DY sweet doughs (p< 0.05).*

Structure of Kougelhopf samples obtained by frozen sweet doughs was influenced by freezing and thawing steps, as shown in hardness results in Fig. 4. The hardness of Kougelhopf (SY frozen sweet dough) increased significantly (P< 0.05) by 37%, 53% and 67% for -20°C, -30°C, -40°C and liquid nitrogen, respectively compared to fresh Kougelhopf (SY fresh sweet dough) but no significant difference (P> 0.05) was found for Kougelhopf hardness obtained from DY sweet dough frozen at slow freezing rate only liquid nitrogen led to hardness increase compared to air blast freezing.

In the present study, the hardness is inversely correlated to Kougelhopf specific volume (R^2_{SY}=−0.975, and R^2_{DY}=−0.960). As shown by correlation coefficients of both sweet doughs (DY and SY), the hardness increase versus freezing rate due to development of Kougelhopf volume during proofing. As seen in the previous paragraph, the specific volume depends on yeast activity, the Kougelhopf samples obtained from both sweet doughs (SY and DY) frozen in liquid nitrogen show a low specific volume and a compact texture probably responsible for higher hardness values (1.72 N and 1.86 N for DY and SY, respectively). Furthermore, the significant difference (P< 0.05) in hardness values between SY and DY sweet doughs frozen at -40°C could be associated with a good development of DY dough specific volume with aerated texture.

On the other hand, the hardness increase could be partly explained by dough elasticity decrease due to the formation and size of ice crystals during freezing (Angioloni et al., 2008).

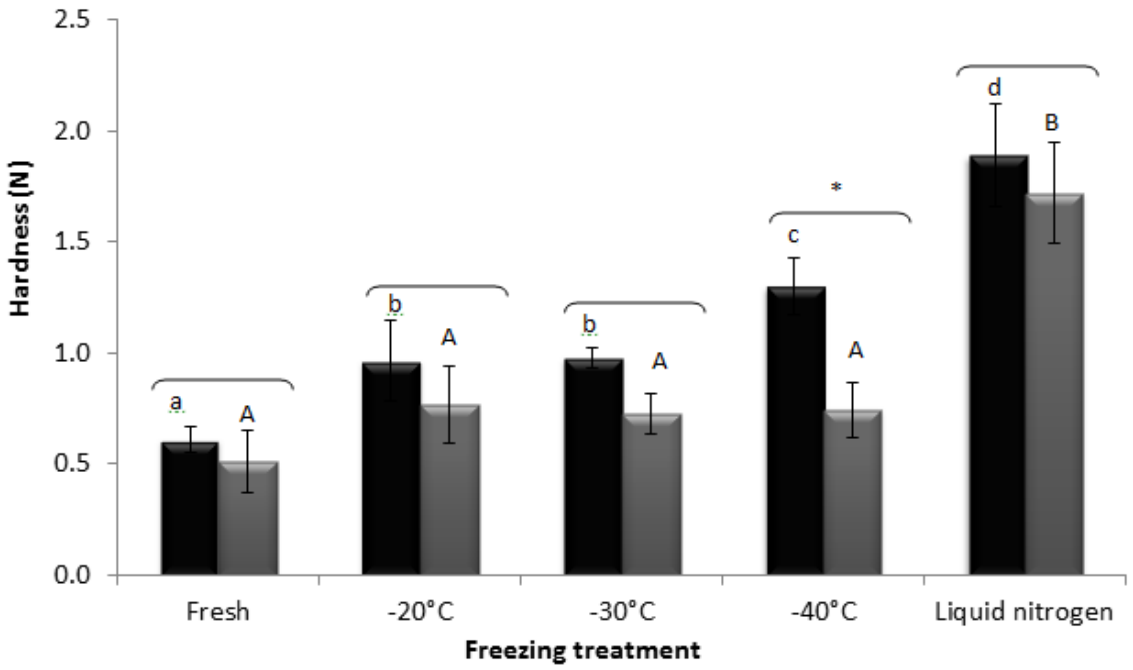


***Fig. 4**. Hardness evolution of Kougelhopf obtained by sweet doughs (■) SY and (■) DY according to freezing treatment.*
a, b, c, Same letters within SY sweet dough do not significantly differ (p<0.05)
A, B, C, D Same letter within DY sweet dough do not significantly differ (p<0.05)
** Differ significantly between SY and DY sweet doughs (p< 0.05).*

3.2. Comparison of gas cell distribution in frozen sweet doughs and Kougelhopf samples baked form these sweet doughs

During proofing and baking the growth of gas cells determines the expansion of the sweet dough and therefore the ultimate volume and texture of the baked product (He and Hoseney, 1991). The results of size and cells distribution of Kougelhopf samples and frozen sweet doughs SY and DY are listed in Table 1 and 2. From the obtained results, it appeared that the cells in the Kougelhopf samples have a larger diameter than in the frozen sweet doughs. Whereas the gas cells number were higher in the fresh Kougelhopf dough samples than in the frozen sweet doughs. For example, an increase of 5%, 16%, 20% and 14% was found for SY fresh sweet dough and SY sweet doughs frozen at -20°C, -30°C -40°C and liquid nitrogen, respectively. Increasing of gas cells size observed during baking could be related to the normal expansion of gas cells as well as to the Ostwald ripening process, where large cells develop at the expense of smaller due the increase in gas overpressure in the small gas cells (van Vliet, 2008). As a result the coalescence involves the fusion of gas bubbles through the rupture of the thin film between them. In contrast, no significant effect ($P > 0.05$) was observed on the number of gas cells for both sweet doughs (SY and DY).

Table 1: Size and number gas cells of sweet dough frozen at -20°C, -30°C, -40°C, liquid nitrogen

	SY (Dough simple yeasted)		DY (Dough double yeasted)	
	Average diameter (mm)	**Cells /cm²**	**Average diameter (mm)**	**Cells /cm²**
Fresh	1.92±0.15 ^{A}	17.87±1.39 ^{a}	2.06±0.12 ^{A}	19.31±1.27 ^{a}
-20°C	1.66±0.17 ^{A}	22.82±2.02 ^{b}	1.87±0.14 ^{A}	23.17±1.83 ^{b}
-30°C	1.71±0.19 ^{A}	21.81±1.89 ^{b}	1.89±0.09 ^{A}	21.64±1.02 ^{b}
-40°C	1.28±0.23 ^{B}	15.95±1.27 ^{b}	1.81±0.05 ^{A}	22.58±1.11 ^{b}
Liquid nitrogen	1.13±0.14 ^{B}	12.86±1.09 ^{c}	1.18±0.25 ^{B}	12.93±0.91 ^{c}

Within column values with the same following letter do not differ significantly from each other (p≤0.05).

Table 2: Size and number gas cells of baked Kougelhopf (Frozen sweet dough at -20°C, -30°C, -40°C, liquid nitrogen and fresh dough)

	Kougelhopf SY (Dough simple yeasted)		Kougelhopf DY (Dough double yeasted)	
	Average diameter (mm)	**Cells /cm²**	**Average diameter (mm)**	**Cells /cm²**
Fresh	2.02±0.14 ^{A}	15.07±1.21 ^{a}	2.43±0.11 ^{A}	17.93±2.04 ^{a}
-20°C	1.98±0.09 ^{A}	21.29±1.14 ^{b}	2.12±0.17 ^{B}	19.60±1.86 ^{a}
-30°C	1.93±0.08 ^{A}	20.25±1.01 ^{b}	1.98±0.13 ^{B}	19.76 ±1.52 ^{a}
-40°C	1.61±0.10 ^{A}	12.60±0.95 ^{c}	1.95±0.09 ^{B}	18.01±1.04 ^{a}
Liquid nitrogen	1.32±0.11 ^{B}	12.12±1.55 ^{c}	1.23±0.16 ^{C}	12.92±1.33 ^{b}

Within column values with the same following letter do not differ significantly from each other (p≤0.05).

The distribution of gas cells in the SY frozen sweet doughs increases according freezing rate, except for sweet doughs frozen at -40°C and liquid nitrogen. The same trend was observed for DY frozen sweet doughs. The gas cells number increases considerably by 20%, 12% and 17% for sweet doughs frozen at -20°C, -30°C -40°C, respectively.

However, the sweet doughs frozen (SY and DY) in liquid nitrogen contains less number of gas cells, this is characterized by a small specific volume compared to fresh sweet doughs (SY and DY).

These results indicate that gas cells distribution is affected by the freezing rate by increasing the number of cells but reducing the size. This can be explained by the formation of ice crystals during freezing, the size depends on the freezing rate. The ice crystals mechanically damage the structure of gluten network of the frozen dough resulting in poor retention of gas produced during proofing, causing a compact matrix (Bárcenas and Rosell, 2007). On the other hand, the distribution of gas cells is correlated with the yeast activity (Baardseth et al., 2000).

3.3. Result of sensory evaluation

The panelists evaluated the appearance, color, flavor, taste, texture and overall acceptability of Kougelhopf samples obtained by both frozen sweet doughs (DY and SY). Fig. 5 summarizes the total rank sums results of all the Kougelhopf (SY and DY) attributes. These attributes were subjected to Friedman's test (O'Mahony, 1986).

Overall, the yeast amount did not affect the taste and aroma attributes of Kougelhopf (DY), however, it has improved the other attributes (appearance, texture and global acceptability). The Friedman test results performed for each attribute of fresh Kougelhopf (SY and DY) showed that there was no significant difference ($P > 0.05$) among samples of all the attributes indicating that the sensory quality is similar.

The Kougelhopf obtained by SY sweet dough frozen at -40°C was evaluated with the lowest total rank sum of appearance and texture due to low specific volume and porosity and high hardness, respectively. This is confirmed with the lowest total rank sum of overall acceptability and 7% of all panelists liked this product (SY at -40°C).

However, Kougelhopf DY (with a double yeast level) obtained by frozen sweet doughs, the total rank sum declines slightly after freezing step as compared to fresh Kougelhopf SY and DY, in general, the all attributes remain stable indicating that the panelists, during the period, considered Kougelhopf sample obtained by DY frozen sweet doughs to be similar to fresh one.

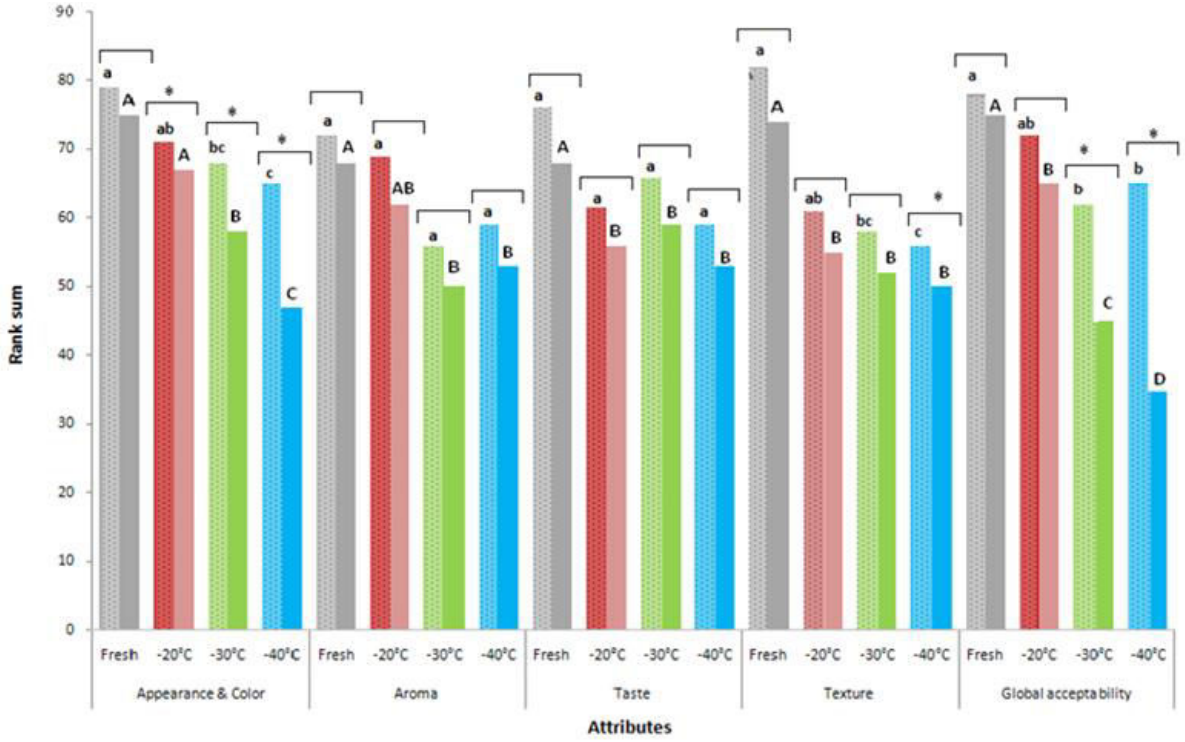


***Fig. 5**. Rank sum scores for savory Kougelhopf produced by SY ( ) and DY ( ) sweet doughs according freezing treatments: Fresh ( ), -20°C ( ), -30°C ( ) and -40°C ( ).*
a, b, c, Same letters within SY sweet dough do not significantly differ ($p< 0.05$)
A, B, C, D Same letter within DY sweet dough do not significantly differ ($p< 0.05$)
** Differ significantly between SY and DY sweet doughs ($p< 0.05$).*

4. Conclusion

From the results of this study, we can conclude that the Kougelhopf obtained by frozen sweet doughs showed a lower specific volume considerably compared to fresh one. This decrease is widely observed for high freezing rate (liquid nitrogen). However, the specific volume of Kougelhopf obtained from frozen DY dough was stayed constant compared to the control (DY fresh Kougelhopf) despite freezing. The study confirmed that the added yeast amount compensates the loss of the yeast activity during freezing.

Freezing does not affect the water content of Kougelhopf; however, the distribution of gas cells was affected by freezing rate by increasing the cell number but smaller in size. These modifications of gas cells distribution could be explained by ice crystals formed during freezing whose size is governed by freezing rate.

Kougelhopf hardness increases with increasing freezing rate (67% increases of SY Kougelhopf obtained by sweet dough frozen in liquid nitrogen); these results show a compact texture of Kougelhopf. These observations are confirmed by volume specific findings.

Our results confirmed the correlation between instrumental (physicochemical) and sensory analysis for Kougelhopf.

The sensory results showed that the Kougelhopf obtained from frozen DY doughs had the same characteristics (specific volume and all sensory attributes were confused) than the fresh products and panelists did not perceive any yeast aftertaste in Kougelhopf DY despite the yeast quantity added.

In this study, the Kougelhopf obtained from DY dough frozen at -30°C and -40°C (rapid freezing) had given overall, better results regarding fermentative activity, rheology and sensory properties.

Finally, further studies are needed to determine if the differences between both formulations remain after long frozen storage.

Acknowledgements

To Coco LM Company (Maison Alsacienne de Biscuiterie) and ANRT French Agency for their financial support. Special thanks to Carole Perroud and Carole Jeandel for their technical support and all volunteer panelists.

References

Angioloni, A., Balestra, F., Pinnavaia, G.G., Rosa, M.D., (2008). Small and large deformation tests for the evaluation of frozen dough viscoelastic behaviour. Journal of Food Engineering 87(4), 527-531.

Anon, M.C., Lebail, A., Leon, A.E., (2004). Effect of freezing on dough ingredients. In: Y.H.

AACC. (2006). AACC Method 74-09 Measurement of bread firmness by universal testing machine. St. Paul: AACC.

Hui, et al. eds. Handbook of Frozen Foods., (pp. 571–580). Marcel Dekker , New York.

Baardseth, P., Kvaal, K., Lea, P., Ellekjaer, M.R., Faergestad, E.M., (2000). The effects of bread making process and wheat quality on French baguettes. Journal of Cereal Science 32(1), 73-87.

Bárcenas, M.E., Rosell, C.M., (2007). Different approaches for increasing the shelf life of partially baked bread: Low temperatures and hydrocolloid addition. Food Chemistry 100(4), 1594-1601.

Carr, L.G., Rodas, M.A.B., Della Torre, J.C.M., Tadini, C.C., (2006). Physical, textural and sensory characteristics of 7-day frozen part-baked French bread. LWT - Food Science and Technology 39(5), 540-547.

Carson, L., Sun, X.S., (2001). Creep-recovery of bread and correlation to sensory measurements of textural attributes. Cereal Chemistry 78(1), 101-104.

Chevalier, D., Le Bail, A., Ghoul, M., (2000). Freezing and ice crystals formed in a cylindrical food model: Part I. Freezing at atmospheric pressure. Journal of Food Engineering 46(4), 277-285.

Decock, P., Cappelle, S., (2005). Bread technology and sourdough technology. Trends in Food Science and Technology 16(1-3), 113-120.

Dobraszczyk, B.J., Morgenstern, M.P., (2003). Rheology and the breadmaking process. Journal of Cereal Science 38(3), 229-245.

El-Hady, E.A., El-Samahy, S.K., Seibel, W., Braummer, J.M., (1996). Changes in gas production and retention in non-prefermented frozen wheat doughs. Cereal Chemistry 73(4), 472-477.

Gabric, D., Ben-Aissa, F., Le-Bail, A., Monteau, J.Y., Curic, D., (2011). Impact of process conditions on the structure of pre-fermented frozen dough. Journal of Food Engineering 105(2), 361-366.

Giannou, V., Tzia, C., (2007). Frozen dough bread: Quality and textural behavior during prolonged storage - Prediction of final product characteristics. Journal of Food Engineering 79(3), 929-934.

Gonzales-Barron, U., Butler, F., (2006). A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of bread°Crumb features by digital image analysis. Journal of Food Engineering 74(2), 268-278.

Havet, M., Mankai, M., Le Bail, A., (2000). Influence of the freezing condition on the baking performances of French frozen dough. Journal of Food Engineering 45(3), 139-145.

He, H., Hoseney, R.C., (1991). Differences in gas retention, protein solubility, and rheological properties between flours of different baking quality. Cereal Chemistry 68(5), 526-530.

Hohmann, S. (1997). Shaping up: the response of yeast to osmotic stress. In: Hohmann S.
and Mager W.H. (eds), Yeast Stress Responses (pp. 101–146) New York: Springer.

Inoue, Y., Bushuk, W., (1996). Effects of freezing, frozen storage and thawing of dough and baked goods. Food Science Technology. 72, 367-400.

Kulp, K., (1995). Biochemical and biophysical principles of freezing. Frozen and Refrigerated Doughs and Batters, 63-89. St. Paul, Minnesota, USA: AACC publisher.

Kokelaar, J.J., Prins, A., (1995). Surface rheological properties of bread dough components in relation to gas bubble stability. Journal of Cereal Science 22(1), 53-61.

Le Bail, A., Grinand, C., Le Cleach, S., Martinez, S., Quilin, E., (1998). Influence of storage conditions on frozen French bread dough. Journal of Food Engineering 39, 289-291.

Le Bail, A., Monteau, J.Y., Lucas, T., Chargelegue, A., Reverdy, Y., (2005). Impact of selected process parameters crust flaking of frozen part baked bread. Journal of Food Engineering.

Le Bail, A., & Goff, H. D. (2008). Freezing of bakery and dessert products.Frozen Food Science and Technology, 184-203.

Lu, W., Grant, L.A., (1999). Effects of prolonged storage at freezing temperatures on starch and baking quality of frozen doughs. Cereal Chemistry 76(5), 656-662.

Meilgaard, M., Civille, G.V., Carr, B.T., (1999). Sensory Evaluation Techniques. Affective tests: consumer tests and in-house panel acceptance tests, (pp. 231-263).

O'Mahony, M., (1986). Sensory multiple-difference testing, using the R-index to ascertain degrees of difference. Sensory Evaluation of Food. Statistical Methods and Procedures, (pp.389-393).

Meziani, S., Jasniewski, J., Gaiani, C., Ioannou, I., Muller, J.-M., Ghoul, M., & Desobry, S. (2011). Effects of freezing treatments on viscoelastic and structural behavior of frozen sweet dough. Journal of Food Engineering, 107(3-4), 358-365.

Olivera, D.F., Salvadori, V.O., (2009). Effect of freezing rate in textural and rheological characteristics of frozen cooked organic pasta. Journal of Food Engineering 90(2), 271-276.

Phimolsiripol, Y., Siripatrawan, U., Tulyathan, V., Cleland, D.J., (2008). Effect of cold pre-treatment duration before freezing on frozen bread dough quality. International Journal of Food Science and Technology 43(10), 1759-1762.

Ribotta, P.D., Leon, A.E., Anon, M.C., (2003). Effects of yeast freezing in frozen dough. Cereal Chemistry 80(4), 454-458.

Rosell, C.M., Gomez, M., (2007). Frozen Dough and Partially Baked Bread: An Update. Food Reviews International 23(3), 303 - 319.

Rouille, J., Le Bail, A., Courcoux, P., (2000). Influence of formulation and mixing conditions on breadmaking qualities of French frozen dough. Journal of Food Engineering 43(4), 197-203.

Stone, H., Sidel, J.L., (2004). Sensory Evaluation Practices, 3rd ed. San Diego, CA: Elsevier Academic Press.

Spiess, W., (1980). Impact of freezing rates on product quality of deep-frozen foods. Food Process Engineering, Food Processing Systems 1, 689-694.

Van Duynhoven, J.P.M., Van Kempen, G.M.P., Van Sluis, R., Rieger, B., Weegels, P., Van Vliet, L.J., Nicolay, K., (2003). Quantitative assessment of gas cell development during the proofing of dough by magnetic resonance imaging and image analysis. Cereal Chemistry 80(4), 390-395.

Van Vliet, T., (2008). Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion. Journal of Cereal Science 48(1), 1-9.

Windham, W.R., AOAC official method 935.29, moisture in malt. In: P. Cunniff, Editor, Official methods of analysis of AOAC international, AOAC International, Gaithersburg (1995) Chapter 27-3 .

Wolt, M.J., D'Appolonia, B.L., (1984). Factors involved in the stability of frozen dough. I. The influence of yeast reducing compounds on frozen-dough stability. Cereal Chemistry. 61(3), 209-212.

Conclusions et perspectives

La congélation de la pâte est une solution économiquement intéressante pour la fabrication de produits de boulangerie frais tout au long de la journée. Cependant les conditions de congélation et la durée du stockage des pâtes congelées influencent la fermentation et diminuent le volume spécifique des pâtes en fin de gonflement (« levée de la pâte »). La faible prise de volume est en partie attribuable à l'altération de la structure du réseau de gluten/amidon de la pâte qui affecte la rétention du dioxyde de carbone. En parallèle de cet effet sur la matrice, la principale préoccupation des technologistes de la panification est de préserver une production de gaz adéquate malgré les effets de la congélation, en maintenant l'activité fermentaire des levures.

La formation des cristaux de glace est certainement l'action mécanique la plus importante de l'étape de congélation du fait de la forte teneur en eau des matrices. Cette formation de glace se développe dans le réseau de la pâte mais également dans les levures en fonction de plusieurs facteurs tels que le point de congélation commençante, la vitesse de congélation et les caractéristiques du milieu (ex : viscosité). Les dommages causés par les cristaux de glace sont dus à leur action directe (mécanique) et aux conséquences engendrées lors de leur formation (distribution de l'eau).

L'objectif de ce travail était d'étudier l'impact des conditions de congélation et de conservation sur les pâtes sucrées congelées sur les propriétés de panification de la pâte fermentée. Il s'agissait particulièrement de comprendre l'effet de la formation des cristaux de glace sur les propriétés intrinsèques des pâtes sucrées levées. Pour cela, nous avons étudié l'influence de différents traitements de congélation (cycle de congélation-décongélation, stockage) sur l'activité des levures et sur la structure de la pâte sucrée (type Kougelhopf).

L'effet des basses températures sur les propriétés mécaniques des pâtes type pain, simple de point de vue composition (farine, sel, eau et levure) ont fait l'objet de nombreux travaux expérimentaux. Néanmoins, très peu d'études se sont intéressées aux pâtes avec des recettes très riches en sucre et en matières grasses ainsi que la compensation de la perte d'activité des levures durant la congélation et la conservation. Notre travail a exploré de nombreux domaines d'étude concernant aussi bien la levure que la pâte sucrée sur le plan biochimique, microbiologique, rhéologique, structural, thermophysique et sensoriel.

La congélation entraîne une baisse significative de l'activité fermentaire des levures. Notre étude a permis de démontrer l'influence de la vitesse de congélation et de la durée de conservation sur la production de gaz des cellules de levures. Une congélation rapide entraîne une réduction importante de la population de levures (une baisse de 70 % pour une congélation dans l'azote liquide), cette baisse se traduit par un produit peu levé. En revanche, une congélation lente (congélation à -20 °C et -30 °C) provoque une diminution de 25 % du volume de la pâte par rapport à la pâte fraîche. Les processus de congélation présente un double impact sur les levures induisant ainsi des altérations sur les cellules, d'une manière directe par la formation des cristaux de glace dont la forme, la taille, le nombre et la localisation dépendent de la vitesse de congélation et d'une manière indirecte par la création de conditions hyperosmotiques. Les conséquences sur les levures persistent pendant la durée du stockage, provoquant ainsi des dommages physiologiques au niveau de l'enveloppe des cellules. Ces perturbations sont dues aux fluctuations de température lors du stockage et au transport accélérant la recristallisation de l'eau. L'observation par microscopie électronique à transmission a révélé la présence des cristaux de glace à l'intérieur des cellules de levures, responsable de la rupture de l'enveloppe cellulaire. Quel que soit le stress auquel les levures sont soumises, leur survie cellulaire dépend exclusivement du maintien de la turgescence cellulaire.

Dans le but d'améliorer les performances fermentaires des levures et d'augmenter la durée de conservation des pâtes sucrées congelées avec une qualité optimale, la viabilité des levures reste un facteur important. Ce travail a permis de tester l'effet de l'augmentation de la quantité initiale de levures pour compenser la perte de l'activité fermentaire, le dosage étant ajusté pour permettre un meilleur développement sans affecter la qualité organoleptique du Kougelhopf. L'étude a montré que le surdosage n'est indispensable que si la durée de conservation des pâtes congelées dépasse les 27 jours.

En plus de son action endommageante sur les cellules de levures et donc sur l'activité fermentaire, la congélation provoque aussi des perturbations dans la structure des pâtes sucrées. Plusieurs méthodes utilisées dans cette étude ont montré des perturbations au niveau du réseau de gluten causées par la congélation se traduisant par une diminution de la capacité de rétention de gaz.

Ce travail a permis de mettre en évidence les modifications rhéologiques provoquées par l'action mécanique directe des cristaux de glace formés durant de la congélation et le stockage. Les changements des propriétés viscoélastiques sont confirmés par les résultats de la spectroscopie infrarouge qui montre la rétrogradation de l'amidon et l'agrégation des

protéines aussi bien durant la congélation que pendant le stockage. Ce phénomène se manifeste par une diminution de la fraction des hélices α et augmentation de la fraction des feuillets β.

Cette étude a démontré la préservation de la structure du réseau protéique des pâtes sucrées traitées avec des vitesses congélation élevées. Les variations de température lors du stockage prolongé provoque la migration de l'eau et la croissance des cristaux de glace à l'origine des perturbations physiques sur le réseau de gluten.

Enfin, l'effet du glutathion libéré par les cellules de levures mortes lors de la congélation, ne semble pas être responsable des perturbations structurales du réseau de gluten.

Un compromis doit être trouvé entre une vitesse de congélation trop lente qui endommage le réseau de gluten/amidon par la formation de gros cristaux de glace et une vitesse trop rapide détruisant les cellules de levure.

Cette étude a permis d'ouvrir un large champ d'investigation autant sur le plan scientifique que sur le plan industriel (un transfert technologique a été effectué avec l'entreprise Coco LM). Cette étude aboutit à une vue globale de l'effet des conditions de congélation et de conservation sur l'ensemble des propriétés intrinsèques des pâtes sucrées congelées en traîtant autant de la compréhension des phénomènes survenus lors de la congélation et de la conservation, que du plan industriel (application) en permettant d'optimiser les procédés de congélation en fonction de la nature des produits.

Néanmoins de nombreux approfondissements restent à réaliser pour mieux appréhender l'effet des conditions de congélation et de stockage sur la qualité finale des pâtes sucrées.

La congélation et le stockage peuvent provoquer des dommages létals et non létals sur les cellules de levure. Cependant, ces derniers ne peuvent pas être déterminés à partir des résultats obtenus pendant ce travail de thèse. Le dénombrement sur boîte de Pétri ne reflète pas le pouvoir fermentaire des levures puisque la capacité à former des colonies n'est pas directement liée à la capacité à métaboliser. La technique de coloration (Autio et Mattila-Sandholm 1992) devrait donné de bons résultats et pourrait être utilisée pour étudier l'évolution du nombre de levures et leur état métabolique dans les pâtes congelées.

Le pétrissage à température élevée diminue la durée de conservation des pâtes congelées. Ce phénomène a été expliqué par un début de fermentation par les cellules de levures. Les travaux futurs devraient s'orienter vers l'étude de l'impact de la température de pétrissage sur la consommation des sucres et la production d'éthanol.

Une étude par diffraction des rayons X devrait permettre d'étudier l'effet de la congélation sur la cristallisation de la matière grasse (structures α, β, β') et la rétrogradation de l'amidon durant le stockage. Ces travaux complémentaires pourraient expliquer les changements structurels de la matrice de gluten/amidon survenus lors de la congélation et durant le stockage.

Saccharomyces cerevisiae est la souche de levure utilisée habituellement pour la fabrication des pâtes levées à l'échelle industrielle. Cependant, son activité fermentaire est très sensible à la congélation et au stockage. L'utilisation de nouvelles souches telles que *Torulaspora delbrueckii* et *Saccharomyces rouxii* pourrait améliorer le volume des pâtes congelées.

Divers travaux ont montré que les cellules de levures à différents endroits du cylindre sont affectés différemment par la congélation (Le Bail et al 1998; Havet et al 2000). Les régions extérieures du cylindre sont exposées à des gradients de température plus grands que les régions intérieures, donc elles refroidissent plus rapidement pendant la congélation. Par ailleurs, ces zones se réchauffent plus rapidement pendant la décongélation. Un modèle de transfert de chaleur dans un cylindre de pâte, durant la congélation et la décongélation permettrait, de mieux comprendre les gradients thermiques survenu dans la pâte au cours des divers traitements thermiques. Uen coorélation pourrait alors être établie avec des mesures de l'activité fermentaire des levures à différents endroits du cylindre de pâte congelée

Nancy-Université
INPL

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur Bernard CUQ, Professeur, SupAgro, Montpellier

Monsieur Jacques NICOLAS, Professeur, CNAM, Paris

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur MEZIANI Smaïl

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

"Influence du procédé de congélation sur les levures et les propriétés techno-fonctionnelles des pâtes sucrées (type Kougelhopf). "

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Intitulé du doctorat : **« Procédés Biotechnologiques et Alimentaires »**

Fait à Vandoeuvre, le 03 novembre 2011
Le Président de l'I.N.P.L.,
F. LAURENT

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE - NANCY

Influence du procédé de congélation sur les levures et les propriétés techno-fonctionnelles des pâtes sucrées (type Kougelhopf)

Résumé :
Les pâtes surgelées sont relativement stables et peuvent être fabriquées à l'échelle industrielle, distribuées et cuites à la demande au moment de la vente ou de la consommation (point chaud). La congélation des pâtes sucrées induit une baisse de volume et une augmentation du temps de fermentation, ces conséquences sont dues à deux facteurs : la baisse de la production de CO_2 (viabilité des levures) et la faible capacité de rétention de gaz du réseau gluténique. La perte de la qualité des pâtes congelées est accélérée durant le stockage. Cette thèse porte sur l'étude de l'effet de la congélation et de la conservation sur les levures et les propriétés techno-fonctionnelles des pâtes sucrées type Kougelhopf. Ce travail vise à l'étude de l'impact de la vitesse de congélation sur les propriétés microbiologiques, rhéologiques, structurales et sensorielles de ces pâtes. Elles ont été congelées à différentes températures (-20 °C, -30 °C, -40 °C et une immersion dans l'azote liquide) puis conservées à -40 °C pendant 9 semaines. Les principaux résultats de cette étude ont permis de mettre en évidence le rôle de la vitesse de congélation et de la durée de conservation sur les propriétés intrinsèques des pâtes sucrées surgelées. Il en découle que l'activité fermentaire et l'intégrité du réseau du gluten sont tributaire de la vitesse de congélation. En effet, cette dernière contrôle la taille et la localisation des cristaux de glace d'où la recherche d'un compromis entre une vitesse de congélation ni trop rapide pour diminuer la viabilité des levures ni trop lente pour former de gros cristaux pouvant perforer le réseau de gluten de la pâte. Ce travail a démontré que le surdosage de levure reste valable uniquement pour les pâtes sucrées surgelées destinées à être conservées au-delà de 4 semaines. Ce surdosage améliore ainsi la qualité globale du Kougelhopf en compensant la perte de l'activité des levures pendant la congélation et le stockage.
Mot clés : Congélation, vitesse de congélation, pâte sucrée, réseau de gluten, levure, stockage, Kougelhopf, propriétés rhéologiques, analyse sensorielle, MET, FTIR.

Abstract:
The frozen doughs are relatively stable and can be manufactured on an industrial scale, distributed and baked on demand at the point of sale or consumption (Bake-off). Freezing sweet dough induces a decrease in specific volume and an increase in fermentation time, these effects are due to two factors: lower production of CO_2 (yeast viability) and losing capacity to retain gas (gluten network integrity). The loss of quality of frozen dough is accelerated during storage. This study focuses on the freezing and frozen storage effects on Kougelhopf sweet doughs. The aim of this work is to study the impact of freezing rate on microbiological, rheological, structural, and sensory properties of sweet doughs. The sweet doughs were frozen at different temperatures (-20°C, -30°C, -40°C and an immersion in liquid nitrogen) and stored at -40°C for 9 weeks. The main results obtained showed an impact of freezing rate and frozen storage duration on the frozen doughs intrinsic properties. This study shown the dependence of fermentation activity and integrity of the gluten network with freezing rate, which controls size and location of ice crystals resulting in research of a compromise between freezing rate nor too fast to reduce yeast viability, nor too slow to form large ice crystals that could perforate gluten network. Added the yeast amount is necessary only for frozen sweet doughs to be stored beyond 4 weeks, which improves the overall quality of Kougelhopf by compensating for yeast activity decrease during freezing and frozen storage.

Key words: freezing, freezing rate, sweet dough, gluten network gluten, yeast, frozen storage, Kougelhopf, rheological properties, sensory analysis, TEM, FTIR.