



**UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE 1**

**INSTITUT DE LA NUTRITION, DE L'ALIMENTATION  
ET DES TECHNOLOGIES AGRO-ALIMENTAIRES  
I.N.A.T.A.A.**



N° d'ordre :.....

N° de série :.....

**Thèse de Doctorat en Sciences**  
**Spécialité : Sciences Alimentaires**

Présentée par :

**Hayat BOUREKOUA**

---

**Panification traditionnelle sans gluten type « *khobz eddar* » : formulation avec améliorants naturels**

---

Soutenue le : 08/ 05/ 2018

**Devant le Jury composé de :**

Président :	<b>Zidoune Mohammed</b>	Prof	I.N.A.T.A.A.-U.F.M.C1
	<b>Nasreddine</b>		
Rapporteurs :	<b>Benatallah Leila</b>	MC/A	I.N.A.T.A.A.-U.F.M.C1
	<b>Rózylo Renata</b>	Dr Hab	Univ. Sciences de la vie, Lublin-Pologne
Examineurs :	<b>Rosell Cristina Molina</b>	Prof	IATA-CSIC, Valence- Espagne
	<b>Lahouel Mesbah</b>	Prof	Univ. de Jijel
	<b>Benchabane Ahmed</b>	Prof	E.N.S.A.- Alger

*A la mémoire de mon cher Papa  
A la mémoire de ma petite sœur Houda.*

*A ma Mère*

*Pour son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis,  
Pour toute son assistance et sa présence dans ma vie.*

*A ma chère sœur et son mari  
A mes chers frères,  
A mes belles sœurs  
Qui m'ont tout donné, qui ont toujours été là pour moi, à qui je souhaite une vie  
pleine de bonheur, de santé et de réussite.*

*Aux anges de ma famille : Sallah Eddine, Ibrahim, Achraf, Riham, Darine, Israe,  
Maria, Amir, Houda, Yahia, Yasmine et Wassim.*

*A toutes les  
personnes qui me sont chères*

*« Ce qui limite le vrai, ce n'est pas le faux mais l'insignifiant »  
René Thom*

## ***Remerciements***

**T**out d'abord, je tiens à remercier **Allah**, Le Tout Puissant et Le Miséricordieux, de m'avoir donné la santé, la volonté, la force et la patience pour mener à terme ma thèse de Doctorat.

**C'**est avec un grand honneur que je remercie, Monsieur **Zidoune Mohammed Nasreddine**. Professeur à l'université Frères Mentouri Constantine, et Chef de l'équipe Transformation et Elaboration des Produits Agro-alimentaires (T.E.P.A.), du Laboratoire de Recherche en Nutrition et Technologie Alimentaire (L.N.T.A.), qui a toujours été là, pour répondre à mes questions, pour son esprit scientifique, sa patience, son soutien à l'accomplissement de mes travaux, je le remercie également pour l'honneur qu'il me fait, de présider le jury de ce travail de thèse.

**J'**exprime mes vifs remerciements à Madame **Benatallah Leila**, Maître Conférences à l'I.N.A.T.A.A. et membre de l'équipe (T.E.P.A.) qui a accepté de m'encadrer et qui a apporté ses dévouements, ses disponibilités, ses orientations et ses riches contributions à mes travaux ainsi que sa compréhension et son efficacité.

Toute ma profonde reconnaissance s'adresse à Madame **Różyło Renata**, Docteur (hab) à l'Université des Sciences de la vie Lublin, de m'avoir accueillie au sein de son équipe au laboratoire de recherche du département de génie alimentaire et des machines, pendant mon séjour en Pologne, pour la codirection de ce travail, ses conseils, ses orientations et sa confiance. Je tiens aussi à remercier tout le personnel de département plus spécialement le Professeur **Grzegorz Lysiak**.

**J**e tiens à exprimer ma gratitude à Madame **Molina Rosell Cristina**, Professeur à l'Institut de l'Agrochimie et de Technologie Alimentaire à Valence, Espagne (IATA-CSIC) et directrice de laboratoire de recherche de « Céréales et ses dérivés » de m'avoir accueillie dans son laboratoire. Ses conseils et son soutien ont contribué à la réalisation de cette thèse, et pour l'honneur qu'il le fait d'examiner ce travail.

**J**e tiens vivement à remercier ;

Monsieur **Benchabane Ahmed** Professeur à l'E.N.S.A., Ecole Nationale Supérieure Agronomique, El Harrach, Alger. Et Monsieur **Lahouel Mesbah** Professeur à l'Université Mohammed Seddik Ben Yahia, Jijel, pour nous honorer à l'I.N.A.T.A.A. et avoir accepté d'examiner, enrichir et améliorer ce travail.

Soyez assurés, Chers professeurs, de mon estime et de ma profonde gratitude.

**M**es remerciements les plus vifs vont à toutes les personnes qui ont participé par ses contributions et ses encouragements dont l'amitié a contribué avec beaucoup d'autres à me donner le courage d'accomplir ce travail : **Djeghim Fairouz, Laib Imane, Mahroug Hamida, Fettouhi Aouateff, Baali Souad et Chikhouné Anis**. Mes chers étudiants : **Hicham, Salim, Ghani, Alla, Khaled, Fouad, Moussab, Oussama, Samir, Hadjer et Rahima**.

# Sommaire

Liste des publications et communications

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale ..... 1

## *Etude bibliographique*

### **Chapitre 1. Panification et pains locaux algériens**

1.1. Aliment traditionnel .....	04
1.2. Principaux pains traditionnels algériens .....	04
1.2.1. <i>Kesra</i> .....	05
1.2.2. <i>Khobz eddar</i> .....	05
1.3. Ingrédients habituels .....	05
1.4. Autres ingrédients .....	07

### **Chapitre 2. Technologie de panification**

2.1. Principales étapes .....	08
2.1.1. Pétrissage .....	08
2.1.2. Fermentation .....	08
2.1.3. Cuisson .....	09
2.2. Rétenion gazeuse dans les pâtons et levée .....	09
2.2.1. Rôle du gluten en panification à base de blé .....	09
2.2.2. Formation d'alvéoles gazeuses et expansion .....	10
2.3. Critères de qualité du pain .....	13
2.3.1. Volume .....	13
2.3.2. Texture .....	13
2.3.3. Structure alvéolaire .....	14
2.3.4. Humidité finale .....	14
2.3.5. Microstructure .....	15
2.3.6. Qualité nutritive .....	15
2.3.7. Caractères organoleptiques .....	16

### **Chapitre 3. Pains sans gluten**

3.1. Matières impliquées en panification sans gluten .....	17
--	----

3.1.1. Riz .....	17
3.1.2. Maïs .....	18
3.1.3. Féverole .....	19
3.1.4. Association céréales-légumes secs .....	21
3.2. Caractéristiques du pain sans gluten .....	21
<b>Chapitre 4. Ingrédients et traitements améliorants en panification sans gluten</b>	
4.1. Amidons .....	23
4.2. Hydrocolloïdes .....	26
4.3. Traitement hydro-thermique et farines pré-gélatinisées .....	29
4.4. Combinaisons amidons/ hydrocolloïdes .....	30
4.5. Plantes et fruits .....	31
4.5.1. Graines de grenade .....	31
4.5.2. Feuilles de <i>Moringa oleifera</i> .....	32

### ***Etude expérimentale***

#### **I/ Matériel et méthodes**

1. Etablissement du diagramme de fabrication du pain « <i>khobz eddar</i> » .....	37
1.1. Sondage auprès des ménages .....	37
1.2. Préparation et réalisation de la collecte .....	38
1.2.1. Cadre d'étude .....	38
1.2.2. Unité de sondage .....	38
1.2.3. Déroulement du sondage .....	39
1.2.4. Questionnaire .....	39
1.3. Traitement des données du sondage .....	39
2. Matières premières de l'étude .....	39
2.1. Ingrédients et additifs .....	39
2.1.1. Semoule de blé dur .....	39
2.1.2. Ingrédients exemptes en gluten .....	40
2.1.2.1. Semoule et farine du riz .....	40
2.1.2.2. Semoule et farine du maïs .....	40

2.1.2.3. Semoule de la féverole .....	40
2.1.3. Autres ingrédients .....	40
2.1.4. Additifs naturels utilisés .....	41
2.2. Caractérisation physicochimique des semoules et farines .....	42
2.2.1. Distribution granulométrique .....	42
2.2.2. Détermination de la teneur en eau .....	42
2.2.3. Détermination de la teneur en cendres .....	43
2.2.4. Dosage des protéines totales .....	43
2.2.5. Dosage des matières grasses totales .....	45
3. Formulation sans gluten étudiée .....	45
4. Traitement hydro-thermique .....	46
4.1. Préparation de riz et de maïs traité .....	46
4.2. Propriétés thermiques des farines traitées .....	46
4.3. Plan d'expérience d'optimisation .....	47
4.3.1. Modélisation de la réponse .....	47
4.3.2. Niveaux des variables .....	48
4.3.3. Détermination des variables réelles .....	49
4.4. Diagramme de panification adopté .....	49
5. Etude de l'effet des amidons, hydrocolloïdes et leurs combinaisons .....	53
5.1. Propriétés thermiques des amidons et des hydrocolloïdes .....	53
5.2. Plan d'expérience de criblage définitif .....	53
5.3. Modélisation de la réponse mathématique .....	54
5.4. Détermination des variables réelles .....	55
5.5. Diagramme de panification adopté .....	56
6. Etude de l'effet de l'adjonction de poudres des feuilles de Moringa ou des graines de grenade .....	57
6.1. Choix des niveaux de substitution .....	57
6.2. Préparation des pains sans gluten enrichis .....	57
7. Etude de l'effet de la combinaison entre les améliorants .....	58
7.1. Choix des types et des niveaux de combinaisons .....	58

7.2. Préparation des pains sans gluten avec combinaison entre améliorants .....	59
8. Evaluation de la qualité des pains sans gluten obtenus .....	60
8.1. Volume du pain .....	60
8.2. Analyse texturale .....	61
8.3. Humidité finale .....	62
8.4. Couleur .....	62
8.5. Analyse d'image .....	63
8.6. Propriétés thermiques des pains .....	64
8.7. Microstructure des pains .....	65
8.8. Analyse sensorielle .....	65
8.9. Évaluation des propriétés anti oxydantes des pains sans gluten enrichis .....	65
8.9.1. Extraction .....	65
8.9.2. Dosage des polyphénols totaux .....	66
8.9.3. Détermination de l'activité antioxydante .....	66
8.9.3.1. Test DPPH .....	66
8.9.3.2. Test ABTS .....	67
8.9.3.3. Pouvoir réducteur .....	68
8.9.3.4. Piégeage de radical hydroxyl OH <sup>*</sup> .....	68
9. Analyse statistique .....	69

## II/ Résultats de la thèse

1. Pain local « <i>khobz-eddar</i> » à Constantine : bases de fabrication traditionnelle et caractéristiques scientifiques .....	71
<b>Publication 01.</b> Durum wheat bread: flow diagram and quality characteristics of traditional Algerian bread « <i>khobz eddar</i> » .....	73
2. Panification sans gluten et obtention de pains « <i>khobz-eddar</i> » basés sur une formule céréales – légumes secs améliorés par des farines traitées hydro-thermiquement .....	74
<b>Publication 02.</b> Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn .....	76
3. Optimisation de l'adjonction simultanée d'améliorants de la qualité technologique de pain sans gluten « <i>khobz-eddar</i> » à base de la formule riz/féverole .....	80
<b>Publication 03.</b> Gluten-Free Bread Characteristic: Quality Improvement by the Addition of Starches/Hydrocolloids and Their Combinations Using a Definitive Screening Design .....	82

<b>4.</b> Enrichissement de la formule riz-féverole de pain sans gluten type « <i>khobz-eddar</i> » par adjonction de la poudre de graines de grenade .....	83
<b>Publication 04.</b> Pomegranate seed powder as a functional component of gluten-free bread (Physical, sensorial and antioxidant evaluation) .....	85
<b>5.</b> Enrichissement de la formule riz-féverole de pain type « <i>khobz-eddar</i> » par incorporation de la poudre des feuilles de Moringa .....	86
<b>Publication 05.</b> Evaluation of physical, sensorial and antioxidant properties of gluten-free bread enriched with <i>Moringa oleifera</i> leaf powder .....	88
<b>6.</b> Essai d'intensification de l'amélioration des qualités technologiques du pain riz-féverole type « <i>khobz-eddar</i> » par combinaison d'agents améliorants vérifiés .....	89
<b>Discussion générale</b> .....	99
<b>Conclusion</b> .....	105
<b>Références bibliographiques</b> .....	107
<b>Annexes</b>	



*Liste des publications et  
communications*

## Liste des publications et communications

### Publications scientifiques

1. **Bourekoua, H.**, Djeghim, F., Benatallah, L., Zidoune, M.N., Wójtowicz, A., Łysiak, G., Różyło, R. (2017). Durum Wheat Bread: Flow Diagram and Quality Characteristics of Traditional Algerian Bread “*khobz eddar*”. *Acta Agrophysica*, 24(3), 405-417. **ISSN: 1234-4125, e-ISSN: 2300-6730.**
2. **Bourekoua, H.**, Benatallah, L., Zidoune, M.N., Rosell C.M. (2016). Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT - Food Science and Technology*, 73, 342-250. **IF: 2.329.**
3. **Bourekoua, H.**, Różyło, R., Gawlik-Dziki, U., Benatallah, L., Zidoune, M.N., Dziki, D. (2017). Evaluation of physical, sensorial, and antioxidant properties of gluten-free bread enriched with *Moringa Oleifera* leaf powder. *European Food Research and Technology*, 1-7. **IF: 1.664.**
4. **Bourekoua, H.**, Różyło, R., Benatallah, L., Wójtowicz, A., Łysiak, G., Zidoune, M.N., Sujak, A. (2017). Characteristics of Gluten-Free Bread: Quality Improvement by the Addition of Starches/Hydrocolloids and Their Combinations Using a Definitive Screening Design. *European Food Research and Technology*, 1-10. **IF: 1.664.**
5. **Bourekoua, H.**, Różyło, R., Gawlik-Dziki, U., Benatallah, L., Zidoune, M.N., Dziki, D. (2018). Pomegranate seed powder as a functional component of gluten-free bread (Physical, sensorial and antioxidant evaluation). *International Journal of Food Science and Technology*. <https://doi.org/10.1111/ijfs.13777>. **IF: 1.64.**

### Communications scientifiques

1. **Bourekoua, H.**, Djeghim, F., Benatallah, L., Zidoune M.N. (2014). Effet de la farine de maïs sur la fermentation d'un pain sans gluten. *Journées Internationales de Biotechnologies* .Hammamet. Tunisie.
2. Djeghim, F., **Bourekoua, H.**, Benatallah, L., Zidoune, M.N. (2014). Comparaison de trois farines gélatinisées à base de riz, amidon et maïs utilisées dans l'amélioration de fermentation d'un pain levé traditionnel sans gluten. *Journées Internationales de Biotechnologies* .Hammamet. Tunisie.
3. Djeghim, F., **Bourekoua, H.**, Benatallah, L., Zidoune, M.N. (2015). Effet de la température de conservation d'une farine gélatinisée et de l'huile sur le volume

spécifique du pain traditionnel sans gluten. *Third scientific days in agrifood (SDAF)*, Hammamet, Tunisie.

4. **Bourekoua, H.**, Benatallah, L., Zidoune, M.N. (2016). Improvement of the fermentation of gluten-free bread by hydrothermal treatment of rice flour. *Journées Internationales de Biotechnologies* .Hammamet. Tunisie.
5. **Bourekoua, H.**, Różyło, R., Gawlik-Dziki, U., Benatallah, L., Zidoune, M.N., Dziki, D. (2017). Effet de la poudre des graines de grenade sur les propriétés antioxydantes du pain sans gluten destiné aux malades cœliaques. *Journées Francophones de Nutrition*. Nantes. France.
6. Djeghim, F., **Bourekoua, H.**, Benatallah, L., Zidoune, M.N. (2018). Optimization of specific volume of gluten-free traditional Algerian bread *khobz eddar* by pre-gelatinized flour corn. 1 ère Ecole d'hiver de formation sur « l'Analyse de Cycle de Vie et l'Eco-Conception ». Boumerdes. Algérie.



## Liste des figures

<b>Figure 01.</b> Changement de la structure d'une pâte à pain induit par le gaz carbonique pendant un cycle de fermentation de 3 heures dans un Rhéofermentomètre .....	<b>12</b>
<b>Figure 02.</b> Microstructure par MEB des pains préparés avec a : MCT (bon) ; b : LCT (moyen) et c : beurre (mauvais), échelle de mesure (500 µm) .....	<b>15</b>
<b>Figure 03.</b> Vue microscopique sous lumière polarisée de l'amidon de maïs à l'état natif (a) et gélatinisé à 70 °C (b) en présence d'un excès d'eau .....	<b>25</b>
<b>Figure 04.</b> Microstructure de l'amidon de tapioca par microscope électronique à balayage (magnification 1000×) .....	<b>26</b>
<b>Figure 05.</b> Influence du traitement hydro-thermique sur l'amidon. ....	<b>29</b>
<b>Figure 06.</b> Fruit de grenade. A : grenade et ses nombreuses graines ; B : Graine au mésocarpe charnu et gélatineux .....	<b>32</b>
<b>Figure 07.</b> Arbre de Moringa dans une cours d'Afrique .....	<b>33</b>
<b>Figure 08.</b> Différentes parties de la plante de Moringa : (A) feuilles ; (B) fleurs ; (C) gousse ; (D) grain .....	<b>33</b>
<b>Figure 09.</b> Démarche générale et différentes parties de la thèse .....	<b>36</b>
<b>Figure 10.</b> Diagramme de panification adapté pour les deux formules de pains sans gluten type « <i>khobz eddar</i> » .....	<b>51</b>
<b>Figure 11.</b> Différentes étapes pour obtenir l'image ajustée destiné à l'analyse alvéolaire ....	<b>64</b>
<b>Figure 12.</b> Profil sensoriel des pains sans gluten type « <i>khobz eddar</i> » améliorés par les farines traitées en comparaison avec le pain control sans gluten.....	<b>77</b>
<b>Figure 13.</b> Microstructure des pains sans gluten type « <i>khobz eddar</i> » par microscope électronique à balayage avec les grossissements ×100 et ×400.....	<b>79</b>

## Liste des tableaux

<b>Tableau 01.</b> Composition chimique de la majeure partie du grain de maïs .....	<b>18</b>
<b>Tableau 02.</b> Composition chimique d'une féverole décortiquée industriellement. ....	<b>20</b>
<b>Tableau 03.</b> Principaux études impliquant les hydrocolloïdes en panification sans gluten. ..	<b>28</b>
<b>Tableau 04.</b> Matrice d'expérience du plan composite orthogonal centré à deux facteurs.....	<b>48</b>
<b>Tableau 05.</b> Variables et leurs niveaux pour les deux plans centraux composites .....	<b>49</b>
<b>Tableau 06.</b> Composition de la pâte sans gluten à base de la formule riz/féverole .....	<b>52</b>
<b>Tableau 07.</b> Composition de la pâte sans gluten à base de la formule maïs/féverole .....	<b>52</b>
<b>Tableau 08.</b> Facteurs codés utilisés et matrice plan de criblage définitif.....	<b>55</b>
<b>Tableau 09.</b> Niveau haut et bas de chaque facteur utilisé pour la conception du plan de criblage définitif .....	<b>56</b>
<b>Tableau 10.</b> Types et niveaux de combinaison entre améliorants utilisés .....	<b>59</b>
<b>Tableau 11.</b> Caractéristiques technologiques des pains sans gluten améliorés par riz traité et la gomme arabique .....	<b>90</b>
<b>Tableau 12.</b> Caractéristiques technologiques des pains sans gluten améliorés par riz traité et la poudre des feuilles de Moringa .....	<b>91</b>
<b>Tableau 13.</b> Caractéristiques technologiques des pains sans gluten améliorés par riz traité et la poudre des grains de grenades .....	<b>92</b>
<b>Tableau 14.</b> Caractéristiques technologiques des pains sans gluten type « <i>khobz eddar</i> » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur .....	<b>95</b>
<b>Tableau 15.</b> Paramètres de la couleur des pains sans gluten type « <i>khobz eddar</i> » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur .....	<b>95</b>
<b>Tableau 16.</b> Caractéristiques de la structure alvéole des pains sans gluten type « <i>khobz eddar</i> » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur .....	<b>97</b>
<b>Tableau 17.</b> Caractéristiques sensorielles des pains sans gluten type « <i>khobz eddar</i> » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur .....	<b>97</b>

## Liste des abréviations

ABTS	Acide 3 - éthylBenzoThiazoline-6-Sulfonique
AFNOR	Association Française de Normalisation
ANOVA	Analysis Of Variance
CCD	Composite Central Design
CFBS	Corn / Field Bean Semolina
DPPH	2, 2-DiPhenyl-1-PicrylHydrazyl
DSC	Differential Scanning Calorimeter
DSD	Definitive Screening Design
E.N.A. sel	Entreprise Nationale Algérienne de sel
FAO	Food and Agriculture Organization
FMF	Formule Maïs/ Féverole
FRF	Formule Riz/Féverole
H/W ratio	Height/Width ratio
HPMC	HydroxyPropylMéthylCellulose
ISO	International Organisation for Standardisation
L.N.T.A	Laboratoire de Nutrition et Technologie Alimentaire
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MLP	Moringa Leaf Powder
MSR	Méthodologie de Surface de Réponse
OMS	Organisation Mondiale de la Santé
pH	potentiel Hydrogène
PSG	Pain Sans Gluten
PSP	Pomegranate seed powder
RED	Reducing Power
RFBS	Rice /Field Bean Semolina
T.E.P.A	Equipe de Transformation et Elaboration des Produits Agro-alimentaires
TPA	Texture Profile Analysis
TPC	Total Phenolic Content

# *Introduction générale*



## **Introduction générale**

Parmi les maladies affectant l'homme, on distingue celles qui sont reliées à l'alimentation et celles qui sont totalement indépendantes. De nos jours la maladie cœliaque reste l'une des principales causes de la malabsorption intestinale chez l'homme (Melini *et al.*, 2017 ; Naik *et al.*, 2017). C'est une entéropathie auto-immune inflammatoire chronique qui se traduit par une atrophie des villosités de la muqueuse du grêle proximal et qui serait déclenchée par l'ingestion du gluten (Vahedi *et al.*, 2001; Bascuñán *et al.*, 2016 ; Naik *et al.*, 2017). Par conséquent les malades cœliaques souffrent de la malabsorption de certains nutriments tels que le fer, le calcium, les vitamines A, D, E, K et les folates (Krupa *et al.*, 2010 ; Shin *et al.*, 2010 ; Jnawali *et al.*, 2016).

La maladie cœliaque est actuellement considérée comme l'une des maladies gastro-intestinales les plus répandues. Elle semble toucher environ 1% de la population mondiale (Makharia *et al.*, 2011 ; Bellir *et al.*, 2015 ; Jnawali *et al.*, 2016; Do Nascimento *et al.*, 2017). Sa prévalence varie entre 0,33 et 1,06 % chez les enfants et entre 0,18 et 1,2% chez les adultes tant en Europe qu'en Inde, en Amérique du Sud, en Australie et aux Etats-Unis et semble aussi élevée en Afrique du nord avec 1,4‰ (Saturni *et al.*, 2010 ; Bellir *et al.*, 2015). En Algérie, il y a un manque de données précises sur l'ampleur de la maladie. Il existe très peu de travaux relatifs à sa prévalence. Les seules données disponibles sont celles de Boudraa *et al.* (2008) qui ont relevé une prévalence de 1,09 ‰ chez des enfants de moins de 15 ans dans la ville d'Oran. Benatallah (2009) a relevé au niveau des villes de Jijel, Batna, Khenchla, Guelma et Mila une prévalence d'au moins 0,9‰. Bouasla *et al.* (2011) ont noté une prévalence de 0,97‰ dans la commune de Constantine.

Jusqu'à présent, le seul traitement efficace connu pour cette maladie est de suivre un régime strict en excluant toute source de gluten comme le blé, le seigle, l'orge et le triticale de l'alimentation des patients cœliaques (Gallagher *et al.*, 2004 ; Mollakhalili Meybodi *et al.*, 2015 ; Bascuñán *et al.*, 2016 ; Vici *et al.*, 2016). Par ailleurs, Le gluten est la principale protéine de blé dite structurelle, car la pâte résultante présente de bonnes caractéristiques élastiques et contribuerait à la structuration de nombreux produits céréaliers (Gallagher *et al.*, 2004).

En panification, le gluten du blé, lorsqu'il est hydraté, forme un réseau viscoélastique responsable de la rétention gazeuse pendant la fermentation. En revanche, les pâtes sans gluten ne peuvent pas former un réseau de protéines similaire en raison des différences dans leurs propriétés protéiques. Les pains résultants sont caractérisés par une mie dure, une texture

friable, un faible volume, un goût et un arôme non appréciables, une couleur non attrayante ainsi qu'une élasticité et une cohésion insuffisantes (Sivaramakrishnan *et al.*, 2004 ; Hamaker, 2008 ; Masure *et al.*, 2016 ; Ronda *et al.*, 2017). Réussir des pains sans gluten constitue un grand défi pour tous les boulangers et les chercheurs en céréales. Le remplacement du gluten par d'autres substances alternatives est devenu indispensable pour rehausser la qualité des produits sans gluten (Matos et Rosell, 2015).

Récemment, plusieurs formulations sans gluten ont été développées avec l'ajout de divers composants exempts de gluten tels que les amidons (de maïs, de tubercules) et les hydrocolloïdes, pour imiter les propriétés viscoélastiques du gluten, améliorer la sensation en bouche, l'acceptabilité, la durée de conservation et par conséquent, la qualité finale du pain (Gallagher *et al.*, 2004 ; Matos et Rosell, 2012 ; Mollakhalili Meybodi *et al.*, 2015, Singh *et al.*, 2016 ; Naqash *et al.*, 2017). Les formulations à base de riz ou du maïs sont les plus couramment utilisées, des complémentations avec des légumineuses ont également été développées (Matos et Rosell, 2012 ; Benatallah *et al.*, 2012 ; Martínez et Gómez, 2016).

Les farines et les amidons pré-gélatinisés obtenus par chauffage en présence d'eau sont utilisés largement pour leurs propriétés technologiques telles que leur solubilité dans l'eau chaude ou froide, leur viscosité élevée et leur texture lisse. Ils peuvent être utilisés dans le traitement des aliments chaque fois qu'un épaississement est nécessaire (Lai, 2001).

En raison de leurs propriétés fonctionnelles qui permettent de les utiliser comme agents épaississants, stabilisants et améliorants de la capacité de rétention d'eau et des propriétés texturales, divers hydrocolloïdes chimiques, tels que le xanthane et l'HPMC ont été exploités dans des formulations de pains sans gluten mais restent chers et pas à la portée de tous les malades (Benatallah, 2009). À cet égard, des produits sans gluten comme le pain ont été élaborés en combinant des ingrédients tels que l'amidon ou les hydrocolloïdes naturels (Toufeili *et al.*, 1994; Rosell *et al.*, 2001; Gallagher *et al.*, 2004; Anton et Artfield, 2008; Gambús *et al.*, 2007; Pongjaruvat *et al.*, 2014, Pahwa *et al.*, 2016) .

La mauvaise qualité du pain sans gluten sur le plan technologique et sensoriel n'est pas la seule préoccupation des chercheurs dans le domaine du « sans gluten ». Le régime sans gluten se caractérise souvent par une consommation excessive en nutriments énergétiques et une réduction de la consommation des protéines et des fibres alimentaires (Matos et Rosell, 2011 ; Ronda *et al.*, 2017). L'élimination du gluten de l'alimentation des cœliaques peut causer des problèmes de carence en micro et en macronutriments. Le développement des pains améliorés et fonctionnels pour une population cœliaque plus saine est actuellement prioritaire (Ronda *et*

*al.*, 2017). L'enrichissement des pains sans gluten par d'autres ingrédients nutritifs ayant des avantages physiologiques présente un intérêt particulier pour cette population vulnérable à certaines maladies associées (Melini *et al.*, 2017 ; Ronda *et al.*, 2017).

Récemment, de nombreuses études ont porté sur l'amélioration de la qualité sensorielle et nutritionnelle des pains sans gluten par utilisation de quelques composants présents dans les plantes, afin de corriger le manque de certains nutriments dans ces produits et d'améliorer leur qualité technologique (Litwinek *et al.*, 2014 ; Jnawali *et al.*, 2016 ; Mohammed Nour *et al.*, 2016 ; Ronda *et al.*, 2017). Dans ce contexte, des fruits comme la grenade et des plantes comme le *Moringa Oleifera* « arbre miracle » semblent être de bonnes sources en nutriments en raison de leur richesse en antioxydants (Suleiman *et al.*, 2016 ; Wang *et al.*, 2017).

D'après Do Nascimento *et al.* (2017), les pains sans gluten sont 33% plus chers que les pains à base de blé. La non disponibilité et le coût élevé des produits sans gluten peuvent entraîner des difficultés dans la consommation régulière et du suivi strict du régime sans gluten par les malades.

Les résultats de l'étude réalisée par Boukezzoula et Zidoune (2014), indiquent que les malades cœliaques algériens souffrent d'un manque de disponibilité et de diversité des produits sans gluten, ce qui influe négativement sur l'état nutritionnel de ces patients. Comme les aliments céréaliers préférés par les malades cœliaques algériens, sont dans leur ensemble des produits traditionnels, plus particulièrement le pain (Benatallah, 2009), le développement de ces produits devient une nécessité pour améliorer la situation alimentaire de la population concernée. Le produit visé dans la présente étude est un pain traditionnel local très apprécié par les familles algériennes qui s'appelle « *khobz eddar* ». Il est habituellement fabriqué à partir de la semoule de blé dur. L'éviction obligatoire du gluten et des matières qui peuvent en contenir cet élément toxique, pour les cœliaques, nous oriente vers la proposition de fabriquer un pain similaire mais avec des ingrédients sans gluten.

L'objectif de cette thèse fait partie des préoccupations de l'Equipe de recherche « Transformation et Elaboration des Produits Agro-alimentaires » (T.E.P.A.) et vise la diversification de produits sans gluten pour malades cœliaques algériens. Il s'agit dans le présent travail de formulations pour panification traditionnelle type « *khobz eddar* » à base d'ingrédients sans gluten et addition d'améliorants naturels pouvait améliorer la qualité sensorielle et nutritionnelle des produits finis tout en veillant à leur bonne faisabilité technologique.

# *Etude bibliographique*

## **Chapitre 1. Panification et pains locaux algériens**

### **1.1. Aliment traditionnel**

Selon les sources d'Information Alimentaire Européenne (EuroFIR), un aliment traditionnel est un aliment qui présente une ou plusieurs caractéristiques spécifiques, qui permettent de le différencier d'autres produits de la même catégorie en terme de préparation, de composition et même de la méthode de fabrication qui s'appuie sur le savoir et les savoir-faire traditionnels acquis de génération en génération (Weichselbaum *et al.*, 2009).

Les aliments traditionnels ont joué un rôle majeur dans les traditions de différentes cultures et régions depuis des milliers d'années. Ils comprennent des aliments qui ont été consommés localement et régionalement pendant une période prolongée (Weichselbaum *et al.*, 2009). Sur le plan économique, les aliments traditionnels sont plus abordables par comparaison aux coûts élevés des aliments magasiniers, surtout dans les endroits éloignés. Les aliments traditionnels sont de riches sources d'éléments nutritifs répondant bien aux besoins alimentaires des populations (Receveur *et al.*, 1997).

En Algérie, les pains plats ou levés, les pâtes, le couscous et le frik sont les principaux produits traditionnels faits à partir du blé dur (Abecassis *et al.*, 2012).

Malheureusement, dans la plupart des pays dans le monde, certains aliments traditionnels risquent de disparaître en raison des modes de vie modifiés. Par conséquent, il est important de les étudier pour préserver leurs cultures.

### **1.2. Principaux pains traditionnels algériens**

Le pain est le produit alimentaire le plus fabriqué dans le monde. Le premier pain a été préparé traditionnellement depuis plus de 12000 ans. Les Egyptiens, les Grecs, les Romains et les Babyloniens en étaient les premiers consommateurs (Giannou *et al.*, 2003). Il est considéré comme une source importante de vitamines, de fibres alimentaires, de protéines, d'antioxydants et de micronutriments (Karizaki *et al.*, 2017) . Il est produit essentiellement à base de farines, levure, sel et eau (Karizaki *et al.*, 2017) . La semoule de blé dur est utilisée aussi dans la fabrication du pain traditionnel dans différents pays : Turquie, Moyen-Orient et dans les pays d'Afrique du Nord (Gocmen Inkaya et Aydin, 2009 ; Mir *et al.*, 2014).

En Algérie, les femmes au foyer produisent deux types de pain à base de la semoule de blé dur, *kesra* et *khobz eddar* (Auzias et Labourdette, 2009 ; Kezih *et al.*, 2014).

L'Algérie, à travers son vaste étendue géographique et son histoire séculaire, recèle un véritable trésor culinaire façonné à travers les temps et dont souvent ses habitants en ignorent

les recettes pour peu que les échanges se figent et que la sédentarisation prenne le dessus. Ceci n'empêche en aucun cas que beaucoup d'algériens soient encore très attachés aux plats traditionnels tels que le *Couscous*, la *Chekhchoukha* et les pains levés (*kesra*, *khobz eddar*), etc.

### 1.2.1. *Kesra*

Le terme « *kesra* » signifie fraction. Elle comprend quatre pains plats cuits à la maison : Mathlouaa, Maadjouna, Rakhsis et Harcha. Ces appellations varient dans toute l'Algérie, mais les recettes et les diagrammes sont semblables (Kezih *et al.*, 2014).

### 1.2.2. *Khobz eddar*

C'est un pain traditionnel algérien fabriqué à base de semoule de blé dur et caractérisé par une croûte croustillante et une mie légère (Bourekoua *et al.*, 2016).

Cela signifie littéralement pain de maison (Dagher, 1991), il diffère de la *kesra* par son recette (matière grasse, œufs et certains additifs) et par son diagramme de fabrication (Dagher, 1991).

Ce pain traditionnel est préparé lors des grandes célébrations comme les mariages et les fêtes religieuses. Son recette est complexe à cause de nombreux ingrédients utilisés (fine semoule, graisse, lait, sel, levure, œuf, sésame et graines de nigelle). Le pain est cuit dans un four de boulanger ou dans un four ménager. Le produit fini a une croûte croustillante et une mie tendre et délicieuse (Cheriet, 2000).

## 1.3. Ingrédients habituels

- **Semoule de blé dur**

Le blé dur (*Triticum turgidum ssp. Durum*) est une culture importante largement distribuée. Il prend la cinquième place dans le monde après le blé tendre, le riz, le maïs et l'orge (Mazouz, 2006 ; Magallanes-López *et al.*, 2017). Le grain de blé constitue une source très importante en amidon et en protéines. Les fibres et les lipides sont présentés avec des pourcentages non négligeables (Hemery *et al.*, 2007). Le grain de blé est constitué aussi des micronutriments tels que les minéraux (particulièrement le magnésium), les vitamines du groupe B et les composés bioactifs : vitamine E et antioxydants (acides phénoliques et caroténoïdes) (Shewry *et al.*, 2009).

La semoule de blé dur est le principal produit raffiné du froment de blé dur, extraite de l'endosperme. Il présente une granulométrie différente de celle de la farine de blé tendre. La

semoule est obtenue par mouture du grain de blé dur avec élimination du germe et du son (FAO, 1995 ; Pasqualone *et al.*, 2017).

Les semoules sont en général enrichies en amidon et en protéines, mais appauvries en fibres, vitamines et minéraux par rapport aux grains entiers (Saulnier, 2012). La composition chimique de la semoule est étroitement liée à celle du blé dur et au diagramme de mouture (nombre de passages d'extraction). Généralement, la semoule contient 80 % de glucides, 78 % sous forme d'amidon (amylose et amylopectine) et 2% sous forme de sucres réducteurs. Elle est également composée de 10 à 16,5 % de protéines dont 80 à 85 % sont des protéines de réserve, les lipides représentent 1 à 2 % de la semoule de blé dur. La teneur en eau de la semoule est de l'ordre de 14,5 % et peut varier légèrement selon l'origine de la semoule, le transport, le stockage et le mode de conditionnement (FAO, 1995 ; Icard-Vernière, 1999).

La semoule de blé dur est particulièrement populaire pour la fabrication des pains traditionnels dans les régions méditerranéennes et sa popularité se propage également dans d'autres pays. Environ 24 % de la population mondiale utilisent la semoule de blé dure pour la préparation du pain. Dans les régions d'Asie de l'Ouest et d'Afrique du Nord, 50% des semoules de blé dur sont transformés en pains plats (Guzmán *et al.*, 2016).

Le pain fabriqué avec de la semoule de blé dur est caractérisé par un goût et une odeur caractéristiques. Il est riche en caroténoïdes avec une activité pro-vitaminique A et a une durée de conservation plus prolongée (Pasqualone *et al.*, 2007; Chiavaro *et al.*, 2008). Récemment, le pain fabriqué à base de la semoule de blé dur a fait l'objet de plusieurs études (Mastromatteo *et al.*, 2013 ; Danza *et al.*, 2014 ; Guzmán *et al.*, 2016 ; Licciardello *et al.*, 2017 ; Magallanes-López *et al.*, 2017 ; Ingrao *et al.*, 2018) et des caractérisations technologiques et nutritionnelles ont été réalisées pour situer la faisabilité de panification à base de blé dur.

- **Eau**

L'eau a un grand impact sur les propriétés de la pâte et du pain final. Elle assure la dissolution et la solubilisation des ingrédients ainsi la formation du réseau de gluten (Cauvain et Young, 2000). Le niveau d'hydratation approprié est crucial à savoir pour obtenir une consistance optimale de la pâte et un meilleur volume du pain (Alaunyte, 2013).

- **Sel**

Le sel (chlorure de sodium) est utilisé en panification pour différentes raisons. Il contribue majoritairement à la flaveur du pain (Alaunyte, 2013). Il a un effet stabilisant de la fermentation de la pâte. Plus la quantité de sel est grande, plus le temps de fermentation s'allonge (Langraf,

2002). Il contribue à la formation et à la stabilité de la pâte ainsi à la résistance du gluten. Un taux de 2 % de sel soit optimal d'après plusieurs chercheurs (Roussel et Chiron, 2005 ; Alaunyte, 2013).

- **Levure**

La levure boulangère (*Saccharomyces cerevisiae*) est l'agent levant le plus utilisé en panification. Elle transforme le sucre présent dans la pâte en dioxyde de carbone et éthanol pendant la fermentation (Miñarro, 2013). La panification nécessite habituellement un taux de 1 à 6 % de levure pour la levée (Alaunyte, 2013). La levure permet aussi la production de substances organique qui contribuent au développement de la saveur du pain (Miñarro, 2013).

#### **1.4. Autres ingrédients**

D'autres ingrédients additionnels sont utilisés en panification pour améliorer la qualité rhéologique de la pâte, technologique et organoleptique du pain (Al-Dmoor, 2012). Parmi ces ingrédients on distingue les œufs et la matière grasse.

En plus de sa richesse en nutriments, l'œuf fournit des composants avec différentes propriétés fonctionnelles, ce qui le rend un ingrédient important dans la fabrication du pain. L'ovalbumine et les phospholipides contenus dans l'œuf agissent comme des émulsifiants lors de la panification (Miñarro, 2013). L'œuf permet l'incorporation d'air dans la matrice, l'amélioration de la stabilité de la mousse pendant la fermentation, et de participer à la formation de gel lors de la cuisson au four (Pasqualone *et al.*, 2010).

La matière grasse est un autre ingrédient facultatif, qui sert à améliorer le volume et la durée de conservation du pain et rend la pâte plus plastique. Elle agit sur la pâte en formant un film entre l'amidon et les couches de gluten (Alaunyte, 2013). Cela a un effet positif sur la stabilisation des cellules de gaz dans la pâte, car la couche de lipides entoure les bulles de gaz empêche la coalescence (Alaunyte, 2013).



*Chapitre 2.*  
*Technologie de panification*

## Chapitre 2. Technologie de panification

### 2.1. Principales étapes

La qualité du pain dépend à la fois de la formule choisie et du processus de fabrication. La production de pain consiste à pétrir, à lever et à faire cuire la pâte. Chacune de ces étapes est responsable des différentes propriétés finales du pain (Bloksma, 1990a).

#### 2.1.1. Pétrissage

Le pétrissage est l'étape la plus décisive en panification dont dépendent les caractéristiques finales du pain. Durant cette étape, un ensemble complexe de transformations biochimiques et physiques a lieu suite à l'application de forces mécaniques (Levavasseur, 2009 ; Peighambardoust *et al.*, 2010 ; Alaunyte, 2013 ; Gao *et al.*, 2017).

D'après Bloksma (1990a), le pétrissage est une action mécanique qui assure trois fonctions essentielles : l'homogénéisation, le développement de la pâte et l'incorporation de l'air. Ces trois actions simultanées aboutissent en fin de pétrissage à une pâte homogène, consistante, lisse, souple et facile à manier (Le Blanc, 2008).

En début de pétrissage, tous les ingrédients sont mélangés pour donner une masse homogène de pâte. Les molécules d'eau diffusent dans les particules de la formule, se lient aux divers constituants, et favorisent leurs interactions. Les matières solubles sont totalement dissoutes dans le milieu aqueux. Cette phase est essentielle pour former la matrice dans laquelle les réactions ont lieu pendant le développement de la pâte (Shehzad, 2010 ; Alaunyte, 2013). L'énergie mécanique conférée pendant le pétrissage induit la formation de liaisons non covalentes, ce qui entraîne la formation d'un réseau de gluten viscoélastique (Gao *et al.*, 2017). Cette matrice de gluten est responsable de la rétention des bulles d'air incorporées lors du développement de la pâte. Toute la masse de gaz dans la pâte est introduite au moment du pétrissage sous forme de nucléis (Alaunyte, 2013 ; Gao *et al.*, 2017).

#### 2.1.2. Fermentation

La fermentation est l'une des opérations cruciales de la panification qui commence pendant le pétrissage et qui se poursuit au moment de la levée de la pâte dans une atmosphère contrôlée (Alaunyte, 2013 ; Gally *et al.*, 2017). En plus de la levée, la fermentation assure la synthèse des acides organiques et de molécules volatiles qui vont participer à l'élaboration du goût et de l'arôme du pain. La fermentation contribue également à l'achèvement du développement du réseau protéique qui s'est formé au cours du pétrissage (Feillet, 2000 ; Gally *et al.*, 2017).

Durant la fermentation, le nombre de cellules gazeuses n'augmente pas mais elles ont tendance à grossir par l'action de l'air incorporé lors du pétrissage, engendrant une expansion de la pâte et par conséquent une réduction de sa densité (Scanlon et Zghal, 2001 ; Montel *et al.*, 2005 ; Alaunyte, 2013).

### **2.1.3. Cuisson**

La cuisson est une étape clé dans la panification pour l'achèvement de la texture, la couleur et la saveur final du pain (Alaunyte, 2013). Les principaux changements qui influent sur la qualité du pain pendant la cuisson sont l'expansion, la perte d'eau par évaporation, la formation d'une structure alvéolaire plus ou moins développée due à la dilatation des alvéoles gazeuses, la dénaturation des protéines, la gélatinisation de l'amidon, la réaction de Maillard et la formation de la croûte (Sablani *et al.*, 1998 ; Alaunyte, 2013).

Au début de la cuisson, il se manifeste une période de fermentation intense qui entraîne une accélération de la production du gaz carbonique, suivie d'une forte dilatation et, le tout, conjugué engendre la poussée gazeuse qui provoque un spectaculaire développement du volume de la pâte (Calvel, 1990). L'augmentation du volume est due à la forte activité de la levure qui continue à produire du CO<sub>2</sub> jusqu'à son inactivation à 50 °C, et à l'alcool produit qui s'évapore à 60 °C (Bloksma, 1990b). L'augmentation de la température progresse vers le centre et la gélification de l'amidon ainsi que la coagulation du gluten, vont marquer, à partir de 70°C, la fin de la plasticité de la pâte et de son développement, le pain alors atteint son volume définitif (Calvel, 1990). Vers 90 °C, la pâte acquiert une structure semi-rigide qui se fige à 95°C. Il y a formation de la croûte à 100°C concomitant de la vapeur d'eau dans la mie, et à partir de 110 °C, c'est la dextrinisation puis la caramélisation qui apparaît. Quand la température atteint 170°C - 230 °C, la réaction de Maillard entre groupements amines des protéines et groupements carbonyles des oses réducteurs intervient dans la coloration de la croûte (Alais et Linden, 1997).

## **2.2. Rétention gazeuse dans les pâtons et levée**

### **2.2.1. Rôle du gluten en panification à base de blé**

Le gluten comprend les principales protéines de stockage qui sont trouvées dans l'endosperme du grain de nombreuses céréales (blé, orge, seigle, etc). Il constitue la fraction protéique responsable des propriétés physiques de la pâte en formant un réseau viscoélastique continu (Alaunyte, 2013 ; Miñarro, 2013).

Les protéines de gluten appartiennent à la classe des protéines non solubles dans l'eau composées principalement par les gluténines et les prolamines qui sont les gliadines dans le cas de blé, ces protéines du gluten constituent entre 80 à 85% de la teneur totale en protéines

de blé (Mills *et al.*, 1990 ; Ciaffi *et al.*, 1996). La gluténine est responsable des propriétés élastiques du gluten tandis que la gliadine contribue principalement aux propriétés d'extensibilité et de viscosité de ce dernier (Miñarro, 2013). Comme rapporté par Melini *et al.* (2017), les teneurs élevées en glutamine et en acides aminés hydroxylés ( $\approx 10\%$ ) du gluten sont spécifiquement responsables de ses propriétés de liaison avec l'eau. De plus, les liaisons hydrogènes entre la glutamine et les résidus hydroxylés des polypeptides du gluten contribuent à ses propriétés de cohésion-adhésion. Il a été généralement admis que toute augmentation de la teneur totale en protéines du blé entraîne une augmentation de la teneur en gluten, mais il est important de noter que la quantité des protéines ou du gluten n'est pas une mesure de qualité. La qualité du gluten est mesurée par le degré d'extensibilité et d'élasticité (Ćurić *et al.*, 2001).

Sapirstein *et al.* (2007) affirment que le blé dur possède un gluten avec une force très élevée en comparaison avec le blé tendre. Le pain à base de blé dur nécessite un temps de fermentation court et il est caractérisé par un meilleur volume spécifique.

Durant la panification, un système complexe est formé par les ingrédients de la pâte : farine, levure et eau. Une combinaison appropriée de ces composants avec un pétrissage, fermentation et cuisson appropriés permettent d'obtenir une matrice composée d'une phase discontinue d'amidon gélatinisé et d'un réseau continu de gluten, ce qui permet de retenir le gaz carbonique, de développer les alvéoles et de donner une structure finale de mie appropriée (Durrenberger *et al.*, 2001).

Ce processus n'est pas possible dans les pains sans gluten, où le manque de gluten rend difficile la formation de la pâte. Le développement donc des formulations complexes comprenant des gommes, des amidons ou des différents types de protéines est nécessaire pour mimer les propriétés viscoélastiques du gluten avec l'objectif de développer un pain sans gluten acceptable (Miñarro, 2013).

### **2.2.2. Formation d'alvéoles gazeuses et expansion**

Les alvéoles gazeuses sont présentes dès la formation de la pâte à pain par inclusion de nuclei d'air (100  $\mu\text{m}$ ) au cours du pétrissage. Ces microalvéoles sont indispensables car elles constituent les noyaux des futures alvéoles de la mie (Feillet, 2000, Shehzad, 2010). La taille des alvéoles est principalement dépendante du type de pétrissage et des propriétés rhéologique de la pâte (Salt *et al.*, 2006).

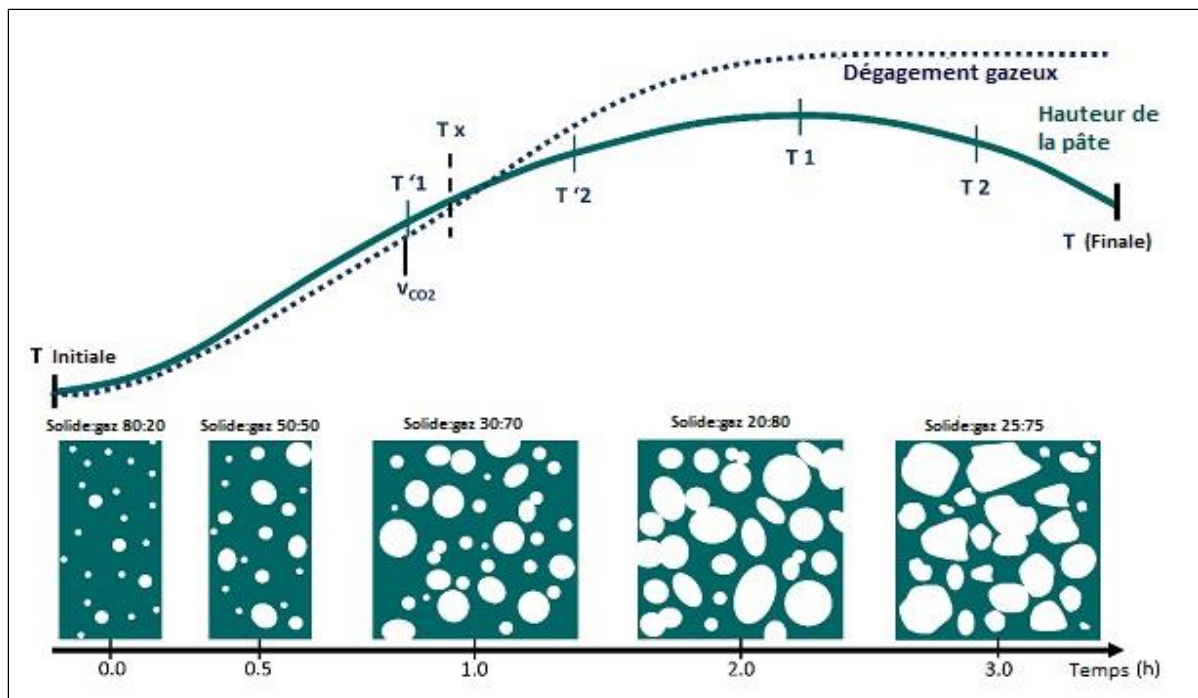
Au cours de la fermentation, la levure transforme l'amidon en sucres fermentescibles : maltose et glucose. Ces sucres sont utilisés comme substrat à la levure pour produire du gaz CO<sub>2</sub> et de l'éthanol selon l'équation :



Le gaz est ensuite emprisonné dans le film continu qui constitue principalement le gluten, assure ainsi la levée de la pâte (Shehzad, 2010).

Le gaz produit, va se dissoudre dans la phase liquide de la pâte sous forme d'alvéoles jusqu'à saturation. Arrivé à saturation, le gaz s'évapore ensuite dans les alvéoles, et devient alors le moteur de leur expansion au cours de la fermentation (Shehzad, 2010). Chiotellis et Campbell (2003a, b), ont rapporté qu'une saturation complète de la phase aqueuse n'est pas obligatoire pour la diffusion du CO<sub>2</sub> dans les noyaux d'air existants pendant le pétrissage. Il a été prouvé que le volume d'échantillons de pâte augmente avant que la phase liquide n'atteigne la saturation en CO<sub>2</sub>. Ainsi, l'expansion de la pâte pendant la fermentation se produit à travers la croissance de bulles de gaz individuelles dans le réseau continu (Verheyen *et al.*, 2015).

Au cours de la fermentation, la libération du CO<sub>2</sub> permet la formation de nouveaux nucléis, la croissance puis la coalescence de bulles dans la pâte (Figure 01). Ce dernier phénomène se passe suite à la rupture des parois de la matrice continue sous l'effet de la pression de gaz et l'absence des substances permettant une meilleure rétention de gaz (Guessasma, 2007 ; Shehzad, 2010). La Figure 01 résume l'impact de la cinétique de formation de CO<sub>2</sub> et des quantités de gaz sur l'intégrité structurelle de la matrice de la pâte lors d'un cycle de fermentation de 3 heures dans le rhéofermentomètre.



**Figure 01.** Changement de la structure d'une pâte à pain induit par le gaz carbonique pendant un cycle de fermentation de 3 heures dans un Rhéofermentomètre (Verheyen, 2016).

$T_1$  et  $T'_1$  : temps pour atteindre la hauteur maximale de la pâte à travers le taux maximale de dégagement de gaz ;  $T_x$  : Temps de porosité (le gaz commence à s'échapper à la matrice de pâte) ;  $V_{CO_2}$  : Volume maximal de  $CO_2$  formé.

Il est évident que le développement de la hauteur de la pâte s'accompagne par un changement de la structure de bulles gazeuses et du taux de dégagement de gaz. Après avoir atteint la hauteur maximale de la pâte à  $T_1$ , la déstabilisation mécanique du réseau de gluten provoque la coalescence des bulles de gaz. Par conséquent, l'hétérogénéité du réseau de pâte augmente et le  $CO_2$  s'échappe en dépassant la capacité de rétention de gaz (Graves *et al.*, 2006 ; Verheyen, 2016).

La stabilité des alvéoles dans la pâte dépend ensuite de la cohésion de la matrice continue constituée par certains composants de la farine (protéines, lipides, amidon et pentosanes) ainsi que d'autres additifs en panification tels que les émulsifiants (Branger *et al.*, 2007 ; Shehzad, 2010).

La viscosité de la pâte doit être suffisamment élevée pour réduire la migration des bulles, mais la pâte doit être suffisamment extensible pour permettre une expansion sans rupture des parois inter-alvéolaires (Shehzad, 2010). Le maintien des bulles dans la pâte pour des fractions de vide aussi élevées serait lié à la présence de films liquides minces qui les sépareraient, et la coalescence ne serait pas complète (Koksel et Scanlon, 2016).

## 2.3. Critères de qualité du pain

### 2.3.1. Volume

Le volume du pain est le plus important critère utilisé pour déterminer et évaluer la qualité du pain (Różyło et Laskowski, 2011 ; Dogan *et al.*, 2012 ; Hager et Arendt, 2013). Il est particulièrement important dans la détermination de la qualité du pain sans gluten dont le volume est généralement inférieur en comparaison avec le pain à base de blé. Cela a été expliqué par l'absence des protéines du gluten responsables de la rétention gazeuse (Pomeranz *et al.*, 1977) et par une hydratation insuffisante au moment du pétrissage (Lai *et al.*, 1989).

La méthode la plus commune et la plus utilisée pour déterminer le volume du pain est la méthode basée sur le déplacement des grains sphériques de natures différentes (colza, orge perlé, etc) (Alaunyte, 2013). D'autres instruments, y compris les techniques d'analyses d'image et les capteurs laser, ont été aussi développés, bien que la plupart des chercheurs utilisent la méthode de déplacement des grains. D'après les résultats de Caley *et al.* (2005), il y a une corrélation significative entre la méthode classique de déplacement des grains et la technique des capteurs laser ( $R^2 = 0,993$ ,  $P < 0,05$ ) lors de la mesure du volume du pain.

### 2.3.2. Texture

La texture du pain se réfère aux caractéristiques physiques qui peuvent être détectés par les récepteurs mécaniques, tactiles, visuels et auditifs. Elle est liée à la déformation de la mie du pain pendant le temps (Bourne, 1982 ; Ndangui, 2015). La texture est une propriété importante de la qualité finale du pain qui influence fortement l'acceptabilité de ce dernier par le consommateur. Le paramètre le plus important pour évaluer la qualité du pain est la dureté, qui présente la force maximale de la première compression de la mie (Alaunyte, 2013).

L'analyse de la texture du pain par des instruments mécaniques permet d'obtenir des paramètres texturaux ayant une corrélation avec certains paramètres d'appréciation sensorielle (Ndangui, 2015). Pour déterminer la texture du pain, des tests subjectifs et objectifs ont été développés. Le test de compression subjectif consiste à appliquer une force de compression par un paneliste qui comprime les tranches de la mie du pain avec les dents pour évaluer sa dureté (Cauvain et Young, 2006). Le test objectif ou mécanique, c'est le test le plus utilisé par les chercheurs. Il consiste à effectuer une compression de la mie à travers une distance standard par des sondes spéciales, où la force requise pour déformer la mie est mesurée et enregistré sous forme des courbes. Différents paramètres texturant peuvent être calculés à partir de ces courbes

de forces et par différents analyseurs de texture (Alaunyte, 2013 ; Ndangui, 2015 ; Ronda *et al.*, 2017).

### 2.3.3. Structure alvéolaire

La structure alvéolaire de la mie du pain est définie comme la structure cellulaire exposée, lorsqu'une tranche du pain est découpée (Kamman, 1970). La structure alvéolaire contribue à la détermination de la résistance mécanique, la texture, l'apparence visuelle et la qualité finale de la mie du pain. En effet, la structure alvéolaire de la mie du pain représente environ 20% de la pondération dans l'évaluation de la qualité du pain (Alaunyte, 2013).

Des paramètres, tels que le nombre et la taille des alvéoles, la répartition spatiale des alvéoles (uniformité) et l'épaisseur des parois cellulaires, sont tous utilisés pour évaluer la structure alvéolaire de la mie. Le pain de bonne qualité doit posséder des qualités alvéolaires, telles que des parois cellulaires minces mais fortes, afin de pouvoir résister à la déformation et une structure uniforme avec des alvéoles de petites tailles ou des tailles homogènes (Liu et Scanlon, 2003). Ces paramètres sont généralement obtenus à partir des pains fabriqués à base de blé. Un pain de mauvaise qualité alvéolaire présente une structure grossière, des cellules irrégulières à volume élevé avec des parois épaisses et une densité de mie élevée (Alaunyte, 2013).

L'analyse d'image est considérée comme une méthode objective et elle est devenu presque la norme dans l'évaluation de la structure alvéolaire des mies des pains dans les dernières décennies par utilisation de différents outils informatiques (Zayas, 1993 ; Chtioui *et al.*, 1996 ; Verdu *et al.*, 2016 ; Jha *et al.*, 2017). Un nombre important de publications existe déjà sur l'analyse d'image et indique que cette dernière est un outil utile pour quantifier des caractéristiques de la mie de pain telles que la taille et la distribution des alvéoles, la fraction de vide et le facteur de forme (Svec et Hruskova , 2004 ; Romano *et al.*, 2013 ; Svec et Hruskova, 2013 ; Scheuer *et al.*, 2015).

### 2.3.4. Humidité finale

La teneur finale de l'eau dans le pain n'est pas un paramètre clé dans la détermination de la qualité du pain mais elle est importante à évaluer lors de la conservation du pain car la qualité du pain est affectée par sa teneur en humidité, ce qui implique des changements dans la mie et la croûte, réduisant ainsi l'acceptabilité du produit par le consommateur (Sanina *et al.*, 1996; Maghirang *et al.*, 2006 ; Alaunyte, 2013). He et Honesey (1990) ont montré que le pain avec un taux d'humidité plus élevé se raffermissait plus lentement et avait une fermeté finale inférieure par rapport à un pain d'humidité inférieure.

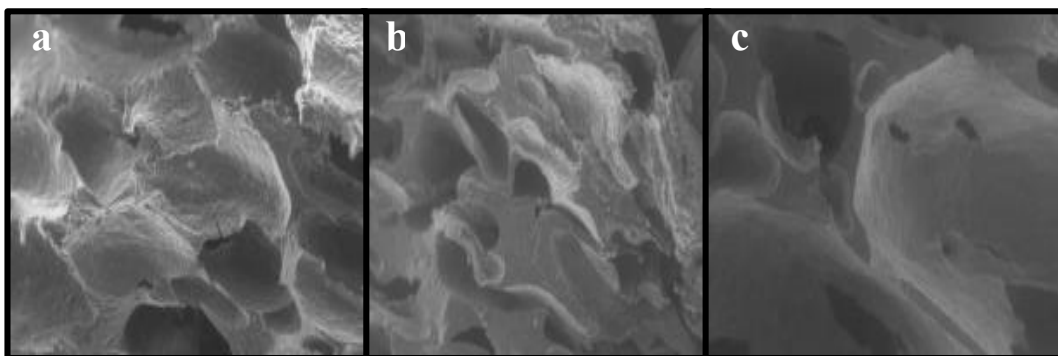


### 2.3.5. Microstructure

La caractérisation de la microstructure de la pâte et du pain final est utilisée pour déterminer les changements qui se produisent dans la pâte à pain au cours du processus de la panification ou lors de l'addition de nouvelles substances (Fleming et Sosulski, 1978).

La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) est la plus utilisée pour la description de la microstructure de la pâte et du pain. Elle permet d'obtenir des images de surfaces et de l'intérieur de l'échantillon, à des échelles allant de celle de la loupe ( $\times 10$ ) à celle du microscope électronique à transmission ( $\times 500.000$  ou plus), (Fleming et Sosulski, 1978 ; Aguilera et Stanley 1999). Elle permet d'identifier les changements sur la microstructure de l'échantillon, mais pas les mécanismes entraînant ces changements. Elle ne permet pas de localiser un composé d'intérêt (Ndangui, 2015). Cette analyse sert comme une photographie du produit fini à une échelle de grossissement plus élevée.

La microscopie électronique à balayage est utile dans la recherche des différences engendrées par l'addition d'autres composés au pain. (Toyosaki *et al.*, 2015) ont montré des différences dans la microstructure du pain fabriqué avec divers lipides : Triacylglycérols à chaîne moyenne (MCT), Triacylglycérols à longue chaîne (LCT) et le beurre. Les résultats de la MEB permettent d'observer une surface lisse formée dans le cas du pain MCT avec un certain nombre de pores qui ne figure pas dans le cas du pain LCT et le pain au beurre. Ce dernier est caractérisé par des petits pores (Figure 02).



**Figure 02.** Microstructure par MEB des pains préparés avec **a** : MCT (bon) ; **b** : LCT (moyen) ; **c** : beurre (mauvais), échelle de mesure (500  $\mu\text{m}$ ) (Toyosaki *et al.*, 2015).

### 2.3.6. Qualité nutritive

Le nombre des consommateurs informés sur l'importance des aliments fonctionnels a augmenté considérablement (Sivam *et al.*, 2010). Les aliments qui possèdent un niveau élevé en antioxydants sont fortement demandés en raison de leurs avantages pour la santé et la protection

contre les maladies, comme le cancer, les maladies cardiovasculaires et les maladies dégénératives (Boyer et Liu, 2004 ; Dewettinck *et al.*, 2008).

Le pain est l'aliment commun dans l'alimentation humaine, sa consommation importante lui confère une position d'importance mondiale dans la nutrition internationale. Un pain idéal doit avoir un index glycémique bas. Il doit être une source importante en protéines, en fibres, en vitamines, en sels minéraux et en antioxydants (Dewettinck *et al.*, 2008).

Pendant la fabrication du pain, les disponibilités et les niveaux de composés bioactifs dans les céréales peuvent diminuer ou augmenter (Slavin *et al.*, 2001). Les interactions entre les différents composés sont également importants et affectent les valeur nutritionnelle du pain (Jenkins *et al.*, 1981). La quantité de composés phénoliques est également influencée par le processus de fabrication du pain. En outre la valeur nutritionnelle du pain est en relation avec les ingrédients utilisés. Dans les pains sans gluten, cette valeur diminue par l'absence du blé qui constitue la source la plus importante en éléments nutritif et antioxydants. Il est donc nécessaire d'utiliser d'autres sources de composés bioactifs pour satisfaire les besoins nutritionnels de la population céliaques tels que les végétaux riches en ces composants (Dewettinck *et al.*, 2008 ; Sivam *et al.*, 2010; Boz et Karaoğlu, 2013 ; Krupa-Kozak et Drabinska, 2016).

### **2.3.7. Caractères organoleptiques**

Les propriétés sensorielles du pain constituent un défi qui nécessite une meilleure compréhension des mécanismes de formation de la structure et de la texture finale (Lampignano *et al.*, 2013). Il est bien connu que les propriétés sensorielles du pain sont liées fortement aux ingrédients utilisés lors de la fabrication, affectant ainsi le choix des consommateurs.

Différentes techniques ont été développées pour l'évaluation sensorielle des pains telle que le système de classement des produits par notation qui présente la technique la plus utilisée et qui a été normalisé en 2002 par la norme AFNOR (NF V03-716). La technique consiste à fabriquer les pains dans des conditions constantes et à présenter les échantillons à un panel de dégustation. Des notes spécifiques sont attribuées pour chaque critère d'évaluation, ces attribues sont en générale des descripteurs sensoriels de l'état du pain. Ces notes qui reflètent les appréciations sensorielles des dégustateurs sont utilisées par la suite et pondérées pour calculer une note globale pour chaque attribut (goût, arôme, couleur, acceptabilité globale, etc.) (Shehzad, 2010).

*Chapitre 3.*  
*Pains sans gluten*

### Chapitre 3. Pains sans gluten

#### 3.1. Matières les plus impliquées en panification sans gluten

##### 3.1.1. Riz

Le riz (*Oryza sativa L.*) est un composant alimentaire majeur de la population de la plupart des pays dans le monde. Il nourrit presque la moitié de la population mondiale. Il est très consommé en Asie et en Afrique mais moins en Europe (Verma et Srivastav, 2017 ; Zhang *et al.*, 2017).

Arshad *et al.* (2017), indiquent que le riz est cultivé dans 114 pays en 161 Millions d'hectares pour produire plus de 650 millions de tonnes.

- **Composition chimique et valeur nutritionnelle**

Le riz est une source très importante en glucides sous forme d'amidon, de glucose, de saccharose et de dextrans mais contient des quantités modérées de protéines et de lipides sous forme d'acides gras insaturés. Le grain de riz est constitué de 12% d'eau, 75% à 80% d'amidon et de seulement 7% de protéines. Ses protéines sont très digeste (93%), avec une excellente valeur biologique (74%) et une teneur en lysine (facteur limitant pour les protéines céréalières) plus élevée d'environ 4% (Bressani *et al.*, 1971; Juliano, 1993 ; Verma et Srivastav, 2017).

Le riz est une bonne source de vitamines du groupe B comme la thiamine, la riboflavine et la niacine (Verma et Srivastav, 2017), mais contient peu ou pas de vitamines A, C et D. Le riz contient des quantités assez importantes de minéraux comme le calcium (Ca), le magnésium (Mg), le potassium (K) et le phosphore (P) avec quelques traces de Fer (Fe), de cuivre (Cu), de zinc (Zn) et de manganèse (Mn) (Oko *et al.*, 2012). La composition nutritionnelle du riz varie selon les différentes variétés, l'application d'engrais de fertilité du sol et d'autres conditions environnementales.

- **Utilisation du riz en panification**

Le riz est consommé principalement sous forme de grains cuits, par ailleurs, pendant cette dernière décennie, la consommation de la farine du riz comme matière première en panification a augmentée (Cornejo et Rosell, 2015). Le riz présente une valeur sensorielle et nutritionnelle élevées. Les produits de la mouture des grains de riz ont une couleur blanche, une saveur neutre, de faibles teneurs en sodium, sont facile à digérer, contiennent des protéines hypoallergéniques et sont dépourvus du gluten. Ces caractéristiques font de la farine de riz un ingrédient approprié pour les produits sans gluten (Miñarro, 2013 ; Cornejo et Rosell, 2015). Des différents produits de panification fabriqués à base de la farine de riz au lieu de la farine de

blé ont été développés (Nozawa *et al.*, 2016). Cependant, malgré les nombreux avantages, les protéines du riz ont des propriétés fonctionnelles relativement faibles pour la transformation des produits alimentaires, car et en raison de leur nature hydrophobe, les protéines insolubles de riz ne peuvent pas former une pâte viscoélastique nécessaire pour retenir le dioxyde de carbone produit pendant la fermentation donnant des produits avec des volumes spécifiques inférieurs à ceux de blé (Rosell et Marco, 2008).

### 3.1.2. Maïs

Le maïs (*Zea mays L.*) est une plante annuelle considérée comme l'une des plus importantes céréales dans le monde. Il est classé en troisième position après le blé et le riz (Wasaya *et al.*, 2017). Il fait partie du régime alimentaire de beaucoup de personnes dans l'Amérique Latine, l'Amérique du Nord, l'Asie et l'Afrique (Serna-Saldivar, 2004).

Les grains de maïs cultivés en Algérie sont généralement impurs et mélangés. Le maïs local existe dans les oasis du sud (Région d'Adrar), mais son existence se raréfie de plus en plus à cause du manque d'eau principalement (Chouaki *et al.*, 2007).

- **Composition chimique et valeur nutritionnelle**

Les principaux composants chimiques du grain de maïs sont l'amidon (70 à 75 %), les protéines (8 à 10%) et 4 à 5% d'huile (Boyer et Hannah, 1994). Cependant, il existe une grande différence dans les concentrations relatives de ces composants entre les différentes parties du grain comme représente le Tableau 01.

Le maïs fournit de nombreuses vitamines de groupe B et des minéraux essentiels ainsi que des fibres, mais il est déficient en nutriments, tels que la vitamine B12 et la vitamine C et est en général une source médiocre de folate et de fer (Ranum *et al.*, 2014).

La composition chimique du grain de maïs et sa valeur nutritive lui confèrent une bonne position parmi le groupe des céréales dans la catégorie "Agro-Alimentaire" (Escalante-Ten Hoopen et Maïga, 2012).

**Tableau 01.** Composition chimique de la majeure partie du grain de maïs (FAO, 1992).

Composant chimique	Péricarpe (%)	Endosperm (%)	Germe (%)
Protéines	3,7	8,0	18,4
Extrait de l'éther	1,0	0,8	33,2
Fibres brutes	86,7	2,7	8,8
Cendres	0,8	0,3	10,5
Amidons	7,3	87,6	8,3
Sucres	0,34	0,62	10,8

- **Utilisation du maïs en panification**

Le maïs est utilisé dans l'alimentation humaine sous forme de grains, ou après broyage dans différentes préparations alimentaires. La farine de maïs est le plus important substituant de la farine de blé en raison de sa valeur calorifique similaire à celle du blé. La farine de maïs est utilisée pour produire les gâteaux (crêpes, des pains sucrés, des tartes, des puddings, des muffins ou des biscuits) et même pour fabriquer le pain levé (Escalante-Ten Hoopen et Maïga, 2012).

Le pain au maïs constitue un aliment traditionnel dans la région Nord-Ouest de l'Espagne. Ce pain est fabriqué pour ses saveurs agréables (Revilla *et al.*, 2008).

Différentes études ont été menées dans la fabrication du pain sans gluten à base de la farine de maïs seule ou en combinaison avec d'autres farines (Juan *et al.*, 2007; Revilla *et al.*, 2008; Begum *et al.*, 2013 ; Bibiana *et al.*, 2014).

D'un point de vue nutritionnel, le maïs est le plus convenable à la fabrication du pain sans gluten par rapport au riz à cause de sa teneur élevée en amidon, lipides, fer et fibres. Par ailleurs, le facteur limitant l'utilisation du maïs comme matière première dans la fabrication du pain sans gluten est liée à sa faible teneur en protéines ainsi qu'à la présence de vitamine B3 sous forme liée ce qui la rend difficile à digérer dans le corps. Le maïs est également pauvre en tryptophane et en précurseurs de la niacine (vitamine B3). En outre le pain à base de maïs se caractérise par une texture friable et non cohérente (Begum *et al.*, 2013 ; Maghaydah *et al.*, 2013 ; Ranum *et al.*, 2014).

### 3.1.3. Féverole

La féverole est une espèce des légumineuses qui appartient à la famille des Papilionacées. Elle est consommée dans de nombreux pays du monde. Elle serait originaire du Sud-Ouest de l'Asie, d'Afrique du nord, de l'Europe et du Moyen Orient mais largement cultivée dans d'autres pays et considérée comme l'une des plus anciennes plantes cultivées dans le monde et présente une source très importante de nutriment pour l'homme (Dupin *et al.*, 1992 ; Abu-Reidah *et al.*, 2017). Elle est utilisée comme complément protéique pour l'alimentation humaine ou animale (Kaysi et Melcion, 1992).

La féverole (*V. faba minor*, ou *equina*) dont les graines sont petites et plus ou moins cylindriques ou ovoïdes est différente de la fève (*V. faba major*) dont la grosse graine aplatie peut mesurer 2 à 3 cm de long et porte un long hile noir (Pietrzak *et al.*, 2016).

- **Composition chimique et valeur nutritionnelle**

La féverole est une légumineuse très riche en matières azotées et en amidon. Elle est composée de 25 à 30% de protéines, de 40 à 50% de glucides et de 10 à 15% de lipides (Macarulla *et al.*, 2001). La composition moyenne de la graine de féverole est présentée dans le Tableau 02.

La valeur nutritionnelle de la féverole a été traditionnellement attribuée à sa teneur élevée en protéines. La plupart de ses protéines sont des globulines (60%), des albumines (20%) et les glutélines (15%). En outre, la féverole est également une bonne source de minéraux (Ca, Mg, Fe et Zn) et de vitamines (complexe B, vitamine C et A) (Sobrini *et al.*, 1982). La féverole est riche en tanins et en deux dérivés d'aminopyrimidine glucosidiques, U et C. Elle contient aussi une grande quantité d'ascorbate et des quantités variables de la L-dopa glucoside (Arese et De Flora, 1990).

**Tableau 02.** Composition chimique d'une féverole décortiquée industriellement (Kaysi, 1991).

Composition chimique	Teneur en %
Humidité	12,8
Matières azotées totales	31,1
Matières grasses	2,0
Cellulose brute	2,1
Amidons	48,8
Cendres	4,2

- **Utilisation de la féverole en panification**

La féverole est une légumineuse très riche en protéines et elle est dépourvue du gluten, pour cette raison son utilisation pour la fabrication de pain sans gluten constitue une approche intéressante à étudier, sa supplémentation avec le riz a été abordé par Benatallah (2009). Ainsi, les travaux de Abdel-Kader (2001) en Egypte ont montré que des pains de bonne qualité technologique et nutritionnelle ont été obtenus par addition de 10 % la farine de fève à la formulation étudiée.

La limite d'utilisation de la féverole seule en panification réside dans sa carence en certains acides aminés, et notamment la méthionine, la cystine et le tryptophane, qui devrait être apportés par d'autres sources en protéines (Sauvant *et al.*, 2002). En plus, elle est composée des teneurs élevées en substances anti nutritionnelles telles que les tanins condensés, les inhibiteurs de la trypsine ou les galactosides, ce qui limite son utilisation en quantités élevées (Pietrzak *et al.*, 2016).

### 3.1.4. Association céréales-légumes secs

Les graines de légumineuses appartiennent à une famille botanique très importante du point de vue économique et nutritionnel (Dupin *et al.*, 1992). Ces grains sont caractérisés par une forte teneur en protéines et permette de compléter les céréales (Molinier, 2007 ; Benatallah *et al.*, 2012). Généralement, les grains de légumineuses constituent une part importante du régime humain dans les pays en voie de développement, dans les endroits tropicaux et subtropicaux, où une grande partie de la population a un accès limité à la nourriture d'origine animale (Ribeiro et Melo, 1990).

L'association des céréales et des légumineuses se retrouve dans les traditions culinaires de nombreux pays : riz et soja en Extrême-Orient, couscous et pois-chiches en Afrique du Nord, maïs et haricots secs en Amérique, mil et niébés (haricots africains) en Afrique noire, blé, orge, seigle, avoine et haricots secs, lentilles, fèves, pois cassés en Europe (cité par Micard *et al.*, 2010).

Les légumineuses sont déficientes en acides aminés soufrés. En revanche, ce sont de bonnes sources de lysine, complétant ainsi utilement les céréales où la lysine est un acide aminé limitant mais qui présente des quantités suffisantes d'acides aminés soufrés. Par conséquent, la combinaison des céréales avec les légumineuses offrirait un meilleur équilibre général en acides aminés essentiels (Seleem et Omran, 2014). Cette association, permet aussi une complémentarité en minéraux et en vitamines du groupe B (Aykroyd et Doughty, 1982). Les légumineuses ajoutent à la céréale de base toute une gamme de saveur et de texture, une complémentarité optimale est assurée par un rapport céréales légumes secs de 2/1 (FAO, 1982).

### 3.2. Caractéristiques du pain sans gluten

Dans le pain sans gluten, le remplacement du blé par d'autres formules sans gluten a un effet néfaste sur les caractéristiques du produit fini. Les pains à base de céréales sans gluten telles que le riz et le maïs présentent une mauvaise qualité et une faible acceptabilité par le consommateur (Gallagher, 2009). Cela a exercé plus de pression sur les chercheurs et les technologues pour produire des pains sans gluten avec une structure améliorée et une meilleure acceptabilité (Gallagher *et al.*, 2004). Des formulations complexes ont été développées à base de formules exemptes de gluten, mais à base d'amidon et d'hydrocolloïdes, dans le but de reproduire les propriétés viscoélastique, de la pâte à base de blé. Cependant, dans plusieurs cas les pains sans gluten présentent encore une qualité inférieure à celle des pains à base de blé (Miñarro, 2013).



L'élimination du gluten et, en conséquence, l'absence d'une matrice de protéines forte capable d'empêcher le gaz CO<sub>2</sub> de s'échapper, provoque une perméabilité élevée au dioxyde de carbone et de grandes difficultés pour maintenir la structure, ce qui diminue le volume du pain cuit (Miñarro, 2013).

L'absence de gluten altère également la capacité de rétention d'eau par la pâte ce qui donne une structure non cohésive. En outre, suite à l'utilisation courante des amidons dans les formulations sans gluten avec des temps de fermentation court, les pains produits ont de mauvaise qualité organoleptique (Arendt *et al.*, 2002).

Les pains sans gluten sont caractérisés généralement par un faible taux en fibres, en vitamines et en autres nutriments, ce qui aggrave le régime déjà déséquilibré sur le plan nutritionnel des malades céliaques (Miñarro, 2013).

## *Chapitre 4.*

# *Ingrédients et traitements améliorants en panification sans gluten*

## Chapitre 4. Ingrédients et traitements améliorants en panification sans gluten

La mauvaise qualité des pains sans gluten, a encouragée les chercheurs à étudier des nouveaux ingrédients qui reproduisent les propriétés du gluten et améliorent la qualité finale du produit. Cependant, le gluten est une composante majeure de blé, et son remplacement dans les produits de boulangerie demeure un défi technologique important (Mollakhalili Meybodi *et al.*, 2015). Pour cela un grand nombre d'additifs de différentes origines a été utilisé (Rosell *et al.*, 2001). Certains additifs sont axés sur l'amélioration de la rhéologie de la pâte, comme les pentosanases (Bárcenas *et al.*, 2003), d'autres sur le volume et la texture du pain, comme les émulsifiants tels que le stéaroyl lactylate de sodium et les monoacylglycérols (Stampfli et Nersten, 1995). Des fibres alimentaires tels que l'inuline sont utilisés pour améliorer le volume ainsi que la qualité nutritionnelle des pains sans gluten (Gallagher *et al.*, 2004). Les protéines du lactosérum ont été également utilisé pour améliorer la capacité d'absorption d'eau ainsi que la valeur nutritive des pains sans gluten (Kenny *et al.*, 2000). De plus, d'autres améliorants, tels que les hydrocolloïdes et les amidons sont ajoutés afin d'augmenter la fraîcheur du produit pendant le stockage ainsi que pour améliorer les caractéristiques technologiques du pain sans gluten (Bárcenas *et al.*, 2003 ; Kohadjova *et al.*, 2009 ; Mollakhalili Meybodi *et al.*, 2015).

D'après Mollakhalili Meybodi *et al.* (2015), l'utilisation d'amidons et d'hydrocolloïdes est la méthode la plus répandue pour imiter la structure du gluten dans la fabrication des pains sans gluten. Les nouvelles substances à base de plantes et fruits, ainsi que l'application de traitements physiques tel que le traitement thermique en présence d'eau, qui améliorent la valeur technologique et nutritionnelle du pain sans gluten sont également prometteuses (Boz et Karaoğlu, 2013 ; Capriles *et al.*, 2016; Melini *et al.*, 2017). Le chapitre suivant, rapporte les principaux additifs pourraient être utilisés en panification sans gluten. En se basant sur ceux testé dans ce travail de thèse.

### 4.1. Amidons

L'amidon est le principal composé de stockage d'énergie dans de nombreuses plantes, y compris les céréales, les légumineuses, les pommes de terre et les tubercules. Il fournit 70% à 80% des calories consommées par la population mondiale (Horstmann *et al.*, 2016). Il se compose de deux types de molécules, l'amylopectine ramifiée et l'amylose linéaire. Dans les deux cas, la chaîne de polymères est formée par des résidus  $\alpha$ -D-glucopyranose, formant des liaisons  $\alpha$ -1,4-glucosidiques dans la structure linéaire de l'amylose et des branches additionnelles  $\alpha$ -1,6-

glycosidiques dans des molécules d'amylopectine (Witczak *et al.*, 2015). Selon l'origine botanique, les teneurs en amylose et en amylopectine varient respectivement de 20 à 30% et de 70 à 80% pour les amidons standards (Bahrani, 2013).

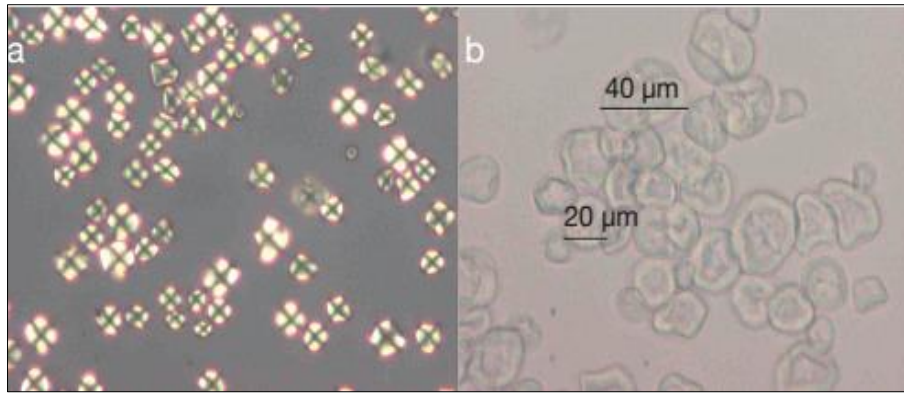
Les amidons sont largement utilisés en panification avec et sans gluten pour différentes raisons. C'est d'abord une source de sucres fermentescibles pour les levures. ils jouent également un rôle essentiel dans l'absorption de l'eau (Wade, 1988 ; Witczak *et al.*, 2015). De plus, l'amidon contribue à la formation de la pâte par les interactions qui se créent avec les protéines et agit comme un agent liant. En absence du gluten, ils interviennent dans la formation de film continu pour piéger les bulles de gaz lors de la fermentation (Pongjaruvat *et al.*, 2014).

Les amidons les plus couramment utilisés dans la fabrication du pain sans gluten sont l'amidon de maïs et certains amidons de tubercules tels que le tapioca (Horstmann *et al.*, 2016 ; Masure *et al.*, 2016).

- **Amidon de maïs**

L'amidon, la fécule de maïs, ou la maïzena, sont des noms qui désignent la même substance ; qui est extraite du maïs. Les granules d'amidon de maïs sont composés d'une proportion d'amylose et d'amylopectine variable selon la variété de maïs. Seetharaman *et al.* (2001) ont rapportés des teneurs en amylose variant entre 16,1 et 23,3 % après analyse de 35 variétés différentes de maïs. Sandhu *et al.* (2004) ont observés des teneurs en amylose variant entre 15,3 et 25,1 %. Les amidons de certaines variétés sont essentiellement composés d'amylopectine, tandis que d'autres sont beaucoup plus riches en amylose (Rahman *et al.*, 2007).

Des relations étroites existeraient entre la structure des granules d'amidon de maïs et les propriétés macroscopiques qu'ils développent lorsqu'ils sont soumis à des traitements thermiques (Malumba *et al.*, 2011). Ces propriétés semblent être liées principalement à la structure de l'amylose et de l'amylopectine (Figure 03).



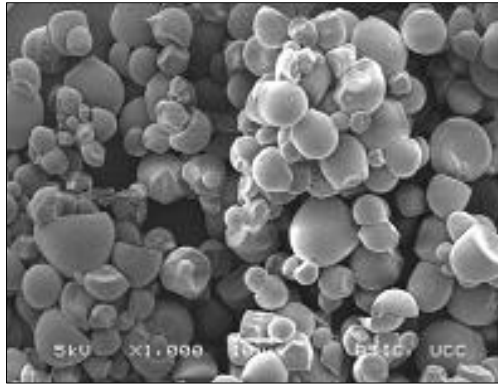
**Figure 03.** Vue microscopique sous lumière polarisée de l'amidon de maïs à l'état natif (a) et gélatinisé à 70 °C (b) en présence d'un excès d'eau (Malumba *et al.*, 2011).

Récemment différentes recherches ont portés sur l'utilisation de l'amidon de maïs comme améliorant de la qualité du pain sans gluten pour ses désirables propriétés rhéologiques (Onyango *et al.*, 2011 ; Matos et rosell, 2012 ; Hussain *et al.*, 2016).

- **Amidon de tapioca**

L'amidon de tapioca est obtenu à partir des racines de la plante de manioc. Les noms de la plante de manioc varient en fonction des régions : yucca (Amérique centrale), mandioca ou manioca (Brésil), tapioca (Inde et Malaisie) et cassava ou manioc (Afrique et Asie du Sud-Est). En Amérique du Nord et en Europe, le nom de manioc est généralement appliqué aux racines de la plante, tandis que le tapioca est le nom donné à l'amidon et à d'autres produits transformés. La plante du manioc appartient à la famille des *Euphorbiaceae*, du genre *Manihot esculenta* (BeMiller et Whistler, 2009).

Généralement, l'amidon de tapioca contient 17 à 20% d'amylose. En outre, l'amylose du tapioca a une masse moléculaire plus élevée que d'autres amidons (BeMiller et Whistler, 2009). Les granules d'amidon de tapioca ont plusieurs couches et une structure bien organisée (Figure 04), les formes et le mélange de granules de différentes tailles dans l'amidon ont une influence sur la rhéologie et les propriétés fonctionnelles et structurelles des aliments à base d'amidon (BeMiller et Whistler, 2009 ; Horstmann *et al.*, 2016).



**Figure 04.** Microstructure de l'amidon de tapioca par microscope électronique à balayage (magnification  $\times 1000$ ) (Horstmann *et al.*, 2016).

Le faible taux d'amylose, les faibles teneurs en lipides et en protéines, combinés avec le haut poids moléculaire de son amylose, font du tapioca un amidon natif unique pour une utilisation directe dans les applications alimentaires et industrielles (BeMiller et Whistler, 2009).

Le tapioca est un ingrédient stable dans la nourriture de certaines régions et il est utilisé dans le monde entier en tant qu'agent épaississant dans les aliments. L'utilisation de l'amidon de tapioca a augmenté ces dernières années, à cause de sa saveur neutre, sa forte capacité d'absorption d'eau et sa bonne dispersion lors de sa gélatinisation (Sacithraa *et al.*, 2013). Son utilisation en panification sans gluten à l'état natif ou pré-gélatinisé comme améliorant des propriétés texturales et structurales des pains sans gluten a été étudiée par Onyango *et al.* (2011) ; Pongjaruvat *et al.* (2014) et Kim *et al.* (2015).

#### 4.2. Hydrocolloïdes

Les hydrocolloïdes sont des composés à haut poids moléculaire constitués de chaînes hydrophiles (Dziezak, 1991 ; Hoefler, 2004). Le terme hydrocolloïdes désigne tous les polysaccharides hydrosolubles avec des structures chimiques variées extrait de graines, de plantes, de fruits, d'algues ou de nature microbienne. Ils peuvent être aussi de nature protéique (Kohajdová et Karovičová, 2009 ; Mir *et al.*, 2016). Leur fonctionnalité dépend de la source, du processus d'extraction, de la structure chimique, des doses utilisées et des interactions avec d'autres polymères et ingrédients alimentaires (Anton et Artfield, 2008 ; Huettner et Arendt, 2010).

Les hydrocolloïdes sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire comme agents épaississants, stabilisants ou gélifiants pour modifier et contrôler la rhéologie et la texture des systèmes aqueux, pour améliorer la texture des produits alimentaires et augmenter leurs capacités

de rétention d'eau (Kohajdová et Karovičová, 2009). Cette large gamme de propriétés fonctionnelles rend les hydrocolloïdes adaptés à différentes applications dans l'industrie du pain (Mir *et al.*, 2016).

Les hydrocolloïdes sont considérés comme les meilleurs alternatifs du gluten dans les formulations sans gluten. Ils améliorent le développement de la pâte et la rétention gazeuse grâce à une augmentation de la viscosité. Ils développent la texture et augmentent la capacité de rétention de l'eau par la pâte produisant des pains sans gluten de qualité élevée (Miñarro, 2013 ; Li et Nie, 2016).

L'utilisation des hydrocolloïdes avec des propriétés épaississantes et stabilisantes tels que la gomme guar, la gomme de xanthane, les carraguénanes, les alginates, les pectines, semble appropriée pour des pains sans gluten car le manque de gluten dans les pâtes qui en sont exemptes nécessite le développement de matrices complexes avec des propriétés viscoélastiques suffisantes pour retenir à la fois le dioxyde de carbone libéré pendant la fermentation et assurer l'expansion de la structure matricielle le long de la cuisson. L'utilisation des hydrocolloïdes permet d'augmenter la viscosité de la phase liquide en empêchant la coalescence des bulles (Miñarro, 2013).

Tous les types d'hydrocolloïdes ont été considérés comme des substituts de gluten dans des pains sans gluten. Différents hydrocolloïdes naturels ont été étudiés pour leurs capacités à améliorer la qualité des pains sans gluten, dont les plus étudiées sont la gomme xanthane et l'HPMC. Pour cela, plus d'attention est nécessaire pour l'étude d'autres types d'hydrocolloïdes. Tels que la gomme arabique, pour sa capacité à améliorer la rétention d'eau et la texture finale du pain, la gomme de caroube pour améliorer la rhéologie, la texture et augmenter la viscosité des pâtes sans gluten, et l'agar-agar pour ses propriétés gélifiantes et épaississantes (Toufeili *et al.*, 1994; Gallagher *et al.*, 2004 ; Guarda *et al.*, 2004 ; Asghar *et al.*, 2005 ; Alvarenga *et al.*, 2011; Barak et Mudgil, 2014; Pahwa *et al.*, 2016). Le Tableau 03 résume les principales études impliquant les hydrocolloïdes en panification sans gluten dans ces dernières années.

**Tableau 03.** Principaux études impliquant les hydrocolloïdes en panification sans gluten.

<b>Hydrocolloïde</b>	<b>Formule sans gluten</b>	<b>Référence</b>
Carraghénane, alginates, xanthane, CMC, gélatine	Farine de riz, maïs et soja	Sciarini <i>et al.</i> (2010)
Xanthane, guar	Farine de riz	Summu <i>et al.</i> (2010)
Xanthane, guar, caroube, K-carraghénane	Farine de riz	Turabi <i>et al.</i> (2010)
HPMC, xanthane	Amidon de manioc	Crockett <i>et al.</i> (2011)
Agar, HPMC, Xanthane	Farine de châtaigne	Moreira <i>et al.</i> (2011) a
Gomme arabique, CMC, gomme guar, gomme adragante	Farine de châtaigne	Moreira <i>et al.</i> (2011)b
Xanthane, CMC, alginate, carraghénane	Faine de riz, amidon de manioc, farine de soja	Sciarini <i>et al.</i> (2012)
HPMC	Farine de riz et farine de fève- role	Benatallah <i>et al.</i> (2012)
Gomme guar, HPMC, gomme adragante	Farine de châtaigne et farine de chia	Moreira <i>et al.</i> (2013)
Xanthane, gomme guar	Riz, amidon de maïs, amidon de pomme de terre	Mahmoud <i>et al.</i> (2013)
CMC, gomme xanthane	Riz, amidon de maïs	Mohammadi <i>et al.</i> (2014)
Xanthane, guar, caroube, CMC, HPMC, methylcellulose	Riz marron	Demirkesen <i>et al.</i> (2014)
Gomme de grains de cresson, xanthane	Riz, maïs, amidon de maïs	Naji-Tabasi <i>et al.</i> (2015)
HPMC	Riz	Mancebo <i>et al.</i> (2015)
Xanthane	Pois chiche, amidon de maïs	Aguilar <i>et al.</i> (2015)
Xanthane, caroube, guar	Riz	Tunç et Kahyaoglu (2016)
la carboxyméthylcellulose sodique (NaCMC)	Farine de riz	Nicolae <i>et al.</i> (2016)
HPMC	Farine de riz	Morreale <i>et al.</i> (2017)
HPMC, CMC, xanthane, apple pectin	Farine de pomme de terre	Liu <i>et al.</i> (2018)

**CMC** : CarboxyMethylCellulose; **HPMC**: HydroxyPropylMethylCellulose.

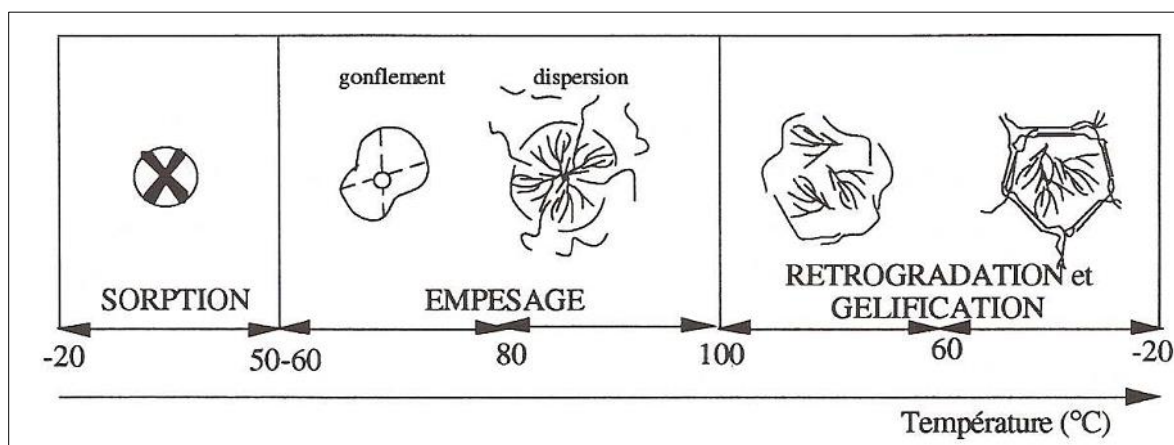


### 4.3. Traitement hydro-thermique et farines pré-gélatinisées

En présence d'eau et sous l'effet de la chaleur, l'amidon des farines subit des modifications physiques à des températures supérieures à la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) mais en dessous de la température de gélatinisation ( $T_{gel}$ ). Ce type de traitement est appelé : traitement hydro-thermique (Jacobs et Delcour, 1998 ; Tester *et al.*, 1998 ; Cham et Suwannaporn, 2010).

Le traitement hydro-thermique est un processus complexe, à des températures supérieures à  $60^\circ\text{C}$  et en présence d'un excès d'eau ( $> 60\%$ ). Les grains d'amidons subissent un gonflement irréversible dû à la rupture des liaisons hydrogène (Zobel *et al.*, 1988), à la solubilisation du contenu granulaire et perte de la structure semi-cristalline du grain d'amidon et des associations des chaînes d'amidon (amylose-amylopectine et amylopectine-amylopectine) (Ozcan et Jackson, 2003). Ces traitements hydro-thermiques pourraient supprimer le gonflement des granules, ralentir la gélatinisation et augmenter la stabilité de la pâte d'amidon. La structure du gel d'amidon est modifiée et la dureté du gel augmente (Cham et Suwannaporn, 2010).

Selon Fitzgerald et Reinke (2006), à partir de  $55-65^\circ\text{C}$ , les granules d'amidon commencent à se déstructurer. Ses constituants macromoléculaires se dispersent et se solubilisent. La viscosité du milieu augmente fortement, il s'agit du phénomène de gélatinisation. Au refroidissement, l'empois devient plus visqueux et opaque. L'amylose s'agrège et forme un gel c'est le phénomène de rétrogradation (Figure 05).



**Figure 05.** Influence du traitement hydrothermique sur l'amidon (adapté par Witczak *et al.*, 2015).

Yoenyongbuddhagal et Noomhorm (2002), ont signalé que le traitement hydro-thermique de la farine de riz pouvait améliorer les qualités de cuisson et de texture des pâtes à base

de riz. Shibataa *et al.* (2011), ont confirmé que les pains contenant du riz gélatinisé présentaient des expansions de la pâte les plus élevées avec une bonne texture en comparaison avec les pains de référence.

- **Procédé *Tang Zhong***

Le *Tang Zhong* ou la farine Pré-gélatinisée est une méthode anciennement utilisée par les boulangers chinois. Celle-ci consiste à précuire (traitement hydro-thermique) une partie de la farine de blé dans l'eau à 65°C (149 °F) avec un rapport de 1:5 poids/v (farine/eau) pendant quelques minutes puis l'ajouter aux reste des ingrédients de la pâte afin d'améliorer la qualité finale du pain (Yvonne, 2007., Delcourt et Lefief, 2013., Herberth, 2013).

#### 4.4. Combinaisons amidons/ hydrocolloïdes

Les mélanges d'amidons / hydrocolloïdes sont fréquemment utilisés dans l'industrie alimentaire, car ils donnent une meilleure qualité et une plus grande stabilité aux produits finaux. Les amidons, sous leur forme native, ne présentent souvent pas de propriétés préalables à une application spécifique (Zhu, 2015). Les amidons natifs sont souvent chimiquement modifiés et / ou mélangés avec d'autres composants tels que des hydrocolloïdes (par exemple, la gomme de guar, l'hydroxypropylméthylcellulose HPMC, la gomme de xanthane) pour améliorer la texture du produit et sa rhéologie (Hussain *et al.*, 2016). Funami *et al.* (2005) ont rapportés que l'addition d'hydrocolloïdes améliore ou modifie le comportement de gélatinisation retardant ainsi la rétrogradation de l'amidon en améliorant sa capacité d'absorption d'eau.

En panification sans gluten, Gambus *et al.* (2007) ont étudié la qualité du pain sans gluten par addition de diverses quantités de gomme guar, pectine et xanthane en présence d'amidon de maïs. Cela a permis de déterminer les interactions entre les gommages et l'amidon. Les résultats indiquent que des quantités plus élevées de gomme de xanthane dans un mélange d'hydrocolloïdes ont diminué la dureté du pain après cuisson et après 72 heures de stockage. Le degré de gélatinisation de l'amidon a été influencé par les proportions et les interactions de la pectine, de la gomme de guar et de la gomme de xanthane dans le mélange d'hydrocolloïdes.

Singh *et al.* (2016), ont révélé l'importance de combiner la gomme arabique et l'amidon de tapioca. Selon l'étude réalisée par ces auteurs, la gomme arabique pourrait améliorer de manière bénéficiaire le comportement rhéologique de l'amidon de tapioca.

Pahwa *et al.* (2016) ont rapporté que l'interaction entre un polymère d'amidon et les molécules d'hydrocolloïdes pourraient être responsables de l'augmentation de la viscosité finale de

l'amidon. Les effets des gommes de guar et de xanthane sur les propriétés thermiques et rhéologiques de l'amidon de maïs ont été étudiés par Achayuthakan et Suphantharika (2008), les résultats du visco-analyseur rapide ont révélé que l'addition de la gomme de guar ou de xanthane à l'amidon de maïs augmentait significativement ( $\leq 0,05$ ) tous les paramètres de viscosité de l'amidon engendrant, un accroissement de sa viscosité finale.

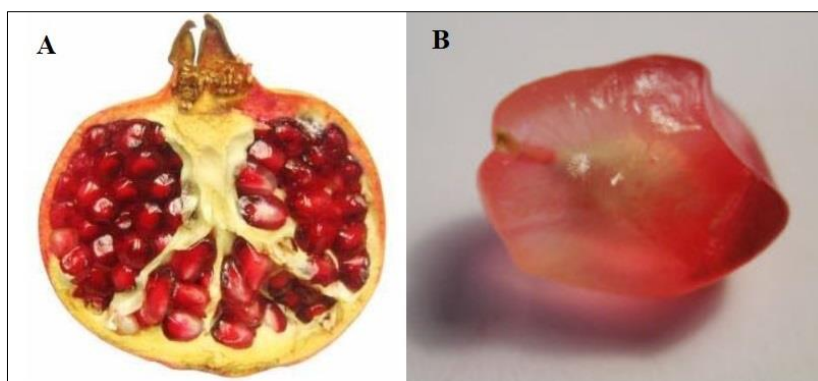
#### 4.5. Plantes et fruits

Différents types de farines ont été utilisés pour la fabrication des pains sans gluten telles que, la farine de riz, de maïs, de manioc, en combinaison avec différents types d'additifs comme les amidons, hydrocolloïdes et autres (Capriles et Areas, 2014). Cependant, ces farines ne sont généralement pas enrichies en matières nutritionnelles, et par conséquent, les produits sans gluten résultants peuvent entraîner des carences nutritionnelles en micronutriments et en composés bioactifs (Capriles *et al.*, 2016). Ainsi, l'amélioration de la qualité nutritionnelle des produits sans gluten reste une tâche importante pour le développement des produits sans gluten (Capriles *et al.*, 2016). Néanmoins, la recherche est en progrès dans ce domaine pour améliorer les qualités technologiques et sensorielles de produits sans gluten, ainsi que la valeur nutritionnelle par utilisation des différentes plantes, fruits et légumes (Capriles *et al.*, 2016 ; Conte *et al.*, 2017 ; Melini *et al.*, 2017 ; Ronda *et al.*, 2017). La partie suivante est basée sur deux types d'ingrédients d'origine végétale (Graines de grenade et feuilles de Moringa) pourraient être utilisés comme des substances technologiques et bioactives en panification sans gluten.

##### 4.5.1. Graines de grenade

Le grenadier (*Punica granatum L.*) est un gros arbuste assez épineux, au feuillage caduc. Il appartient à la famille des *Punicaceae*, division *Magnoliophyta*, classe *Magnoliopsida*. Cultivé depuis l'antiquité pour principalement ces fruits comestibles (grenades), Il est originaire de l'Asie subtropicale et s'est acclimaté à la région méditerranéenne, en Chine, en Inde, en Afrique du Sud et en Amériques (Hmid, 2013).

Ses fruits contiennent de nombreuses graines possèdent un mésocarpe charnu et gélatineux, acidulé et sucré, représentant la partie comestible du fruit, chacune de ces graines enrobé dans une pulpe gélatineuse rouge cramoisie (Figure 06,B), le tout enveloppé dans une peau (écorce) coriace dont la couleur peut aller du jaune au rouge foncé (Figure 06, A). Les fruits sont consommés frais et sont également utilisés pour produire un sirop dont le principal ingrédient est la pulpe au goût acide. Son utilisation est profondément intégrée dans l'histoire humaine (Hmid, 2013).



**Figure 06.** Fruit de grenade. **A** : grenade et ses nombreuses graines ; **B** : Graine au mésocarpe charnu et gélatineux (Wald, 2009).

En plus de ses anciennes utilisations historiques, la grenade est utilisée dans plusieurs systèmes de médecine pour diverses affections. Dans la médecine ayurvédique, la grenade est considérée comme «une pharmacie en soi». Elle est utilisée comme agent antiparasitaire, anti inflammatoire ou pour guérir les aphthes, la diarrhée et les ulcères (Jurenka, 2008). Le fruit de grenade a été utilisé comme produit médical et nutritionnel en raison de sa multifonctionnalité et de son grand bénéfice dans l'alimentation humaine. Il contient en outre, plusieurs groupes de substances utiles à la réduction du risque de certaines maladies (Mehder, 2013).

Un nombre élevé de supplément à base de la grenade comme ingrédients fonctionnels sont disponible sur le marché mondial. La grenade contient une forte concentration en polyphénols totaux (Goula et Adamopoulos, 2012 ; Mehder, 2013), y compris les tanins hydrolysables, qui possèdent une activité antioxydante élevée (Vaijapurkar *et al.*, 2015 ; Suleiman *et al.*, 2016).

Récemment, les grenades, ont fait l'objet de nombreuses études pour améliorer le profil antioxydant et la qualité organoleptique des produits de cuisson. La qualité des cookies aurait été amélioré avec l'écorce de la grenade (Paul et Bhattacharyya, 2015), et le biscuit de Bajara aurait été développé par addition de graines de la grenade (Vaijapurkar *et al.*, 2015). Pour améliorer la qualité nutritionnelle, physique et sensorielle du pain à base de blé (Mehder, 2013 ; Suleiman *et al.*, 2016).

#### **4.5.2. Feuilles de *Moringa oleifera***

Le Moringa est un petit arbre à croissance rapide, résistant à la sécheresse, arbre à feuilles persistantes dites caduques (Figure 07). Cet arbre est originaire de l'Inde mais il est cultivé partout dans le monde. Le Moringa a beaucoup de noms. Dans les pays francophones,

il est appelé mouroungue, ben ailé, moringa ailé, benzolive, pois quénique ou néverdié (never die) qui signifie c'est à dire « qui ne meurt jamais ». Aux Philippines, où les feuilles de Moringa sont cuites et données aux bébés, on l'appelle le « meilleur ami des mères » et malunggay. (Price, 2007 ; Summaya *et al.*, 2016).



**Figure 07.** Arbre de Moringa dans une cours d'Afrique (Price, 2007).

Toutes les parties de *M. oleifera* sont une réserve importante de nutriments. Les feuilles (Figure 08, A) sont très riches nutriments et elles sont les plus utilisées en alimentation (Abdulkadir *et al.*, 2016). Les fleurs (Figure 08, B) peuvent être mangées ou utilisées en infusion. En Haïti, le thé de fleurs est consommé pour combattre le rhume (Price, 2007). Les gousses (Figure 08, C) sont vendues fraîches et en boîtes dans de nombreux marchés asiatiques et consommées comme des haricots verts (Price, 2007). Les graines de Moringa (Figure 08, D) ont attirés l'attention de plusieurs scientifiques car elles contiennent des quantités importantes d'huile (plus de 40%). Cette huile également nommée « huile de Ben » ou « huile de Behen » est utilisée surtout en cosmétique (Aly *et al.*, 2016).



**Figure 08.** Différentes parties de la plante de Moringa : (A) feuilles ; (B) fleurs ; (C) gousses ; (D) graines (Price, 2007 ; Bello, 2010).

Il existe environ 13 espèces de Moringa, lesquelles appartiennent à la famille des *Moringaceae*. Elles proviennent de l'Inde, de la région de la mer Rouge et de certaines régions de l'Afrique. Parmi ces espèces, le *Moringa oleifera* est la plus connue (Price, 2007).

Lorsque la plante est très jeune, elle peut également être consommée comme un légume tendre (Price, 2007). Les feuilles de Moringa, consommées traditionnellement dans certains pays (Niger, Nigéria, Sénégal, Ethiopie), sont maintenant utilisées dans certains programmes de lutte contre la malnutrition, en particulier au Sénégal, en Inde, au Bénin et au Zimbabwe (Saint Sauveur et Broin, 2006).

Les feuilles de Moringa sont une bonne source de vitamines A, C et du groupe B. Elles sont riches en calcium et en fer. Elle sont également d'excellentes sources de protéines, mais de mauvaises sources de glucides et de graisse (Makita *et al.*, 2017). La famille *Moringaceae* est connu pour ses valeurs nutritionnelles exceptionnelles (Makita *et al.*, 2017). Les informations sur les activités pharmacologiques, la composition phytochimique et les valeurs nutritionnelles de *M. ovalifolia* sont mal connues. La plupart des chercheurs se concentrent sur les espèces les plus connues au sein de la famille, *Moringa oleifera* (Makita *et al.*, 2016). Des études analytiques ont identifié une gamme de produits phytochimiques, y compris les glucosinolates, les stérols, les proanthocyanidines, les flavonoïdes et les cinnamates dans divers tissus et organes du Moringa (Ncube *et al.*, 2014; Ramabulana *et al.*, 2015; Makita *et al.*, 2016). Certaines études ont été menées pour l'utilisation des feuilles de *Moringa oleifera* comme supplément nutritif de pain à base de blé (Sengev *et al.*, 2013 ; Olaitan *et al.*, 2014 ; Oyeyinka et Oyeyinka, 2016).

*Etude expérimentale*

# *I/Matériel et méthodes*



## **Démarche et plan de la thèse**

La présente thèse s'est focalisée principalement sur le recensement des améliorants et additifs naturels permettant de donner un pain sans gluten de meilleure qualité à travers son expansion gazeuse, ses propriétés technologiques et son acceptabilité autant sur le plan sensoriel que nutritionnel. Le pain choisi dans ce travail de thèse est le pain traditionnel algérien nommé « *khobz eddar* », étudié dans le but de diversifier les produits sans gluten pour la population algérienne concernée.

La démarche de ce travail de thèse porte sur un double objectif : améliorer les caractéristiques technologiques du pain sans gluten type « *khobz eddar* » (volume, texture, analyse sensorielle), mais aussi améliorer la qualité nutritionnelle de ce pain par adjonction de quelques additifs naturels.

L'étude expérimentale de cette thèse comprend quatre parties (**Figure 09**);

Une première partie basée sur l'établissement du diagramme de fabrication du pain traditionnel « *khobz eddar* », à travers un sondage auprès des femmes ménagères de la Commune de Constantine.

Une seconde partie proposera deux types des plans d'expériences afin d'optimiser la fabrication sans gluten par incorporation d'additifs naturels de la qualité technologique du pain traditionnel algérien sans gluten type « *khobz eddar* » après un choix des ingrédients de base sans gluten. Le premier étant un plan d'optimisation par la méthodologie des surfaces de réponse par l'incorporation des farines pré-gélatinisées préparées par un traitement hydrothermique en panification du pain sans gluten. Le deuxième est un nouveau plan de criblage appelé : plan de criblage définitif pour sélectionner les effets principaux et les effets des interactions des amidons et d'hydrocolloïdes en panification sans gluten du pain ciblé.

La troisième partie est basé sur l'amélioration de la qualité technologique et nutritionnelle du pain traditionnel sans gluten type « *khobz eddar* » par l'adjonction d'additifs d'origine végétale : poudre des feuilles de *Moringa oleifera* et poudre des graines de grenade. Les caractéristiques envisagées sont le volume, la texture, la structure alvéolaire ainsi que l'acceptabilité sur le plan sensoriel des pains sans gluten enrichis. Les teneurs en polyphénols et l'activité antioxydante ont été également évaluées pour ces derniers.

Une dernière partie vise une tentative de combinaison des différents améliorants expérimentés dans le cadre de ce présent travail de thèse pour leurs aptitudes à donner un pain traditionnel de meilleure qualité technologique, sensorielle et nutritionnelle comparé à celui fabriqué sans améliorants. La combinaison est basée sur l'incorporation simultanée des améliorants en panification sans gluten.

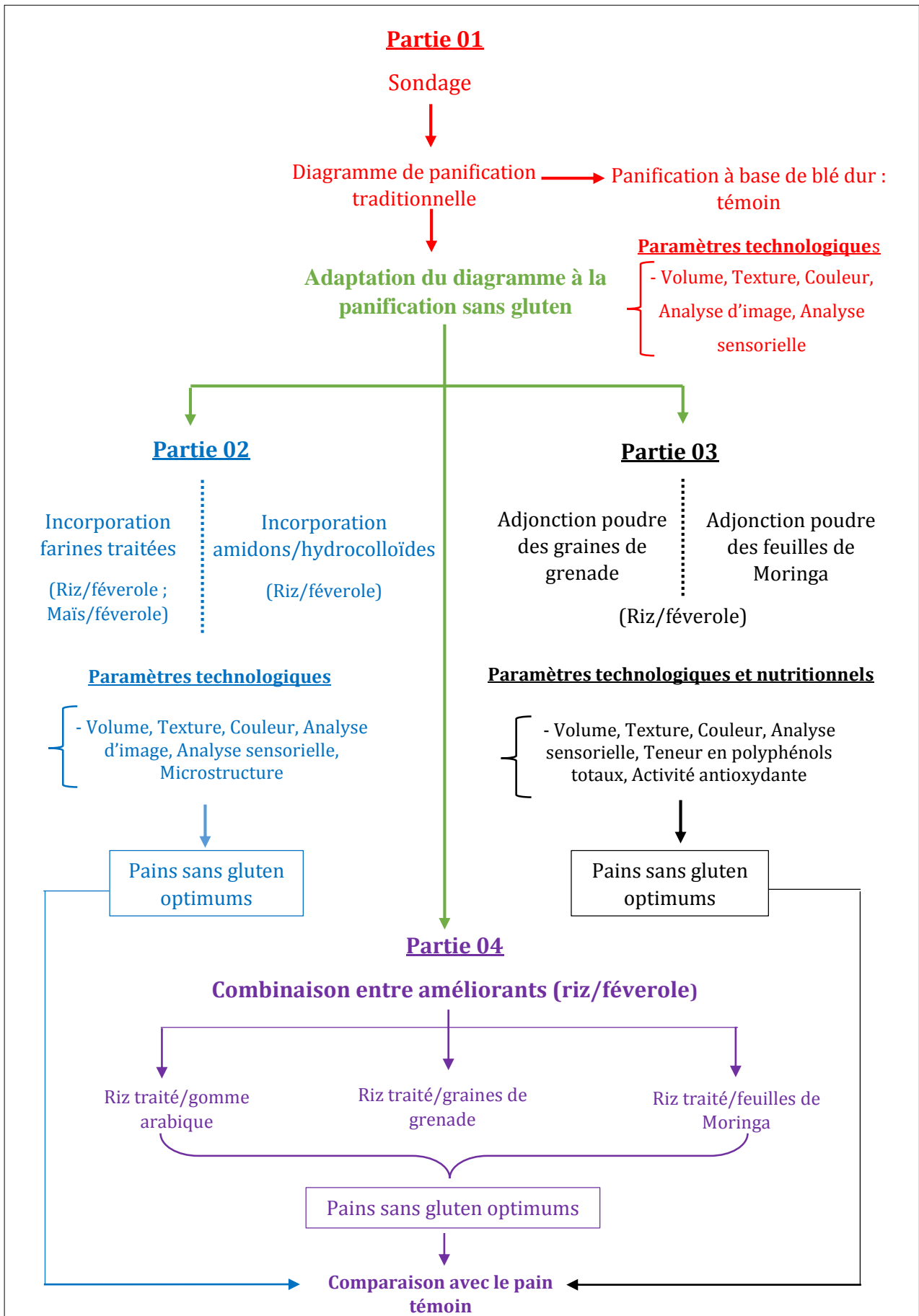


Figure 09. Démarche générale et différentes parties de la thèse.

## **Contexte de la thèse**

Cette thèse a été financée partiellement par le programme national exceptionnel (PNE) et par l'institut de l'I.N.A.T.A.A. Université Frères Mentouri Constantine 1(U.F.M.C.1).

Les résultats présentés dans ce qui suit ont été obtenus grâce à la collaboration scientifique entre :

- Notre équipe de recherche T.E.P.A- L.N.T.A de L'I.N.A.T.A.A- U.F.M.C.1 ;
- Laboratoire de recherche « Céréales et leurs dérivés » Département de sciences alimentaires, Institut de l'Agrochimie et de Technologie alimentaire (IATA-CSIC). Valence. Espagne ;
- Laboratoire de recherche du département de génie alimentaire et des machines, Université des sciences de la vie (Lublin, Pologne).

## **1. Etablissement du diagramme de fabrication du pain traditionnel « *khobz eddar* »**

### **1.1. Sondage auprès des ménages**

Un sondage est une enquête portant sur un sous-ensemble représentatif et dont les résultats sont généralisables à l'ensemble de la population. Le sondage réalisé dans cette étude a concerné les ménages qui ont constitué une source importante de collecte de données. Nous souhaitons vivement que les résultats issus du traitement statistique de l'échantillon puissent être « extrapolés » à la population. Aussi, que les résultats soient « représentatifs ». Un résultat sur l'échantillon doit estimer une quantité dans la population. C'est sur cette idée qu'est construite la théorie des sondages (Gerville-Réache et Couallier, 2011).

Le sondage est justifié par l'impossibilité dans la pratique d'interroger individuellement tous les éléments d'une population à laquelle on s'intéresse. Il est exploité ensuite par la description statistique du tout par la partie (Shomba Kinyamba, 2006). Le sondage pourrait être effectué avec un effectif de personnel réduit et permet d'atteindre les objectifs tracés en minimisant les frais.

Le nombre limité des études intéressant les pains traditionnels algériens, rend nécessaire et motivant de réaliser une enquête par sondage auprès des femmes ménagères. L'objectif ici est l'établissement d'un diagramme type de fabrication du pain « *khobz eddar* » dans la région de Constantine et de recenser les différents ingrédients qui entrent habituellement dans sa fabrication. Ce diagramme est utilisé par la suite pour la fabrication de pain type « *khobz eddar* » sans gluten destiné spécialement pour malades cœliaques algériens.

## **1.2. Préparation et réalisation de la collecte d'information**

### **1.2.1. Cadre de l'étude**

L'étude a été réalisée dans la commune de Constantine. Cette commune est composée de dix secteurs selon le Journal Officiel de la République Algérienne N°69 (JORA, 1991) : El Kantara, Ziadia, Sidi Mabrouk, El Gamas, les Muriers, Belle Vue, 5 Juillet, Salah Boudraa, Abdelmalak Kitouni et Sidi Rached.

La population d'étude a été réduite à la commune de Constantine pour les raisons suivantes :

- Impossibilité d'enquêter toute la population à cause de leur nombre élevé ;
- Nombre d'habitants de la commune de Constantine est très important par rapport aux autres communes de la wilaya (Annexe 01);
- Facteur temps ;
- Origines des habitants éventuellement diverses.

### **1.2.2. Unité de sondage**

Le pain « *khobz eddar* » est un pain traditionnel algérien habituellement produit à la maison par les femmes. Une enquête par sondage, a porté sur 50 femmes ménagères de la commune de Constantine représentatives de la population de la commune, âgée de plus de 25 ans.

Pour éviter l'arbitraire dans le choix des femmes à interroger, la méthode des quotas a été établie pour:

- Recueillir des informations qui seraient détaillées au maximum;
- Respecter au mieux la règle de la représentativité.

La méthode des quotas est la plus fréquemment utilisée pour tenter de construire un échantillon « représentatif ». Comme indiqué par Gerville-Réache et Couallier (2011) : « C'est en respectant cette méthode des quotas qu'on arrive à avoir un échantillon représentatif ». La méthode de quota consiste à subdiviser la population à étudier en sous-ensembles qu'on peut distinguer à partir des effectifs respectifs connus. Ceux-ci multipliés par le taux de sondage donnant des quotas que nous avons respectés dans la détermination de l'échantillon.

Les quotas ont été définis à partir des données de l'ONS (2008) (Annexe 01). Ils ont été tirés des dix secteurs de la commune de Constantine.

### **1.2.3. Déroulement du sondage**

La réalisation du sondage au niveau de la commune de Constantine a été effectuée du 15 Mai au 10 Juin 2014 au sein de l'équipe T.E.P.A (Djehim, 2015). La durée de sondage par ménagère est de 8 à 15 minutes selon les individus.

### **1.2.4. Questionnaire**

Le fiche du questionnaire de sondage (Annexe 02) a été élaborée par l'équipe T.E.P.A., rassemble et comporte des informations privées (âge et secteur). Le questionnaire porte ainsi les différentes appellations de « *khobz eddar* », les ingrédients, leurs proportions dans la recette habituelle à base de semoule. Enfin, la fiche du questionnaire se termine par la description des étapes de fabrication du « *khobz eddar* » permettant de déduire le diagramme de fabrication représentatif de la commune enquêtée.

## **1.3. Traitement des données du sondage**

Les données ont été saisies et analysées à l'aide du logiciel Epi Info 7 (CDC, USA). Une analyse descriptive des variables recueillies est faite. Les données quantitatives des moyennes avec écart-types ont été calculées.

- **Fabrication du pain « *khobz eddar* »**

Le pain « *khobz eddar* » a été fabriqué dans les conditions de laboratoire selon le diagramme établi à partir des résultats du sondage et il fait l'objet d'une caractérisation scientifique.

## **2. Matières premières de l'étude**

### **2.1. Ingrédients et additifs**

Les ingrédients utilisés dans ce travail de thèse pour la fabrication des pains « *khobz eddar* » témoin et sans gluten sont les suivants : semoule de blé dur, semoules de riz, de maïs et de féverole, farine de riz, farine de maïs, eau, huile de tournesol et soja, levure, sel et œufs. La semoule du blé dur a été utilisée pour la préparation des pains témoins, les semoules de riz, de maïs et de féverole ont été utilisées pour la préparation des pains sans gluten. Les farines de riz et de maïs ont été utilisées pour le traitement hydro-thermique.

#### **2.1.1. Semoule de blé dur**

La semoule de blé dur (*Triticum durum*) Extra de qualité « supérieure » conditionnée dans un sachet de 10 kg provient des semouleries du groupe Amor Ben Amor, Wilaya de Guelma, avec une date de péremption allant jusqu'à 6 mois.

### **2.1.2. Ingrédients exemptes de gluten**

Les semoules exemptes de gluten sont obtenues à partir des grains de riz, de maïs et de féverole qui ont subi au préalable une opération de broyage. Après mouture, le broyat obtenu est tamisé à travers deux tamis (tamis de 500  $\mu\text{m}$  et tamis de 200  $\mu\text{m}$ ). La fraction utilisée est celle retenue par le tamis de 200  $\mu\text{m}$  et passée à travers le tamis de 500 $\mu\text{m}$  (granulométrie supérieure à 200  $\mu\text{m}$  et inférieure à 500  $\mu\text{m}$ ), les semoules obtenues sont conditionnées et conservées à température ambiante dans un endroit sec. Le passant de tamis 200  $\mu\text{m}$  est considéré comme farine et est utilisé pour le traitement hydro-thermique.

#### **2.1.2.1. Semoule et farine de riz**

Ces produits de mouture proviennent de riz (*Oryza sativa*) de la variété *Basmati* d'origine indienne achetés à partir du commerce local. C'est un riz à grain long, de couleur blanche conditionné dans des sachets de 1 kg. Une autre variété de riz a été utilisée dans ce travail provenant de la société de production MAKRO K & K Sp. Z.o.o, Cmolos, Pologne.

#### **2.1.2.2. Semoule et farine du maïs**

Les deux produits proviennent de maïs (*Zea mays*), fourni par le moulin DACSA (Valence, Espagne).

#### **2.1.2.3. Semoule de féverole**

Cette semoule provient de grains de féverole (*Vicia faba minor*) d'origine égyptienne. Les grains sont achetés du commerce algérien, décortiqués, dégermés et partiellement broyés.

### **2.1.3. Autres ingrédients**

- **Levure boulangère**

La levure boulangère lyophilisée (*Saccharomyces cerevisiae*), conditionnée en paquet de 500 g, produite en France par Saf –instant, lesaffe, est utilisée comme agent levant de la pâte.

- **Sel**

Le sel utilisé dans ce travail, est un sel fin ordinaire de table, iodé, produit par l'Entreprise Nationale Algérienne du sel (E.N.A.sel).

- **Eau d'hydratation**

L'eau utilisée pour la formulation des pâtes est une eau distillée à pH de  $5,7 \pm 0,1$ .

- **Huile**

C'est une huile végétale de soja et de tournesol, conditionnée dans une bouteille en plastique de 2 L.

- **Œufs**

Les œufs frais ont été achetés du commerce. La poudre des œufs a été obtenue par la compagnie EPSA (Valence, Espagne).

#### **2.1.4. Additifs naturels utilisés**

- **Amidon de tapioca**

Provient de la Thaïlande (Exotic Food, Sriracha, Thaïlande). Extrait de la racine de manioc-*Manihot esculenta* Thaïlandais avec une date de péremption allant jusqu'au 05.10.2018.

- **Amidon de maïs**

Provient de Cracovie (Bezgluten, Pologne). Extrait à partir de la fécule de maïs (*Zea mays*) avec une date limite allant jusqu'au 05.2018.

- **Agar-agar**

Provient d'Espagne et achetés de la société NatVita (Nature Vitalité, Długołęka, Pologne) avec une date limite de péremption de 05.11.2020. Ce polysaccharide est extrait d'algues rouges composé généralement d'unités d'agarobiose avec le sucre galactose. L'agar se dissout bien dans l'eau à une température d'environ 90 à 100 °C et se solidifie pour former un gel à 40-50°C. Ce gel se dissout après réchauffage à 90-100 °C.

- **Gomme arabique**

La gomme arabique (*Gummi arabicum*) provient de Nigeria. Achetée de la société NatVita (Długołęka, Pologne) avec une date limite de 30.09.2017. C'est un polysaccharide extrait naturellement sous forme de sécrétions caoutchouteuses provenant des branches de l'arbre d'*Acacia Senegal* et d'autres espèces du genre *Acacia* originaires d'Afrique.

- **Gomme de caroube**

Provient de Chine et achetée de la société (Samic Enterprise, Chine, Guangdong) avec une date limite de 12.2017. La gomme de caroube est une poudre blanche à crémeuse obtenue après broyage de l'endosperme des graines de la gousse des fruits du caroubier (*Ceratonia siliqua L.*). Ce polysaccharide est un galactomannanes avec des résidus D-mannopyranoses et D-galactopyranoses.

- **Poudre des feuilles de Moringa**

Provient d'Inde et achetée à partir de Targroch (Filipowice, Pologne) ; avec une date de péremption de 12.2018. La poudre des feuilles de Moringa (*Moringa oleifera*) est obtenue par séchage à l'air libre, à l'abri du soleil et après broyage des feuilles de Moringa.

- **Poudre des graines de grenade**

La poudre des graines de grenade est obtenue par séchage industriel et broyage des graines et leurs chairs de fruit de grenadier (*Punica granatum*) contenant 400 à 700 graines recouvertes par une enveloppe charnue rouge (l'arille), provient de Turquie. Achetée de la société NatVita (Nature Vitalité ; Długołęka, Pologne) avec une date limite de 03.05.2018.

## **2.2. Caractérisation physicochimique des semoules et farines**

### **2.2.1. Distribution granulométrique**

Le tamisage (norme AFNOR NF X 11-507) a été réalisé sur une prise d'essai de 100 g de chaque produit de mouture à travers une batterie de tamis d'ouvertures de mailles: 500, 450, 380 et 200  $\mu\text{m}$  pour les semoules et 200 et 125  $\mu\text{m}$  pour les farines. Le tamisage se fait en appliquant un mouvement vibratoire jusqu'à arrêt de la descente des particules, les refus des tamis sont pesés à 0,001g près et sont rapportés à la quantité d'échantillon totale pour déterminer la distribution granulométrique.

La distribution granulométrique (**DG**) des particules des semoules et farines est exprimée en % du produit brut:

$$\mathbf{DG = 100 \times P_1 / P_0}$$

Avec:

**P<sub>0</sub>**: masse de la prise d'essai (g) ;

**P<sub>1</sub>**: masse de refus (g).

### **2.2.2. Détermination de la teneur en eau**

La détermination de la teneur en eau (**TE**) est effectuée selon la norme AFNOR NF VO3-707 de juin 1989 (AFNOR, 1991). La méthode est basée sur la mesure de la perte de masse des échantillons après étuvage à  $130 \pm 3^\circ\text{C}$  jusqu'à élimination complète de l'eau libre et des matières volatiles.

Une prise d'essai de  $5 \pm 0,001\text{g}$  d'échantillon est pesée puis séchée à l'étuve à  $130^\circ\text{C}$  pendant 2 h. Les échantillons sont retirés de l'étuve et placés dans le dessiccateur. Dès que les échantillons sont refroidis, ils sont ensuite pesés. L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant de l'échantillon. Les résultats obtenus représentent la moyenne de trois essais et la teneur en eau exprimée en gramme pour 100 g de produit humide est calculée selon la formule suivante :



$$TE = [P_0 - P_1 / P_0] \times 100$$

Avec :

**P<sub>0</sub>**: masse en g de la prise d'essai avant séchage (g) ;

**P<sub>1</sub>** : masse en g du résidu sec après séchage (g).

Les grandeurs des caractéristiques biochimiques des semoules et farines (**Gd**) sont exprimées sur une base humide. L'expression de la quantité sur base sèche se fait comme suit :

$$Gd \times 100/100 - TE$$

### **2.2.3. Détermination de la teneur en cendres**

La teneur en cendres est déterminée selon la norme AFNOR NFV03-720 de décembre 1981 avec une incinération à 900°C pour les semoules de blé dur, de riz et de maïs, et la norme AFNOR NFV03-760 de décembre 1981 pour la semoule de féverole à 550°C (AFNOR, 1991).

La méthode consiste à réaliser une incinération d'une prise d'essai de  $3 \pm 0,001$  g de la semoule pendant 3 heures dans un four à moufle jusqu'à la combustion totale de la matière organique et l'obtention d'un résidu minéral ayant un poids constant. Le taux de cendres totales (**C**) exprimé en g pour 100 g de produit humide est calculé selon la formule suivante :

$$C = 100 \times P_1 / P_0$$

Avec :

**P<sub>0</sub>**: masse de la prise d'essai avant incinération (g) ;

**P<sub>1</sub>** : masse de résidu après incinération (g) ;

### **2.2.4. Dosage des protéines totales**

Le dosage des protéines est réalisé par la détermination de l'azote total selon AFNOR. N.F. V03-050 de septembre 1970 par la méthode de Kjeldahl (AFNOR, 1991). La teneur en protéines est déterminée à partir du taux de l'azote total multiplié par le coefficient de conversion de l'azote total en protéines (AFNOR, 1991).

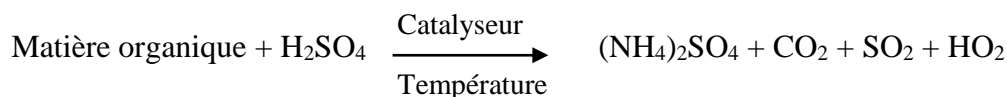
- **Mode opératoire**

Le principe de la méthode (3 étapes) consiste en une minéralisation à chaud de la matière organique par l'acide sulfurique concentré en présence d'un catalyseur, une alcalinisation des produits de la réaction (sulfate d'ammonium) par la lessive de soude

concentrée, une fixation de l'ammoniac entraîné par la vapeur par l'acide borique et une titration par l'acide sulfurique.

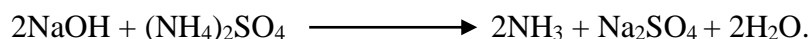
### **Etape 1. Minéralisation**

A chaud et en présence d'un catalyseur, la matière organique est oxydée et détruite par l'acide sulfurique (96%, d = 1,84). L'azote organique se minéralise :



### **Etape 2. Distillation**

Le sulfate d'ammonium obtenu lors de la minéralisation est alors déplacé de son sel par de la lessive de la soude :



L'ammoniac libéré est déplacé par les vapeurs d'eau de la distillation. Le distillat est récupéré dans un volume connu d'acide borique (4 %). Il se forme alors du borate d'ammonium.

### **Etape 3. Titration**

L'ammoniac récupéré sous forme de borate d'ammonium est titré par de l'acide sulfurique 0,01 N en présence d'un indicateur coloré.

La teneur en azote totale (**A**) exprimée en pour 100 g de produit humide est calculée selon la formule suivante:

$$\mathbf{A} = \frac{\mathbf{14} \times \mathbf{N} \times \mathbf{D} \times \mathbf{V} \times \mathbf{100}}{\mathbf{P}_0 \times \mathbf{1000}}$$

**Avec :**

**14 :** masse atomique en g d'azote ;

**N :** Normalité de l'acide titrant (acide sulfurique) ;

**D :** Coefficient de dilution de l'échantillon ;

**V :** Volume en mL de l'acide sulfurique utilisé pour la titration.

**P<sub>0</sub> :** masse en g de la prise d'essai.

Teneur en protéine totale (**P**) :

$$\mathbf{P} = \mathbf{K} \times \mathbf{A}$$

**K :** Coefficient de conversion.

### **2.2.5. Dosage des matières grasses totales**

La teneur en matières grasses totales des semoules est déterminée selon la FAO (1995) à l'aide de l'appareil Soxhlet.

Le principe de cette méthode consiste à réaliser une extraction de la matière grasse par un solvant organique qui est l'hexane dans l'unité d'extraction en deux phases. Premièrement, l'échantillon est immergé dans le solvant en ébullition et la plupart des matières solubles sont extraites. En deuxième étape, cet échantillon est placé au-dessus du solvant et est rincé par ses vapeurs. Après l'extraction, on procède à l'évaporation du solvant puis, sa récupération en balayant le système avec de l'air provenant de module thermostat.

Après le réglage du débit de l'eau (10 à 15 L/min) et de la température correspondante à l'hexane (130°C), un échantillon de  $3 \pm 0,001\text{g}$  est pesé dans des cartouches (creusets) tarées. Ces dernières sont ensuite positionnées dans l'unité de l'extraction en les émergeant dans des nacelles contenant 50 mL de solvant (hexane) pour la récupération de la matière lipidique extraite. L'extraction se fait pendant 2 heures. En fin de l'extraction, les nacelles contenant les lipides récupérés sont alors repesées.

La teneur en matières grasses totales (**MG**) exprimée en g pour 100 g de produit humide est égale:

$$\mathbf{MG = 100 \times P_1 / P_0}$$

Avec :

**P<sub>0</sub>** : masse de la prise d'essai (g) ;

**P<sub>1</sub>** : masse du résidu lipidique obtenue après extraction (g).

### **3. Formulation sans gluten étudiée**

Pour la préparation des pains sans gluten, une des formules est proposée par l'équipe de recherche Transformation et Elaboration de Produits Agro-alimentaires (T.E.P.A.) du Laboratoire de Nutrition et Technologie Alimentaire (L.N.T.A.) de l'I.N.A.T.A-A. Il s'agit de la formule à base de céréales par supplémentation de légumineuses dont le mélange, qui s'opère respectivement selon un rapport massique de 2/1 p/p céréale/légumineuse. D'un point de vue nutritionnel, la formule proposée est basée sur les avantages connus de la supplémentation céréales-légumes secs, visant à offrir un meilleur équilibre nutritionnel en acides aminés (Micard *et al.*, 2010; Benatallah *et al.*, 2012). Dans ce travail de thèse, deux formules ont été utilisées pour la partie du traitement hydro-thermique : la formule à base de riz/féverole (FRF) et la formule à base de maïs/féverole (FMF), pour le reste du travail, une des deux formules

seulement a été retenu (formule riz/féverole), ce choix est basé sur les résultats de l'évaluation sensorielle obtenus lors du premier travail (traitement hydro-thermique) où la formule riz/féverole a donné les meilleurs résultats. Ainsi, le riz est la céréale la plus utilisée dans les formulations sans gluten en raison de la digestibilité de ses protéines.

#### **4. Traitement hydro-thermique**

##### **4.1. Préparation de riz et de maïs traité**

La préparation de la farine de riz et de la farine de maïs a été réalisée selon la méthode de *Tang Zhong* (Yvonne, 2007). Le traitement hydro-thermique a été réalisé par l'ajout d'eau distillée à la farine de riz ou de maïs avec un rapport de 5/1 (v/poids) dans une casserole en aluminium. Le mélange a été ensuite chauffé à l'aide d'une plaque chauffante électrique, a été agité régulièrement avec une spatule, jusqu'à ce que la température atteigne 65 °C. La température du mélange a été vérifiée à l'aide d'un thermomètre ordinaire gradué. Le mélange s'épaissit et devient gélatineux. Cette opération a duré environ 8 à 9 min pour le riz et 6-7 min pour le maïs. Le riz et le maïs traités sont laissés à la température ambiante pendant 1 h puis ont été portés à la réfrigération pendant 24 h à 4 °C. Le riz traité a été ajouté à la pâte à base de la formule riz/féverole et le maïs traité a été ajouté à la pâte à base de la formule maïs/féverole.

##### **4.2. Propriétés de viscosité des farines traitées**

Les propriétés de viscosité des farines traitées hydro-thermiquement (farine de riz et de maïs) ont été déterminées selon la méthode standard ICC n°162 (ICC, 1996) à l'aide d'un instrument de type Rapid Visco Analyser (RVA 4500, Perten Instruments SA, Stockholm, Suède). Les mesures ont été réalisées 1 heure après le refroidissement des farines traitées à la température ambiante et après 24 heures de stockage à 4 °C. Des prises d'essai (30 g) ont été pesées dans des canisters en aluminium. Les conditions retenues sont : chauffage de 35 °C à 95 °C avec un pas de 6 min, l'opération dure 13 min.

La température de gélatinisation (°C) (pasting temperature), la viscosité maximale (cP) (peak viscosity), le creux (breakdown viscosity: différence entre la viscosité finale et la viscosité maximale après chauffage), la rétrogradation (setback viscosity) et la viscosité finale ont été enregistrées par le logiciel Thermocline (Perten Instruments SA, Stockholm, Suède). Trois répétitions ont été réalisées pour chaque échantillon.

### 4.3. Plan d'expérience d'optimisation

Selon Goupy et Creighton (2006), les plans d'expérience d'optimisation par la méthodologie des surfaces de réponse (MSR) permettent, grâce à des modèles mathématiques empiriques, de déterminer une relation d'approximation entre les réponses de sortie et les variables d'entrée pour optimiser les paramètres du procédé, afin d'atteindre des réponses souhaitables.

Deux plans d'expériences de type central composite (Central Composite Design CCD) à deux facteurs ont été utilisés pour déterminer l'effet de l'hydratation ( $X_1$  pour FRF,  $X'_1$  pour FMF) et la quantité de farines traitées par un traitement hydro-thermique ( $X_2$ : riz traité pour FRF,  $X'_2$ : maïs traité pour FMF), sur les propriétés technologiques des pains sans gluten à base de la formule riz/féverole (FRF) et la formule maïs/féverole (FMF).

Les réponses choisies sont :  $Y_1, Y'_1$  : volume spécifique ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) ;  $Y_2, Y'_2$  : dureté du pain (g) ;  $Y_3, Y'_3$  : cohésion du pain ;  $Y_4, Y'_4$  : masticabilité du pain (g) ;  $Y_5, Y'_5$  : élasticité du pain ;  $Y_6, Y'_6$  : rapport de forme H/L ;  $Y_7, Y'_7$  : humidité finale du pain (%).

Le modèle étudié étant un modèle à deux facteurs. Ce plan nécessite la réalisation de huit expériences représentant des combinaisons de trois niveaux attribués à chacun des deux facteurs tout en prenant la réponse correspondante. Cinq points centraux (00) ont été ajoutés pour appuyer ce plan d'expériences ; ce qui donne un total de 13 essais.

#### 4.3.1. Modélisation de la réponse

La modélisation de la réponse est réalisée à l'aide des techniques de régression qui permettent de relier les réponses «  $Y, Y'$  » aux facteurs «  $X_1, X'_1$  » et «  $X_2, X'_2$  »

S'écrit :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{11}X_1 X_1 + b_{22}X_2X_2 + b_{12}X_1 X_2$$

$$Y' = b'_0 + b'_1X'_1 + b'_2X'_2 + b'_{11}X'_1 X'_1 + b'_{22}X'_2X'_2 + b'_{12}X'_1 X'_2$$

Avec :

$Y, Y'$  : réponses étudiées ;

$X_1, X_2, X'_1, X'_2$  : formes codées des variables explicatives ;

$b_0$  et  $b'_0$ : constantes qui expriment l'effet moyen général ;

$b_1, b_2, b'_1, b'_2$ : coefficients linéaires (l'effet principal de chaque variable) ;

$b_{11}, b_{22}, b'_{11}, b'_{22}$  : coefficients quadratiques ;

$b_{12}, b_{12}, b'_{12}, b'_{12}$  : coefficient d'interaction (l'interaction entre les deux variables).

### 4.3.2. Niveaux des variables

Pour chaque variable codée ( $X_i$ ) cinq niveaux,  $-\alpha$ ,  $-1$ ,  $0$  et  $+1$ ,  $+\alpha$  sont attribués.  $-\alpha$  et  $+\alpha$  représentent les valeurs extrêmes (max, min). Pour que le plan soit orthogonal, la valeur codée de  $\alpha$  a été fixée à **1,414**.

Le plan CCD est présenté soit par des grandeurs codées ou réelles. Avec les grandeurs codées, le Tableau prend le nom de *matrice d'expériences* (Tableau 04).

**Tableau 04.** Matrice d'expérience du plan composite orthogonal centré à deux facteurs.

Essais	Matrice	
	$X_1$ ou $\hat{X}_1$ (Hydratation)	$X_2$ ou $\hat{X}_2$ (riz ou maïs traité)
1	-1	-1
2	+1	-1
3	-1	+1
4	+1	+1
5	-1,414	0
6	+1,414	0
7	0	-1,414
8	0	+1,414
9	0	0
10	0	0
11	0	0
12	0	0
13	0	0

La relation entre les valeurs codées ( $X_i$ ) des variables entrées et ses valeurs réelles ( $A_i$ ) est décrite par l'équation suivante :

$$X_i = \frac{A_i - A_0}{\Delta A}$$

Avec :

$X_i$  : valeur codée du facteur ;

$A_i$  : valeur réelle de ce facteur ;

$A_0$  : valeur réelle du même facteur au niveau central ;

$\Delta A$  : pas entre le niveau central et les niveaux  $\pm 1$ .

### 4.3.3. Détermination des variables réelles

- **Hydratation**

Le choix des teneurs en eau d'hydratation des pâtes des deux formules étudiées a été déterminé sur la base d'essais préliminaires, les niveaux d'hydratation sont présentés dans le Tableau 05.

- **Riz et maïs traité**

La borne inférieure pour le riz et le maïs traité a été fixée à 0%, la limite supérieure ajoutée a été fixée en fonction du niveau d'eau de la formule finale et son humidité, elle est donc choisie de manière à ce que la quantité de cet améliorant (à base sèche) fois cinq ( $\times 5$ ) est inférieure ou égale à la quantité d'eau ajoutée à la pâte (Tableau 05).

**Tableau 05.** Variables et leurs niveaux pour les deux plans centraux composites.

Variable	Niveau des variables codées				
	-1,414	-1	0	+1	+1,414
X <sub>1</sub> :Hydratation (g pour 100 g de FRF)	55	63,05	82,5	101,11	110
X <sub>2</sub> :Riz traité (g. bs)	0	2,16	7,37	12,58	14,75
X̂ <sub>1</sub> : Hydratation (g pour 100 g de FMF)	51	58,90	78	97,09	105
X̂ <sub>2</sub> : Maïs traité (g. bs)	0	2,02	6,9	11,77	13,80

**b.s** : base sèche ; FRF : Formule Riz/Féverole ; FMF : Formule Maïs/Féverole.

### 4.4. Diagramme de panification adopté

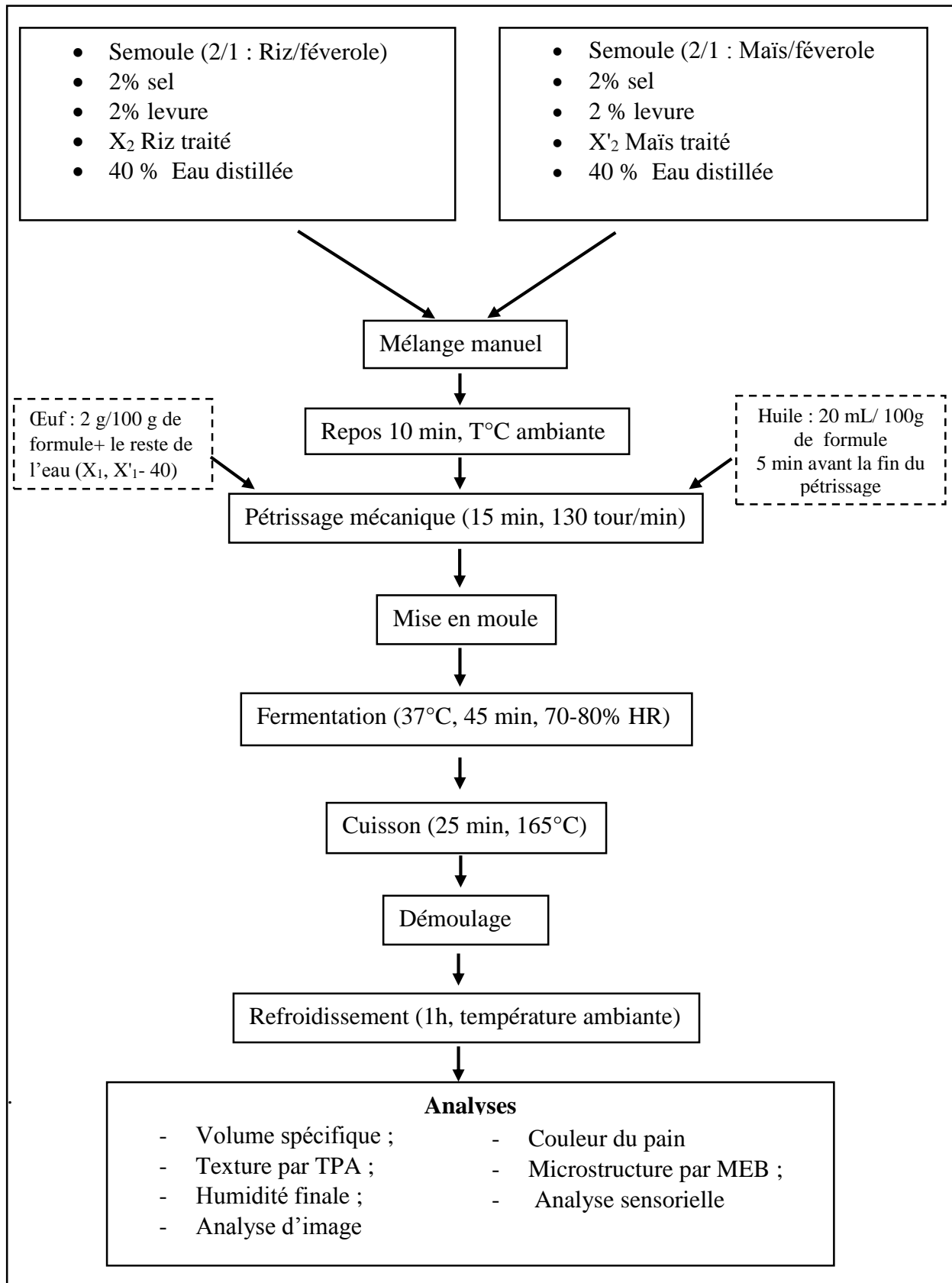
Le diagramme de panification adopté pour la préparation des pains sans gluten type « *khobz eddar* » est basé sur le diagramme établi à partir des résultats du sondage (Djeghim, 2015) avec quelques modifications. Le pain sans gluten de référence est celui fabriqué avec 0 g de riz ou de maïs traité, il est désigné dans cette étude par le terme 'control sans gluten'.

Le diagramme de panification consiste à un mélange manuel des ingrédients : semoule, sel, levure et X<sub>2</sub>, X'<sub>2</sub> de riz ou de maïs traité respectivement en remplaçant la semoule de riz ou de maïs sèche par la quantité de farine de riz ou de maïs traitées sur base sèche avec l'ajout d'une quantité d'eau nécessaire à la formation d'une pâte (40 g d'eau/100g de formule riz/féverole ou maïs/féverole), le mélange reste au repos pendant 10 min à la température ambiante. Après repos, le pétrissage mécanique a été réalisé pendant 15 min. Au cours du pétrissage, la poudre d'œuf entier et le reste de l'eau d'hydratation ont été ajoutés au mélange. L'huile a été ajoutée 5 min avant l'arrêt du pétrin. Les quantités d'eau et des farines traitées

sont ajoutées suivant les matrices des plans d'expériences. Le diagramme de panification est présenté dans la Figure 10.

La pâte obtenue a été divisée en quatre pâtons de 100 g chacun puis mis en moules ( $5 \times 6 \times 9$  cm<sup>3</sup>). Les moules sont ensuite placés dans l'étuve de fermentation à 37 °C pendant 45 min en présence de buée (Salva Industrial S.A., Lezo, Guipuzcoa, Spain). La cuisson est réalisée dans un four électrique (Salva Industrial S.A., Lezo, Guipuzcoa, Spain) à 165 °C en présence de buée, pendant 25 min. Les pains cuits sont laissés pour refroidissement à température ambiante, en vue de les caractériser par mesures des réponses étudiées. Les pains optimums après analyse des deux plans CCD sont caractérisés par ses volumes spécifiques, texture, humidité finale, couleur, analyse d'image, microstructure et analyse sensorielle en comparaison avec le pain control sans gluten. Les compositions des pâtes de pains pour 100 g de chaque formule, FRF et FMF sont présentées dans les Tableaux 06 et 07 respectivement.





**Figure 10.** Diagramme de panification adopté pour les deux formules de pains sans gluten type « *khobz eddar* ».

**Tableau 06.** Composition de la pâte sans gluten à base de la formule riz/féverole (100g).

Essai	Eau totale X <sub>1</sub> (mL)	FR X <sub>2</sub> (g)	SR (g)	SF (g)	Eau (ajoutée à X <sub>2</sub> ) * (g)	Eau(ajoutée aux ingrédients)** (g)
1	110	7,375	59,295	33,333	36,875	73,125
2	55	7,375	59,295	33,333	36,875	18,125
3	82,5	14,75	51,92	33,333	73,75	8,75
4	63,055	12,589	54,081	33,333	62,945	0,11
5	101,945	2,160	64,51	33,333	10,8	91,145
6	101,945	12,589	54,081	33,333	62,945	39
7	63,055	2,160	64,51	33,333	10,8	52,255
8	82,5	0	66,67	33,333	0	82,5
9	82,5	7,375	59,295	33,333	36,875	45,625
10	82,5	7,375	59,295	33,333	36,875	45,625
11	82,5	7,375	59,295	33,333	36,875	45,625
12	82,5	7,375	59,295	33,333	36,875	45,625
13	82,5	7,375	59,295	33,333	36,875	45,625

**FR:** Farine de riz ; **SR :** semoule de riz (66,67-FR) ; **SF :** semoule de féverole ;

\* : Eau ajoutée à X<sub>1</sub>= FRx5 ; \*\* : Eau ajoutée aux ingrédients= quantité d'eau totale - quantité d'eau ajoutée à l'améliorant.

**Tableau 07.** Composition de la pâte sans gluten à base de la formule maïs/féverole (100g).

Essai	Eau totale X <sub>1</sub> (mL)	FM X <sub>2</sub> (g)	SM (g)	SF (g)	Eau (ajoutée à X <sub>2</sub> ) * (g)	Eau (ajoutée aux ingrédients) ** (g)
1	105	6,9	59,77	33,333	34,5	70,5
2	51	6,9	59,77	33,333	34,5	16,5
3	78	13,8	52,87	33,333	69	9
4	58,908	11,779	54,891	33,333	58,895	0,013
5	97,092	2,021	64,649	33,333	10,105	86,987
6	97,092	11,779	54,891	33,333	58,895	38,197
7	58,908	2,021	64,649	33,333	10,105	48,803
8	78	0	66,67	33,333	0	78
9	78	6,9	59,77	33,333	34,5	43,5
10	78	6,9	59,77	33,333	34,5	43,5
11	78	6,9	59,77	33,333	34,5	43,5
12	78	6,9	59,77	33,333	34,5	43,5
13	78	6,9	59,77	33,333	34,5	43,5

**FM:** Farine de maïs ; **SM :** semoule de maïs (66,67-FM) ; **SF :** semoule de féverole ;

\* : Eau ajoutée à X<sub>2</sub>= FMx5 ; \*\* : Eau ajoutée aux ingrédients= quantité d'eau totale -quantité d'eau ajouter à l'améliorant.

## **5. Etude de l'effet des amidons, hydrocolloïdes et leurs combinaisons**

### **5.1. Propriétés thermiques des amidons et des hydrocolloïdes**

La Calorimétrie Différentielle à Balayage (Differential Scanning Calorimetry DSC) est une technique conçue pour déterminer le comportement et phénomènes thermiques tels que les changements d'état physique ou les réactions chimiques en mesurant le flux de chaleur différentiel nécessaire pour maintenir l'échantillon analysé et une référence inerte à la même température.

Les propriétés thermiques de l'amidon de tapioca et de maïs, de la gomme arabique, de la gomme de caroube et d'agar-agar sont déterminées à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (DSC Mettler-Toledo AG, Greifensee, Suisse). Les mesures ont été contrôlées avec le logiciel Star<sup>e</sup>. La température a été contrôlée par le système de thermorégulation de haute précision Huber TC100MT. Les mesures ont été effectuées dans une atmosphère d'azote. Les expériences ont été effectuées dans des creusets en aluminium avec pin (40 $\mu$ L). Le creuset vide a été utilisé comme référence. Les échantillons (5 mg  $\pm$  0,1) ont été équilibrés thermiquement à 25 ° C pendant 10 min et chauffés à la vitesse de chauffage de 10°C/ min jusqu'à 180 °C. Des parcelles de flux de chaleur par rapport à la température ont été enregistrées. Les paramètres thermiques (températures de début ( $T_0$ ), de transition : pic ( $T_p$ ) et de fin de gélatinisation ( $T_f$ ), ainsi que l'enthalpie de transition ( $\Delta H$ )) ont été calculés en réalisant des intégrations sur les thermogrammes, à l'aide du logiciel Star<sup>e</sup>.

### **5.2. Plan d'expérience de criblage définitif**

A propos d'un processus ou d'un phénomène, les premiers problèmes auxquels les plans d'expériences peuvent apporter de l'information sont ceux de criblage des paramètres. Une étude de criblage peut être définie comme une étape permettant de repérer rapidement, dans un grand nombre de facteurs ( $k$ ), ceux qui sont effectivement influents sur un processus dans un domaine expérimental fixé. Cette étude permettra de cribler un nombre conséquent de facteurs afin d'en extraire le maximum d'informations d'un processus et de déterminer le "poids" de chaque niveau de chaque facteur, pour ensuite les classer par ordre d'importance (Fadil *et al.*, 2014).

Les plans de criblages classiques, estiment les facteurs sur uniquement deux niveaux sont donc généralement cantonné aux effets principaux et le modèle mathématique est un modèle sans interaction. Ces conceptions sont limitées et nécessitent généralement une deuxième étude afin d'éliminer les confusions et d'approcher les effets du second ordre (Fidaleo *et al.*, 2016). Jones et Nachtsheim (2011) proposent une nouvelle conception à trois niveaux

appelée plan de criblage définitif (Definitive Screening Design DSD), qui permet de filtrer les facteurs et d'obtenir un grand nombre d'informations, évitant toute confusion sur les effets des facteurs et donnent même des informations sur les effets du second ordre (interaction).

### 5.3. Modélisation de la réponse mathématique

La réponse expérimentale  $Y$  s'écrit sous forme d'une équation du premier degré, traduisant la dépendance de la réponse étudiée  $Y$  en fonction des variables codées et s'écrit :

$$Y_i = \beta_0 + \sum_{j=1}^m \beta_j X_{i,j} + \sum_{j=1}^{m-1} \sum_{k=j+1}^m \beta_{jk} X_{i,j} X_{i,k} + \sum_{j=1}^m \beta_{jj} X_{i,j}^2 + \varepsilon_i$$

Où :

$Y$ : réponse expérimentale (variable expliquée) ;

$X_i$  : variable explicative ;

$\beta_0$ : constante ;

$\beta_i, \beta_j$  : régresseurs des variables explicatives  $X_i$  ;

$\beta_{jj}$  : Effet quadratique ;

$\beta_{ij}$  : Effet des interactions ;

$m$  : nombre des variables ;

$\varepsilon$  : Erreur expérimentale.

Un plan de criblage définitif (DSD) a été utilisé pour étudier l'effet de six facteurs ( $k = 6$ ;  $X_1$ : agar-agar,  $X_2$ : gomme arabique,  $X_3$ : gomme de caroube,  $X_4$ : amidon de tapioca,  $X_5$ : amidon de maïs et  $X_6$ : hydratation) sur les caractéristiques technologiques du pain sans gluten type « *khobz eddar* » qui sont présentées par quatre réponses:  $Y_1$ : volume spécifique ( $\text{cm}^3 / \text{g}$ ),  $Y_2$ : dureté du pain (N),  $Y_3$ : masticabilité du pain (N) et  $Y_4$ : élasticité du pain.

Le choix des facteurs à étudier est basé sur le fait que tous ces additifs sont naturels et à la disposition des consommateurs algériens (coût et disponibilité) et en second degré sur les données de littérature qui indiquent l'effet améliorant de chacun de ces additifs sur la qualité de pains sans gluten. Ce choix est basé aussi sur l'absence d'études sur ce type de combinaisons.

Le choix des réponses (quatre réponses) est basé sur les critères basiques de la qualité du pain, qui sont traduits par son volume et sa texture.

Pour construire un plan de criblage définitif, les facteurs choisis sont à trois niveaux chacun, les valeurs réelles correspondant aux niveaux codés : -1, 0, +1 ont été sélectionnées pour chaque facteur.

Le nombre minimum d'expériences requises pour un plan DSD est un plus du double de nombre des facteurs ( $2k+1$ ) inclus un point central. Pour le DSD généré dans cette étude avec 6 facteurs, il y a 13 essais et pour donner au plan plus de validité, quatre essais supplémentaires ont été ajoutées (extra runs), pour avoir un nombre final de 17 expériences. Les expériences sont réalisées pour maximiser le volume spécifique et l'élasticité du pain, minimiser la dureté et la masticabilité du pain. L'optimisation par la fonction de désirabilité a été générée par le plan DSD par rapport au pain sans gluten control sans ajout d'additif. La matrice du plan DSD avec les niveaux des facteurs codés sont présentées dans le Tableau 08.

**Tableau 08.** Facteurs codés utilisés et matrice de plan de criblage définitif.

Essai	Niveau des variables codées					
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>
1	0	-1	-1	-1	-1	-1
2	0	1	1	1	1	1
3	1	0	1	1	-1	1
4	-1	0	-1	-1	1	-1
5	-1	1	0	-1	-1	1
6	1	-1	0	1	1	-1
7	-1	1	1	0	-1	-1
8	1	-1	-1	0	1	1
9	-1	-1	1	1	0	-1
10	1	1	-1	-1	0	1
11	-1	1	-1	1	1	0
12	1	-1	1	-1	-1	0
13	1	1	-1	1	-1	-1
14	1	1	1	-1	1	-1
15	-1	-1	-1	1	-1	1
16	-1	-1	1	-1	1	1
17	0	0	0	0	0	0

#### 5.4. Détermination des variables réelles

Les niveaux hauts, bas et moyens pour chaque facteur sont présentés dans le Tableau 09. Le niveau bas de chaque additif a été fixé à 0 afin de situer l'effet de chacun sur la qualité du pain. Le niveau maximal est fixé sur la base des données bibliographiques.

**Tableau 09.** Niveau haut et bas de chaque facteur utilisé pour la conception du plan de criblage définitif.

	<b>At (% p/p)</b>	<b>Am (%p/p)</b>	<b>Ga<sub>r</sub> (%)</b>	<b>Gc (%)</b>	<b>Aa (%)</b>	<b>Hyd (g/100g de FRF)</b>
<b>Niveaux(+)</b>	10	20	3	2	1	78
<b>Niveau (0)</b>	5	10	1,5	1	0,5	71,5
<b>Niveaux(-)</b>	0	0	0	0	0	65

**At** : amidon de tapioca ; **Am** : amidon de maïs ; **Ga<sub>r</sub>** : gomme arabique ; **Gc** : gomme de caroube ; **Aa** : agar-agar ; **Hyd** : hydratation. **FRF** : formule riz/féverole. **P** : poids.

- **Hydratation**

Le choix des teneurs en eau d'hydratation des pâtes de la formule riz/féverole a été déterminé sur la base d'essais préliminaires. Le niveau bas d'hydratation est déterminé sur la base de l'obtention d'une pâte qui tient à la main et qui permet de fabriquer le pain, (65 g/100 g de formule), le niveau haut a été fixé à 78 g/100 g de formule, c'est la teneur en eau au-delà de laquelle il y a diminution du volume spécifique des pains fabriqués à base de la formule riz/féverole.

- **Additifs**

Le choix des taux maximaux des additifs utilisés dans ce travail est basé sur les travaux d'Onyango *et al.* (2011) et Pongjaruvat *et al.* (2014) avec 10 % (p/p) pour l'amidon de tapioca et 20% (p/p) pour l'amidon de maïs. Le niveau de la gomme arabique a été fixé à 3% selon Asghar *et al.* (2005), la gomme de caroube a été fixée à 2 % selon les travaux de Rahwa *et al.* (2015) et 1% de l'agar-agar a été fixé comme rapporté Benatallah (2009). Ces travaux ont montré que l'addition de ces amidons et hydrocolloïds à ces concentrations, donnait lieu à des pains sans gluten de meilleurs volumes et texture.

### 5.5. Diagramme de panification adopté

La formule riz/féverole est utilisée pour la fabrication des pains sans gluten dans cette partie du travail. Le diagramme utilisé est adopté sur celui obtenu par sondage (Djeghim, 2015).

Le pain control sans gluten sans ajout des additifs a été fabriqué avec une quantité d'eau de 75g/100 g de formule, fixé selon des essais préliminaires (des pains sans gluten à base de la FRF sont fabriqués avec des quantités d'eau de 65%, 70%, 75%, 80%, 85%, 90%, les meilleurs pains sont fabriqués par 75% d'eau).

Les pains sans gluten ont été préparés en utilisant pour 100g de la formulation (formulation inclue la semoule de riz et de féverole avec des substitutions avec l'amidon de maïs et de tapioca selon le plan d'expérience), 2g de sel, 2g de levure sèche instantanée, 10g d'œuf frais et 20 mL d'huile de tournesol et soja, d'eau et des quantités d'amidons et des hydrocolloïdes sont ajoutés selon le plan d'expérience. Les ingrédients ont été mélangés (1 min dans le pétrin), à l'exception de l'œuf frais et des additifs, puis le mélange a été laissé au repos pendant 10 min, puis l'œuf frais, les additifs et le reste d'eau ont été ajoutés selon le Tableau 08 pour chaque essai. Le mélange a été pétrit pendant 15 minutes à 25°C par un pétrin mécanique. La pâte résultante a été mise à l'échelle de 80 g dans quatre moules de cuisson et placée dans une étuve pendant 45 min à 37°C avec une humidité relative (HR) comprise entre 75 et 80% dans une chambre de fermentation. Les pains sont cuits pendant 20 min à 230 °C dans un four (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Pologne). Les pains cuits sont refroidis pendant une heure à température ambiante en vue de les caractériser par son volume et texture. Les pains optimums obtenus après analyse du plan DSD sont caractérisés par ses volumes, textures, humidités finales, analyse d'image, couleur, microstructure, DSC et analyse sensorielle en comparaison avec le pain control sans gluten.

## **6. Etude de l'effet de l'adjonction de poudres des feuilles de Moringa ou des graines de grenade**

### **6.1. Choix des niveaux de substitution**

Pour les deux types d'additifs végétaux utilisés : poudre des graines de grenade (Pomegranate seed powder PSP) ou la poudre des feuilles de Moringa (Moringa Leaf Powder MLP), les niveaux de substitution choisis sont les suivants : 2,5 %, 5 %, 7,5 % et 10 % (p/p). Ce choix est basé sur les essais préliminaires en vue de chercher des niveaux significatifs sur le plan technologique et sur l'acceptabilité des pains obtenus sur le plan sensoriel où des niveaux supérieurs à 10 % (p/p) ont été jugés médiocres.

### **6.2. Préparation des pains sans gluten enrichis**

La formule riz/féverole a été utilisée dans ce travail, quatre formules ont été préparées avec différents niveaux de PSP et MLP : 2,5 %, 5 %, 7,5 % et 10 % (p/p), le pain control sans gluten a été préparé par 0 % d'addition de MLP et PSP. L'hydratation a été fixée à 75 % sur la base des essais préliminaires. L'hydratation a été fixée pour toutes les formulations afin de situer l'effet des additifs.

Les ingrédients (200 g de formule riz/féverole, en prenant en considération les niveaux de substitution par les additifs), 4g de la levure lyophilisée, 4g de sel, 40 mL de l'huile et l'eau d'hydratation) ont été mélangés (1 min par pétrin) à l'exception de l'œuf frais et de l'additif (PSP ou MLP), puis le mélange a été laissé au repos pendant 10 min, puis l'œuf frais, les additifs pour chaque niveau et le reste d'eau ont été ajoutés. Le mélange a été pétri pendant 15 minutes à 25°C. La pâte résultante a été mise dans quatre moules de cuisson (80 g chacun) et placée dans une étuve pendant 45 min à 37 °C avec une humidité relative (HR) comprise entre 75 et 80 % dans une chambre de fermentation. Les pains sont cuits pendant 20 min à 230 °C dans un four (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Pologne). Les pains cuits sont refroidis pendant une heure à température ambiante. Les pains sans gluten obtenus pour chaque niveau de substitution par PSP et par MLP sont caractérisés par ses volumes spécifiques, texture, humidité, couleur de la croûte et de la mie, caractéristiques sensorielles et par ses propriétés antioxydantes (teneurs en polyphénols totaux et activité anti-radicalaire) en comparaison avec le pain témoin sans gluten.

## **7. Etude de l'effet de la combinaison entre les améliorants**

### **7.1. Choix des types et des niveaux de combinaisons**

Trois types de combinaisons entre améliorants ont été étudiées :

- Combinaison riz traité/ gomme arabique ;
- Combinaison riz-traité/Poudre des feuilles de Moringa ;
- Combinaison riz-traité/poudre des graines de grenade.

Le choix des combinaisons est basé sur l'incorporation simultanée des améliorants dans la pâte sans gluten en fixant la quantité de riz traité à cause des difficultés rencontrés lors de la détermination de la quantité d'eau optimale pour la pâte ajoutée par différents améliorants ensemble. La quantité de riz traitée a été fixée sur la base du travail précédent, présente l'optimum obtenu qui est de 7,59 g de farine riz.

Trois niveaux de substitution pour chaque améliorant sont utilisés sur la base des travaux précédents. Le niveau maximal pour chaque améliorant ajouté a été fixé selon des essais préliminaires donnant des pains de mauvaise qualité en utilisant des niveaux élevés en améliorants (Tableau 10).



**Tableau 10.** Types et niveaux de combinaison entre améliorants utilisés.

	<b>Combinaison Rt/Ga</b>	<b>Combinaison Rt/MLP</b>	<b>Combinaison Rt/PSP</b>
<b>Riz traité g (bs)</b>	7,59	7,59	7,59
Niveaux des additifs	0,5 %	2,5 % (p/p)	2,5 % (p/p)
	1%	5 % (p/p)	5% (p/p)
	1,5%	7,5% (p/p)	7,5% (p/p)

**Rt/Ga** : riz traité avec gomme arabique ; **Rt/MLP** : riz traité avec poudre des feuilles de Moringa ;  
**Rt/PSP** : riz traité avec poudre des graines de grenade ; **bs** : base sèche.

## 7.2. Préparation des pains sans gluten avec combinaison entre améliorants

Trois formules ont été préparées pour chaque type de combinaison selon le Tableau 10. Trois niveaux pour chaque améliorants sont utilisés : 0,5 ; 1 et 1,5% pour la gomme arabique ; 2,5 ; 5 et 7,5 % (p/p) pour les MLP et PSP. L'hydratation est fixé à 75 g/100 g de formule sur la base des travaux précédents. Le pain control sans gluten utilisé est celui fabriqué lors des travaux précédents.

Le diagramme de panification utilisé est celui adopté dans les travaux précédents (Djeghim, 2015). La formule riz/féverole, la levure, le sel, le riz traité et l'eau d'hydratation ont été mélangés (1 min au pétrin), après un repos de 10 min, les mélanges sont pétris pendant 15 min au pétrin mécanique, les autres améliorants sont ajoutés pendant le pétrissage pour chaque type de combinaison. Les pâtons sont placés dans des moules, ils sont ensuite placés dans l'étuve de fermentation (37°C, 45 min), la cuisson est réalisée à 230 °C pendant 20 min dans un four (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Pologne). Les pains obtenus sont laissés à la température ambiante pendant 1 heure en vue de les caractériser par mesure de volume spécifique et texture.

Le pain témoin à base de blé dur a été fabriqué selon le diagramme obtenu par sondage avec une teneur en eau de 55 g pour 100 g de semoule de blé dur fixée sur la base des résultats du sondage et vérifiée par des essais préliminaires au laboratoire.

Les pains obtenus par combinaison entre améliorants sont comparés avec le pain control sans gluten ainsi qu'avec les optimums avec améliorants seuls et également avec le pain témoin à base de blé dur. Les caractéristiques évaluées sont : le volume spécifique, la densité du pain, la texture, la couleur, l'humidité finale, l'analyse d'image et l'analyse sensorielle.

## 8. Evaluation de la qualité des pains sans gluten obtenus

### 8.1. Volume du pain

Le volume de pain est exprimé par le volume spécifique et par le rapport de forme H/L.

- **Volume spécifique**

Le volume spécifique des pains ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) est déterminé selon la méthode approuvée AACC 10.05 (AACC, 2000). La méthode est basée sur le déplacement de petits grains sphériques dans un récipient où le pain fabriqué est placé. La mesure consiste à remplir avec des grains sphériques un récipient de volume plus grand que celui de pain, après arasement de la surface du récipient, la moitié de ce dernier a été vidé et remplacé par le pain, le reste des grains sphériques a été versés dessus. Après arasement de la surface de récipient de mesure pour une autre fois, les grains en excès sont récupérés, ensuite, une éprouvette graduée de 500 mL ( $500 \text{ cm}^3$ ) a été remplie par les grains en excès, un simple mouvement de va et viens permet l'ajustement du niveau de la surface pour faire la lecture de volume des grains. Son volume correspond à celui de pain.

Le volume spécifique de pain ( $V_{sp}$ ) exprimé en  $\text{cm}^3/\text{g}$  est le rapport de son volume ( $V$ ) et de sa masse ( $P$ ) :

$$V_{sp} \left( \frac{\text{cm}^3}{\text{g}} \right) = V/P$$

La densité ( $D$ ) de pain exprimée en  $\text{g}/\text{cm}^3$  est le rapport de sa masse ( $P$ ) et de son volume ( $V$ )

$$D \left( \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) = P/V$$

- **Rapport de forme H/L**

Les pains ont été découpés transversalement au milieu par une lame fine afin d'obtenir des tranches de 1 cm d'épaisseur. La prise d'image de ces tranches s'est faite à l'aide d'un scanner à plat recouvert par un fond noir pour éviter l'influence de la lumière environnante et obtenir un bon contraste entre le fond noir et les tranches claires. Il est nécessaire de placer du papier millimétrique sur les deux côtés de la coupe d'image, afin d'assurer une échelle de mesure. L'acquisition des images a été faite en couleurs. Les images ont été scannées avec une résolution de 300 ppp (points par pouce). La hauteur ( $H$ ) de la section du pain au milieu, ainsi que la largeur ( $L$ ) de cette section à mi-hauteur sont mesurées sur l'image et le rapport de forme  $Rf$  est calculé :

$$Rf = H/L$$

## **8.2. Analyse texturale**

Le principe de la mesure (Textural Profil Analysis TPA) est basé sur la double compression de l'échantillon de mie et la mesure de la force de résistance de l'appareil. La déformation de l'échantillon se fait à vitesse constante de compression.

Les mesures des propriétés texturales des pains dans ce travail de thèse ont été réalisées suivant deux protocoles.

Le premier protocole est celui de Rosell *et al.* (2009). À l'aide d'un analyseur de texture (TA-XT plus, StableMicro Systems Ltd., Godalming, RU). En utilisant deux tranches de pain de 1 cm d'épaisseur. A l'aide d'une tige cylindrique en acier inoxydable P /25 (25 mm de diamètre), une déformation de 50% (pénétration de sa hauteur initiale) à une vitesse de traverse de 1 mm/s et un intervalle de 30 secondes entre les compressions. Les paramètres de texture obtenus au moyen d'un logiciel "Texture Expert".

Le deuxième protocole adapté est celui de Różyło *et al.* (2014, 2015a, 2015b) avec un analyseur de texture (ZWICK Z020/TN2S). Les échantillons (30×30×20 mm) de mies des pains ont été compressés deux fois à l'aide d'un capital équipé d'une patte de 30 mm jusqu'à ce qu'une profondeur de 50% à une vitesse de traverse de 1 mm/s ait été atteinte

A partir des courbes de double compression (Annexe 03), les paramètres physiques suivants ont été définis selon Gámbaro *et al.* (2006) :

- **Dureté** en gramme (g) ou en Newtons (N) : exprime la force maximale obtenue à la première déformation;
- **Cohésion** : rapport entre l'air 2 (deuxième déformation) et l'air 1 (première déformation). Elle représente la force qui unit les molécules constituant l'échantillon ;
- **Masticabilité** en gramme (g) ou en Newtons (N): produit de la dureté, cohésion et élasticité, présente l'énergie nécessaire pour mastiquer le pain solide avant de l'avaler ;
- **Elasticité** : hauteur pour laquelle l'échantillon se rétablit entre la fin du premier cycle de compression et le début du second cycle et présente la capacité d'un matériau à reprendre sa forme initiale après déformation.

### **8.3. Humidité finale**

L'humidité finale des pains est déterminée selon la méthode ICC 110/1 (ICC, 1996). Le principe de la méthode est basé sur deux étapes, une étape de séchage d'une prise d'essai à l'étuve et une deuxième étape de mesure de la prise d'essai séchée et broyée est effectuée par un humidimètre. Des morceaux de pain coupés (croûte et mie) sont pesés avec une balance technique ( $10^{-2}$ ) dans des boîtes de Pétrie où le poids de la boîte est inclus. Les prises d'essais sont déposées pour un séchage dans une étuve réglée à 40 °C pendant 48 h. Une fois les morceaux de pain séchés, les échantillons sont pesés avec les boîtes de Pétrie et le poids a été noté.

Après séchage, les morceaux de pain sont broyés jusqu'à l'obtention d'une poudre. Une prise d'essai de cette poudre est placée dans l'humidimètre et l'humidité affichée est notée. L'humidité finale du pain exprimée en p.cent (%) est calculée selon les étapes suivantes :

- **Calcul de l'humidité initiale  $H_i$  :**

$$H_i = [P_1 - P_2 / P_1 - P] \times 100$$

Où :

**$P_1$**  : poids de la boîte pétri avec l'échantillon avant séchage.

**$P_2$**  : poids de la boîte pétri avec l'échantillon après séchage.

**$P$**  : poids de la boîte pétri vide.

- **Calcul de l'humidité finale  $H_f$ :**

$$H_f = H_i \% + H \% \times [ (100 - H_i\%) / 100 ]$$

Où :

**$H_i$**  : humidité initiale ;

**$H$**  : humidité mesurée par l'humidimètre.

### **8.4. Couleur**

À 1 heure post-cuisson, la mesure de la couleur de la mie et de la croûte a été réalisée sur des tranches des pains de 1 cm d'épaisseur, dont le principe consiste en un ensemble de méthodes permettant de quantifier la couleur de façon objective. L'espace chromatique  $L^*a^*b^*$  a été défini par la Commission Internationale de l'Eclairage (CIE). Les trois coordonnées

correspondent à la luminance ( $L^*$ ), à la balance « rouge-vert »  $a^*$  (rouge quand la valeur est positive et vert quand la valeur est négative) et à la balance « jaune-bleu »  $b^*$  (jaune quand la valeur est positive et bleu quand la valeur est négative).

Les mesures de couleur sont faites suivant Matos et Rosell (2013) avec un colorimètre Minolta (Chroma-mètre CR-400/410, Konica Minolta, Tokyo, Japon). Après une calibration de l'appareil avec une plaque d'étalonnage blanche ( $L^* = 96,9$ ,  $a^* = -0,04$ ,  $b^* = 1,84$ ). La cellule de l'appareil est directement positionnée sous la mie du pain pour effectuer la mesure en trois positions différentes dans la mie et dans la croûte.

Un autre colorimètre avec le même principe de mesure a été utilisé (4Wave CR30-16) (Planeta, Tychy, Pologne) dans des conditions (lumière: D65, espace: LAB, diamètre: 16mm, style: 8/d). Le degré de différence de la couleur  $\Delta E$  a également été déterminé comme suit:

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2}$$

### **8.5. Analyse d'image**

La détermination des propriétés texturales de la mie par analyse d'image est réalisée par un logiciel image J qui est utilisé principalement pour connaître le nombre des alvéoles présentes dans une image ou une zone de sélection. L'analyse d'image est réalisée selon Gonzales-Barron et Butler (2006).

Le traitement par le logiciel image J (version 1.43, National Institutes of Health, Bethesda, MD, USA) est réalisé sur des images originales (en couleur) des différentes coupes des pains prises par un scanner à plat, ce logiciel est doté de nombreux outils qui nous ont permis de déceler plusieurs détails après transformation des images en niveau de gris et la fixation du seuil, parmi lesquels trois paramètres ont été choisis qui sembleraient suffisants et aptes à décrire avec précision les informations que portent les images des coupes des pains. Ces paramètres selon Ferreira et Rasband (2011) sont :

- **Nombre des alvéoles**

La binarisation oppose les alvéoles noires aux parois blanches, donc l'estimation de nombre sera facile.

- **Taille moyenne en  $\text{mm}^2$**

Valeur approximative en unité de mesure de distance en tenant compte des diamètres intérieurs des alvéoles présentes dans la zone de sélection.

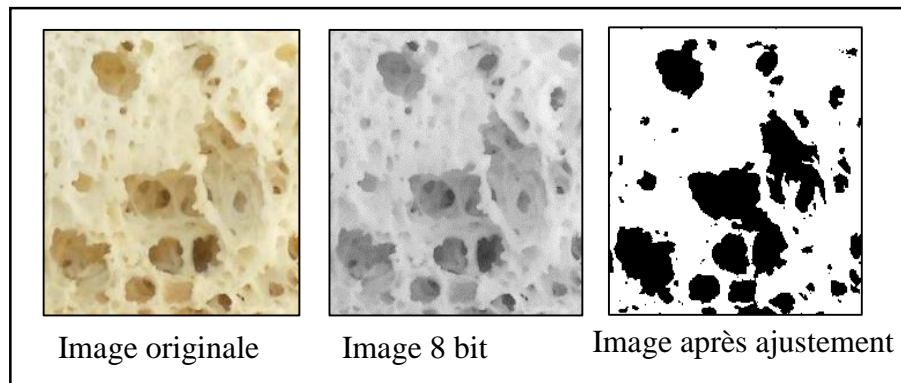
- **Fraction de la surface en %**

Pour les images binaires, ce facteur désigne le pourcentage des pixels qui ont été colorées en noire (les alvéoles) par rapport à la surface de la sélection, ce qui représente la porosité des pâtons.

- **Méthode d'analyse d'image**

L'image numérique est composée de pixels. Une des premières opérations classiques est de convertir la taille des pixels en longueur physique. Pour cela, il est nécessaire de mettre une échelle sur l'image.

A l'aide de l'outil ligne droite, une ligne de 1 cm avec un angle de 0° est tracée sur l'échelle, en passant les pixels à une longueur physique. La première étape du traitement consiste à identifier dans l'image la partie contenant les informations à traiter pour comparer les échantillons. Après sélection de la région d'intérêt (2cm×2cm), les images sont converties en niveau de gris (8 bits) puis subissent un ajustement de seuil. Cette dernière est une étape d'importance capitale car permet de garantir que l'image binaire est exactement la même que l'image originale colorée. Donc le seuil correspond à la valeur de niveau de gris qui vérifie cette condition. Le procédé d'ajustement de seuil a été utilisé pour identifier les cellules de gaz (alvéoles) qui sont présentées par les parties noires dans l'image binaire (Figure 11).



**Figure 11.** Différentes étapes pour obtenir l'image ajustée destiné à l'analyse alvéolaire (Image J. 1.43).

### **8.6. Propriétés thermiques des pains**

Les propriétés thermiques des pains ont été évaluées à l'aide d'un calorimètre différentiel à balayage (DSC Mettler-Toledo AG, Greifensee, Suisse). Selon la méthode décrite au-dessus pour les amidons et les gommes (**Section 5.1**). Dans ce cas et pour les pains sans

gluten, la prise d'essai a été fixée à  $15 \text{ mg} \pm 0,1$  et la température de chauffage maximale a été fixée à  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### **8.7. Microstructure des pains**

La microscopie électronique à balayage a pour principal objet, l'étude morphologique des surfaces. Son principe repose sur l'émission des électrons produits par un canon à électrons sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde et l'échantillon génère des électrons appelés « secondaires » (Ceux-ci sont dotés d'une énergie basse). Ces derniers sont alors accélérés vers un détecteur qui a pour rôle d'amplifier le signal électrique reçu (A chaque point, l'intensité est converti en un signal électrique). Les différentes particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

L'analyse structurale des pains a été effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage VEGA LMU (Tescan, Warrendale, PA, États-Unis). Les morceaux de pains sont lyophilisés avant l'analyse. Les échantillons séchés sont fixés sur des disques de carbone à l'aide d'un ruban argenté et pulvérisés avec de l'or dans un sublimatoire à vide K-550X (Emitech, RC et Ashford, Angleterre). Le microscope VEGA LMU fonctionne à une tension de 30 kV et a été utilisé pour analyser la coupe transversale des échantillons aux différents grossissements ( $\times 100$  et  $\times 400$ ).

### **8.8. Analyse sensorielle**

Pour l'évaluation sensorielle, les échantillons des pains ont été tranchés mécaniquement (1 cm d'épaisseur) et divisés en huit parties (Matos et Rosell, 2012). Le panel d'évaluation sensorielle est composé de 52 personnes non entraînées (28 femmes et 24 hommes de 23 à 48 ans), consommateurs habituels de pains sans gluten. Selon une échelle hédonique de neuf points (1: je n'aime pas, 5: neutre, 9: j'aime extrêmement), le goût, l'arôme, la texture, l'apparence et l'acceptabilité globale des pains ont été évalués (Lim *et al.*, 2011).

### **8.9. Évaluation des propriétés antioxydantes des pains sans gluten enrichis**

#### **8.9.1. Extraction**

Les échantillons des pains sans gluten séchés et broyés préalablement ainsi que la poudre des feuilles de Moringa et la poudre des graines de grenade sont pesés à 1 g chacun, portés à macérer dans 5 mL d'un mélange de méthanol/eau (1 :1 v/v) pendant 30 minutes. Les extraits ont été centrifugés pendant 15 min. Les résidus ont été extraits à nouveau avec 5 mL du mélange méthanol/eau (1 :1, v/v). Les extraits ont été combinés et conservés à l'obscurité à  $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### **8.9.2. Dosage des polyphénols totaux**

Le dosage des polyphénols totaux a été réalisé selon la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et Rossi, 1965).

Le réactif de Folin-Ciocalteu est constitué par un mélange des acides phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et phosphomolibdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ), il est réduit par les phénols en un mélange d'oxydes bleus de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $Mo_8O_{23}$ ), (Ribéreau-Gayon *et al.*, 1972). Cette coloration bleue dont l'intensité est proportionnelle aux teneurs des composés phénoliques présents dans le milieu donne un maximum d'absorption à 720 nm.

La méthode consiste à mélanger 0,1 mL de l'extrait avec 0,1 mL d'eau distillée, 0,4 mL de réactif Folin-Ciocalteu (1 : 5  $H_2O$ ). Après agitation, 2 mL de carbonates de sodium ( $Na_2CO_3$ ) à 10% a été ajouté au mélange. Les mélanges ont été maintenus à température ambiante pendant 30 min avant de mesurer l'absorbance au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 720 nm. Les concentrations des polyphénols totaux contenus dans les extraits sont calculées en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard. Les résultats ont été exprimés en mg équivalent d'acide gallique (GAE) par g de matière sèche.

Le contenu phénolique total d'extrait a été calculé par la formule suivante :

$$\text{Absorbance} = 0,0007 \text{ acide gallique (mg)} + 0,085 \text{ (R}^2 = 0,95)$$

### **8.9.3. Détermination de l'activité antioxydante**

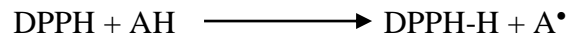
Les activités antioxydantes des extraits des pains sans gluten ainsi que des feuilles de Moringa et des graines de grenades ont été évaluées par quatre tests : test DPPH, test ABTS, pouvoir réducteur et radical hydroxyl  $OH^\bullet$ .

Toutes les activités ont été exprimées en  $EC_{50}$ . La valeur  $EC_{50}$  exprimée en mg de matière sèche par mL (mg de m.s/mL) est la concentration effective nécessaire pour réduire l'activité du radical libre à 50%. Une valeur  $EC_{50}$  basse indique une activité antioxydante élevée.

#### **8.9.3.1. Test DPPH**

Le composé chimique 2,2'-diphényl-1-picrylhydrazyl fut l'un des premiers radicaux utilisés pour évaluer l'activité anti-radicalaire des polyphénols. Le principe est basé sur la capacité des composés phénoliques contenus dans les extraits à piéger le radical libre DPPH, sa couleur violette foncée se transforme en jaune lors de sa réduction.





**AH** est un composé capable de céder un H<sup>+</sup> au radical DPPH.

Le test utilisé dans le laboratoire est basé sur celui décrit par Brand-Williams *et al.* (1995). La méthode consiste à mélanger 1 mL de DPPH avec 40 µL de l'extrait. L'absorbance est mesurée à 512 nm contre un blanc après incubation à l'obscurité pendant 30 minutes.

Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH (**I %**) en utilisant la formule suivante:

$$\text{I\%} = \frac{(\text{Abs blanc} - \text{Abs échantillon})}{\text{Abs blanc}} \times 100$$

Où :

**Abs blanc** : absorbance du blanc (DPPH dans le méthanol) ;

**Abs échantillon** : absorbance de l'échantillon (Meddour, 2013 ; Ertas *et al.*, 2014).

### 8.9.3.2. Test ABTS

La méthode au radical ABTS est basée sur la neutralisation d'un radical - cation résultant de l'oxydation du chromophore synthétique 2,2'- azinobis (acide 3-éthylbenzothiazoline -6-sulfonique) (ABTS<sup>•+</sup>) par le persulfate de potassium. Au cours de cette réaction, l'ABTS perd sa couleur bleue et retrouve son état neutre incolore (Re *et al.*, 1999).

Le protocole adopté est celui de Re *et al.* (1999). ABTS<sup>•+</sup> a été généré par l'oxydation de l'ABTS avec du persulfate de potassium. Le cation radical ABTS (ABTS<sup>•+</sup>) a été produit en faisant réagir 7 mMol / L de solution mère d'ABTS avec 2,45 mMol/L de persulfate de potassium. La solution ABTS<sup>•+</sup> a été diluée (avec de l'eau distillée) à une absorbance de 0,7 ± 0,05 à 734 nm. Le protocole consiste ensuite à mélanger 1 mL de l'ABTS<sup>•+</sup> avec 20 µL de l'extrait. L'absorbance est mesurée à 734 nm après un temps d'incubation de 30 minutes à l'obscurité.

Le pourcentage d'inhibition (**I%**) du radical libre ABTS est calculé selon la formule suivante :

$$\text{I\%} = \frac{\text{Abs blanc} - \text{Abs échantillon}}{\text{abs blanc}} \times 100$$

Où :

**Abs blanc** : absorbance du radical ABTS<sup>•+</sup> méthanol.

**Abs échantillon** : absorbance de l'échantillon (Adeolu *et al.*, 2008).

### **8.9.3.3. Pouvoir réducteur**

La méthode de la réduction du fer (Fe<sup>3+</sup>) est basée sur la réduction du fer ferrique en sel de fer par les antioxydants qui donnent la couleur bleue. Le pouvoir réducteur du fer est déterminé selon Oyaizu (1986).

Dans un tube à essai 0,5 mL de l'extrait a été mélangé avec 0,5 mL de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 0,5 mL d'hexacyanoferrate de potassium [K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>] (10g/L). L'ensemble est incubé à 50°C au bain Marie pendant 20 minutes.

Un volume de 0,5 mL d'acide trichloracétique (TCA) est ensuite ajouté et le mélange est centrifugé pendant 10 minutes. Enfin, 1 mL de surnageant a été mélangé avec 1 mL d'eau distillée et 0,2 mL de chlorure ferrique [FeCl<sub>3</sub>] (1g/L). Un blanc est préparé dans les mêmes conditions en remplaçant l'extrait par de l'eau distillée pour calibrer le spectrophotomètre. La lecture est mesurée à 700 nm.

Le pourcentage de pouvoir réducteur de fer est calculé par la formule suivante :

$$\text{Pouvoir réducteur de fer (\%)} = 100 \times (A_0 - A_1)/A_0$$

Avec :

**A<sub>0</sub>** : absorbance de FeCl<sub>3</sub>.

**A<sub>1</sub>** : absorbance de la solution de FeCl<sub>3</sub> en présence de l'extrait (Ghaisas *et al.*, 2008).

### **8.9.3.4. Piégeage de radical hydroxyl OH<sup>•</sup>**

Le radical hydroxyle (OH<sup>•</sup>) est un radical libre extrêmement réactif formé dans les systèmes biologiques à partir de l'anion superoxyde et le peroxyde d'hydrogène en présence des ions métalliques comme le fer et le cuivre (Castro et Freeman, 2001). Ce radical possède un électron libre avec un potentiel de réduction plus élevé lui permettant de réagir avec les lipides, les protéines, les polypeptides et l'ADN particulièrement la thiamine et la guanine (Siddhuraju et Becker, 2007). La méthode de piégeage du radical hydroxyl est déterminée selon le protocole de Su *et al.* (2009).

Le mélange réactionnel a été réalisé par 0,5 mL de FeSO<sub>4</sub> (8 mM), 0,8 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (6 mM), 0,5 mL d'eau distillée, 1,0 mL d'extrait et 0,2 mL de sodium salicylate (20 mM). Le mélange total (3,0 mL) a été incubé à 37 °C pendant 1 h puis l'absorbance du mélange a été enregistrée à 562 nm.

Le pourcentage d'inhibition (I%) du radical hydroxyl par les polyphénols est calculé par l'équation suivante :

$$I\% = \left[ 1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0} \right] \times 100$$

Où :

**A<sub>0</sub>** : absorbance de témoin (sans extrait),

**A<sub>1</sub>** : absorbance de l'extrait ;

**A<sub>2</sub>** : absorbance sans salicylate de sodium.

## **9. Analyse statistique**

De manière générale, les résultats obtenus dans ce travail correspondent à la moyenne de trois répétitions et dans certains cas, comme l'analyse de la texture, à quatre répétitions. Les résultats sont exprimés en moyenne ± écart type (Excel.13).

Les moyennes ont été comparées par analyse de variance ANOVA à un seul facteur suivie par test *Post hoc*-Tukey à l'aide de logiciel STATISTICA 7.0 software (StatSoft, Inc., Tulsa, OK, U.S.A). Les lettres *a, b, c, d, etc*, indiquent des différences significatives au seuil de signification fixé à 0,05.

Le traitement statistique des plans d'expériences d'optimisation CCD a été réalisé avec le logiciel Minitab 16 (Minitab Inc., State College PA, USA). Les surfaces de réponses sont tracées à l'aide de logiciel STATISTICA version 10 (Stat soft, France).

La conception et l'analyse du plan de criblage définitif ont été réalisées avec le logiciel statistique JMP, version 13. (SAS Institute, Cary, NC, USA). Le seuil de signification est fixé à 0,05. La valeur *P* permet de déterminer si un facteur est significatif ; en règle générale, cette composante est comparée à la valeur de 0,05. Si la valeur de *P* est inférieure à 0,05, le facteur est significatif.

La validité des modèles des plans d'expériences est vérifiée en déterminant les coefficients de détermination R<sup>2</sup>. Cette statistique est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées à la somme des carrés des réponses mesurées. Le second complément est la

prise en compte du « manque d'ajustement ». Cette expression traduit le fait que le modèle à priori est fort probablement différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement, (Goupy et Creighton, 2006).

L'analyse de variance (ANOVA) donne la statistique R carrée et le manque d'ajustement. En général, pour que le plan soit adéquat, la valeur R observée doit être importante est proche de 100 ainsi que le manque d'ajustement soit non significatif (Phatcharee *et al.*, 2014).

Des analyses de corrélations de Pearson qui mesurent l'intensité de la liaison linéaire entre deux variables continues ont été calculées en utilisant STATISTICA 7 (StatSoft, Inc, Tulsa, OK, USA). Les corrélations au seuil de signification  $P < 0,05$  et  $P < 0,01$  sont considérées significatives. Les valeurs de  $P < 0,05$  sont considérées comme significatives, et les valeurs de  $P > 0,05$  sont considérées comme non significatives (NS).

## *II/Résultats de la thèse*

*Pain local « khobz eddar » à  
Constantine : bases de fabrication  
traditionnelle et caractéristiques  
scientifiques*

## **1. Pain local « *khobz-eddar* » à Constantine : bases de fabrication traditionnelle et caractéristiques scientifiques**

### **Préambule**

Les aliments dérivés du blé dur jouent un rôle important dans l'alimentation de la population algérienne. Le pain « *khobz eddar* » ainsi que la « *kesra* » sont les principaux pains levés traditionnels algériens fabriqués à base de blé dur. Le pain « *khobz eddar* » est le plus connu. Il est consommé grâce à sa commercialisation par sa production dans les boulangeries algériennes.

Le blé dur est connu pour sa dureté, sa teneur en protéines et en caroténoïdes, son bon goût, son arôme agréable et ses excellentes qualités culinaires (Kneipp, 2008, Torbica *et al.*, 2011). Il est particulièrement apprécié pour la fabrication du pain préparé à la maison dans les régions méditerranéennes. Le pain fait avec du blé dur a une durée de conservation plus longue par rapport à celui à base de farine de blé tendre. Beaucoup de ces pains ne sont pas produits industriellement. Leur production est donc encore traditionnelle (Pasqualone *et al.*, 2007 ; Sissons, 2008, Chiavaro *et al.*, 2008).

Le pain est produit dans la plupart des pays du monde, et est très populaire. Plusieurs types de pains à base de blé dur sont fabriqués principalement par des méthodes traditionnelles en Turquie, au Moyen-Orient, dans les pays d'Afrique du Nord et dans le sud de l'Italie (Gocmen Inkaya et Aydin, 2009 ; Mir *et al.*, 2014). Environ 24% de la population mondiale utilise la semoule de blé dur pour faire du pain. En Asie occidentale et en Afrique du Nord, 50% de la semoule de blé dur est utilisée pour fabriquer du pain plat (Guzmán *et al.*, 2016).

En Algérie, « *khobz eddar* » est un pain traditionnel levé fait à la maison à base de semoule de blé dur. Il se caractérise par une croûte croustillante et une mie moelleuse (Kezih *et al.*, 2014; Bourekoua *et al.*, 2016). C'est un pain très nutritif, en raison de leur richesse en protéines de la semoule et, surtout, de l'inclusion des œufs dans sa formulation.

Dans la plupart des pays du monde, certains aliments traditionnels risquent de disparaître à cause des modes de vie modifiés. C'est pour cette raison qu'il est important de les étudier afin de préserver ces contenues.

En l'absence d'études sur le pain algérien traditionnel « *khobz eddar* » et dans la nécessité de la connaissance et de la description scientifique du vrai produit traditionnel qui va servir de référence de comparaison pour nos futurs travaux scientifiques. Il nous a semblé intéressant de réaliser un sondage auprès des ménages de la Wilaya de Constantine pour établir le diagramme

traditionnel de production du pain « *khobz eddar* » afin d'identifier les différents ingrédients utilisés dans sa cuisson et de déterminer sa qualité technologique par évaluation de ses principales caractéristiques physiques, structurelles et sensorielles. La fabrication et la caractérisation des pains quant à elle, a été effectuée à l'échelle du laboratoire.

En conclusion, cette première étude ayant eu comme résultat cette première publication, nous a permis d'établir un diagramme détaillé du pain algérien traditionnel « *khobz eddar* » sur la base des résultats du sondage auprès des ménages mené dans la commune de Constantine (Algérie), impliquant 50 femmes. La qualité technologique du pain traditionnel « *khobz eddar* » évalué au niveau de laboratoire sur la base des résultats de sondage a permis de signaler le savoir-faire du patrimoine algérien. Les caractéristiques physiques, sensorielles et alvéolaires du pain « *khobz eddar* » due aux ingrédients utilisés autres que la semoule de blé tels que les œufs et l'huile, fait de ce pain un produit qui serait intéressant à développer avec des formulations sans gluten pour la population cœliaque qui souffre de l'intolérance au gluten de blé.



## Publication 01.

### DURUM WHEAT BREAD: FLOW DIAGRAM AND QUALITY CHARACTERISTICS OF TRADITIONAL ALGERIAN BREAD “*KHOBZ EDDAR*”

Hayat Bourekoua, Djeghim Fairouz, Leila Benatallah, Mohammed Nasreddine Zidoune, Agnieszka Wójtowicz, Grzegorz Łysiak, Renata Różyło

Publié dans Acta Agrophysica (2017).

#### Résumé

L'objectif de ce travail était d'évaluer la qualité technologique, alvéolaire et sensorielle du pain traditionnel algérien appelé « *khobz eddar* », après l'établissement du diagramme de fabrication par une enquête par sondage. L'enquête a été réalisée auprès des ménages impliquant 50 femmes de la commune de Constantine (Algérie). La majorité des femmes ont déclaré que le pain « *khobz eddar* » est fabriqué à base de la semoule de blé dur, de sel, de levure, d'eau, d'huile et d'œufs, ainsi que de graines de nigelles et de sésame sur la surface du pain. Par la suite, le pain « *khobz eddar* » a été fabriqué dans des conditions contrôlées, au laboratoire, selon les résultats de l'enquête auprès des ménages et a été testé pour sa qualité technologique. Les résultats ont montré que le pain traditionnel a présenté un volume spécifique de  $3,64 \text{ cm}^3 / \text{g}$ , une dureté et masticabilité faibles (13,15 N et 3,70 N) et une forte élasticité avec 0,867. Les résultats de la couleur ont montré une mie clair avec une valeur de  $L^*$  de 72,66 et une croûte brune avec une valeur de  $L^*$  de 57,78. L'analyse d'image de la mie de pain a indiqué un nombre des alvéoles de 628,5 de petites tailles ( $1,14 \text{ mm}^2$ ). Le pain fabriqué a été jugé acceptable en fonction de son volume, sa couleur, sa texture et sa structure alvéolaire. L'analyse sensorielle a également indiqué que « *khobz eddar* » est un pain appréciable par les consommateurs.

**Mots clés** : blé dur ; diagramme de panification ; sondage ; Pain «*khobz eddar*» ; Qualité du pain.

DURUM WHEAT BREAD: FLOW DIAGRAM  
AND QUALITY CHARACTERISTICS  
OF TRADITIONAL ALGERIAN BREAD *KHOBZ EDDAR*\*

*Hayat Bourekoua*<sup>1,2</sup>, *Fairouz Djeghim*<sup>1</sup>, *Leila Benatallah*<sup>2</sup>, *Mohammed Nasreddine Zidoune*<sup>1</sup>, *Agnieszka Wójtowicz*<sup>3</sup>, *Grzegorz Łysiak*<sup>2</sup>, *Renata Różyło*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire de Nutrition et Technologie Alimentaire (LNTA), Institut de la Nutrition, de l'alimentation et des Technologies Agro-alimentaires (INATAA)

Université des Frères Mentouri-Constantine1, Route de Ain El-Bey, 25000, Constantine, Algeria

<sup>2</sup>Department of Equipment Operation and Maintenance in the Food Industry

University of Life Sciences in Lublin, Doświadczalna 44,20-280 Lublin, Poland

<sup>3</sup>Department of Food Process Engineering, University of Life Sciences in Lublin  
Doświadczalna 44, 20-280 Lublin, Poland.

e-mail: renata.rozylo@up.lublin.pl

**Abstract.** The purpose of this work was to evaluate the cellular structure and the physical and sensory properties of traditional Algerian bread named *Khobz Eddar* after establishing the flow diagram of its manufacturing by a household survey. The household survey involving 50 Algerian housewives was realised in the town of Constantine (Algeria). A majority of the women reported that *Khobz Eddar* bread is made using durum wheat semolina, salt, yeast, water, oil and eggs, and also nigella and sesame seeds on bread surface. Subsequently, *Khobz Eddar* bread was produced under controlled conditions, in a laboratory, according to the results of the household survey, and it was tested for its quality. The results showed that the traditional bread had a specific volume of 3.64 cm<sup>3</sup> g<sup>-1</sup>, a low hardness and chewiness (13.15 and 3.70 N), and a high springiness of 0.867. Colour measurements showed crumb lightness with *L\** value of 72.66 and brown crust of bread with *L\** value of 57.78. Cellular analysis of bread crumb images indicated a number of cells of 628.5 per 778.63 mm<sup>2</sup> total cell area with small holes (1.14 mm<sup>2</sup>). Produced bread was found acceptable and desirable with respect to its volume, colour, texture and crumb structure. Sensory analysis indicated also that *Khobz Eddar* is an appreciated bread.

**Key words:** durum wheat; flow diagram; household survey; *Khobz Eddar* bread; quality of bread

---

\* The authors acknowledge the financial support of Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-alimentaires (INATAA) and Laboratoire de Nutrition et Technologie Alimentaire. (LNTA) Constantine, Algeria. Experiments were also supported by statutory funds of the University of Life Sciences in Lublin, Poland.

## INTRODUCTION

Durum wheat is known for its high endosperm hardness, protein content, intense yellow colour, good taste, pleasant aroma and excellent cooking qualities (Kneipp 2008, Torbica *et al.* 2011). Durum wheat is particularly popular for bread making at home in the Mediterranean regions and its popularity is spreading also to other countries. Bread made with durum wheat has a characteristic taste and smell, is rich in carotenoids with pro-vitamin A activity and has a more prolonged shelf life. Many of these breads are not produced industrially, so their production is still traditional (Pasqualone *et al.* 2007, Sissons 2008, Chiavaro *et al.* 2008).

Bread is produced in most countries of the world, and is very popular especially where it constitutes a major source of dietary proteins and calories. Several kinds of durum wheat bread are made mostly by traditional methods in Turkey, Middle East, Northern African countries and Southern Italy (Gocmen Inkaya and Aydin 2009, Mir *et al.* 2014). About 24% of the world's population uses durum wheat semolina for making bread. In western Asia and northern Africa, 50% of durum wheat semolina is used for making flat bread (Guzmán *et al.* 2016).

In Algeria, *Khobz Eddar* is a traditional leavened home-made bread characterised by a crispy crust and a soft crumb, which is made of durum wheat semolina (Kezih *et al.* 2014, Bourekoua *et al.* 2016). It is a very nutritious bread, due to the high content of protein in semolina and, above all, to the inclusion of eggs in its formulation.

In most countries around the world, some traditional foods are at risk of disappearing because of modified lifestyles, and for that reason it is important to study them to maintain these important elements. Therefore, the traditional Algerian bread can be popularised around the world.

In the absence of studies about traditional Algerian bread *Khobz Eddar*, it seemed interesting to carry out a household survey to establish the flow diagram of the productive process of *Khobz Eddar* bread, in order to identify the different ingredients used in its baking and to determine its quality by evaluation of the major physical, structural and sensory characteristics of this bread.

## MATERIALS AND METHODS

### Material

Durum wheat semolina (particle size between 200 and 500  $\mu\text{m}$ ) had 14.20% moisture, 0.83% ash, 0.67% lipid and 13.93% protein. All materials included instant dry yeast (saf-instant, France), salt, commercial sunflower oil, fresh eggs, nigella and sesame seeds purchased from Algerian local market.

### **Household survey about Algerian bread *Khobz Eddar*. Collection of data**

To study the traditional Algerian bread *Khobz Eddar*, a household survey was carried out in the town of Constantine (Algeria). The choice of this town was based on the need of rendering the survey nationally representative. This town is the most popular town in terms of production of this bread.

Constantine city is located in eastern Algeria. It is composed of 10 sectors in the official newspaper of the Algerian republic N° 69 (JORA 1991). According to ONS (2008), the population of Constantine town was estimated at 448.374 inhabitants with 225.621 women and 222.753 men.

Only women aged above 18 years were involved in the household survey, accounting for a total number of 50, coming from the 10 sectors of the town of Constantine representative of the total population. This choice was based on the fact that only household women usually manufacture bread *Khobz Eddar*. The survey was conducted using the method of quota sampling to obtain the information with a maximum of detail and to insure the representativeness of the household survey.

The collection of data was performed using a questionnaire. It contained a part of identification, where women were asked for personal information. The second part of the questionnaire included data about bread: type of durum wheat used, ingredients and their proportions for the manufacture of bread. Finally, the questionnaire ended with the manufacturing steps of *Khobz Eddar* and the flow diagram.

### **Flow diagram according to household surveys**

The women investigated were aged between 25 and 64 years. The average age was 43.6 years. Of all the women surveyed, 96% make *Khobz Eddar* at home with 4% who buy it.

The results of the household survey showed that 98% of women make *Khobz Eddar* bread with durum wheat semolina against 2% who make it using soft wheat flour. Apart from water, yeast and salt, the totality of women added additional ingredients, namely vegetable oil (mostly sunflower oil) and fresh whole eggs. Water was used at warm temperature (40°C), and was added in two steps, during manual mixing and during kneading. The process of bread making included a resting step of 10 minutes after manual mixing and before kneading. Eggs were added during kneading. At the end, sesame and nigella seeds were added on bread surface.

The flow diagram type that resulted from the household survey of traditional *Khobz Eddar* bread is shown in Figure 1.

### Preparation of bread

The recipe for the bread, according to the results of household surveys, included durum wheat semolina (100 g), salt (2 g), oil (20 ml) and water (40 ml). Water added in bread making was determined by preliminary experiments according to the results of household survey, and accounted for 55 ml for 100 g of semolina,; a part of the amount of water (45 ml) was added in the mixing step and the rest (15 ml) was added during kneading (according to the results of household survey presented in Figure 1).

The dry ingredients were mixed, and yeast (2 g) was added to the remaining mixture with warm water. After mixing, the dough was rested for 10 min at room temperature, then the dough was kneaded for 15 min. During the kneading step, 10 g of beaten whole eggs and the rest of water (15 ml) were added gradually until the dough became soft. After kneading, the dough was rounded and placed in a mould and fermented in a climatic chamber (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Poland) for 45 minutes at 37°C; the surface of dough was spread with egg yolk, sesame and nigella seeds after the fermentation step. The bread loaves were baked in an electric oven (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Poland) at 230°C for 20 minutes.

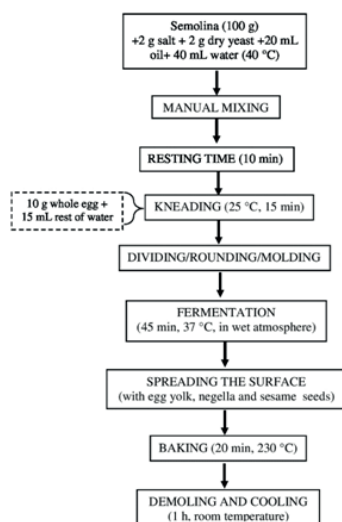


Fig. 1. Established diagram type of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread

### Bread quality evaluation

Bread analyses, carried out one hour after baking (Fig. 2), consisted in the determination of specific volume, TPA analysis, bread moisture and colour of crumb and crust. For each analysis, four loaves of bread were used.



**Fig. 2.** Appearance of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread

### Physical properties

Bread volume was measured by rapeseed displacement according to the AACC Approved Method 10.05 (AACC 2000). Breads were weighed and their specific volume ( $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ ) was calculated by dividing volume by weight. Moisture content was calculated based on ICC 110/1 method (ICC 1996).

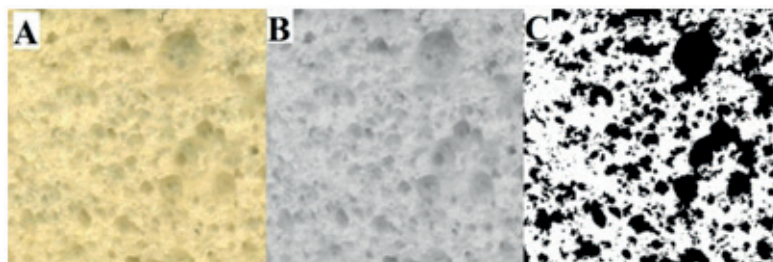
Texture profile analysis (TPA) was performed on the breadcrumb using a texture analyser (ZWICK Z020/TN2S strength tester), the samples (30 x 30 x 20 mm) of bread crumb were compressed twice using a capital equipped with a 30 mm lug until 50% depth at a crosshead speed of 1 mm/s was achieved (Różyło *et al.* 2014, 2015a, 2015b). The parameters recorded were hardness, cohesiveness, springiness and chewiness, obtained from two-bite TPA curves (1 and 2-curves): hardness (peak force 1), springiness (length of the base of area 2/length of the base of the area 1), chewiness (hardness  $\times$  cohesiveness  $\times$  springiness) (Gámbaro *et al.* 2006). The texture tests were performed in four replicates for each loaf.

The colour measurements of bread crumb and crust samples were performed using a 4Wave CR30-16 colorimeter (Planeta, Tychy, Poland) under the following conditions: light: D65; space: *Lab*; diam: 16 mm; style: 8/d. Colour was recorded using CIE-*Lab* uniform colour space, where  $L^*$  indicates lightness. Redness+/greenness- and yellowness+/blueness- were denoted by the  $a^*$  and  $b^*$  values, respectively. Data from three slices per sample were averaged.

### Crumb image analysis

Cellular analysis of bread crumb was performed using Image J software (version 1.43, National Institutes of Health, USA) according to Gonzales-Barron and Butler (2006). Images of the centre of a bread slice (1 cm thickness) were scanned using a flatbed scanner (Epson scan Cx4300). Images were scanned in the presence of scale at 300 dots per inch.

Original scanned images (RGB) were converted to 8 bit format (greyscale) where each pixel in an image has a grayscale intensity in a scale ranging from 0 (black) to 255 (white). Images were adjusted and transformed to binary images in which cells are presented as black holes (Fig. 3).



**Fig. 3.** Crumb structure of *Khobz Eddar* bread showing the different steps of image analysis (image J. 1.43). A: Original image; B: Grey level image; C: Binary image thresholded

Analysis of the binary images allowed to determine the cellular structure of crumb bread. Number of cells and average size were calculated. As reported by Scheuer *et al.* (2015), small cells present an area of  $< 4 \text{ mm}^2$ , medium ( $4\text{-}8 \text{ mm}^2$ ), and large cells are those with an area  $> 8 \text{ mm}^2$ .

#### Sensory analysis

For sensory evaluation, the samples were sliced mechanically (1 cm thick) and divided into eight parts (Matos and Rosell 2012). The panel for sensory evaluation consisted of 52 untrained consumers (23-48 years old, 28 females and 24 males) who were habitual consumers of bread. According to a nine-point hedonic scale (1: dislike extremely, 5: neither like nor dislike, 9: like extremely), the taste, aroma, texture and the overall acceptability of breads were evaluated (Lim *et al.* 2011).

#### Statistical analysis

In this study, means and standard deviations (SD) were calculated using MINITAB (version 13.31, USA) statistical software. Epi Info software version 7 (CDC, USA) was used to analyse the results of the household survey. All of the filled questionnaires were seized. The data were analysed descriptively and analytically. For quantitative variables, the average values and standard deviations were calculated.

## RESULTS AND DISCUSSION

**Physical characteristics of bread**

Bread with good quality is characterised by having sufficient volume, an attractive appearance and well developed crumb. The consumers' acceptance of this product is limited when volume is low, texture is coarse, and staling is fast (Boz and Karaoglu 2013, Dapcevic Hadnadev *et al.* 2014).

Data for the characteristics of obtained breads and breadcrumb are presented in Tables 1 and 2 with standard deviations of the measurement values.

**Volume of bread**

Loaf volume is the most important criterion used for the determination and assessment of bread quality (Różyło and Laskowski 2011, Dogan *et al.* 2012).

Laboratory produced *Khobz Eddar* bread samples, prepared according to the survey results, presented high specific volume ( $3.64 \pm 0.105$ )  $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$  (Table 1).

**Table 1.** Physical characteristics of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread

Parameters	<i>Khobz Eddar</i> bread
Specific volume ( $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ )	3.64±0.030
Hardness (N)	13.15±0.953
Springiness	0.867±0.013
Chewiness (N)	3.700±0.606
Moisture content (%)	26.140±1.606
Colour of bread crumb	
$L^*$	72.66±4.134
$a^*$	0.43±0.026
$b^*$	28.66±0.726
Colour of bread crust	
$L^*$	57.78±0.779
$a^*$	15.03±0.336
$b^*$	40.33±0.446

Note: Values are means  $\pm$  standard deviation

Although durum semolina usually produces a lower loaf volume than bread wheat flours (Sissons 2008), the high specific volume of *Khobz Eddar* could be attributed to the composition of semolina and, above all, to the ingredients (oil and egg) added in *Khobz Eddar* recipe. Orth *et al.* (1988) indicated that semolina from durum wheat generally has a high protein content. Many studies have reported the relation between bread volume and protein content of wheat (Dexter *et al.* 1994, Liu *et al.* 1996, Dogan *et al.* 2012).

Fat increases loaf volume and improves the crumb grain, retention of freshness, and dough handling properties (Pylar 1988).



Eggs and their derivatives are important ingredients in the composition of several types of bread products. In addition to an exceptional nutrient power, they have the ability to retain air, thus forming foams and other soft structures. This ingredient is capable of improving the coherence between starch granules, increasing the stability of the dough. In fact, egg albumins are reported to form a relatively stable aerated foam structure, potentially suitable for stabilising other dough ingredients, including lipids (Pasqualone *et al.* 2010).

#### **Textural parameters of traditional *Khobz Eddar* bread**

Texture profile analysis (TPA) measurements allow to consistently and objectively check the quality of bread (Paciulli *et al.* 2016). Different textural parameters of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread are shown in Table 1.

Data indicated the lowest values of hardness as 13.15 N, chewiness – 3.70 N, while the bread presented the highest value of springiness of 0.867.

Hardness of bread crumb is considered as an important criterion of texture to describe the quality of bread, with consumers desiring soft and flexible crumbs and low hardness (Hager and Arendt 2013). The lowest hardness and chewiness of traditional Algerian bread were probably due to the addition of egg and oil in the recipes and to the highest specific volume of bread.

Springiness is associated with fresh, aerated and elastic product, thus high springiness values are recommended (Matos and Rosell 2012). Values obtained for traditional Algerian bread indicated that this bread presented an acceptable springiness.

#### **Moisture content**

Moisture content is not a wheat-grade determinant but it is important for providing information when storing or processing wheat; bread quality is also affected by moisture content (Sanina *et al.* 1996, Maghirang *et al.* 2006). As can be seen in Table 1, *Khobz Eddar* had an average moisture content of 26.14%. This value of moisture content may be related to the moderate amount of water added for manufacturing in making the bread (55 ml).

#### **Colour of *Khobz Eddar* bread**

Colour of bread is one of the most important indicators of bread quality and it is related to consumer preferences. Maillard reaction and caramelisation are responsible for the appearance of colour when bread is heated (Artan *et al.* 2010). The colour ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ) characteristics of crumb and crust of traditional Algerian bread samples made from semolina are given in Table 1. According to Yi *et al.* (2009), the most desirable crust and crumb colours of bread should be golden brown and creamy white, respectively.

Considering the colour of the crumb (Tab. 1), bread appears clear because the value of  $L^*$  parameters is high – 72.66; the lower  $L^*$  values in the crust of bread – 57.78 – were expected due to Maillard browning and caramelisation. Lightness of ingredients plays an important role in bakery products with regard to consumer preferences (Metzger, 2003).

Regarding  $a^*$  values of crumb colour, the value of 0.43 indicated that the samples had a slight tendency for the red colour, while for crust the samples had a positive high value of 15.03.

The parameter  $b^*$  highlighted yellow crumb, showing a high value of 40.33 in the bread crust and 28.66 in the crumb, which may attributed to the addition of egg in the recipes of the bread.

### Crumb cellular properties

To produce bread with desirable characteristics such as as high loaf volume and uniform crumb, it is important to reach an optimal number and distribution of cells present in the crumb. These cells originate from gas entrained during mixing and their number and size depend on the ability of the dough to retain this gas over long periods, especially during fermentation and oven rising (Wrigley and Bietz 1988, Trinh 2013). The characteristics of crumb structure of bread *Khobz Eddar* are shown in Table 2.

**Table 2.** Crumb cellular structure of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread

Parameter	<i>Khobz Eddar</i> bread
Number of cells	628.5±4.550
Average size (mm <sup>2</sup> )	1.14±0.020
Total cell area (mm <sup>2</sup> )	778.63±1.152

Note: Values are means ± standard deviation.

*Khobz Eddar* bread contained an average of 628.5 cells per 778.63 mm<sup>2</sup> total cell area, with average size of 1.14 mm<sup>2</sup>. These results indicate that *Khobz Eddar* is characterised by a high number of cells of small size. Svec and Hruskova (2004) reported that image analysis characteristics were related to specific volume, a higher total cell number is accompanied by a lower mean cell size.

### Sensory evaluation

Sensory evaluation of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread (Fig. 4) showed the highest values for all attributes, taste, aroma, appearance, texture and overall acceptability near to 9.

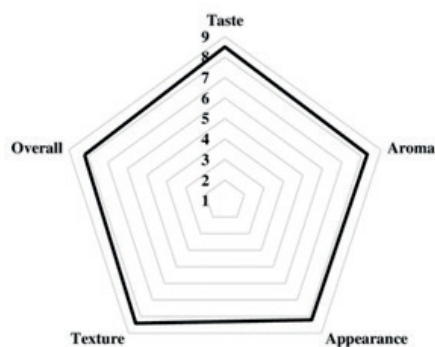


Fig. 4. Sensory profile of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread

All consumers accepted this bread and they found it desirable. The particular recipe of *Khobz Eddar* bread with ingredients such as whole egg and oil probably make this bread to be appreciated by consumers. As reported by Gomez Pallares and Diez Val (2001), the taste of eggs helps to improve the sensory quality of the finished products, and also bread with a high volume is more appreciated by consumers.

#### CONCLUSIONS

This first study allowed us to perform a detailed diagram of traditional Algerian *Khobz Eddar* bread based on the results of a household survey conducted in the town of Constantine (Algeria), involving 50 women.

The results of the household survey showed that *Khobz Eddar* is a bread made by women in house, based in durum wheat semolina, oil and egg, and it is characterised by a high loaf specific volume, low hardness, chewiness but the highest springiness, yellow colour of crumb and brown colour of crust. The results of image analysis may be used to investigate and predict different properties of breads. Image analysis of crumb revealed that *Khobz Eddar* bread contained a high number of small holes, the breads exhibited an aerated and fine crumb structure. Sensory results proved that the bread produced was interesting, and these characteristics may suggest the suitability of durum wheat for making bread with the best quality.

#### REFERENCES

- AACC., 2000. American Association of Cereal Chemists. Approved methods of the AACC (10<sup>th</sup> ed). American Association of Cereal Chemists, St Paul, USA.
- Artan M.Y., Karim R., Chern B.H., Ariffin A.A., Che Man Y., Chin N.L., 2010. The influence of different formulations of palm oil/palm stearin-based shortenings on the quality of white bread. *Middle-East J. Sci. Res.*, 5(6), 469-476.

- Bourekoua H., Benatallah L., Zidoune M.N., Rosell C.M., 2016. Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT-Food Sci. Technol.*, 73, 342-350.
- Boz H., Karaoglu M.M., 2013. Improving the Quality of Whole Wheat Bread by Using Various Plant Origin Materials. *Czech. J. Food Sci.*, 31, 457-466.
- Chiavaro E., Vittadini E., Musci M., Bianchi F., Curti E., 2008. Shelf-life stability of artisanally and industrially produced durum wheat sourdough bread ("Altamura bread"). *LWT-Food Sci. Technol.*, 41, 58-70.
- Dapecevic Hadnadev T., Dokic L., Pojic M., Hadnadev M., Torbica A., Rakita S., 2014. Rheological properties of dough and quality of bread supplemented with emulsifying polysaccharides. *Hem. Ind.*, 68, 99-106.
- Dexter J.E., Preston K.R., Martin D.G., Gander E.J., 1994. The effects of protein content and starch damage on the physical dough properties and bread-making quality of Canadian durum wheat. *J. Cereal Sci.*, 20, 139-151.
- Dogan I. S., Yildiz O., Tasan B., 2012. Determination of the bread-making quality of flours using an automatic bread machine. *Turk. J. Agric. For.*, 36, 608-618.
- Gocmen D., Inkaya A.N., Aydin E., 2009. Flat breads. *Bulg. J. Agric. Sci.*, 15, 298-306.
- Gomez Pallares M., Diez Val A., 2001. Influence of eggs and derivative products on rheological and fermentative properties of doughs. *Industries des Cereales*. ISSN : 0245-4505.
- Gonzales-Barron U., Butler F., 2006. A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of bread-crumbs features by digital image analysis. *J. Food Eng.*, 74, 268-278.
- Guzmán C., Autrique J.E., Mondal S., Singh R.P., Govindan V., Morales-Dorantes A., Posadas-Romano G., Crossa J., Ammar A., Pena R.J., 2016. Response to drought and heat stress on wheat quality, with special emphasis on bread-making quality, in durum wheat. *Field Crops Res.*, 186(1), 157-165.
- Gámbaro A., Gimenez A., Ares G., Gilardi V., 2006. Influence of enzymes on the texture of brown pan bread. *J. Texture Stud.*, 37, 300-314.
- Hager A.S., Arendt E.K., 2013. Influence of hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), xanthan gum and their combination on loaf specific volume, crumb hardness and crumb grain characteristics of gluten free breads based on rice, maize, teff and buckwheat. *Food Hydrocoll.*, 32, 195 -203.
- ICC., 1996. Standard methods of the International Association for Cereal Science and Technology. Austria, Vienna.
- JORA., 1991. Journal Officiel de la République Algérienne. Collections Statistiques n° 692.
- Kezih R., Bekhouche F., Merazka A., 2014. Some traditional Algerian products from durum wheat. *African J. Food Sci.*, 8, 30-34.
- Kneipp J., 2008. Durum wheat production. State of New South Wales through NSW Department of Primary Industries. 16p.
- Lim H.S., Park S.H., Ghafoor K., Hwang S.Y., Park J., 2011. Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. *Food Chem.*, 124(4), 1577-1582.
- Liu C.Y., Shepherd K.W., Rathjen A.J., 1996. Improvement of durum wheat pastamaking and bread-making qualities. *Cereal Chem.*, 73(2), 155-166.
- Maghirang E.B., Lookhart G.L., Bean S.R., Pierce R.O., Xie F., Caley M.S., Wilson J.D., Seabourn B.W., Ram M.S., Park S.H., Chung O.K., Dowell F.E., 2006. Comparison of Quality Characteristics and Breadmaking Functionality of Hard Red Winter and Hard Red Spring Wheat. *Cereal Chem.*, 83, 520-528.

- Matos M.E., Rosell C.M., 2012. Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten free breads. *Eur. Food Res. Technol.*, 235, 107-117.
- Metzger L.E., 2003. Bleached grain and grain products and methods of preparation. U.S. 454 patent 0,082.280 A1.
- Mir S.A., Naik H. R., Shah M. A., Mir M.M., Wani M. H., Bhat M.A., 2014. Indian Flat Breads: A Review. *Food. Nutr. Sci.*, 5, 549-561.
- ONS., 2008. Office national des statistiques (Algeria).
- Orth R.A., Shellenberger J.A., 1988. Origin, production, and utilization of wheat. In: *Wheat Chemistry and Technology*(Ed. Y. Pomeranz). 3<sup>rd</sup> ed. American Association of Cereal Chemists, Inc,1-14.
- Paciulli M., Rinaldi M., Cirlini M., Scazzina F., Chiavaro E., 2016. Chestnut flour addition in commercial gluten-free bread: Ashelf-life study. *LWT-Food Sci. Technol.*, 70, 88-95.
- Pasqualone A., Caponio F., Summo C., Paradiso V.M., Bottega G., Pagani M.A., 2010. Gluten-free bread making trials from cassava (*Manihot esculenta* Crantz) flour and sensory evaluation of the final product. *Int. J. Food Prop.*, 13, 562-573.
- Pasqualone A., Summo C., Bilancia M.T., Caponio F., 2007. Variations of the sensory profile of durum wheat Altamura PDO (Protected Designation of Origin) bread during staling. *J. Food Sci.*, 72, 191-196.
- Pyler E.J., 1988. *Baking Science and Technology*. In: Ed. 1. Kansas City, MO: Sosland Publishing Co. 183-227,300-71,443-87, 581.
- Różyło R., Dziki D., Gawlik-Dziki U., Cacak-Pietrzak G., Miś A., Rudy S., 2015b. Physical properties of gluten-free bread caused by water addition. *Int. Agrophys.*, 29, 353-364.
- Różyło R., Dziki D., Laskowski J., Skonecki S., Łysiak G., Kulig R., Różyło K., 2014. Texture and sensory evaluation of composite wheat-oat bread prepared with novel two-phase method using oat yeast fermented leaven. *J. Texture Stud.*, 45, 235-245.
- Różyło R., Laskowski J., 2011. Predicting Bread Quality (Bread Loaf Volume and Crumb Texture). *Pol. J. Food Nutr. Sci.*, 61, 61-67.
- Różyło R., Rudy S., Krzykowski A., Dziki D., 2015a. Novel application of freeze-dried amaranth sourdough in gluten-free bread production. *J. Food Process Eng.*, 38, 135-143.
- Sanina T., Ponomareva E., Zubchenko A., 1996. Technological methods of reducing the autolytic activity of Podol, 'Skaya' flour. *Khleboprodukty*, 3, 9-18.
- Scheuer P.M., Ferreira J.A.S., Mattidni B., Miranda M.Z., Franciscd A., 2015. Optimization of image analysis techniques for quality assessment of whole-wheat breads made with fat replacer. *Food Sci. Technol, Campinas.*, 35(1), 133-142.
- Sissons M., 2008. Role of durum wheat composition on the quality of pasta and bread. *Food. Global science books. Food*, 2, 75-90.
- Svec I., Hruskova M., 2004. Image Data of Crumb Structure of Bread from Flour of Czech Spring Wheat Cultivars. *Czech J. Food Sci.*, 22, 133-142.
- Torbica A., Hadnayeveva M., Hadnayeve T.D., 2011. Possibility of using durum wheat flour as an improvement agent in bread making process. *Procedia Food Sci.*, 1, 1628-1632.
- Trinh L., 2013. Gas cells in bread dough. A thesis for the degree of Doctor. School of Chemical Engineering and Analytical Science. University of Manchester.
- Wrigley C.W., Bietz J.A., 1988. Proteins and amino acids. In: Pomeranz, Y, (ed). *Wheat Chemistry and Technology* . American Association of Cereal Chemists,165-193.
- Yi J., Johnson J.W., Kerr W.L., 2009. Properties of bread made from frozen dough containing waxy wheat flour. *J. Cereal Sci.*, 50(3), 364-369.

CHLEB Z PSZENICY DURUM: SCHEMAT WYTWARZANIA  
ORAZ CHARAKTERYSTYKA JAKOŚCI TRADYCYJNEGO  
ALGIERSKIEGO CHLEBA *KHOBZ EDDAR*

*Hayat Bourekoua*<sup>1,2</sup>, *Fairouz Djeghim*<sup>1</sup>, *Leila Benatallah*<sup>1</sup>, *Mohammed Nasreddine Zidoune*<sup>1</sup>, *Agnieszka Wójtowicz*<sup>3</sup>, *Grzegorz Łysiak*<sup>2</sup>, *Renata Różyło*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratorium Technologii Żywności i Żywności (LNTA), Instytut Żywności, Technologii Żywności i Rolno-Spożywczych (INATAA), Uniwersytet Braci z Mentouri (Université des Frères Mentouri-Constantine1, Route de Ain El-Bey, 25000, Constantine, Algeria

<sup>2</sup>Katedra Eksploatacji Maszyn Przemysłu Spożywczego, Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie  
ul. Doświadczalna 44, 20-280 Lublin, Polska

<sup>3</sup>Katedra Inżynierii Procesowej, Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie  
ul. Doświadczalna 44, 20-280 Lublin, Polska  
e-mail: renata.rozylo@up.lublin.pl

**Streszczenie.** Celem pracy było określenie właściwości fizycznych, struktury komórkowej oraz cech sensorycznych tradycyjnego algierskiego chleba o nazwie *Khobz Eddar*. Oznaczenia te wykonano po ustaleniu schematu jego produkcji na podstawie badań ankietowych przeprowadzonych w gospodarstwach domowych. W mieście Constantine (Algieria) zrealizowano ankietę obejmującą opinie na podstawie doświadczeń 50 gospodyń domowych. Większość kobiet zgłosiła, że chleb *Khobz Eddar* jest wytwarzany przy użyciu semoliny z pszenicy durum, soli, drożdży, wody, oleju i jaj, posypkę stanowią nasiona czarnuszki i sezamu. Opracowany schemat produkcji wykorzystano do wypieku chleba *Khobz Eddar* w kontrolowanych warunkach w laboratorium. Wyniki oceny jakości uzyskanego chleba wykazały, że miał on objętość na poziomie  $3,64 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ , miękisz charakteryzował się niską twardością i żuwalnością (13,15 i 3,70 N) oraz dużą sprężystością 0,867. Pomiary barwy wykazały jasną barwę miękiszu o wartości  $L^*$  wynoszącej 72,66, natomiast skórka chleba miała barwę brązową, dla której  $L^*$  wynosiła 57,78. Analiza obrazu w tym ocena porowatości miękiszu wykazała liczbę komórek 628,5 mieszczącą się na powierzchni  $778,63 \text{ mm}^2$  z małymi porami ( $1,14 \text{ mm}^2$ ). Wyprodukowany chleb biorąc pod uwagę jego objętość, kolor oraz strukturę miękiszu uznano za akceptowalny i pożądany. Analiza sensoryczna wysoce doceniła walory smakowego chleba *Khobz Eddar*.

**Słowa kluczowe:** pszenica durum, diagram wytwarzania, ankietowe badania gospodarcze, chleb *Khobz Eddar*, jakość chleba

*Panification sans gluten et obtention de pains  
« khobz eddar » basés sur une formule céréales-  
légumes secs améliorés par des farines traitées  
hydro-thermiquement*

## **2. Panification sans gluten et obtention de pains type « *khobz-eddar* » basés sur une formule céréales – légumes secs améliorés par des farines traitées hydro-thermiquement**

### **Préambule**

Pour la fabrication des pains sans gluten type « *khobz eddar* », deux formules ont été choisies basées sur la supplémentation céréales/légumes sec. Des recherches approfondies ont été menées sur le pain sans gluten, impliquant diverses approches, comme l'utilisation de différentes céréales sans gluten tels que le riz et le maïs (Matos et Rosell, 2012). D'autres ingrédients sans gluten tels que les graines de légumineuses (Arendt et Dal Bello, 2008, Matos et Rosell, 2015) ont également été testées, les suppléments céréales-légumes secs ont été étudiées (Benatallah *et al.*, 2012 ; Martínez et Gómez, 2016).

Différents améliorants ont été utilisés pour rehausser la qualité des pains sans gluten. A titre d'exemple, les traitements hydro-thermiques qui donnent des farines pré-gélatinisées ou totalement gélatinisées. Les amidons pré-gélatinisés obtenus par chauffage en présence d'eau sont largement utilisés pour leurs propriétés technologiques telles que la viscosité élevée et la texture lisse (Lai, 2001). Par exemple, la farine gélatinisée de riz a été mise en œuvre comme ingrédient pour améliorer la texture (Chiang et Johnson, 1976). Tsai *et al.* (2012) ont confirmé que l'ajout de bouillie de riz améliorerait la qualité du pain cuit au four et favorisait une texture moelleuse.

Par ailleurs, malgré les études faites sur ces amidons traités hydro-thermiquement (Cham et Suwannaporn, 2010 ; Shibata *et al.*, 2011 ; Tsai *et al.*, 2012 ; Pandey *et al.*, 2015), il existe des informations limitées sur l'utilisation de ces amidons en tant qu'agents structurants, nécessaires pour obtenir les pains sans gluten.

Le but de cet article était d'évaluer le potentiel du traitement hydro thermique de la farine de riz et de la farine de maïs pour obtenir des farines pré-gélatinisées en vue de fabriquer des pains sans gluten à base de la semoule de riz ou de maïs additionnées de la semoule de la fève. L'étude a été réalisée à l'aide de la méthodologie des surfaces de réponses pour définir les niveaux d'eau et de farines pré-gélatinisées (riz ou maïs) nécessaires pour obtenir des pains sans gluten de meilleure qualité, sur la base du procédé traditionnel de panification type « *khobz eddar* ».

En conclusion de ce travail, les pains type « *khobz eddar* » sans gluten ont été fabriqués avec succès avec deux types de formule : riz/fève et maïs/fève (Publication 02). De



farines de riz et de maïs traitées hydro-thermiquement ont été utilisées comme améliorant en panification sans gluten pour le pain type « *khobz eddar* » au niveau de cette étude. Les pains sans gluten à base des améliorants ont montré de meilleurs volumes, textures et structures alvéolaires comparativement avec ceux sans gluten et sans améliorants. La formule maïs /féverole a donnée les meilleurs résultats sur le plan technologique, par rapport à la formule riz/féverole mais l'analyse sensorielle a révélé que les consommateurs préfèrent les pains sans gluten à base de riz. Ainsi, les améliorations recherchés et envisagés dans cette investigation sont autant nécessaires pour toutes les formules mais la quantité de travail demandée impose la sélection d'une seule formule qu'on a faite sur la base de cette constatation et qui est la formule riz/féverole pour tout ce qui suit dans ce travail de thèse.

## **Publication 02.**

### **Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours**

Hayat Bourekoua, Leila Benatallah, Mohammed Nasreddine Zidoune, Cristina M. Rosell

Publié dans LWT- Food Science and Technology (2016).

#### **Résumé**

L'impact du traitement hydro-thermique sur la farine de riz et de maïs et leur potentiel en tant qu'améliorants de panification sans gluten a été testé. Le traitement hydro-thermique des farines a été effectué en suspendant les farines dans l'eau avec un rapport de 5/1 (v/p) et chauffé jusqu'à 65°C. La semoule de maïs ou de riz complétée par la semoule de la féverole dans un rapport de 2/1 (p/p) a été utilisée pour l'obtention des pains sans gluten. Deux plans d'expérience composites centraux avec deux facteurs : l'eau d'hydratation ( $X_1$ ,  $X'_1$ ) et la quantité de riz ou de maïs traité par traitement hydro-thermique ( $X_2$ ,  $X'_2$ ) ont été utilisés. Des analyses technologiques de pains (volume spécifique, humidité finale, texture des mies et rapport de forme H/ L) ont été effectuées pour évaluer l'impact des facteurs expérimentaux. Les résultats ont montré que le traitement hydro-thermique de riz ou de maïs a affecté dans des mesures différentes les propriétés des pains sans gluten, en augmentant le volume spécifique de pains et le rapport de forme H/L, et en diminuant la dureté et la masticabilité des deux types de pains. La formulation optimale pour le pain de la formule riz/féverole contenait 7,59 g de farine de riz traitée et 96,66 g/100 g d'eau, et pour le pain de maïs/féverole, l'optimum comprenait 4,73 g de maïs traité et 78,81 g/100 g d'eau. Les pains optimisés ont été jugés acceptables selon la couleur et la texture.

**Mots clés** : panification, sans gluten, traitement hydro-thermique, riz, maïs.



# Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours



Hayat Bourekoua<sup>a, b</sup>, Leila Benatallah<sup>b</sup>, Mohammed Nasreddine Zidoune<sup>b</sup>,  
Cristina M. Rosell<sup>a, \*</sup>

<sup>a</sup> Institute of Agrochemistry and Food Technology (IATA/CSIC), Avenida Agustin Escardino 7, Paterna, 46980 Valencia, Spain

<sup>b</sup> Institute of Nutrition, Food and Agrofood Technology (I.N.A.T.A.A.), University of Brother Mentouri, Constantine, Algeria

## ARTICLE INFO

### Article history:

Received 4 April 2016

Received in revised form

12 June 2016

Accepted 13 June 2016

Available online 14 June 2016

### Keywords:

Breadmaking

Gluten free

Hydrothermal treatment

Rice

Corn

## ABSTRACT

The impact of hydrothermal treatment of rice and corn flours on their potential as gluten free bakery improvers was tested. Hydrothermal treatment of flours was carried out by suspending flours in water on the basis of 5/1 (w/w) and heated until 65 °C. Corn or rice semolina supplemented by field bean semolina in ratio of 2/1 (w/w) were used for obtaining protein enriched gluten free breads, where improvers functionality was tested. Two central composite designs involving water hydration levels ( $X_1$ ,  $X'_1$ ) and the level of hydrothermally treated rice or corn flours ( $X_2$ ,  $X'_2$ ) were used. Instrumental analyses of breads (specific volume, moisture content, crumb texture and height/width ratio) were carried out to assess the impact of experimental factors. Results showed that hydrothermal treatment of rice or corn flours affected in different extent the bread properties, increasing the specific volume of breads and H/W ratio, and decreasing the hardness and chewiness of both types of breads.

The optimum formulation for rice/field bean bread contained 7.59 g/100 g treated rice flour and 96.66 g/100 g water, and for corn/field bean bread the optimum included 4.73 g/100 g treated corn and 78.81 g/100 g water. Optimized breads were found acceptable according to color and texture structure.

© 2016 Published by Elsevier Ltd.

## 1. Introduction

Gluten is the main structure-forming protein in flour, because resulting dough presents high elastic characteristics and it contributes to the appearance and crumb structure of many baked products (Gallagher, Gormley, & Arendt, 2004). Nevertheless, when pathologies require the removal of gluten from the diet, the replacement of gluten presents a major technological challenge. In recent years there has been extensive research for the development of gluten free bread, involving diverse approaches, like the use of different starches (maize, potato, cassava or rice), dairy products, gums and hydrocolloids, emulsifiers, other non-gluten proteins and prebiotics, as alternatives to gluten, to improve the structure, mouth feel, acceptability and shelf-life of gluten free bakery products (Matos & Rosell, 2012). Other gluten free ingredients such as

leguminous seeds, buckwheat, potato and sorghum flours (Arendt & Dal Bello, 2008; Matos & Rosell, 2015) have been also investigated.

Nevertheless, some autochthonous products offer great opportunities to develop high quality gluten free products, like breads. Studies on celiac disease in Algeria report that adherence to gluten free diet is poor and not easy for concerned population, with the subsequent negative effects on nutritional and health status of patients (Boukezzoula & Zidoune, 2014). One way to improve that status is to find or to develop gluten free products resembling the traditional products on the Algerian market, like *Khobz eddar*. This is the traditional bread made from durum wheat semolina and characterized by a crispy crust and a soft crumb.

Pre-gelatinized starches obtained by heating in the presence of water, are used widely for their technological properties such as solubility in hot or cold water, high viscosity and smooth texture and can be used in food processing whenever thickening is required (Lai, 2001). For instance, in cereal porridge, gelatinized flour was used as ingredient to improve texture (Chiang & Johnson, 1976). Despite the extended use in soups and creams, scarce information has been reported on bakery products. Tsai et al. (2012) confirmed

Abbreviations: RFBS, Rice/Field Bean Semolina; CFBS, Corn/Field Bean Semolina; H/W ratio, Height/Width ratio.

\* Corresponding author.

E-mail addresses: [bourekoua.h@hotmail.fr](mailto:bourekoua.h@hotmail.fr) (H. Bourekoua), [rosell@iata.csic.es](mailto:rosell@iata.csic.es) (C.M. Rosell).

that the addition of rice porridge improved the quality of baked bread promoting soft crumb texture. Even later on, Hesso, Loisel, Chevallier, and Le-Bail (2014) proposed the use of pregelatinized starches for delaying the staling of cakes. Despite the previous use of those starches as antistaling, there is limited information about the use of those starches as structuring agents, which are required to obtain gluten free bread.

The aim of this study was to evaluate the potential of hydrothermal treatment of rice and corn flour to obtain pregelatinized slurries for manufacturing gluten free bread based on rice or corn semolina supplemented with field bean semolina. The study was carried out following a RSM (Response surface methodology) to define the levels of water and pregelatinized slurries (rice or corn), based on a traditional Algerian breadmaking process.

## 2. Materials and methods

### 2.1. Materials

Rice (*Oryza sativa*) (Basmati, Thailand) was grinded using a stone mill grinder until obtaining semolina (200–500  $\mu\text{m}$  particle size) or flour (lower than 200  $\mu\text{m}$  particle size). Rice semolina and flour had 10.30% moisture, 0.04% ash, 0.21% lipid and 10.73% protein content. Corn (*Zea mays*) semolina (>300  $\mu\text{m}$  particle size) or flour (<300  $\mu\text{m}$  particle size) were provided by DACSA (Valencia, Spain), containing 13.69% moisture, 0.33% ash and 7.50% protein. Field bean semolina (*Vicia faba*) (10% moisture, 0.08% ash, 1.08% lipid, 30.01% protein) was obtained after grinding the hulled bean seeds purchased from Alamir Company (Albehera, Egypt).

Instant dry yeast (Saf-instant) was donated by Lessafre Iberica (Valladolid, Spain). Egg powder was purchased from EPSA company (Valencia, Spain). Salt and sunflower oil were acquired in local market.

### 2.2. Hydrothermal treatment

#### 2.2.1. Preparation of treated rice and treated corn

Hydrothermally treated rice or corn was prepared according to TangZhong method (Yvonne, 2007): the treatment was done by suspending flours (rice or corn) in cold distilled water ( $21 \pm 1$  °C) at the ratio of 1/5 (w/w). Slurries kept thoroughly stirred were heated until the inner temperature reaches 65 °C; it took about 6–7 min for corn and 8–9 min for rice to reach that temperature. After cooling down at room temperature for 1 h, slurries were kept for 24 h at 4 °C and used as bread ingredients to improve the breadmaking.

#### 2.2.2. Pasting properties

Pasting properties of hydrothermally treated slurries were determined after 1 h of cooling at room temperature and after 24 h storage at 4 °C. Previously prepared slurries (30 g) were weighed into the aluminum canisters and analyzed using a rapid visco analyzer (RVA) (RVA 4500, Perten Instruments SA, Stockholm, Sweden) by following ICC standard method No 162 (ICC., 1996). Peak viscosity, through, breakdown, final viscosity, setback (difference between final viscosity and peak viscosity) and onset temperature were recorded by Thermocline software (Perten Instruments SA, Stockholm, Sweden). Three replicates were carried out per sample.

### 2.3. Experimental design

Two central composite designs with 2 factors each were employed to determine the effect of water ( $X_1$  for RFBS,  $X'_1$  for CFBS) and the amount of hydrothermally treated slurries ( $X_2$ :

treated rice for RFBS,  $X'_2$ : treated corn for CFBS) on rheological and technological properties of breads followed by optimization of the process using surface response methodology.

Factorial section was a  $2^2$  test; the star section included four tests. Five replicates center-points were also added, for a total of  $2^2 + 2^2 + 5 = 13$  runs for each type of bread (Table 1).

For each response variable, model selection appeared to be quadratic; the significance level was set at 0.05. Responses of each variable were subjected to statistical analysis in order to define the optima points for breadmaking recipe using the desirability function approach (DFA). The desirability function approach is a multi-criteria optimization method useful to find the best compromise between several responses.  $D = (d_1 \times d_2 \times d_3 \dots \dots \times d_n)^{1/n}$  where  $d_i$  are the desirability indices for each response ( $d_i = 0$  least desirable;  $d_i = 1$  most desirable) and  $n$  is the number of responses in the measure (Simurina et al., 2012).

### 2.4. Bread making process

Rice/field bean semolina (RFBS) and corn/field bean semolina (CFBS), in a ratio of 2/1 (w/w) cereal/field bean semolina, were the two gluten free recipes studied, aiming to offer a better nutritional balance in amino-acids (Benatallah, Zidoune, & Michon, 2012; Storck et al., 2013). The hydration range applied in the experimental design was determined for each formula by preliminary experiments (55–110% for rice breads and 51–105% for corn breads). The levels of hydrothermally treated slurries were fixed up to 14.75% or 13.8%, for rice or corn breads, respectively. Hydration and hydrothermally treated slurries percentages are expressed based on the semolinas blend basis.

The basic bread recipe consisted of: 666 g of rice or corn semolina, 333 g of field bean semolina, 20 g of salt, 20 g of instant dry yeast, 20 g powder egg, 200 ml of sunflower oil and the amount of water defined in the experimental design (Table 1). The making procedure involved manual premixing of dry ingredients, with exception of powder egg and then water was added. When hydrothermally treated slurries were added, the corresponding amount of rice or corn semolina and water were replaced. It must be kept in mind that slurries contained flour/water at the ratio of 1/5 (w/w). The mixture was left to rest for 10 min, then the powder egg and the rest of water were added and manually mixed for 10 min and sunflower oil was added and mixed for additional 5 min. The resulting dough was divided in lumps (100 g) and put into mold and proofed for 45 min at 37 °C in a fermentation cabinet (Salva Industrial S.A., Lezo, Guipuzcoa, Spain). The baking tests were carried out at 165 °C for 25 min into an electric oven (Salva Industrial S.A., Lezo, Guipuzcoa, Spain).

### 2.5. Bread quality evaluation

Bread characterization after one hour post-baking consisted of specific volume, crumb texture profile analysis, height/width ratio and bread moisture.

Volume was determined by the rapeseed displacement method according to the AACC Approved Method 10.05. (AACC., 2000); specific volume ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) of an individual loaf was calculated by dividing volume by weight. Moisture content was calculated based on ICC 110/1 method (ICC., 1996).

Height/width ratio was measured by capturing the image of the central slice with an HP Scanjet G 3110 scanner in the presence of scale.

Texture profile analysis (TPA) was evaluated on the breadcrumb using a texture analyzer (TA-XT plus, StableMicro Systems Ltd., Godalming, UK), using two bread slices of 1-cm-thickness, which underwent a double compression test up to 50% strain (penetration

**Table 1**  
Factors, levels and code values used in the two Central Composite Designs (CCD1, CCD2) for rice bread and corn breads, respectively.

Run	Code values		Real values			
	Hydration (ml) X1	Treated flour (g) X2	CCD 1		CCD2	
			Hydration X1 (ml)	Treated rice X2 (g)	Hydration X'1 (ml)	Treated corn X'2 (g)
1	1.41421	0	110	7.375	105	6.9
2	-1.41421	0	55	7.375	51	6.9
3	0	1.41421	82.5	14.75	78	13.8
4	-1	1	63.055	12.589	58.908	11.779
5	1	-1	101.945	2.160	97.092	2.021
6	1	1	101.945	12.589	97.092	11.779
7	-1	-1	63.055	2.160	58.908	2.021
8	0	-1.41421	82.5	0	78	0
9	0	0	82.5	7.375	78	6.9
10	0	0	82.5	7.375	78	6.9
11	0	0	82.5	7.375	78	6.9
12	0	0	82.5	7.375	78	6.9
13	0	0	82.5	7.375	78	6.9

of its original height) at a cross head speed of 1 mm/s and a 30 s gap between compressions, with a cylindrical stainless steel probe P/25 (25 mm diameter) (Rosell, Santos, Sanz-Penella, & Haros, 2009). The parameters recorded were hardness, cohesiveness, springiness and chewiness.

The color of the crumb samples was measured at three different locations by using a Minolta colorimeter (Chroma meter CR-400/410, Konica Minolta, Tokyo, Japan) after standardization with a white calibration plate ( $L^* = 96.9$ ,  $a^* = -0.04$ ,  $b^* = 1.84$ ). The color was recorded using CIE- $L^*a^*b^*$  uniform color space, where  $L^*$  indicates lightness,  $a^*$  indicates hue on a green (-) to red (+) axis, and  $b^*$  indicates hue on a blue (-) to yellow (+) axis (Matos & Rosell, 2013). Data from three slices per sample were averaged.

High resolution images (600 ppi) of the bread slices 10 mm thick were captured by HP Scanjet G 3110 scanner. Crumb cell analysis of breads was performed by Image J software according to Gonzales-Barron and Butler (2006) in the optimized breads. Number of cells, average cells area, and average diameter were calculated. Values were the mean of four replicates.

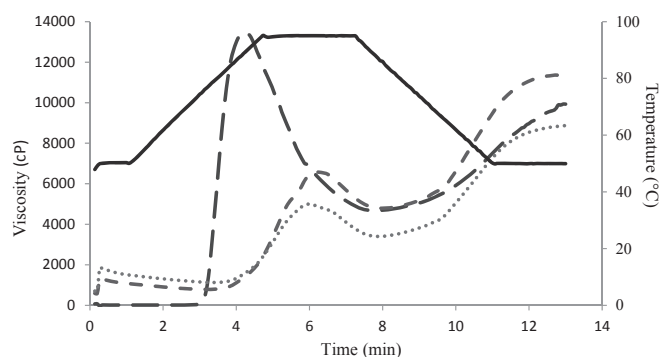
## 2.6. Statistical analysis

Multiple regression analysis was performed to fit second order model to dependent variables by using Minitab Release 16 (Minitab Inc., State College PA, USA). The models were used to determine responses surfaces in Statistica 10 (Stat soft, France). One way analysis of variance (ANOVA) was applied to compare the effect of water (X1, X'1) and treated flours (X2, X'2) on the dependent variables (Y, Y'). A coefficient of determination ( $R^2$ ) was computed and the adequacy of models was tested by separating the residual sum of squares into pure error and lack-of-fit. Optimization was performed with Minitab Release 16 (Minitab Inc., State College PA, USA).

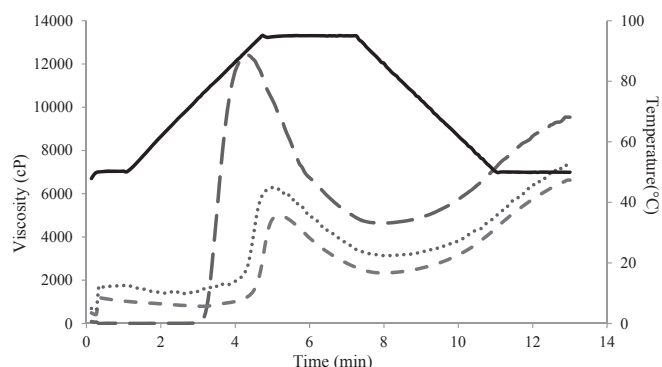
## 3. Results and discussion

### 3.1. Pasting performance of hydrothermally treated slurries

Rice and corn flours were submitted to hydrothermal treatment to modify their functionality looking for obtaining bakery improvers. After hydrothermally treatment, rice and corn flours were stored for one and 24 h and the pasting profile of those treated flours were compared with the native ones to check the impact of the thermal treatment on starch gelatinization (Figs. 1 and 2). Significant differences were observed among the pasting profiles of the flours before and after treatment. The RVA profile confirmed



**Fig. 1.** RVA profiles of rice flour, hydrothermally treated rice flour after 1 h and after 24 h storage. Legend: (—): temperature profile; (— —) rice flour; (— —) treated rice 1 h; (...) treated rice 24 h.



**Fig. 2.** RVA profiles of corn flour, treated corn after 1 h and pre-gelatinized corn after 24 h. Legend: (—): temperature profile; (— —) rice flour; (— —) treated rice 1 h; (...) treated rice 24 h.

that hydrothermal treatment partially gelatinized the starch, increasing the initial viscosity of the flours (1800 cP and 2000 cP for rice and corn treated flours, respectively) and decreasing the viscosity during heating. The high initial viscosity for the pre-gelatinized rice and corn was attributed to the disruption of the molecular order within the starch granules during the treatment, resulting in the loss of granule integrity and destruction of starch crystallinity (Martí, Caramanico, Bottega, & Pagani, 2013). Besides the reduction in the maximum viscosity during heating, a shift in the onset pasting temperature was observed due to higher

temperature was required to gelatinize the remaining intact starch granules. Nevertheless, differences were observed depending on the flours source, rice (Fig. 1) or corn (Fig. 2), since botanical origin is responsible of morphological, thermal and rheological properties of starches (reviewed by Singh, Singh, Kaur, Sodhi, & Gill, 2003). Rice flour after treatment showed a significant reduction in the maximum viscosity during heating, but the trend changed during cooling, whose viscosity was higher than in the native flour. During cooling rapid reorganization of the amylose chains is produced increasing the viscosity of the flour (Rosell, Collar, & Haros, 2007). It seems that the structure disorder promoted by the thermal treatment favored the amylose released, which was rapidly enabled to reorganize during cooling. It must be stressed that the degree of granule disintegration in rice is greatly dependent on the amount of amylose, particularly low amylose starch granules are weak and fragile whereas high amylose rice starch is strong and rigid (Sandhya Rani & Bhattacharya, 1995), leading to higher viscosities during heating and cooling (Klug Tavares, Zanatta, Zavareze, Helbig, & Guerra Dias, 2010). The storage of the thermally treated rice flour during 24 h induced a reduction in the viscosity obtained during heating and cooling. In opposition, thermal treatment of corn flour induced a decrease in the viscosity during the heating and cooling stages compared to the native flour. Moreover, the storage of the treated flour resulted in an increase of the viscosity along the temperature gradient likely due to the progress of starch retrogradation during the post-treatment storage. It must be remarked that the staling kinetics is dependent on the starch source, thus differences must be ascribed to the nature of rice or corn starches (Jane et al., 1999).

The two profiles revealed that the treated rice achieved higher final viscosity (about 9000 cP to 12,000 cP) than those of corn (6000–7000 cP) at the end of RVA measurement. Therefore, depending on the extend of the hydrothermal treatment would be possible to obtain different degree of gelatinization and in consequence different level of viscosity, which would be useful for obtaining gluten free bread.

### 3.2. Improving effect on *khobz eddar* gluten free breads quality

#### 3.2.1. Model fitting

The analysis of variance induced by the hydration level and the amount of treated flours on the quality parameters of rice/field bean semolina and corn/field bean semolina breads is shown in Tables 2 and 3. The statistical analysis indicated that the fitting models were adequate because they gave satisfactory values of the  $R^2$  (higher for corn breads) for all the responses and model significance. Results showed that the lack-of-fit test was significant for the specific volume, hardness, chewiness and moisture content for experimental design 1 (Table 2), whereas it was significant for the specific volume, hardness, cohesiveness and chewiness for experimental design 2 (Table 3). This can be attributed to the very large experimental region covered in which all appropriate functions of

independent variables were not included. However, when large amounts of data were included in the analysis, a model with a significant lack of fit could still be used (Phatcharee, Pitiporn, & Manop, 2014). In the case of gluten free breads this model was really convenient due to their large variability derived from their complex formulations (Matos & Rosell, 2011), and it is always more convenient to extend the range of analysis than to carry out the experimental design within narrow limits to give more robust information.

#### 3.2.2. Gluten free bread quality characteristics

The effect of different concentrations of water and treated rice or corn on the response surface graphs for specific volume and height/width ratio of RFBS bread and CFBS is shown in Figs. 3 and 4, respectively. For RFBS breads, the specific volume varied from 1.50 to 2.35 cm<sup>3</sup>/g, showing a positive effect of increasing water content and treated rice, although in the later a quadratic effect was observed with a maximum value of 2.35 cm<sup>3</sup>/g against 1.70 cm<sup>3</sup>/g for the bread without treated flour.

The specific volume of CFBS bread ranged from 1.40 to 2.90 cm<sup>3</sup>/g (Fig. 4), indicating that a higher specific volume can be obtained with corn in comparison to rice. The response surface (Fig. 4) again showed a positive effect of water hydration and treated flour on specific volume, although the water effect was less pronounced than that was observed in rice bread. Many authors confirmed the dependence of gluten free bread volume with water amount and indicated also its dependence on the type of raw material (Marco & Rosell, 2008; Schoenlechner, Mandala, Kiskini, Kostaropoulos, & Berghofer, 2010). A quadratic effect of the amount of treated corn rice was observed, with a maximum when 5 g of treated corn were present. Therefore, hydrothermally treated slurries, which have partially gelatinized starch, improved the specific volume of gluten free rice or corn based *khobz eddar*. Presumably, the higher initial viscosity induced by treated flours favor the entrapment of air bubbles in the dough structure, and it is even enough to hold the gas pressure during expansion at the early stage of baking (Shibata et al., 2011). In order to achieve a good bread volume, the dough should have enough strength to develop and maintain the cells gas and gelatinized starch must be able to withstand the rapid expansion of cells during the initial phase of the cooking (Pongjaruvat, Methacanon, Seetapan, Fuongfuchat, & Gamonpilas, 2014).

Response surface of height/width ratio for RFBS indicated that it varied from 0.61 to 0.82 with the most significant effect observed with the amount of water. A significant different response was observed for CFBS breads, in which a quadratic effect was observed for the water hydration and the amount of treated corn flour. For CFBS the H/W ratio ranged from 0.63 to 0.81 obtaining the optimum at 75–105 ml of water and 3.0–13.8 g of treated corn flour. Taking into account that breads were baked in molds, the H/W ratio gave information about the oven rise and thus the holding ability of the dough structure during baking.

**Table 2**

Analysis of variance (ANOVA) test tracing parameters for the response surfaces formula of rice/field bean breads.

Source	Sequential sum of squares						
	Specific volume (cm <sup>3</sup> /g)	Texture parameters				H/W ratio	Moisture content (%)
		Hardness (g)	Springiness	Cohesiveness	Chewiness (g)		
Lack of fit	0.040*	0.019*	0.072	0.804	0.000*	0.597	0.020*
Pure error	0.017954	400,591	0.013233	0.028575	529	0.001887	3.032
F	7.52 <sup>NS</sup>	11,69 <sup>NS</sup>	5.21 <sup>NS</sup>	0.33 <sup>NS</sup>	3078.51 <sup>NS</sup>	0.70 <sup>NS</sup>	11.35 <sup>NS</sup>
R-Sq (%)	71.67	67.67	67.05	81.33	71.39	86.20	78.50

H/W: Height/Width ratio; F: variance Fisher–Snedecor; <sup>NS</sup>: not significant ( $P > 0.05$ ); \*: Significant at  $P \leq 0.05$ .

**Table 3**  
Analysis of variance test tracing parameters response surfaces formula corn/field bean.

Source	Sequential sum of squares						H/W ratio	Moisture content (%)
	Specific volume (cm <sup>3</sup> /g)	Texture parameters						
		Hardness (g)	Springiness	Cohesiveness	Chewiness (g)			
Lack of fit	0.008*	0.000*	0.061	0.449*	0.010*	0.173	0.182	
Pure error	0.02507	98.78	0.000106	0.001803	308.8	0.001073	1.251	
F	19.26 <sup>*NS</sup>	23.2 <sup>*NS</sup>	5.81 <sup>*NS</sup>	1.09 <sup>*NS</sup>	16.94 <sup>*NS</sup>	2.79 <sup>*NS</sup>	2.69 <sup>*NS</sup>	
R-Sq (%)	74.90	96.38	71.82	91.78	89.37	75.47	97.41	

H/W: Height/Width ratio; F: Fisher—Snedecor variance; \*NS: not significant ( $P > 0.05$ ); \*: Significant at  $P \leq 0.05$ .

Hardness is one of the most important quality characteristic of bread texture, with consumers desiring soft and flexible crumbs and low hardness (Hager & Arendt, 2013). The response surface for RFBS breads showed a quadratic effect of both factor, with a minimum hardness located in the interval 7 g–10 g of treated rice and 85 ml–98 ml of water per 100 g semolina blends (Fig. 3). The same response, although less pronounced, was obtained with the CFBS breads (Fig. 4) and lower hardness was obtained within the range 1.8 g–13.8 g of treated corn and 76 ml–110 ml of water. Shibata et al. (2011) also reported higher dough expansion and softer texture when added gelatinized rice flour or rice porridge to wheat bread.

Regarding chewiness (Figs. 3 and 4), different effect was observed in the rice and corn breads. Water content and treated rice amount promoted quadratic negative effects on the chewiness of rice breads, with minimum values when containing 5 g–12 g of treated rice and 80 ml–100 ml of water per 100 g semolina blends, indicating easy chewing of the breads. For CFBS bread chewiness, a deep decrease was observed when increasing water, and a smoother decrease was induced by the addition of treated corn. Therefore, the use of rice or corn semolina as ingredients obligated to adapt recipes and even the addition of pregelatinized flours confers different characteristics.

The opposite effect was induced by water hydration and treated flour amount on springiness in rice and corn based breads, being in both cases a quadratic effect. It must be remarked that springiness is associated to fresh, aerated and elastic product, thus high springiness values are recommended (Matos & Rosell, 2012). Values obtained in rice and corn breads fall within the springiness values (0.76–1.00) found for gluten free breads (Matos & Rosell, 2012). Cohesiveness reflects the ability of a material to be deformed before breaking down; in breads high cohesiveness is desirable indicating the bolus formation during mastication without crumbling. Water content and the amount of treated flour induced a quadratic negative effect on the rice and corn bread cohesiveness; with the exception of the positive effect promoted by treated corn flour on CFBS bread (Figs. 3 and 4).

Generally, the hydrothermally treated cereal flours improved the quality of gluten free bread, because the partial gelatinization of starch increased the dough consistency and likely the entrapment of gas during mixing and baking. Similarly, Tsai et al. (2012) reported that the addition of rice porridge improved the texture of wheat bread, which was ascribed to the gelatinization of rice starch granules. In addition, results showed the fundamental role of water hydration in the quality of the resulting gluten free breads, and in particular these gluten free *khobz eddar* breads, based on rice or corn semolina. The moisture content of the breads varied from 30 to 45%, which agree with previous results in commercial gluten free breads (Matos & Rosell, 2012). Gluten free breads usually show high moisture content due to the importance of hydrating the dough. In fact, the response surface obtained with RFBS and CFBS breads showed the increase moisture content of breads when increasing

water hydration. For CFBS bread the moisture content ranged from 30 to 45% and presented a linear rise with increasing water and it was independent on the quantity of treated corn.

### 3.2.3. Optima gluten free breads

From the results obtained in the experimental design, optimized recipes for rice and corn based gluten free breads were developed with the aim to maximize specific volume, H/W ratio and minimize hardness, chewiness and moisture content. Fig. 5 showed the cross-section of the bread slices compared to the references ones without treated flours.

The selection of improver content and water concentration was fundamental for obtaining the two gluten free breads with the best quality characteristics and they were obtained by applying the desirability function. The optima concentrations were 7.59 g/100 g (semolina blends basis) of rice improver and 96.66 g water/100 g semolina blends for the rice formula, with a desirability value of 0.747. At these concentrations of improver and water, maximum specific volume and best textural parameters were obtained compared to the bread without improver. For corn based bread, 4.73 g of corn improver and 78.81 g of water (based on semolina blend) were obtained with a desirability value of 0.627. These concentrations of corn improver and water allowed obtaining a bread with maximum specific volume and minimum hardness and chewiness comparing bread without improver.

The specific volume of the two gluten-free breads, textural properties (hardness, chewiness, springiness and cohesiveness), H/W ratio and moisture content, besides the color and crumb image analysis of the selected gluten free breads are described in Table 4. Optimization of gluten free breads based on rice or corn gave different quality characteristics. Specific volume of corn bread was higher than that of rice bread, which also led to softer crumbs when using corn semolina. The estimated values of specific volume in optimally formulated bread were 2.24 cm<sup>3</sup>/g for RFBS bread and 2.60 cm<sup>3</sup>/g for CFBS bread. H/W ratio for RFBS is 0.79 and for CFBS is 0.85. Bread containing treated corn presented higher specific volume and H/W ratio than bread containing treated rice, which might be related to the pasting properties of the improvers derived from rice or corn flour. Both breads presented the best textural parameters. For RFBS bread, it was obtained lower hardness and chewiness (566 g, 217) than its counterpart without treated rice (2604 g, 1314). For CFBS optimized bread, (435 g, 298) hardness and chewiness improved compared to the reference bread (495 g hardness and 330 chewiness).

The color of the breads was related to the color of the corresponding semolina, being in the case of CFBS higher  $b^*$  due to the yellowish color derived from corn semolina. No differences were observed in lightness ( $L^*$ ). Lightness of ingredients plays an important role in bakery products due to consumer preferences. In fact, numerous efforts have been devoted to lighten the color of the grains and grains products (Metzger, 2003). The hue green ( $-a^*$ ) varied from 0.55 for RFBS to 1.74 for CFBS.

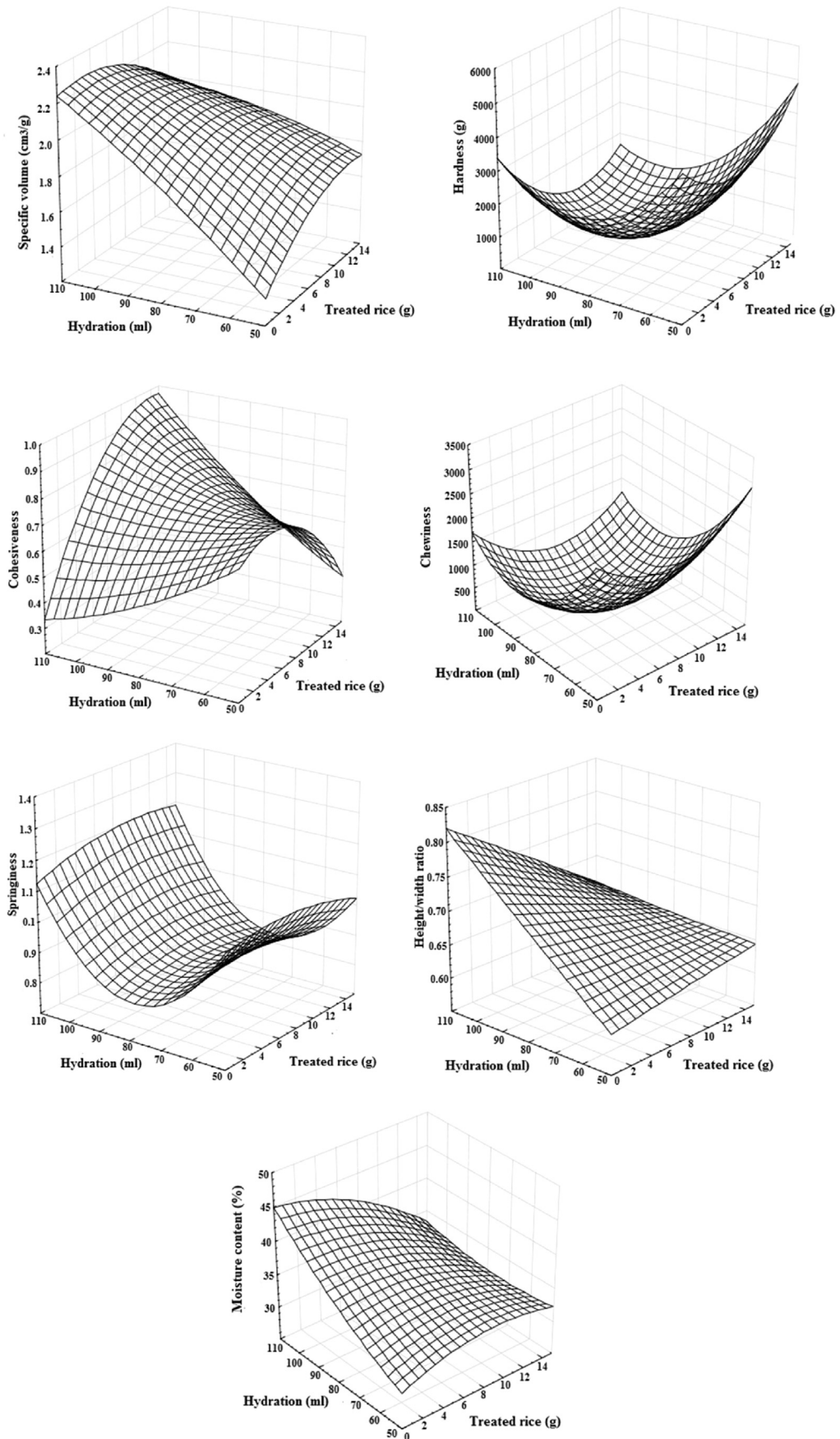


Fig. 3. Responses surfaces of experimental design for rice/field bean semolina (RFBS) bread.



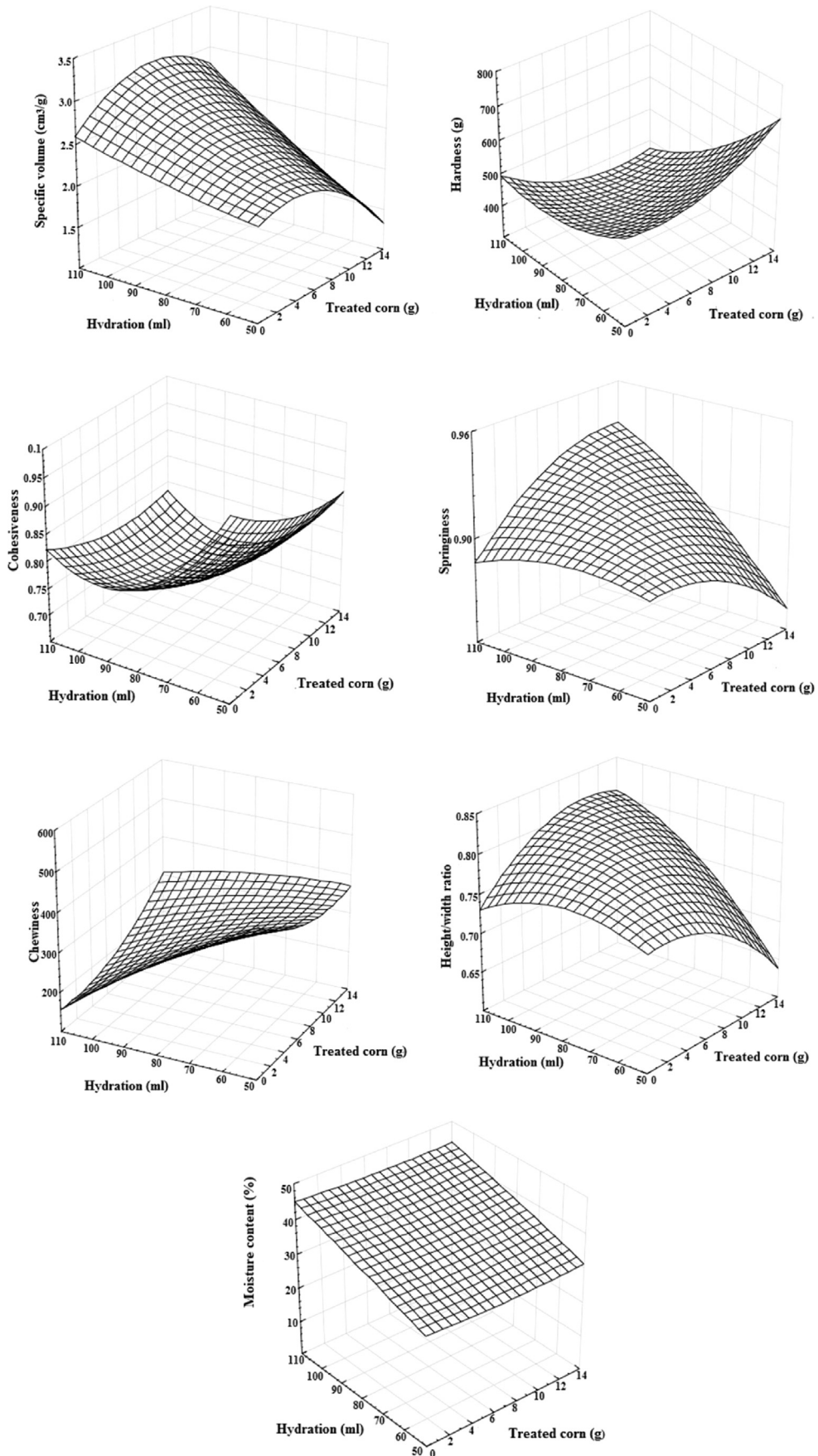
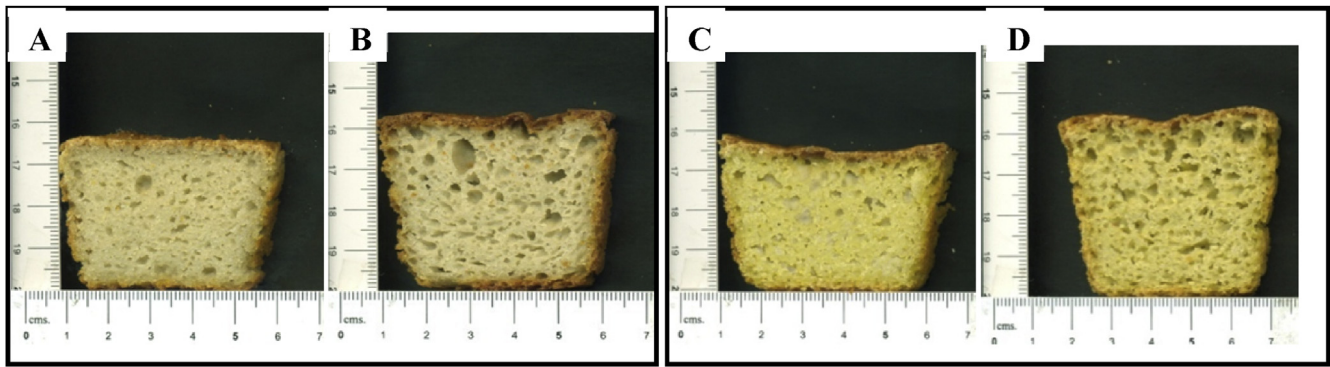


Fig. 4. Responses surfaces of experimental design for corn/field bean semolina (CFBS) bread.



**Fig. 5.** Cross section of central bread slice obtained with the optima recipes for rice and corn breads. **A.** Control rice based bread; **B.** Optimum rice based bread; **C.** Control corn based bread; **D.** Optimum corn based bread.

**Table 4**  
Characteristics of optima gluten free rice or corn bread.

Parameters	Rice/field bean bread	Corn/field bean bread
Specific volume (cm <sup>3</sup> /g)	2.24 ± 0.56	2.60 ± 0.32
Hardness (g)	566 ± 5	435 ± 5
Springiness	0.977 ± 0.011	0.918 ± 0.010
Cohesiveness	0.766 ± 0.010	0.752 ± 0.040
Chewiness	217 ± 6	298 ± 4
Height/Width ratio	0.79 ± 0.13	0.85 ± 0.01
Moisture content (%)	37.80 ± 0.69	36.78 ± 0.30
L*	61 ± 1	61 ± 1
a*	-0.55 ± 0.38	-1.74 ± 0.04
b*	17.6 ± 1.5	27.8 ± 0.1
Image crumb analysis		
Number of holes	286 ± 2	382 ± 0.1
Total area (cm <sup>2</sup> )	1.20 ± 0.1	1.44 ± 0.02
Diameter (cm)	0.03 ± 0.02	0.02 ± 0.01

Values are means ± standard deviation.

Image crumb analysis revealed that CFBS breads contained higher number of small holes, whereas rice based bread contained bigger holes. In both cases, breads exhibited an aerated crumb structure.

#### 4. Conclusion

Gluten-free breads based on rice or corn semolina were successfully developed following the Algerian (*khobz eddar*) traditional breadmaking, but applying needed changes for making gluten free products. A recipe based on rice and field bean semolina or corn and field bean semolina was used adding hydrothermally treated rice or corn flours as bakery improvers. An experimental design, used to optimize the level of water hydration and the amount of improver, revealed the importance of those factors in the quality characteristics of gluten free breads and allowed determining the optima levels for improving specific volume, H/W ratio and textural parameters. The optimum gluten free rice/field bean bread was produced by incorporating 7.59 g of treated rice and 96.66 g of water (based on 100 g semolina blends), whereas the optimum gluten free corn/field bean bread was produced by incorporating 4.73 g of treated corn and 78.81 g of water (based on 100 g semolina blends). According to the results of specific volume, texture parameters, color and crumb structure, it can be concluded that optimized rice or corn breads were obtained using hydrothermally treated slurries as bakery improvers, leading to gluten free *khobz eddar* breads for celiac patients.

#### Acknowledgements

Authors acknowledge the financial support of Spanish Scientific Research Council (CSIC), the Spanish Ministry of Economy and Sustainability (Project AGL2014-52928-C2-1-R), the European Regional Development Fund (FEDER) and the Generalitat Valenciana (Project Prometeo 2012/064). H. Bourekoua acknowledges the financial support of Institute of Nutrition, Food and Agrofood Technology (I.N.A.T.A.A.).

#### References

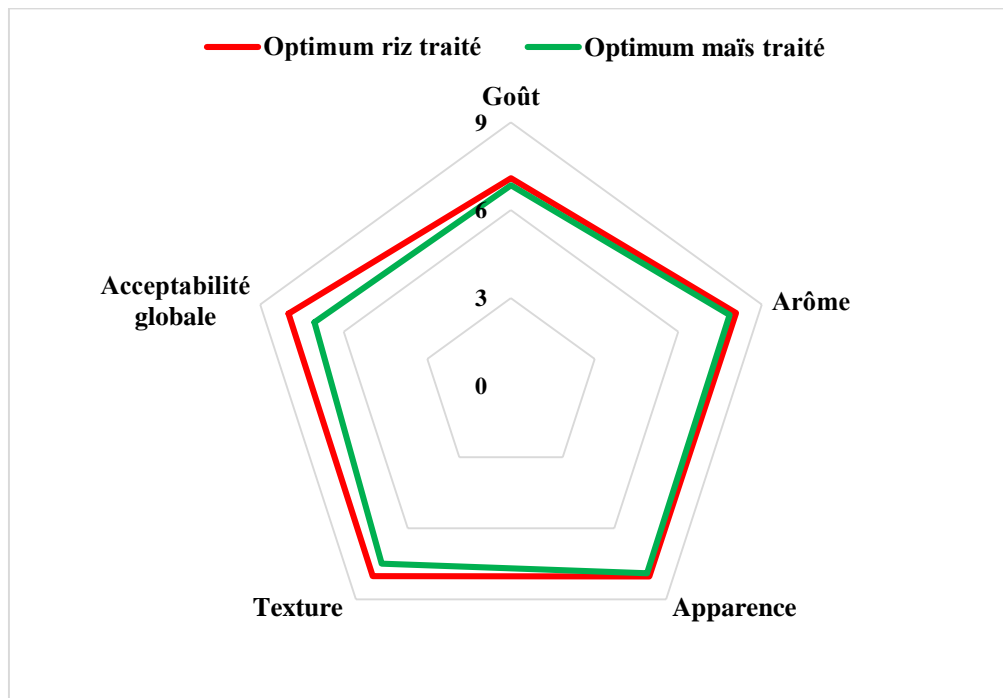
- AACC. (2000). *American Association of Cereal Chemists, approved methods of the AACC (10<sup>th</sup> ed.)*. St Paul, USA: American Association of Cereal Chemists.
- Arendt, E. K., & Dal Bello, F. (2008). *Gluten-free cereal products and beverages. Academic press. A volume in Food Science and Technology* (1st ed., p. 443). London: Academic Press.
- Benattallah, L., Zidoune, M. N., & Michon, C. (2012). Optimization of HPMC and water addition for a gluten-free formula with rice and field bean based on rheological properties of doughs. *International Review of Chemical Engineering*, 4, 474–481.
- Boukezoula, F., & Zidoune, M. N. (2014). Gluten-free diet adherence and its consequences on the nutritional and health status of 100 celiac patients in Tébessa, Algeria. *Médecine des maladies Métaboliques. Elsevier*, 8, 440–444.
- Chiang, B. Y., & Johnson, J. A. (1976). Gelatinization of starch in extruded products. *Cereal Chemistry*, 54, 436–443.
- Gallagher, E., Gormley, T. R., & Arendt, E. K. (2004). Recent advances in the formulation of gluten free cereal-based products. *Journal of Food Science and Technology*, 15, 143–152.
- Gonzales-Barron, U., & Butler, F. (2006). A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of bread-crumbs features by digital image analysis. *Journal of Food Engineering*, 74, 268–278.
- Hager, A. S., & Arendt, E. K. (2013). Influence of hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), xanthan gum and their combination on loaf specific volume, crumb hardness and crumb grain characteristics of gluten free breads based on rice, maize, teff and buckwheat. *Food Hydrocolloids*, 32, 195–203.
- Hesso, N., Loisel, C., Chevallier, S., & Le-Bail, A. (2014). Impact of pregelatinized starches on the texture and staling of conventional and degassed pound cake. *Food Bioprocess Technology*, 7, 2923–2930.
- ICC. (1996). *Standard methods of the International Association for Cereal Science and Technology*. Vienna: Austria.
- Jane, J., Chen, Y. Y., Lee, L. F., McPherson, A. E., Wong, K. S., Radosavljevic, M., et al. (1999). Effects of amylopectin branch chain length and amylose content on the gelatinization and pasting properties of starch. *Cereal Chemistry*, 76, 629–637.
- Lai, H.-M. (2001). Effects of hydrothermal treatment on the physicochemical properties of pregelatinized rice flour. *Food Chemistry*, 72, 455–463.
- Marco, C., & Rosell, C. M. (2008). Breadmaking performance of protein enriched gluten free breads. *European Food Research and Technology*, 227, 1205–1213.
- Marti, A., Caramanico, R., Bottega, G., & Pagani, M. A. (2013). Cooking behavior of rice pasta: Effect of thermal treatments and extrusion conditions. *LWT - Food Science and Technology*, 54, 229–235.
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2011). Chemical composition and starch digestibility of different gluten free breads. *Plant Food for Human Nutrition*, 66, 224–230.
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2012). Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten free breads. *European Food Research and Technology*, 235, 107–117.
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2013). Quality indicators of rice-based gluten-free bread-like Products: Relationships between dough rheology and quality

- characteristics. *Food Bioprocess Technology*, 6, 2331–2341.
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2015). A review: Understanding gluten free dough for reaching breads with physical quality and nutritional balance. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 95, 653–661.
- Metzger, L. E. (2003). *Bleached grain and grain products and methods of preparation*. U.S. 454 patent 0,082,280 A1.
- Phatcharee, K., Pitiporn, R., & Manop, S. (2014). Optimization of hydroxypropylmethylcellulose, yeast  $\beta$ -glucan, and whey protein levels based on physical properties of gluten free ricebread using response surface methodology. *Food Science and Technology*, 57, 738–748.
- Pongjaruvat, W., Methacanon, P., Seetapan, N., Fuongfuchat, A., & Gamonpilas, C. (2014). Influence of pregelatinised tapioca starch and transglutaminase on dough rheology and quality of gluten free jasmine rice breads. *Food Hydrocolloids*, 36, 143–150.
- Sandhya Rani, M. R., & Bhattacharya, K. R. (1995). Microscopy of rice starch granules during cooking. *Starch-Stärke*, 46, 334–337.
- Rosell, C. M., Collar, C., & Haros, M. (2007). Assessment of hydrocolloid effects on the thermo-mechanical properties of wheat using the Mixolab. *Food Hydrocolloids*, 21, 452–462.
- Rosell, C. M., Santos, E., Sanz-Penella, J. M., & Haros, M. (2009). Wholemeal wheat bread: A comparison of different breadmaking processes and fungal phytase addition. *Journal of Cereal Science*, 50, 272–277.
- Schoenlechner, R., Mandala, I., Kiskini, A., Kostaropoulos, A., & Berghofer, E. (2010). Effect of water, albumen and fat on the quality of gluten-free bread containing amaranth. *International Journal of Food Science and Technology*, 45, 661–669.
- Shibata, M., Sugiyama, J., Tsai, C. L., Tsuta, M., Fujita, K., Kokama, M., et al. (2011). Evaluation of viscoelastic properties and air-bubble structure of bread containing gelatinized rice. *Procedia Food Science*, 1, 563–567.
- Šimurina, O. D., Ikonić, B. B., Jevtić–Mućibabić, R. C., Belović, M. M., Koprivica, G. B., & Mišljenović, N. M. (2012). Application of response surface methodology in the development of specialty bread with sugar beet molasses, flax seed and vital wheat gluten. *Food and Feed Research*, 39, 11–21.
- Singh, N., Singh, J., Kaur, L., Sodhi, N. S., & Gill, B. S. (2003). Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. *Food Chemistry*, 81(2), 219–231.
- Storck, R., da Rosa Zavareze, E., Gularte, M. A., Elias, M. C., Rosell, C. M., & Guerra Dias, A. R. (2013). Protein enrichment and its effects on gluten free bread characteristics. *LWT - Food Science and Technology*, 53, 346–354.
- Klug Tavares, A. C., Zanatta, E., Zavareze, E. R., Helbig, E., & Guerra Dias, A. R. (2010). The effects of acid and oxidative modification on the expansion properties of rice flours with varying levels of amylose. *LWT-Food Science and Technology*, 43, 1213–1219.
- Tsai, C. L., Sugiyama, J., Shibata, M., Kokawa, M., Fujita, K., Tsuta, M., et al. (2012). Change in the texture and viscoelastic properties of bread containing rice porridge during storage. *Bioscience Biotechnology Biochemistry*, 76, 331–335.
- Yvonne, C. (2007). *65°C Bread doctor*. Orange culture Ltd.

## Complément publication 02.

- **Analyse sensorielle des pains sans gluten fabriqués**

A travers les notes attribuées aux différents descripteurs, nous avons tracé le profil sensoriel des deux échantillons de pains fabriqués : pain sans gluten à base de la formule FRF amélioré par le riz traité et pain sans gluten à base de la formule FMF amélioré par le maïs traité. Les résultats des profils sensoriels des différents échantillons sont présentés dans la Figure 12.



**Figure 12.** Profil sensoriel des pains sans gluten type « *khobz eddar* » améliorés par les farines traitées.

Selon la Figure ci-dessus, les profils sensoriels des pains sans gluten améliorés par la farine de riz traitée et par la farine de maïs traitée sont significativement différents pour tous les attributs sensoriels ( $p < 0,05$ ).

Les notes les plus élevées ( $p < 0,05$ ) pour le goût, l'arôme, l'apparence, la texture et l'acceptabilité globale sont attribuées aux pains sans gluten améliorés par le riz traité, suivi par le maïs traité. Les dégustateurs ont appréciés le pain avec riz traité plus que le pain avec maïs traité bien que le maïs traité a apporté des améliorations plus élevées sur le volume spécifique et la dureté des pains sans gluten en comparaison avec le riz traité. Le fait qu'un améliorant a porté des améliorations technologiques sur la qualité d'un pain sans gluten ne lui permet pas de le positionner en première position seulement si l'évaluation sensorielle sera prendre en considération, pour les malades cœliaques l'aspect sensoriel occupe une place importante car il influe significativement le choix des pains par les consommateurs (Do Nascimento *et al.*, 2017).

- **Microstructure des pains sans gluten**

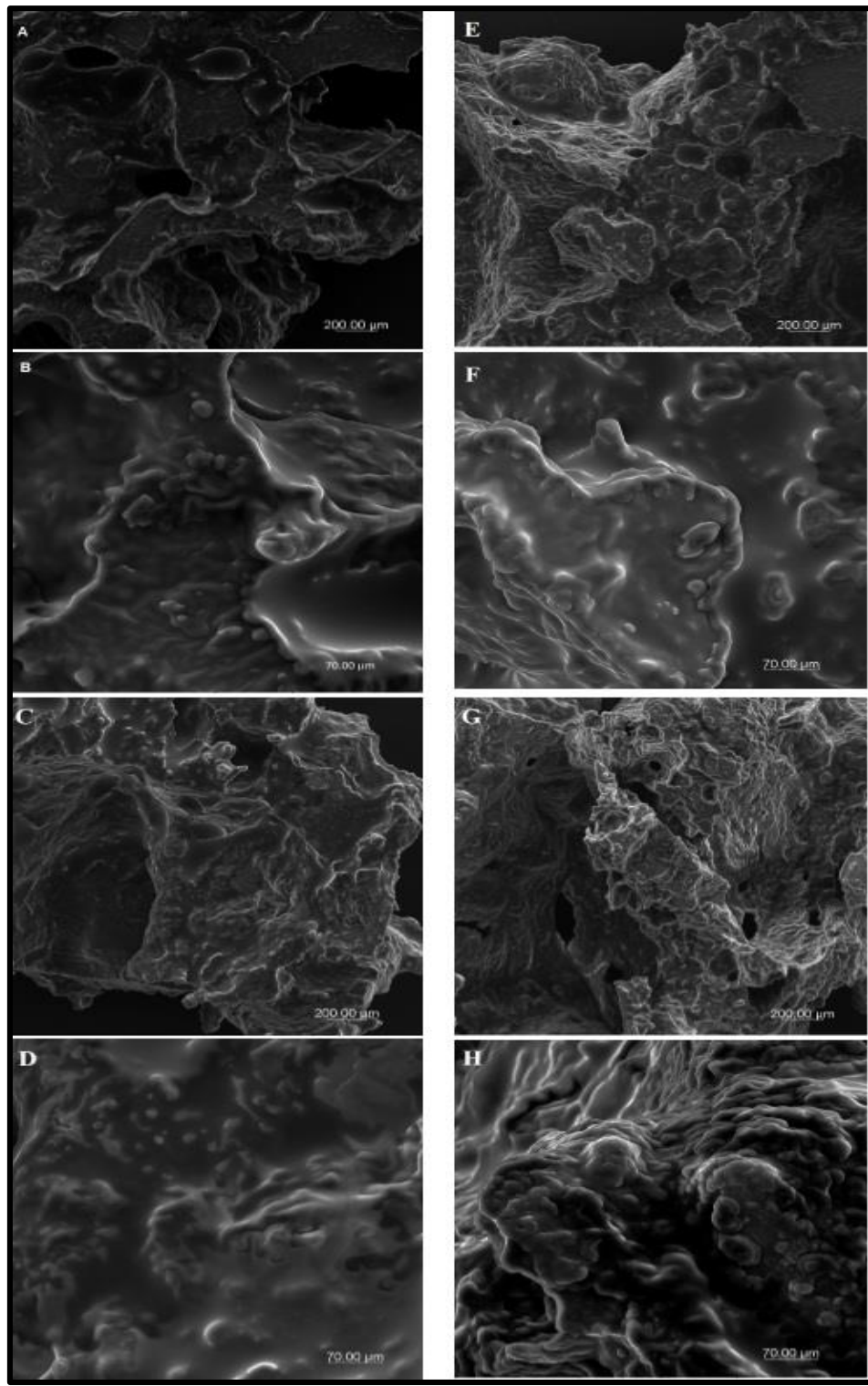
La photographie des pains traditionnels sans gluten type « *khobz eddar* » à base de la FRF et la FMF avec et sans améliorant par microscope électronique à balayage est présenté dans la Figure 13.

Selon la photographie des pains sans gluten (Figure 13), La surface interne des pores du pain control sans gluten est apparue rugueuse et non homogène par rapport à celle du pain sans gluten au riz traité et au maïs traité, le pain control sans gluten présente une structure compacte et dense.

Les images de la surface des pains sans gluten control de riz, (Figure 13 A, B), en comparaison avec celles des pains améliorés par le riz traité, (Figure13 C, D), permettent d'observer une structure déchirée des pains control avec l'apparition des granules non mélangés dans la structure, par rapport aux les pains de riz traité avec une structure plus homogène et régulière, ce qui reflète l'effet de riz traité, pour la liaison des différents ingrédients de la pâte à pain sans gluten.

Les images (Figure13E, F) de pain control maïs, indiquent que ce dernier se caractérise par des granules de grandes tailles dans la structure de la surface par rapport aux pains améliorés par le maïs traité (Figure13 G, H).

La description des images issues de la photographie par la microscopie électronique à balayage des pains sans gluten type « *khobz eddar* » est difficile vu la complexité de la structure interne formé par le mélange des différents ingrédients sans gluten tels que les protéines des œufs, les protéines des farines sans gluten, les lipides de l'huile utilisé ainsi que les différents glucides présents dans les farines utilisées.



**Figure 13.** Microstructure des pains sans gluten type « *khobz eddar* » par microscope électronique à balayage avec les grossissements  $\times 100$  et  $\times 400$  respectivement : **A, B** : Pain control de riz ; **C, D** : Pains optimums riz traité ; **E, F** : pains control maïs ; **G, H** : pains optimums maïs traité.

*Optimisation de l'adjonction simultanée  
d'améliorants de la qualité technologique de  
pains sans gluten type « khobz eddar » à base  
de la formule riz/féverole*

### **3. Optimisation de l'adjonction simultanée d'améliorants de la qualité technologique de pain sans gluten « *khobz-eddar* » à base de la formule riz/féverole**

#### **Préambule**

La fabrication de pain de bonne qualité nécessite la présence du gluten, cette protéine responsable de la structure finale de celui-ci. Aide à retenir les bulles de gaz et lui confère un volume et une texture agréables (Mollakhalili Meybodi *et al.*, 2015) . Par conséquent, l'élimination du gluten de l'alimentation des patients atteints de la maladie cœliaque implique de plus grandes difficultés dans le processus de fabrication du pain telles qu'un manque de cohésion et d'élasticité et une faible capacité de rétention de gaz de la pâte sans gluten par rapport aux pains de blé (Sivaramakrishnan *et al.*, 2004; Hamake, 2008). L'utilisation d'améliorants de qualité du pain est devenue un élément incontournable de l'amélioration de la qualité de produits de boulangerie (Pourfarzad *et al.*, 2012).

Récemment, diverses formulations sans gluten ont été développées à l'aide de composants sans gluten tels que les amidons et les hydrocolloïdes pour imiter les propriétés viscoélastiques du gluten et améliorer la qualité finale du pain (Mollakhalili Meybodi *et al.*, 2015; Singh *et al.*, 2016).

En raison de leurs propriétés améliorantes, divers hydrocolloïdes sont fréquemment utilisés dans la formulation de pains sans gluten pour renforcer leurs propriétés structurales et les rendre plus acceptables. Au cours de ces dernières années, différentes études ont été portées sur les formulations sans gluten avec addition des amidons et d'hydrocolloïdes (Pongjaruvat *et al.*, 2014 ; Chranioti *et al.*, 2015 ; Chivero *et al.*, 2016). En raison de la large utilisation d'amidons et d'hydrocolloïdes dans la formulation de produits de boulangerie, les combinaisons des deux ont été également étudiées par de nombreux auteurs (Kohajdová *et al.*, 2009, Linlaud *et al.*, 2009 ; Lamacchia *et al.*, 2014). Les interactions synergiques entre eux ont été également étudiées ces dernières années (Chranioti *et al.*, 2015 ; Chivero *et al.*, 2016 ; Sanz *et al.*, 2016).

La plupart des pains sans gluten fabriqués avec du riz ont encore des qualités physiques et texturales plus faibles que ceux fabriqués avec les pains de blé. Par conséquent, une supplémentation en pain de riz sans gluten avec des hydrocolloïdes et/ou des additifs est souvent nécessaire (Pongjaruvat *et al.*, 2014).

Un plan d'expérience est un modèle statistique qui examine efficacement plusieurs paramètres dans un nombre minimum d'essais, ce qui nous aide à optimiser les facteurs et leurs



interactions. Pendant l'analyse des facteurs, les plans de criblage doivent être utilisés pour sélectionner les paramètres qui affectent la réponse de façon significative. Cependant, ces paramètres sont limités et nécessitent généralement une étude plus détaillée pour comprendre les effets de l'interaction entre ces facteurs (Fidaleo *et al.*, 2016).

D'autre part, un nouveau plan d'expérience appelé plan de criblage définitif à trois niveaux a été proposé par Jones et Nachtsheim (2011), qui permet de filtrer les facteurs pour obtenir des informations permettant de clarifier les détails de leurs effets. Dans cette conception, les interactions secondaires sont estimées de manière égale afin de fournir plus d'informations sur l'effet de combinaison entre les facteurs.

Ainsi, dans cette étude, nous avons utilisé comme approche le plan de criblage définitif pour étudier l'effet de deux types d'amidons (tapioca et maïs), deux types de gommes (gomme arabique et gomme de caroube), l'agar-agar et leurs combinaisons sur les paramètres texturaux et sensoriels de pain sans gluten à base de la semoule de riz supplémentée de semoule de féverole.

A l'issue de ce travail, on a conclu que le plan de criblage définitif utilisé était efficace aussi bien pour le criblage que pour l'optimisation des facteurs. Le plan a permis l'estimation des effets des facteurs sur chaque paramètre de qualité ainsi que sur leurs interactions sur les paramètres. Les conditions optimales avec les effets significatifs sur tous les facteurs ont montré que la gomme arabique était le meilleur améliorant de la qualité technologique du pain sans gluten type « *khobz eddar* ». Les résultats de ce travail sont détaillés dans la publication 03.

### **Publication 03.**

#### **Characteristics of Gluten-Free Bread: Quality Improvement by the Addition of Starches/Hydrocolloids and Their Combinations Using a Definitive Screening Design**

Hayat Bourekoua ,Renata Różyło, Leila Benatallah , Agnieszka Wójtowicz, Grzegorz Łysiak, Mohammed Nasreddine Zidoune, Agnieszka Sujak.

Publié dans European Food Research and Technology (2017).

#### **Résumé**

Pour établir les facteurs affectant la qualité du pain sans de gluten à base de la semoule de riz supplémentée par la semoule de féverole et pour améliorer sa qualité finale, une nouvelle étude avec un plan de criblage définitif a été effectuée après un choix approprié de six facteurs : agar-agar ; eau ; deux types de gommes : gomme arabique et gomme de caroube et deux types d'amidons : de tapioca et de maïs. Nous avons étudié l'effet des facteurs choisis sur le volume spécifique, la dureté, la masticabilité et l'élasticité des pains. Les résultats ont montré que le volume spécifique de pains sans gluten a augmenté de manière significative ( $p < 0,05$ ) avec l'addition de la gomme arabique, de l'amidon de tapioca et de maïs ainsi que l'eau. L'addition d'agar-agar, de gomme arabique, d'amidon de tapioca et d'eau a affecté la dureté. En ce qui concerne la masticabilité, les résultats ont montré que la gomme arabique et l'eau ainsi que l'interaction entre eux avait un effet significatif. La gomme arabique, le tapioca et les amidons de maïs et l'eau a affecté l'élasticité des pains sans gluten. En outre, nous avons observé des interactions entre les additifs. Pour tous les paramètres testés, l'eau et la gomme arabique ont un effet statistiquement significatif ( $p < 0,0001$ ) et ont affecté toutes les propriétés des pains examinés. Ces facteurs ont été conservés pour l'optimisation des pains sans gluten. La formulation optimale finale contient 1,5% de la gomme arabique et 71,5% d'eau. Le pain sans gluten optimum avec la gomme arabique a montré un volume élevé, de bonnes propriétés texturales, structurelles et sensorielles avec une grande acceptabilité par rapport au pain control sans gluten sans amélioration.

**Mots-clés** : Panification sans gluten, amidon, hydrocolloïdes, plan de criblage définitif.

# Characteristics of gluten-free bread: quality improvement by the addition of starches/hydrocolloids and their combinations using a definitive screening design

Hayat Bourekoua<sup>1,2</sup> · Renata Różyło<sup>2</sup> · Leila Benatallah<sup>1</sup> · Agnieszka Wójtowicz<sup>3</sup> · Grzegorz Łysiak<sup>2</sup> · Mohammed Nasreddine Zidoune<sup>1</sup> · Agnieszka Sujak<sup>4</sup>

Received: 8 May 2017 / Accepted: 21 July 2017  
© The Author(s) 2017. This article is an open access publication

**Abstract** To establish factors affecting the quality of gluten-free bread based on rice semolina supplemented with field bean semolina and improving its final quality, a new study with definitive screening design was conducted after an appropriate choice of six factors: agar–agar, water, two types of gums gum arabic and locust bean gum, and two types of starches tapioca starch and corn starch. We investigated the effect of the aforementioned parameters on specific volume, hardness, chewiness, and springiness of breads. The results showed that specific volume of gluten-free breads increased significantly ( $p < 0.05$ ) with the addition of gum arabic, tapioca and corn starches, and water; addition of agar–agar, gum arabic, tapioca starch and water affected the hardness. With regard to chewiness, the results showed that gum arabic and water and also the interaction between them had a significant effect. Gum arabic, tapioca and corn starches, and water affected the springiness. In addition, we observed the interactions among the additives. For all the tested parameters, water and gum arabic had statistically significant ( $p < 0.0001$ ) effect and affected all the properties

of examined breads. These factors were retained for process characterization of optimized gluten-free bread. The final optimum formulation of rice/field bean contained 1.5% of gum arabic and 71.5% of water. The optimum gluten-free bread with gum arabic showed high volume, good textural, structural, and sensory qualities with high acceptability compared to the gluten-free control bread without any improver.

**Keywords** Gluten free · Bread making · Starch · Hydrocolloids · DSD

## Abbreviations

DSD Definitive screening design  
DSC Differential scanning calorimetry

## Introduction

Celiac disease is currently one of the most common gastrointestinal diseases. It affects about 1% of the world's population [1, 2]. Because the digestive system of patients with celiac disease is sensitive to gluten present in wheat and other prolamin containing cereals such as rye, barley, and triticale, they have to exclude gluten from their diet [3, 4]. Hence, there is an urgent need to develop gluten-free products for patients with celiac disease.

In Algeria, patients with celiac disease suffer due to the nonavailability of gluten-free products, which makes it difficult for them to follow their diet restrictions. One of the methods to improve their situation to tackle the disease is the development of traditional gluten-free products [5].

Making high-quality bread requires the presence of gluten, a protein which is responsible for the final structure of bread and also helps to retain gas bubbles and imparts a pleasing volume and texture to the bread dough system [6].

✉ Renata Różyło  
renata.rozylo@up.lublin.pl

<sup>1</sup> Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires (INATAA), Université des Frères Mentouri-Constantine 1, Route de Ain El-Bey, 25000 Constantine, Algeria

<sup>2</sup> Department of Equipment Operation and Maintenance in the Food Industry, University of Life Sciences, Doświadczalna 44, 20-280 Lublin, Poland

<sup>3</sup> Department of Food Process Engineering, University of Life Sciences in Lublin, Doświadczalna 44, 20-280 Lublin, Poland

<sup>4</sup> Department of Biophysics, University of Life Sciences, Akademicka 13, 20-933 Lublin, Poland

Therefore, elimination of gluten from the diet of patients with celiac disease implies greater difficulties in the bread making process such as lack of cohesion and elasticity and low gas retention capacity of the gluten-free dough. Thus, a bread without gluten displays properties such as low volume, friable texture, poor flavor, and rapid firming compared to popular wheat breads [7–9]. Use of bread quality improvers has become an unavoidable element in improving the quality of bakery products [10].

Recently, various gluten-free formulations have been developed with the help of nongluten components such as starches and hydrocolloids to mimic the viscoelastic properties of gluten and to improve the final quality of bread [6, 11]. With respect to the ingredients in the bread making process, rice is the most commonly used ingredient, followed by corn, as these are the two most productive cereals around the world. Furthermore, supplementation of gluten-free dough with legumes has also been previously performed [5, 12]. Corn starch and starch from tubers such as potato and tapioca are most commonly used in the manufacture of gluten-free bread [8].

Due to their functional properties, thickening agents, stabilizers and enhancers of water retention, enhancers of textural properties, and various hydrocolloids are frequently used in the formulation of gluten-free breads to improve their structural properties as well as their acceptability. Among them, hydroxypropyl methylcellulose, xanthan gums, cellulose gums, pectin, guar gum, or gum arabic are most commonly used [4, 13–16].

As starches and hydrocolloids are most frequently used in the formulation of bakery products, their combinations have also been investigated by many authors [17–19]. In addition, synergistic interactions between starches and gums have also been studied in recent years [20–22].

Most gluten-free breads manufactured with rice still have weaker physical and textural qualities than those manufactured with traditional wheat breads. Therefore, supplementation of gluten-free rice bread formulation with hydrocolloids and/or additives is often required [4]. Thus, further research in the development of gluten-free rice breads with acceptable textural and sensory properties is highly warranted.

Design of experiment is a statistical model that efficiently examines multiple parameters in a minimum number of runs, thereby helping us to optimize the factors and their interactions. During the analysis of factors, screening designs must be used to select the parameters that affect the response significantly; however, such parameters are limited and generally need a more detailed study to understand the effects of interaction between such factors [23]. Therefore, a new design called definitive screening design (DSD) with three levels has been proposed by Jones and Nachtshiem [24], which allows screening of factors to obtain information that can clarify details about their effects. In this

design, secondary interactions are evenly estimated so that it provides more information about the combination effect between factors.

Thus, in this study, we used DSD approach to investigate the effect of two different starches (tapioca and corn), two different gums (gum arabic and locust bean gum), and agar–agar and their possible combinations on the textural and sensory parameters of gluten-free bread based on rice and field bean semolina.

## Materials and methods

### Materials

Rice semolina with particle size between 200 and 500  $\mu\text{m}$  was obtained after grinding long grain white rice using a laboratory mill (LMN-100 Testchem, Radlin, Poland). The long grain white rice was purchased from Makro K&K Sp. z.o.o. (Cmolas, Poland). Rice semolina was characterized with 10.33% moisture content, 0.22% ash content, 0.50% lipid content, and 7.80% protein content. Field bean semolina (*Vicia faba*) (10.46% moisture, 0.50% ash, 1.03% lipid, and 30.86% protein) was obtained after grinding the dehulled bean seeds purchased from Al-Amir Company (Albehera, Egypt). Instant dry yeast was purchased from Saf-Instant (France); salt, commercial sunflower oil, and fresh eggs were purchased from a local market. Tapioca starch (extracted from cassava root—*Manihot esculenta*) was obtained from Thailand (exotic food, Sriracha, Thailand); corn starch was obtained from Kraków (Bezgluten, Poland); agar–agar (derived from agarose–polysaccharide polymer material extracted from algae) and gum arabic (natural gum from various species of the acacia tree derived from Africa) were purchased from NatVita (Długoleka, Poland); locust bean gum (galactomannan vegetable gum extracted from carob seeds) was obtained from China (Samic Enterprise, China, Guangdong).

### Thermal properties of starches and hydrocolloids by differential scanning calorimeter (DSC)

Thermal properties of tapioca and corn starches, agar–agar, gum arabic, and locust bean gum were evaluated using DSC (DSC Mettler-Toledo AG, Greifensee, Switzerland). Measurements were controlled with STARe Software. Temperature was controlled by Huber high precision thermoregulation system TC100MT, with an accuracy of  $\pm 0.01$  °C.

Measurements were conducted under nitrogen atmosphere. Experiments were performed in aluminum crucibles with pin (40  $\mu\text{L}$ ). Empty crucible was used as a reference. Samples were thermally equilibrated at 25 °C for 10 min and then heated up to 180 °C at a heating rate of 10 °C/

min. Plots of heat flow versus temperature were registered. Thermal parameters (onset, peak position, final temperature, and enthalpy of transition) were calculated using evaluation mode from STARE system.

**DSD**

DSD was used to study the effect of six continuous factors ( $k = 6$ ;  $X_1$  agar-agar,  $X_2$  gum arabic,  $X_3$  locust bean gum,  $X_4$  tapioca starch,  $X_5$  corn starch, and  $X_6$  water) and their possible interactions on quality characteristics of gluten-free bread presented by four responses:  $Y_1$  specific volume ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ),  $Y_2$  hardness (N),  $Y_3$  chewiness (N), and  $Y_4$  springiness.

For making DSD model, three levels for each factor are necessary -1, 0, and 1 refer to the minimal, median, and maximal concentrations of factors (Table 1). For hydration, minimal and maximal water levels were selected based on our preliminary trials, which were finalized between 65 and 78 g/100 g of formula, respectively (65 g/100 g of formula is the minimum level of water necessary to make dough and 78 g/100 g of formula is the maximum level of water necessary for the bread to be with good volume and crumb after being baked). Concentrations of added starches, gums, and agar-agar ranged according to the preliminary tests of feasibility and data published previously [4, 25–27] from 0 to 1% for agar-agar, from 0 to 3% for gum arabic, and from 0 to 2% for carob gum, tapioca starch (0–10% w/w), and corn starch (0–20% w/w) based on rice/field bean semolina weight.

For DSD, the minimum number of required runs is one more than twice the number of factors ( $2k + 1$ ) included in one center point. For the DSD generated in this study, there were six factors and, therefore, 13 runs were required. To give more power to the design, four additional extra runs were added. Runs were conducted randomly to maximize specific volume and springiness and minimize hardness and chewiness according to the control bread without any improver. Optimization was generated by DSD using the desirability function approach.

According to Šimurina et al. [28], the desirability function approach is an optimization method useful to find the best compromise between several responses. Often there are multiple responses measured and the desirability of the outcome involves several or all of these responses.  $D = (d_1 \times d_2 \times d_3 \dots \times d_n)^{1/n}$  where  $d_i$  are the desirability indices for each response ( $d_i = 0$  least desirable;  $d_i = 1$  most desirable according to the optimization method, for example, for specific volume, if the desirability indices is close to 1 or 100%, the specific volume is optimum) and  $n$  is the number of responses in the measure. The values of experimental design and levels for each factor are shown in Table 1.

**Baking tests**

A formula with rice semolina and field bean semolina in a ratio of 2:1 for 100 g of formula (66.66 g of rice semolina/33.33 g of field bean semolina) was used in this study,

**Table 1** Factors, coded level used in the definitive screening design for gluten-free breads

Run	Coded factor level					
	Agar-agar (%)	Gum arabic (%)	Locust bean gum (%)	Tapioca starch (% w/w)	Corn starch (% w/w)	Hydration (g/100 g)
1	0.5	0	0	0	0	65
2	0.5	3	2	10	20	78
3	1	1.5	2	10	0	78
4	0	1.5	0	0	20	65
5	0	3	1	0	0	78
6	1	0	1	10	20	65
7	0	3	2	5	0	65
8	1	0	0	5	20	78
9	0	0	2	10	10	65
10	1	3	0	0	10	78
11	0	3	0	10	20	71.5
12	1	0	2	0	0	71.5
13	1	3	0	10	0	65
14	1	3	2	0	20	65
15	0	0	0	10	0	78
16	0	0	2	0	20	78
17	0.5	1.5	0	0	0	0

aiming to offer a better nutritional balance in amino acids [3].

The gluten-free bread making process was performed according to Bourekoua et al. [5]. A control gluten-free bread made without any additives with 75 g water/100 g of formula, fixed according to our preliminary trials, was used. Gluten-free breads were prepared using 2% salt, 2% instant dry yeast, 10 g fresh egg, and 20 mL of sunflower oil based on rice/field bean semolina weight. Water and the additives were added according to the experimental design data (Table 1). In the first step, all the ingredients were mixed (1 min) with the exception of fresh egg and additives and left to rest for 10 min. After resting, fresh egg, additives, and rest of the water were added. The mixture was kneaded for 15 min at 25 °C. The resulting dough was weighted to 80 g on four baking molds and then subjected to proofing for 45 min at 37 °C with a relative humidity of 75–80% in a fermentation cabinet. Breads were baked in an oven for 20 min at 230 °C (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Poland). The baked breads were allowed to cool for 1 h at room temperature prior to quality evaluation process.

### Quality evaluation of gluten-free bread

Properties of the gluten-free breads were measured approximately 1 h after baking. For each analysis, four samples of bread were used.

Volume of bread was determined by millet seed displacement method according to the AACCI approved method 10.05 [29], and specific volume ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) of the bread was calculated by dividing its volume by weight.

Moisture content was evaluated based on ICC 110/1 method [30].

Texture profile analysis of bread crumb was performed using a texture analyzer (ZWICK Z020/TN2S strength tester, Germany). Samples of bread crumb collected from the center of the loaf with a dimension of  $30 \times 30 \times 20$  mm were double compressed using a head equipped with a 30 mm penetrator until a 50% depth at a crosshead speed of 1 mm/s was achieved [31] and then following parameters were recorded: hardness, springiness, and chewiness.

Color of bread crumb was measured using a colorimeter 4Wave CR30-16 (Planeta, Tychy, Poland) under the following conditions light D 65; space Lab; diameter 16 mm; style 8/d. Color was determined in CIE-Lab system, where  $L^*$  indicated lightness. The redness +/greenness– and the yellowness+/blueness– are denoted by  $a^*$  and  $b^*$  values, respectively. Data from three slices per loaf were averaged.

Analysis of crumb cells was performed by Image J software according to Gonzales-Barron and Butler [32]. 10-mm thick central slices were made on four bread loaves, and their images were captured using a scanner (HP ScanJet 3530c). The number of cells and their average size were calculated.

Thermal parameters of gluten-free breads' crumb were measured using DSC according to the methods described above. In this instance, scanning temperatures varied from 25 to 200 °C.

Structural analysis of optimum gluten-free bread obtained by analysis of desirability function and control bread was performed using a scanning electron microscopy on dry samples. Samples of bread were freeze dried prior to analysis. Dried samples were mounted on carbon disks using a silver tape and sprayed with gold in a vacuum sublimator K-550X (Emitech, RC, Ashford, England). The VEGA LMU microscope (Tescan, Warrendale, PA, USA) operating at 30 kV was used to examine the cross-section of samples at different magnifications (100 $\times$  and 400 $\times$ ).

For sensory evaluation, the samples were sliced mechanically (1 cm thick) and divided into eight parts [33]. The panel for sensory evaluation consisted of 52 untrained consumers (23–48 years old; 28 females and 24 males) who were habitual consumers of bread. According to a nine-point hedonic scale (1 dislike extremely, 5 neither like nor dislike, 9 like extremely), the taste, aroma, texture, and the overall acceptability of gluten-free breads were evaluated [34].

### Statistical analysis

The design and analysis of experiments were performed with JMP statistical software, version 13 (SAS Institute, Cary, NC, USA).  $p$  value was used to determine if a factor is significant; as a rule, this component was compared to  $\alpha$  value of 0.05. If the value of  $p$  was less than 0.05, the factor was significant. Data were averaged and means were compared and evaluated using one-way analysis of variance followed by the Tukey's significant differences post hoc test, performed using STATISTICA 7.0 software (StatSoft, Inc., Tulsa, OK, USA). A statistical difference at  $p < 0.05$  was considered significant.

## Results and discussion

### Thermal properties of additives

DSC parameters of the starches and hydrocolloids are shown in Table 2. For corn and tapioca starches, DSC parameters were almost similar considering their values of onset, peak, end set, and enthalpy of transition. No statistical difference between the two starches was found ( $p > 0.05$ ).

Considering hydrocolloids, locust bean gum and agar–agar exhibited the lowest and the highest transition temperature and enthalpy. Agar–agar demonstrated the highest enthalpy (336.96 J/g) and highest transition temperature (97.32 °C) than locust bean gum, which showed an enthalpy of 223.99 J/g and transition temperature of 94.48 °C. For

**Table 2** Thermal properties of starches and hydrocolloids

Material	$T_0$ (°C)	$T_p$ (°C)	$T_e$ (°C)	$\Delta H$ (J/g)
Corn starch	41.59 ± 0.03 <sup>a</sup>	93.03 ± 0.27 <sup>a</sup>	152.52 ± 0.81 <sup>a</sup>	267.30 ± 4.50 <sup>b</sup>
Tapioca starch	42.14 ± 1.80 <sup>a</sup>	93.27 ± 3.07 <sup>a</sup>	154.84 ± 3.28 <sup>a</sup>	260.83 ± 1.96 <sup>b</sup>
Gum arabic	43.53 ± 0.50 <sup>a</sup>	94.95 ± 0.52 <sup>a, b</sup>	165.52 ± 0.48 <sup>b</sup>	261.03 ± 10.55 <sup>b</sup>
Locust bean gum	44.23 ± 2.60 <sup>a</sup>	94.48 ± 3.93 <sup>a, b</sup>	153.87 ± 5.53 <sup>a</sup>	223.99 ± 8.44 <sup>a</sup>
Agar–agar	57.78 ± 0.96 <sup>b</sup>	97.32 ± 0.79 <sup>b</sup>	157.21 ± 0.02 <sup>a</sup>	336.96 ± 4.80 <sup>c</sup>

$T_0$ ,  $T_p$  and  $T_e$  represent onset, peak and end set temperatures respectively.  $\Delta H$  is the enthalpy of transition  
<sup>a–c</sup> Different superscript letters at each column indicate significant differences ( $p < 0.05$ )

gum arabic, enthalpy value and transition temperature were found to be 261.03 J/g and 94.95 °C, respectively. Gum arabic demonstrated the highest end set temperature (165.52 °C) than that of other gums ( $p < 0.05$ ). DSC parameters of gums were highly variable and depended on the natural source of the gums. The values were also affected by sample preparation and operation status of the instrument. Consequently, it is often difficult to compare data obtained from various DSC studies [26].

Comparing thermal properties of starches and hydrocolloids, we observed that hydrocolloids exhibited higher thermal properties.

### Effect of factors on gluten-free bread characteristics and DSD results

DSD model used in this study was found to be efficient because the coefficients of determination ( $R^2$ ) were found to be 0.97, 0.93, 0.85, and 0.94 for  $Y_1$ ,  $Y_2$ ,  $Y_3$ , and  $Y_4$ , respectively, and the regression explains the phenomenon studied since the significance of the risk ( $p < 0.0001$ ) is less than 0.05 for all responses.

While studying the effect of factors, a null hypothesis considering lack of difference between control and substituted bread was assumed so no observed effect on parameters. An alternative hypothesis was considered when there was a significant effect of the factors on parameters being tested. Effects were evaluated at  $p < 0.05$ . All factors that were not included in the model ( $p > 0.05$ ) were screened out. The explanation for some is difficult and as it might relate to the other components of the traditional Algerian bread such as whole egg and oil that can mask the effect of some factors for different responses.

### Influence of factors on specific volume

Bread loaf volume is an important parameter used in the determination and assessment of quality of bread [38]. Results in Table 3 confirm that agar–agar with a negative sign demonstrated a main significant effect ( $p < 0.05$ ) on specific volume, whereas gum arabic, tapioca starch, corn starch, and water demonstrated a positive effect on specific

volume. The main effect with a positive sign for a factor indicates that a high concentration of this factor is nearly optimum, and a negative sign for a factor indicates that a low concentration of this variable is nearly optimum. Gum arabic and corn starch were involved in a significant negative two-way interaction. This means that the combination of small levels of gum arabic and corn starch positively affected the specific volume of gluten-free bread.

Gum arabic showed the highest positive main effect (0.189) on specific volume indicating that the presence of this component in high concentrations in gluten-free bread can improve its volume. Asghar et al. [25] indicated that loaf volume of bread was significantly affected by the addition of gums; the maximal volume of bread was recorded at 3% of gum arabic. Agar–agar increased specific volume of bread with low levels, as indicated by Collar et al. [39]. Hydrocolloids when used in small quantities [ $<1\%$  (w/w) in formula] are expected to increase water retention and loaf volume. Collar et al. [39] and Mir et al. [40] reported that the quality of gluten-free breads is primarily affected by the nature, content, and properties of hydrocolloids as these components increase dough foam stability by increasing viscosity and coalescence, preventing effects on the aqueous phase of dough and thus affecting the stability of the liquid film surrounding gas bubbles, preventing gas retention.

Positive effect of tapioca and corn starches indicates that their addition to gluten-free bread can increase its

**Table 3** Estimates of the regression coefficients of the model with corresponding standard error (SE) and  $p$  values for specific volume

Factors	Estimate	SE	$p$ value
Agar–agar (%) (0.1)	−0.065	0.015	0.0024*
Gum arabic (%) (0.3)	0.189	0.015	<0.0001*
Tapioca starch (% w/w) (0.10)	0.088	0.015	<0.0003*
Corn starch (% w/w) (0.20)	0.057	0.015	0.0048*
Hydration (%) (65.78)	0.073	0.015	0.0011*
Gum arabic (%) × corn starch (% w/w)	−0.049	0.018	0.0232*

Estimate effect coefficient, SE standard error,  $p$  value probability value

\* Significant value in either magnitude or probability ( $p$  value  $< 0.05$ )

volume [4, 41]. Addition of starches to bread could help in gas retention as well as the expansion of gas bubbles during proofing and baking, and contribute to the structural architecture and mechanical strength of gluten-free bread [4].

Water showed a positive effect on specific volume of gluten-free bread. Many authors concluded that water positively affects the volume of gluten-free bread [5, 31, 42].

The combination of gum arabic and corn starch could increase the specific volume of bread significantly. Many studies referring to Mollakhalili Meybodi et al. [6] reported that the starches/gums are used in combination to improve gluten-free bread quality including volume.

### Influence of factors on bread crumb texture

Hardness of bread crumb is considered as a very important quality of bread. The data from Table 4 show a range of negative effects and two-way interaction values on hardness accompanying the presence of gum arabic, tapioca starch, water at low levels, and the combination of agar–agar and gum arabic. Agar–agar and tapioca starch at low concentrations had positive effect on hardness of gluten-free bread. The only positive effect was observed for agar–agar (1.44). The presence of low levels of gum arabic and high levels of agar–agar can decrease the hardness of bread. Similarly, the presence of low levels of tapioca starch can improve the hardness of bread at high levels of agar–agar.

Mir et al. [40] reported that hydrocolloids could improve the texture of gluten-free bread. Toufeili et al. [16] also reported that incorporating gum arabic at low concentrations could decrease hardness of bread.

An interaction between gum arabic and agar–agar at low levels affects the hardness of gluten-free bread. This can be difficult to explain because as indicated by Collar et al. [39], there is a lack of information on the influence of mixtures of hydrocolloids on dough parameters and baking

quality of bread. But, the interaction between agar–agar and tapioca starches can be explained by the effect of gums on rheological parameters and swelling power of tapioca, which improve bread quality [11].

According to the results presented in Table 4, only gum arabic (−1.24) and water (−0.75) showed a significant effect on chewiness of bread but with a negative sign, and the two-way interaction of both showed a positive effect which involves both the presence of gum arabic and water at high concentrations to improve chewiness of bread. Mir et al. [40] reported that hydrocolloids interact with water, reducing its diffusion and stabilizing its presence. The interaction between different dough components and water is important to the property of dough and, therefore, quality of the corresponding bread needs to be evaluated [4].

Springiness is related to aeration and elasticity of bread and high values are desired [33]. In our gluten-free bread, springiness showed different effect (Table 4). A negative effect of gum arabic indicates that improving springiness in bread requires the presence of gum arabic in small amounts. But, a positive effect of tapioca starch, corn, and water was observed which involve the addition of these factors at high concentrations to improve springiness of gluten-free bread.

For all crumb properties (hardness, chewiness, and springiness), water showed a significant effect as reported by numerous authors [5, 31].

### Optimal conditions

According to the results of DSD and the results presented in Tables 3 and 4, gum arabic and water only showed a significant effect on specific volume, hardness, chewiness, and springiness at the same time. Of all the tested factors, gum arabic and water significantly affected the quality of gluten-free bread.

The desirability function in DSD model in the Fig. 1 shows the optimum levels of gum arabic and water to

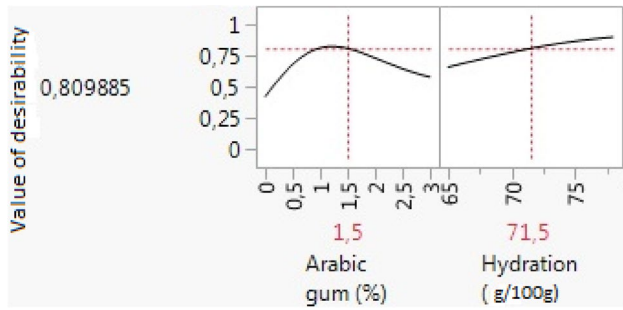
**Table 4** Estimates of the regression coefficients of the model with the corresponding standard error (SE) and *p* value for textural parameters

Factors	Hardness (N)			Chewiness (N)			Springiness (−)		
	Estimate	SE	<i>p</i> value	Estimate	SE	<i>p</i> value	Estimate	SE	<i>p</i> value
Agar–agar (%) (0.1)	1.44	0.50	0.0189*						
Gum arabic (%) (0.3)	−4.36	0.50	<0.0001*	−1.24	0.18	<0.0001*	−0.03	0.003	<0.0001*
Tapioca starch (% w/w) (0.10)	−1.51	0.50	0.0149*	–	–	–	0.018	0.003	<0.0001*
Corn starch (% w/w) (0.20)	–	–	–	–	–	–	0.015	0.003	0.0002*
Hydration (%) (65.78)	−1.54	0.50	0.0136*	−0.55	0.18	0.0113*	0.01	0.003	0.0049*
Agar–agar (%) × gum arabic (%)	−1.78	0.59	0.0152*	–	–	–	–	–	–
Agar–agar (%) × tapioca starch (% w/w)	−1.61	0.55	0.0170*	–	–	–	–	–	–
Gum arabic (%) × hydration (%)	–	–	–	0.48	0.20	0.0318*	–	–	–

Estimate effect coefficient, SE standar error, *p* value probability value

\* Significant value in either magnitude or probability (*p* value < 0.05)





**Fig. 1** Optimal conditions of gluten-free bread

**Table 5** Characteristics of optimum gluten-free bread in comparison with control bread

Parameters	Optimum bread	Control bread
Specific volume (cm <sup>3</sup> /g)	2.87 ± 0.093 <sup>a</sup>	2.50 ± 0.034 <sup>b</sup>
Hardness (N)	14.94 ± 2.260 <sup>a</sup>	25.3 ± 0.990 <sup>b</sup>
Springiness (-)	0.79 ± 0.222 <sup>a</sup>	0.72 ± 0.005 <sup>b</sup>
Chewiness (N)	4.26 ± 1.177 <sup>a</sup>	6.39 ± 0.139 <sup>b</sup>
Moisture content (%)	28.09 ± 2.379 <sup>a</sup>	32.15 ± 1.825 <sup>b</sup>
Color of crumb bread		
<i>L</i> <sup>*</sup>	60.28 ± 0.523 <sup>a</sup>	63.37 ± 1.970 <sup>b</sup>
<i>a</i> <sup>*</sup>	2.34 ± 0.113 <sup>a</sup>	2.36 ± 0.002 <sup>a</sup>
<i>b</i> <sup>*</sup>	20.86 ± 0.346 <sup>a</sup>	22.62 ± 0.295 <sup>b</sup>
Image crumb analysis		
Number of cells	362.66 ± 3.400 <sup>b</sup>	205.67 ± 1.155 <sup>a</sup>
Average size (mm <sup>2</sup> )	1.87 ± 0.010 <sup>b</sup>	0.78 ± 0.045 <sup>a</sup>

<sup>a-b</sup> Values in the same row not sharing same letters are significantly different (*p* < 0.05)

maximize specific volume and springiness and to minimize hardness and chewiness, with a desirability of 80%. Medium concentrations of these two factors were selected to improve gluten-free bread quality: 1.5% of gum arabic and 71.5 g/100 g of water.

**Characteristics of optimum gluten-free bread**

Characteristics of optimum gluten-free bread (specific volume, textural parameters, moisture content, and color of crumb and image analysis) are shown in Table 5 against the control bread without improver.

**Table 6** Thermal properties of gluten-free breads

Material	<i>T</i> <sub>0</sub> (°C)	<i>T</i> <sub>p</sub> (°C)	<i>T</i> <sub>e</sub> (°C)	Δ <i>H</i> (J/g)
Control bread	84.25 ± 3.83 <sup>b</sup>	115.85 ± 3.39 <sup>b</sup>	139.20 ± 4.52 <sup>b</sup>	824.55 ± 30.37 <sup>b</sup>
Optimum bread	76.61 ± 0.55 <sup>a</sup>	110.61 ± 0.14 <sup>a</sup>	132.21 ± 1.23 <sup>a</sup>	618.93 ± 25.86 <sup>a</sup>

*T*<sub>0</sub>, *T*<sub>p</sub> and *T*<sub>e</sub> represent onset, peak and end set temperatures, respectively. Δ*H* is the enthalpy of transition

<sup>a-b</sup> Different superscript letters at each column indicate significant differences (*p* < 0.05)

Specific volume of optimum gluten-free bread was higher (2.87 cm<sup>3</sup>/g) than that of control bread without improver (2.50 cm<sup>3</sup>/g). Table 5 shows that optimum gluten-free bread had an average moisture content of 28.09% which was found to be less than the control bread (32.15%). This indicates that gum arabic decreases the moisture content of bread. Textural properties of the bread supplemented with gum arabic demonstrated hardness of 14.94 N, chewiness of 4.26 N, and springiness of 0.791 for optimum gluten-free bread; however, control bread demonstrated hardness of 25.3 N, chewiness of 6.391 N, and springiness of 0.72 (*p* < 0.05).

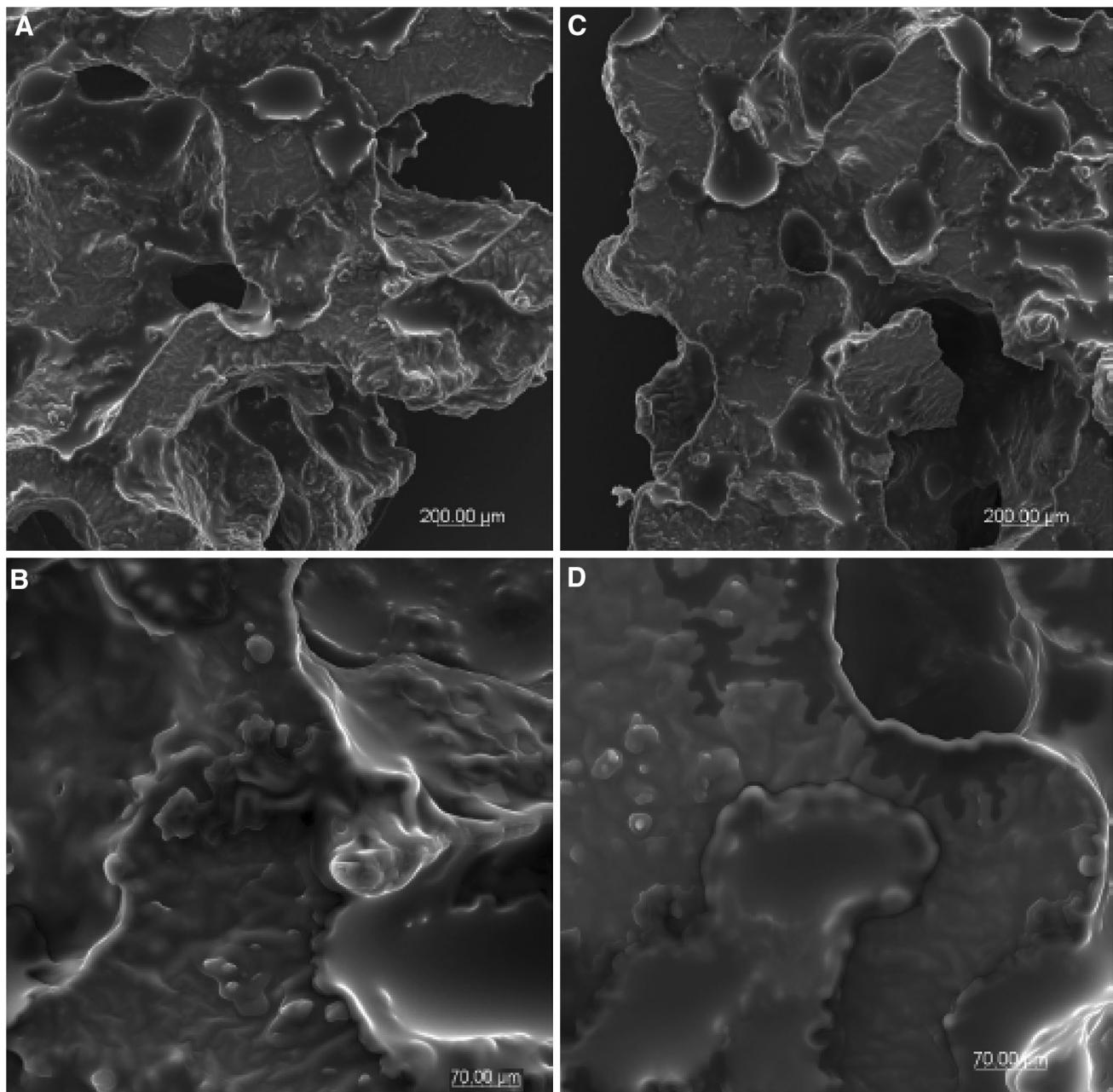
Considering the color of the crumb of gluten-free optimum and control bread (Table 5), control bread appeared to be more bright because the value of *L*<sup>\*</sup> was higher (63.37) than that of the optimum gluten-free bread (60.27) (*p* < 0.05). Higher value of *b*<sup>\*</sup> of the control bread crumb may be attributed to the addition of eggs in bread recipe, thereby improving the yellow tint.

Image analysis revealed that bread with gum arabic was characterized with higher number of pores with big size compared to control bread without improvers. Optimum bread exhibited an aerated crumb structure.

**Thermal properties of gluten-free breads**

The effect of addition of gum arabic on thermal properties of gluten-free bread is shown in Table 6. Regarding DSC results, control bread exhibited the highest DSC values than that of optimum bread (*p* < 0.05). The values of onset for control bread were higher than that of optimum bread, which means that more energy was necessary to start the gelatinization process. Lowering of onset temperature in optimum bread is important, since it implies an earlier beginning of starch gelatinization. This fact can be related to the specific interactions that take place between the different components of the optimum bread. Gum arabic as new structure-forming additive could interact with amylopectin and retard its recrystallization.

Control bread showed the highest transition temperature (115.85 °C) and the highest enthalpy (824.55 J/g) than that of optimum bread (110.61 °C transition temperature and 618.93 J/g enthalpy). The addition of gum arabic to gluten-free bread caused a decrease in enthalpy in comparison to control.



**Fig. 2** Microstructure of gluten-free breads **a, b** control bread; **c, d** optimum bread, at magnification  $\times 100$  (**a, c**) and  $\times 400$  (**b, d**)

**Table 7** Sensory evaluation of optimum gluten-free bread compared to control bread (9-point hedonic scale)

Sample	Sensory evaluation attributes				
	Taste	Aroma	Appearance	Texture	Overall
Control bread	$6.32 \pm 0.47^a$	$8.06 \pm 0.49^a$	$7.70 \pm 0.57^b$	$6.04 \pm 0.58^b$	$6.81 \pm 0.87^b$
Optimum bread	$6.40 \pm 0.63^a$	$7.98 \pm 0.50^a$	$8.43 \pm 0.50^a$	$7.83 \pm 0.42^a$	$7.53 \pm 0.87^a$

<sup>a-b</sup> Different superscript letters at each column indicate significant differences ( $p < 0.05$ )

The addition of gum arabic had a significant impact on the thermal properties of gluten-free bread ( $p < 0.05$ ). These results are consistent with those previously published [35,

36]. These studies reported that the addition of gums tended to lower enthalpy values. Shinoj et al. [37] reported that high transition temperatures could result from a high degree of

crystallinity, which gives the starch granules a stable and more resistant structure during gelatinization. Addition of gum arabic caused a decrease in transition temperature. This phenomenon can explain the improvement of technological parameters required to prepare an optimum bread.

### Microstructure of bread

Figure 2a shows the image of control bread at a magnification of 100×. Control bread demonstrated the characteristic porous structure of a baked bread with internal empty pores. Internal surface of the pores of control bread was rough and uneven as compared to smooth surface of the bread supplemented with gum arabic (Fig. 2c). Gum arabic imparted a homogenous structure to the bread (Fig. 2d), whereas control bread showed dense and compact structure (Fig. 2b). Control bread was characterized with harder structure according to the presence of visible starch particles less integrated with bread matrix than that in the optimum sample with the addition gum arabic. Swollen and ungelatinized singular starch granules were visible on rugged surface of the tested control sample (Fig. 2b) as opposed to the unified structure of the optimum bread with more amorphous and homogenous structure (Fig. 2d).

### Sensory evaluation

Sensory evaluation (Table 7) showed no significant difference ( $p > 0.05$ ) with respect to taste and aroma between gluten-free control bread and optimum gluten-free bread with gum arabic. Results showed that the optimum gluten-free bread showed the highest scores for appearance, texture, and overall evaluation significantly than that of the control gluten-free bread. Thus, an acceptable bread was prepared with the application of gum arabic in basic gluten-free bread recipe.

### Conclusion

In this study, the effect of combination of starches/hydrocolloids on the quality of rice/field bean in gluten-free bread was evaluated using an efficient method of screening, that is, DSD. After performing statistical validation of the obtained model, we analyzed the effects of factors. DSD approach allowed the estimation of optimal conditions with significant factors such as gum arabic and water. Optimum gluten-free bread with 1.5% of gum arabic and 71.5 g/100 g of water was manufactured and tested for its characteristics. Based on the results of loaf volume, textural, structural, color, DSC, microstructure, and sensory analysis of the optimum gluten-free bread, it can be concluded that of all the selected factors (starches and hydrocolloids), gum arabic was found to be

the best additive for making gluten-free rice-based bread for patients with celiac disease.

**Acknowledgements** This research was funded by the exceptional National Program. H. Bourekoua acknowledges the Financial support of Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires (INATAA). Experiments were also supported by statutory funds of Life Science University in Lublin, Poland.

### Compliance with ethical standards

**Conflict of interest** The authors declare that there is no conflict of interest.

**Compliance with ethics requirements** The sensory evaluation was done with untrained human panel at the test room which fulfils the requirements of ISO Standards (ISO 2007). The panelists were informed about the source of the samples prior to the analysis. The samples were produced with good grade facilities.

**Open Access** This article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made.

### References

- Bellir N, Bellir MN, Rouabah L (2015) Etude de l'effet de Nigella sativa sur les manifestations cliniques de la maladie cœliaque de l'adulte. *Int J Adv Res* 3:880–893
- Makharia GK, Verma AK, Amarchand R, Bhatnagar S, Das P, Goswami A, Bhatia V, Ahuja V, Datta Gupta S, Anand K (2011) Prevalence of celiac disease in the northern part of India: a community based study. *J Gastroenterol Hepatol* 26(5):894–900
- Benatallah L, Zidoune MN, Michon C (2012) Optimization of HPMC and water addition for a gluten-free formula with rice and field bean based on rheological properties of doughs. *Int Rev Chem Eng* 4(5):474–481
- Pongjaruvat W, Methacanon P, Seetapan N, Fuongfuchat A, Gamonpilas C (2014) Influence of pregelatinised tapioca starch and transglutaminase on dough rheology and quality of gluten-free jasmine rice breads. *Food Hydrocolloid* 36:143–150
- Bourekoua H, Benatallah L, Zidoune MN, Rosell CM (2016) Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT Food Sci Technol* 73:342–350
- Mollakhalili Meybodi N, Mohammadifar MA, Feizollahi E (2015) Gluten-free bread quality: a review of the improving factors. *J Food Qual Hazards Control* 2(3):81–85
- Hamaker BR (2008) *Technology of functional cereal products*. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, p 538
- Masure HG, Fierens E, Delcour JA (2016) Current and forward looking experimental approaches in gluten-free bread making research. *J Cereal Sci* 67:92–111
- Sivaramakrishnan HP, Senge B, Chattopadhyay PK (2004) Rheological properties of rice dough for making rice bread. *J Food Eng* 62(1):37–45
- Pourfarzad A, Mohebbi M, Mazaheri Tehrani M (2012) Interrelationship between image, dough and Barbari bread characteristics; use of image analysis to predict rheology, quality and shelf life. *Int J Food Sci Technol* 47(7):1354–1360

11. Singh A, Gevekea DJ, Yadav MP (2016) Improvement of rheological, thermal and functional properties of tapioca starch by using gum Arabic. *LWT Food Sci Technol* 80:155–162
12. Martinez MM, Gómez M (2016) Rheological and microstructural evolution of the most common gluten-free flours and starches during bread fermentation and baking. *J Food Eng* 197:78–86
13. Anton AA, Artfield SD (2007) Hydrocolloids in gluten-free breads: a review. *Int J Food Sci Nutr* 59:11–23
14. Gallagher E, Gormley TR, Arendt EK (2004) Recent advances in the formulation of gluten free cereal-based products. *Trends Food Sci Technol* 15:143–152
15. Rosell CM, Rojas JA, De Barber CB (2001) Influence of hydrocolloids on dough rheology and bread quality. *Food Hydrocolloid* 15(1):75–81
16. Toufeili I, Dagher S, Shadarevian S, May Sarakbi AN, Farran MT (1994) Formulation of gluten-free pocket-type flat breads: optimization of methylcellulose, gum arabic, and egg albumen levels by response surface methodology. *Cereal Chem* 71(6):594–601
17. Kohajdová Z, Karovičová J, Schmidt Š (2009) Significance of emulsifiers and hydrocolloids in bakery industry. *Acta Chim Slov* 2:46–61
18. Lamacchia C, Camarca A, Picascia S, Di Luccia A, Gianfrani C (2014) Cereal-based gluten free food: how to reconcile nutritional and technological properties of wheat proteins with safety for celiac disease patients. *Nutrients* 6:575–590
19. Linlaud N, Puppo M, Ferrero C (2009) Effect of hydrocolloids on water absorption of wheat flour and farinograph and textural characteristics of dough. *Cereal Chem* 86:376–382
20. Chranioti C, Nikoloudaki A, Tzia C (2015) Saffron and beetroot extracts encapsulated in maltodextrin, gum Arabic, modified starch and chitosan: incorporation in a chewing gum system. *Carbohydr Polym* 127:252–263
21. Chivero P, Gohtani S, Yoshii H, Nakamura A (2016) Assessment of soy soluble polysaccharide, gum arabic and OSA-Starch as emulsifiers for mayonnaise-like emulsions. *LWT Food Sci Technol* 69:59–66
22. Sanz T, Tárrega A, Salvador A (2016) Effect of thermally inhibited starches on the freezing and thermal stability of white sauces: rheological and sensory properties. *LWT Food Sci Technol* 67:82–88
23. Fidaleo M, Lavecchia R, Petrucci E, Zorro A (2016) Application of a novel definitive screening design to decolorization of an azo dye on boron-doped diamond electrodes. *Int J Environ Sci Technol* 13(3):835–842
24. Jones B, Nachtsheim CJ (2011) A class of three-level designs for definitive screening in the presence of second-order effects. *J Qual Technol* 43(1):1–15
25. Asghar A, Anjum FM, Tariq MW, Hussain S (2005) Effect of carboxy methyl cellulose and gum arabic on the stability of frozen dough for bakery products. *Turk J Biol* 29:237–241
26. Onyango C, Mutungi C, Unbehnd G, Lindhauer MG (2011) Modification of gluten-free sorghum batter and bread using maize, potato, cassava or rice starch. *LWT Food Sci Technol* 44:681–686
27. Pahwa A, Kaur A, Puri R (2016) Influence of hydrocolloids on the quality of major flat breads: a review. *J Food Process*. doi:10.1155/2016/8750258
28. Šimurina OD, Ikonić BB, Jevtić-Mučibabić RC, Belović MM, Koprivica GB, Mišljenović NM (2012) Application of response surface methodology in the development of specialty bread with sugar beet molasses, flax seed and vital wheat gluten. *Food Feed Res* 39(1):11–21
29. AACC (2000) American Association of cereal chemists. Approved methods of the AACC, 10th ed. American Association of cereal chemists, St Paul, USA
30. ICC (1996) Standard methods of the International Association for cereal science and technology. Austria, Vienna
31. Różyło R, Dziki D, Gawlik-Dziki U, Cacak-Pietrzak G, Miś A, Rudy S (2015) Physical properties of gluten-free bread caused by water addition. *Int Agrophys* 29:353–364
32. Gonzales-Barron U, Butler F (2006) A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of bread-crumbs features by digital image analysis. *J Food Eng* 74:268–278
33. Torres MD, Moreira R, Chenlo F, Morel MH (2013) Effect of water and guar gum content on thermal properties of chestnut flour and its starch. *Food Hydrocolloid* 33(2):192–198
34. Shinoy S, Viswanathan R, Sajeev MS, Moorthy SN (2006) Gelatinisation and rheological characteristics of minor millet flours. *Biosyst Eng* 95(1):51–59
35. Różyło R, Laskowski J (2011) Predicting bread quality (bread loaf volume and crumb texture). *Polish J Food Nutri Sci* 61:61–67
36. Collar C, Andreu P, Martinez JC, Armero E (1999) Optimization of hydrocolloid addition to improve wheat bread dough functionality: a response surface methodology study. *Food Hydrocolloid* 13(6):467–475
37. Mir SA, Shah MA, Naik HR, Zargar IA (2016) Influence of hydrocolloids on dough handling and technological properties of gluten-free breads. *Trends Food Sci Technol* 51:49–57
38. Matos ME, Rosell CM (2012) Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten free breads. *Eur Food Res Technol* 235(1):107–117
39. Lim HS, Park SH, Ghafoor K, Hwang SY, Park J (2011) Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. *Food Chem* 124(4):1577–1582
40. Larrosa VJ, Lorenzo G, Zaritzky NE, Califano AN (2012) Effect of the addition of proteins and hydrocolloids on the water mobility in gluten-free pasta formulations. *Water* 4:1–17
41. Horstmann SW, Belz MCE, Heitmann M, Zannini E, Arendt EK (2016) Fundamental study on the impact of gluten-free starches on the quality of gluten-free model breads. *Foods* 5(2):30. doi:10.3390/foods5020030
42. Schoenlechner R, Mandala I, Kiskini A, Kostaropoulos A, Berghofer E (2010) Effect of water, albumen and fat on the quality of gluten-free bread containing amaranth. *Int J Food Sci Technol* 45:661–669

*Enrichissement de la formule riz/féverole de  
pains sans gluten type « khobz eddar » par  
l'adjonction de la poudre de graines de  
grenade*

#### **4. Enrichissement de la formule riz-féverole de pain sans gluten type « *khobz-eddar* » par adjonction de la poudre de graines de grenade**

##### **Préambule**

Les résultats de la publication 02 et 03 ont révélé que le traitement hydro-thermique et la combinaison amidons/hydrocolloïdes sont de bon améliorants de la qualité technologique et sensorielle du pain sans gluten type « *khobz eddar* ». Ceci nous a encouragés à développer l'aspect nutritionnel de ce type du pain sans gluten car l'absence de ce composant en diminuer l'apport en protéines et certains nutriments. L'exclusion du gluten des produits de boulangerie en générale et traditionnels, plus précisément pourrait poser des problèmes en terme d'acceptation, car cette protéine joue un rôle clé dans les caractéristiques de qualité du produit fini, pour laquelle l'utilisation d'autres composants tels que ceux présents dans certains plantes ou fruits serait intéressante pour pallier aux problèmes technologiques et peut être nutritionnels de ce type de produits finis (Jnawali *et al.*, 2016, Litwinek *et al.*, 2014).

En outre, les pains sans gluten sont généralement fabriqués à base des formulations sans gluten non enrichis, ce qui conduit à des pains de valeurs nutritionnelles basses (Capriles *et al.*, 2016). Wang *et al.* (2017) a indiqué que malgré le développement dans ce domaine, de nombreux produits sans gluten sont disponibles sur le marché, en particulier les produits fermentés et les produits de boulangerie tels que le pain ont de faibles propriétés nutritionnelles, un goût médiocre et une qualité inférieure. Les patients cœliaques peuvent nécessiter une supplémentation de leur régime alimentaire avec des composés nutritifs pour corriger les carences et restaurer la réserve de nutriments.

Récemment, de nombreuses études ont porté sur l'amélioration des qualités sensorielles et nutritionnelles des produits sans gluten, notamment les produits fermentés et de boulangerie tels que le pain. Cela a été fait en utilisant de nouveaux composants qu'on trouve dans des plantes ou des fruits pour enrichir en nutriments (Mohammed Nour *et al.*, 2016; Ronda *et al.*, 2017). Ces nouveaux ingrédients auraient également un effet sur la rhéologie de la pâte et donc la qualité finale du pain (Ronda *et al.*, 2017).

La grenade (*Punica granatum L.*) est un fruit originaire du Moyen-Orient et de l'Orient. Elle est cultivée dans toute la région méditerranéenne, en Chine, en Inde, en Afrique du Sud et dans les Amériques. Le fruit est consommé frais ou en boissons et contient une forte concentration en polyphénols totaux (Goula et Adamopoulos, 2012; Mehder, 2013), y compris les tanins hydrolysables, qui possèdent une forte activité antioxydante (Suleiman *et al.*, 2016).

Vaijapurkar *et al.*, 2015). Le fruit de la grenade a été utilisé comme produit médicinal et nutritionnel en raison de sa multifonctionnalité et de son grand bénéfice pour l'alimentation humaine. Il contient en outre plusieurs groupes de substances utiles dans la réduction des risques de maladie tels que le cancer (Mehder, 2013).

Peu d'attention a été consacrée à l'application de graines de grenade dans les aliments, en particulier dans les produits sans gluten, malgré leur richesse en antioxydants. Par conséquent, il semble intéressant d'évaluer l'effet des graines de grenade sur la qualité de pains sans gluten. La présente étude a été réalisée pour déterminer l'influence de l'enrichissement du pain sans gluten avec différents niveaux d'incorporation de la poudre de graines de grenade.

A l'issue de ce travail (Publication 04), Nos résultats ont montré que la poudre de graines de grenade améliorerait significativement le volume spécifique et la texture du pain. De plus, ce type d'additif influencerait fortement la couleur du pain. Plus important encore, l'enrichissement en grains de grenades a conduit à améliorer la teneur en polyphénols des pains et a engendré une augmentation de l'activité antioxydante. Par conséquent, les graines de grenade peuvent être utilisées comme de bons ingrédients dans la formulation avec des avantages supposés pour la santé des malades cœliaques visant à la prévention d'autres maladies chroniques.

#### **Publication 04.**

##### **Pomegranate seed powder as a functional component of gluten-free bread (Physical, sensorial and antioxidant evaluation)**

Hayat Bourekoua, Renata Różyło, Urszula Gawlik-Dziki, Leila Benatallah, Mohammed Nasreddine Zidoune<sup>a</sup>, Dariusz Dziki

Publié dans International Journal of Food Science and Technology (2018).

#### **Résumé**

L'objectif de cette étude était d'évaluer l'effet de l'ajout de la poudre de graines de grenade (PSP) sur les propriétés physiques, sensorielles et antioxydantes du pain sans gluten. Le PSP a été incorporé à différents niveaux (2,5%, 5,0%, 7,5% et 10% p/p) dans la formule du pain sans gluten. Les résultats ont montré que le volume spécifique et l'élasticité des pains sans gluten sont augmentés, alors que la dureté et la masticabilité sont diminuées considérablement avec l'augmentation de l'addition de PSP. L'ajout de PSP dans le pain sans gluten a diminué la clarté et le jaunissement de la couleur de la mie et de la croûte, tandis que la rougeur a augmenté. Le contenu en polyphénols totaux a augmenté de 46% à 181 % avec addition de PSP (de 2,5% à 10%). De plus, l'activité antioxydante a été significativement augmentée pour les pains avec PSP par rapport au pain control sans gluten. Pour l'analyse sensorielle, la teneur en polyphénols et l'activité antioxydante, le niveau optimal d'addition de PSP a été estimé à 7,5%.

**Mots clés** : Activité antioxydantes, pains sans gluten, propriétés physiques, poudre des graines de grenade.



## Original article

**Pomegranate seed powder as a functional component of gluten-free bread (Physical, sensorial and antioxidant evaluation)**Hayat Bourekoua,<sup>1,2</sup> Renata Różyło,<sup>2\*</sup>  Urszula Gawlik-Dziki,<sup>3</sup> Leila Benatallah,<sup>1</sup> Mohammed Nasreddine Zidoune<sup>1</sup> & Dariusz Dziki<sup>4</sup>

1 Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires (INATAA), Université des Frères Mentouri-Constantine 1, Route de Ain El-Bey, 25000 Constantine, Algeria

2 Department of Food Engineering and Machines, University of Life Sciences in Lublin, Doświadczalna 44, Lublin 20-280, Poland

3 Department of Biochemistry and Food Chemistry, University of Life Sciences in Lublin, Skromna Street 8, Lublin 20-704, Poland

4 Department of Thermal Technology and Food Process Engineering, University of Life Sciences in Lublin, 44 Doświadczalna St., Lublin 20-280 Poland

(Received 17 January 2018; Accepted in revised form 11 March 2018)

**Summary** The purpose of this study was to evaluate the effect of the addition of pomegranate seed powder (PSP) on physical, sensorial and antioxidant properties of gluten-free bread. The PSP was incorporated at different levels (2.5%, 5.0%, 7.5% and 10%) into formula of gluten-free bread. Control gluten-free bread made without any addition of PSP was used for comparison. The results showed that the specific volume and springiness of gluten-free breads increased, whereas hardness and chewiness decreased significantly with increasing PSP addition. The addition of PSP into gluten-free bread decreased the lightness and yellowness of crumb and crust colour, while redness increased. Total phenolics content (TPC) increased from 46% to 181% with PSP addition (2.5%–10%). Moreover, antioxidant activity was significantly higher for bread with PSP. For bread with the highest percentage of PSP, the highest antioxidant activity was obtained. For sensorial and antioxidant activity, the optimum level of PSP addition was found to be 7.5%.

**Keywords** Antioxidant activity, gluten-free bread, physical properties, pomegranate seed.

**Introduction**

Celiac disease is a chronic enteropathy triggered by the consumption of gluten. Until now, the only known effective treatment is to follow a strict gluten-free diet by excluding wheat, rye, barley and triticale from the diet (Bascañán *et al.*, 2016).

Bourekoua *et al.* (2016) reported that in many countries patients with a celiac disease have difficulty accessing gluten-free products, which leads to subsequent negative effects on the nutritional and health status of these patients. Developing gluten-free products may be one way to improve the situation of celiac disease.

Many gluten-free products with a range of gluten-free formulations have been developed using rice and corn materials combined with various ingredients such as starches, hydrocolloids, emulsifiers and non-gluten proteins, as a gluten replacer, in the aim to improve the rheological properties and final quality of bread

(Capriles *et al.*, 2016; Conte *et al.*, 2018). These gluten-free formulations are not generally enriched or fortified. Therefore, gluten-free products may lead to nutritional deficiencies in macro- and micronutrients (Capriles *et al.*, 2016; Wang *et al.*, 2017). Despite the development in this field, many gluten-free products available in the market especially fermented and bakery products such as bread have low nutritional properties, poor taste, and inferior quality. Celiac patients could require supplementation of their diets with nutrients compounds to correct deficiencies and restore nutrient reserve (Wang *et al.*, 2017; Bourekoua *et al.*, 2018). Moreover, foods with a high level of antioxidants are in high demand because of their health benefits and protection against diseases such as cancer, cardiovascular disease and degenerative diseases (Boyer & Liu, 2004; Dewettinck *et al.*, 2008).

Recently, numerous studies have focused on the study of novel ingredients and natural compounds, such as seeds, fruits and plants. Most of these substances are rich source of antioxidants, which could be incorporated in bread formulation, to enhance the

\*Correspondent: E-mail: renata.rozylo@up.lublin.pl

overall quality of final product and to solve the issue of the lack of nutrients in these products (Dziki *et al.*, 2014; Ronda *et al.*, 2017; Conte *et al.*, 2018). Pomegranate (*Punica granatum* L.) is an old world fruit originating in the Middle East and Orient and cultivated throughout the Mediterranean region, China, India, South Africa and the Americas. It is popularly consumed fresh or in beverages and contains a high concentration of total polyphenols (Mehder, 2013; Bustamante *et al.*, 2017), including hydrolyzable tannins, which possess high antioxidant activity (Vaijapurkar *et al.*, 2015; Sulieman *et al.*, 2016). The separation of different compounds in pomegranate seeds accomplished using the LC-MS/MS technique has been shown by other authors (Rouhi *et al.*, 2017). These analyses demonstrated the major organic acid in pomegranate is malic acid and in addition it was showed the presence of ellagic acid and also the presence of 3, 30-di-O-methyl ellagic acid, chinic acid. The other compounds found in pomegranate seeds were p-hydroxybenzoic acid, methyl 2-[cyclohex-2-en-1-yl (hydroxy) methyl]-3-hydroxy-4-(2-hydroxyethyl)-3-methyl-5-oxoprolinate, and 3-oxooctadecanoic acid (stearic acid). As described by authors an ellagic acid is derivative with antioxidant impact, a chinic acid with anti-inflammatory action, p-hydroxybenzoic acid is an ester with preservative function, a stearic acid is probably the most effective compound on plasma lipid profile.

Pomegranate is a medicinal product; it can treat cardiovascular diseases, atherosclerosis, high blood pressure, cancer and other diseases as reported by Wald (2009). Pomegranate seeds are industrial residues considered interesting sources of punicic acid (Bustamante *et al.*, 2017). Punicic acid is a polyunsaturated fatty acid (18:3 n-5), which is classified as a conjugated linolenic. Recent studies indicate that the potent therapeutic and preventive properties of PA may help the human body to fight against cancers, obesity, diabetes and heart disease (Aruna *et al.*, 2016).

Recently, pomegranates, either the fruit or peel, have been the subject of several studies: to improve the antioxidant profile and organoleptic quality of cookies with pomegranate juice and peel (Paul & Bhattacharyya, 2015); to develop Bajara biscuits by the addition of pomegranate peel (Vaijapurkar *et al.*, 2015); to improve the nutritional, physical and sensorial quality of pan bread (Sayed-Ahmed, 2014); and to improve baking characteristics of wheat bread by the addition of pomegranate peels by-product (Sulieman *et al.*, 2016). Sayed-Ahmed (2014) observed that the addition of pomegranate peel powder to pan bread increased phenolic content.

Little attention has been devoted to the application of seeds in food, especially on gluten-free bakery products, despite their antioxidants. This study evaluated

the effect of adding various levels of pomegranate seed flour on antioxidant levels and the organoleptic and textural qualities of a gluten-free pan bread.

## Materials and methods

### Chemicals

ABTS (2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), Folin-Ciocalteu reagent, ammonium thiocyanate, FeSO<sub>4</sub>, and sodium thiocyanate were purchased from Sigma-Aldrich (Poznan, Poland). All other chemicals were of analytical grade.

### Materials

Pomegranate seed powder was purchased from Nat Vita (Poland) and contained 8.5% moisture, 73.1% carbohydrates, including 53.8% of sugars, 2.8% fat and 5.5% protein content. Rice semolina (size between 200 and 500 µm) had 10.33% moisture, 0.22% ash, 0.50% lipid and 7.80% protein content and was obtained after grinding grains using a laboratory mill (LMN-100 Testchem, Radlin, Poland). The grains were purchased from Makro K&K Sp. z.o.o. (Cmolas, Poland). Field bean semolina (size between 200 and 500 µm) was obtained by grinding seeds purchased from Al-Amir Company (Albehera, Egypt) and had 10.46% moisture, 0.50% ash, 1.03% lipid and 30.86% protein. The bread formula also contained ingredients such as instant dry yeast (Saf-Instant, France), salt, commercial sunflower oil and fresh eggs purchased from a local market.

### Preparation of breads

Gluten-free bread was made according to Bourekoua *et al.* (2016), using a rice/field bean flour in a ratio of 2/1 w/w as a basis. The basic bread recipe consisted of rice/field bean semolina with 2% of dry yeast, 2% of salt, 10% fresh egg, 20% sunflower oil and an appropriate amount of water (75%) determined according to preliminary experiments. Breads were prepared using a mixture of rice/field bean semolina and pomegranate seed powder in the ratios of 100/0, 97.5/2.5, 95/5, 92.5/7.5 and 90/10 w/w (Table 1). The rice and field bean semolina, dry yeast, salt, oil and water were premixed using a dough hook attachment for 1 min at speed 2 (76 r.p.m.) (Kitchen Aid, St. Joseph, MI, USA) and left for 10 min to rest, and then fresh eggs and pomegranate seed powder were added and kneaded for 15 min at speed 6 (148 r.p.m.) at 25 °C in the same mixer. The resulting dough for each formulation was divided and put into four moulds (80 g) (9 × 6 × 3.5 cm), and placed in a

fermentation cabinet at 37 °C for 45 min with a relative humidity of 75%–80%. After fermentation, the dough was baked for 20 min at 230 °C in a baking oven (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Poland). After cooling for 1 h at room temperature, loaves of bread were evaluated for technological and nutritional characteristics. For further analysis (after 3 days of storage), breads were packed and stored (21 °C, 60% RH) in polyethylene bags. Control gluten-free bread and gluten-free bread with different levels of PSP are shown in Fig. 1.

### Evaluation of physical and colour properties of bread

The properties of each of the 5 bread formulations were measured approximately one hour after baking. For each analysis, four samples of each bread type were used.

The volume of breads was determined by the millet seed displacement method according to the AACC Approved Method 10.05. (AACC, 2000), and the specific volume ( $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ ) was calculated by dividing volume by weight.

Texture profile analysis (TPA) was performed (1 h and 3 days after baking) on the bread crumb using a strength tester (ZWICK Z020/TN2S, Ulm, Germany): the samples (30 × 30 × 20 mm) of bread crumb were compressed twice to 50% of the original height of the sample using head equipped with a 30 mm (diameter) plug (100N) using a crosshead speed of 1 mm s<sup>-1</sup> (Różyło *et al.*, 2015). The parameters recorded were hardness, chewiness and springiness, obtained from two-bite TPA curves (1 and 2 curves): hardness (peak force 1), springiness (length of the base of the area 2/length of the base of the area 1), chewiness (hardness × cohesiveness × springiness). TPA measurements on gluten-free breads were carried out after one hour (Bourekoua *et al.*, 2018) and after 3 days of storage (Różyło *et al.*, 2015).

The colour measurements of crumb and crust bread samples were determined using a 4Wave CR30-16 colourimeter (Planeta, Tychy, Poland) under the following conditions: light: D65; space: Laboratory; diam: 16 mm; style: 8/day. The colour was recorded

using CIE-*Lab* uniform colour space, where  $L^*$  indicates lightness. The redness+/greenness– and the yellowness+/blueness– were denoted by  $a^*$  and  $b^*$  values, respectively. The total colour difference formula ( $\Delta E$ ) was calculated as follows:

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2}$$

Data from three slices per loaf were averaged.

### Total phenolic content and antioxidant activity

#### Preparation of extracts

Dried and powdered bread samples (knife grinder Optimum RK-0150, Expo-service Warsaw, Poland) and PSP were used for extract preparation analysis. One gram of sample was extracted with three times with 5 mL of methanol (water mixture 1:1, v/v) for 30 min. After centrifugation (15 min, 6800 g), the fractions were collected, combined and used for further analysis.

#### Total phenolic content

The total phenolics content was estimated according to the Folin–Ciocalteu method (Singleton & Rossi, 1965) and calculated as gallic acid (GAE) equivalents ( $\text{mg g}^{-1} \text{d.m.}$ ).

A 0.1 mL sample of the extract was mixed with 0.1 mL of H<sub>2</sub>O, with 0.4 mL of Folin reagent (1: 5 H<sub>2</sub>O), and after 3 min with 2 mL of 10% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. After 30 min, the absorbance of mixed samples was measured at a wavelength of 720 nm. The amount of total phenolics was expressed as gallic acid equivalents (GAE).

Antioxidant activity was expressed as EC<sub>50</sub> – extract concentration provided 50% of activity based on dose-dependent mode of action.

#### Antioxidant activity

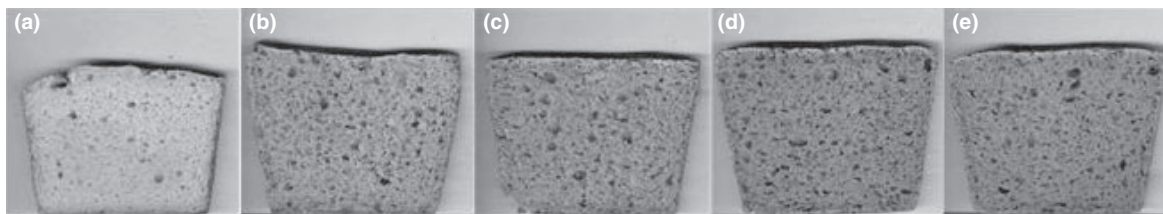
For antioxidant activity (AA) analyses, a DPPH decolourisation assay was used as described by Brand-Williams *et al.* (1995) and this was followed by tests to measure ABTS radical scavenging activity according to Re *et al.* (1999). RED (reducing power) was measured according to Oyaizu (1986), and an OH<sup>•</sup> scavenging assay according to the method was described by Su *et al.* (2009). The antioxidant activity of the PSP extract and the extract from the gluten-free breads was calculated as an EC<sub>50</sub> value ( $\text{mg mL}^{-1}$ : the effective concentration at which the loss of 50% of the free-radical activity is noted).

### Sensorial evaluation

Gluten-free breads were sliced mechanically (1 cm thick) and divided into eight parts (Matos & Rosell, 2012). The panel for sensory evaluation consisted of 52 untrained consumers (23–48 years old, 28 females

**Table 1** Gluten-free breads ingredients

Ingredients	Control formulation	Enriched gluten-free breads with PSP formulations			
		97.5	95	92.5	90
Rice field bean semolina (g)	100	97.5	95	92.5	90
PSP(g)	0	2.5	5	7.5	10
Dry yeast (g)	2	2	2	2	2
Salt	2	2	2	2	2
Sunflower oil (mL)	20	20	20	20	20
Fresh egg (g)	10	10	10	10	10
Water (mL)	75	75	75	75	75



**Figure 1** Crumb appearance of gluten-free breads with pomegranate seed powder (PSP). a, b, c, d, e: gluten-free bread with 0%, 2.5%, 5.0%, 7.5% and 10% PSP.

and 24 males) who were habitual consumers of bread. According to a nine-point hedonic scale (1: dislike extremely, 5: neither like nor dislike, 9: like extremely), the taste, aroma, texture and overall acceptability of breads were evaluated (Lim *et al.*, 2011).

### Statistical analysis

Data were averaged and means were compared and evaluated using one-way analysis of variance (ANOVA) followed by the Tukey's Significant Differences *post hoc* test. A statistical difference at  $P < 0.05$  was considered significant. Data were statistically analysed with Statistica version 7.0 (StatSoft, Inc., Tulsa, OK, USA).

## Results and discussion

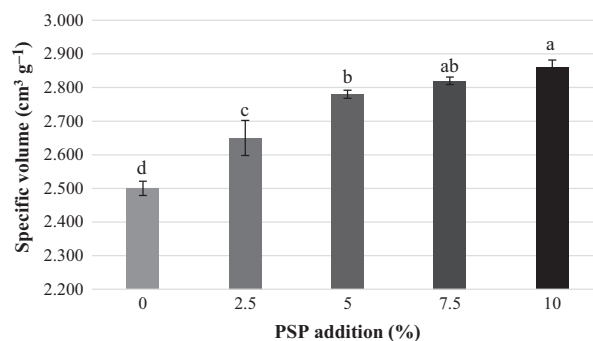
### Physical and colour properties of bread with pomegranate seed powder

#### Specific volume

Specific volume is a very important criterion used for the determination and assessment of the quality of bread (Różyło & Laskowski, 2011).

The specific volume of gluten-free breads was significantly ( $P < .05$ ) increased following the addition of PSP from 0% to 10%. The highest values of specific volume about 14% higher than for the control bread were obtained with 7.5% and 10% PSP addition, respectively (Fig. 2). There were no significant differences between 5% and 7.5% PSP addition and between 7.5% and 10%. For 5% of PSP addition, the specific volume was 11% higher than for the control bread.

These results are not consistent with those previously published for wheat bread fortified with pomegranate peel (Mehder, 2013; Sayed-Ahmed, 2014; Sulieman *et al.*, 2016). These authors reported that the addition of pomegranate peel to wheat bread decreased the specific volume. The structure of wheat bread is formed by the presence of gluten; various plant additives may cause weakness of dough and a decrease in loaf volume. In the case of gluten-free bread, the mechanism of creating the crumb structure



**Figure 2** Specific volume of gluten-free bread with added pomegranate seed powder (PSP). a, b, c: indicated significant difference at 0.05 levels.

is different and may be caused by other factors. The addition of PSP could change the hydration properties and rheological behaviour of gluten-free dough which could cause consistency changes of dough. As explained by Renzetti & Arendt (2009), the decrease in dough consistency may improve dough development owing to a reduced resistance to expansion during proofing. The added bioactive ingredients containing insoluble material may or may not promote the protein cross links. Such cross links may influence the structure and properties of a bread system during baking (Sivam *et al.*, 2010).

#### Textural parameters

Texture profile analysis (TPA) measurements allow the consistent and objective checking of the quality of bread (Paciulli *et al.*, 2016).

As shown in Table 2, with an increased content of PSP, a significant effect was observed in the textural properties of bread crumbs. Hardness and chewiness were decreased with PSP addition: from 0% to 10% compared to control bread. Crumb hardness was already significantly reduced by 12% with the 5% of PSP addition. A larger share of PSP (7.5%–10%) caused a reduction in the crumb hardness by 21%. PSP significantly increased crumb springiness. The highest values of springiness were obtained with the

addition of 2.5%, 5% and 7.5% of PSP. These values were 11.5%–17% higher than the values found for control bread; Sayed-Ahmed (2014) found that the addition of pomegranate peels powder led to a decrease in the springiness and an increase in chewiness of pan bread based on wheat. When comparing texture parameters after 3 days, there were no significant differences between texture parameters for control bread and bread with pomegranate. In our study, the addition of pomegranate seeds to gluten-free bread improved the textural properties of fresh bread. The level of 7.5% PSP in the recipe was found to be the best for improving specific volume and texture profile properties of gluten-free bread.

#### Colour of bread

The results of bread crumb and crust colour assessments are shown in Table 3. Gluten-free bread with PSP appears darker in comparison with control bread. The addition of PSP from 0% to 10% decreased significantly the lightness ( $L^*$ ) of crumb by 24%. The redness ( $a^*$ ) of crumb increased significantly with the share of PSP, whereas the addition of PSP slightly decreased the redness of crust. The redness of crumb was 3.2 times

greater for bread with 10% of PSP in comparison with control bread. Already a 2.5 percent addition of PSP caused a significant increase by 66% in the redness of bread crumb. Compared to the crumb, the redness changes for the crust were not so important.

The addition of PSP to gluten-free bread significantly affected the yellowness of crust colour. Value of  $b^*$  decreased by 16%–18% with the addition of PSP to bread from 2.5% to 10% compared to control gluten-free bread ( $P < 0.05$ ).

Wetzstein *et al.* (2011) reported that pomegranate seeds are deep red in colour. In general, the darkness of gluten-free bread was acceptable.

#### Total phenolic content and antioxidant capacity of breads

Table 4 shows the results of total phenolic content (TPC) and antioxidant activity (AA) of PSP and gluten-free bread extract. For AA, the low value of  $EC_{50}$  indicated a higher activity.

The results presented in Table 4 indicated that TPC in PSP was from 5.5 to 2.3 times higher in comparison with that in control bread and breads enriched with PSP.

Our results showed that PSP increased TPC 2.8 times in obtained bread, with 10% of PSP in

**Table 2** Textural parameters of gluten-free breads with pomegranate seed powder

Parameters	0%	2.50%	5%	7.50%	10%
Texture after 1 hour post baking					
Hardness (N)	25.30 ± 0.99 <sup>a</sup>	24.40 ± 1.391 <sup>a</sup>	22.36 ± 0.359 <sup>b</sup>	20.04 ± 0.661 <sup>c</sup>	20.03 ± 0.053 <sup>c</sup>
Chewiness (N)	6.39 ± 0.14 <sup>a</sup>	5.24 ± 0.462 <sup>b</sup>	4.29 ± 0.348 <sup>c</sup>	3.84 ± 0.270 <sup>cd</sup>	3.76 ± 0.042 <sup>d</sup>
Springiness	0.72 ± 0.05 <sup>c</sup>	0.84 ± 0.019 <sup>a</sup>	0.828 ± 0.008 <sup>ab</sup>	0.841 ± 0.007 <sup>a</sup>	0.811 ± 0.005 <sup>b</sup>
Texture after 3 days of storage					
Hardness (N)	26.59 ± 1.226 <sup>ab</sup>	25.37 ± 0.883 <sup>b</sup>	25.36 ± 1.218 <sup>b</sup>	26.3 ± 0.646 <sup>ab</sup>	27.73 ± 0.851 <sup>a</sup>
Chewiness (N)	4.77 ± 0.264 <sup>a</sup>	4.2 ± 0.087 <sup>ab</sup>	4.18 ± 0.800 <sup>b</sup>	3.37 ± 0.410 <sup>c</sup>	3.45 ± 0.301 <sup>bc</sup>
Springiness	0.521 ± 0.032 <sup>b</sup>	0.617 ± 0.017 <sup>a</sup>	0.528 ± 0.025 <sup>b</sup>	0.520 ± 0.003 <sup>b</sup>	0.519 ± 0.013 <sup>b</sup>

Values in the same line not sharing same letters are significantly different ( $P < 0.05$ ).

**Table 3** Colour of crumb and crust of gluten-free with pomegranate seed powder

Parameters	Pomegranate seeds powder level				
	0%	2.50%	5%	7.50%	10%
Crumb colour					
$L^*$	63.37 ± 1.97 <sup>a</sup>	54.35 ± 0.94 <sup>b</sup>	50.33 ± 0.10 <sup>cd</sup>	51.51 ± 0.75 <sup>c</sup>	48.02 ± 0.31 <sup>d</sup>
$a^*$	2.36 ± 0.023 <sup>e</sup>	3.94 ± 0.02 <sup>d</sup>	5.74 ± 0.09 <sup>c</sup>	6.09 ± 0.13 <sup>b</sup>	7.53 ± 0.08 <sup>a</sup>
$b^*$	22.62 ± 0.29 <sup>a</sup>	20.23 ± 0.06 <sup>c</sup>	21.29 ± 0.41 <sup>b</sup>	20.86 ± 0.28 <sup>bc</sup>	23.17 ± 0.08 <sup>a</sup>
$\Delta E$	–	9.55 ± 1.64 <sup>c</sup>	17.38 ± 1.08 <sup>ab</sup>	16.48 ± 0.55 <sup>b</sup>	19.83 ± 0.43 <sup>a</sup>
Crust colour					
$L^*$	52.40 ± 1.21 <sup>a</sup>	48.42 ± 0.86 <sup>b</sup>	50.41 ± 0.65 <sup>ab</sup>	50.27 ± 0.27 <sup>ab</sup>	50.19 ± 1.61 <sup>ab</sup>
$a^*$	13.99 ± 0.38 <sup>a</sup>	13.12 ± 0.37 <sup>ab</sup>	12.89 ± 0.44 <sup>bc</sup>	12.07 ± 0.19 <sup>c</sup>	12.11 ± 0.19 <sup>c</sup>
$b^*$	35.20 ± 0.14 <sup>a</sup>	29.14 ± 1.25 <sup>c</sup>	32.06 ± 0.39 <sup>b</sup>	30.71 ± 0.08 <sup>bc</sup>	29.67 ± 0.56 <sup>c</sup>
$\Delta E$	–	5.67 ± 0.73 <sup>a</sup>	3.60 ± 0.42 <sup>b</sup>	6.00 ± 0.42 <sup>a</sup>	6.19 ± 0.90 <sup>a</sup>

Values in the same line not sharing same letters are significantly different ( $P < 0.05$ ).

comparison with control bread. Even a 2.5% PSP addition caused a 46% increase in TPC. There are no previous reports with pomegranate seed powder. In our study, PSP had significantly higher (5.5 times greater) TPC content than control bread and it caused significant changes in supplemented breads. The data revealed that PSP had significantly higher DPPH and ABTS scavenging capacity than extracts from gluten-free breads. Gluten-free breads with PSP contained higher activities of both DPPH and ABTS, than the control bread, except for 2.5% levels of PSP in DPPH activity. The maximum activity for DPPH was found for bread with 10% of PSP ( $EC_{50}$  had 54% lower value than for control bread), whereas in the case of ABTS for bread with 7.5% of PSP addition. The content of phenolic compounds does not always translate into antioxidant activity (Terpinc *et al.*, 2012; Jakobek, 2015). Whole food, like breads, consists of very complicated model system. This fact is strongly documented in functional foods literature (Świeca *et al.*, 2014), and attempts are made to explain it (Wang *et al.*, 2015).

Regarding RED and OH scavenging capacity, gluten-free breads with PSP contained significantly greater activity compared to control bread. The maximum RED was found for 10% of PSP addition ( $EC_{50}$  was 44.7% lower than for control bread). The

maximum OH scavenging activity ( $EC_{50}$  was 44.7% lower than for control bread) was observed for 10% of PSP addition.

Considering the results of TPC and AA of control bread and gluten-free bread with different levels of PSP addition, it was concluded that PSP is significantly recommended in gluten-free bread at levels up to 10%.

#### Sensory evaluation

Sensory evaluation (Table 5) for taste showed that the highest value was obtained for control bread, but some consumers found that gluten-free bread with 2.5% and 5% also tasted good. There were no significant differences between bread with 0%, 2.5% and 5.0% and between bread with 2.5%, 5.0% and 7.5%. The significantly lowest value for taste (slightly bitter) was observed for 10% of PSP addition. The taste of the bread was influenced by the taste of the pomegranate seeds themselves, which had a bitter taste and this caused changes along with the increasing share.

The aroma attribute decreased with increasing levels of PSP addition. The highest aroma level was obtained with GFB control, and the lowest with 10% of PSP addition. The value of aroma evaluation of bread with 10% of PSP was 30% lower than for control bread.

**Table 4** Total phenolics content and antioxidant activity of PSP and bread samples

Sample	[Mg g <sup>-1</sup> d.w.] TPC	[EC <sub>50</sub> mg d.w. mL]			
		DPPH	ABTS	RED	OH
P0	0.88 ± 0.00 <sup>f</sup>	25.97 ± 4.41 <sup>a</sup>	9.95 ± 0.21 <sup>a</sup>	40.02 ± 1.36 <sup>a</sup>	90.81 ± 6.91 <sup>a</sup>
P2.5	1.29 ± 0.02 <sup>e</sup>	29.39 ± 6.07 <sup>a</sup>	6.22 ± 0.12 <sup>b</sup>	28.12 ± 1.34 <sup>b</sup>	55.84 ± 2.48 <sup>b</sup>
P5	1.43 ± 0.07 <sup>d</sup>	13.55 ± 0.10 <sup>b</sup>	5.99 ± 0.14 <sup>c</sup>	26.34 ± 1.18 <sup>b</sup>	58.48 ± 2.42 <sup>b</sup>
P7.5	2.16 ± 0.08 <sup>c</sup>	14.24 ± 0.67 <sup>b</sup>	5.16 ± 0.04 <sup>d</sup>	24.55 ± 3.71 <sup>bc</sup>	57.24 ± 2.75 <sup>b</sup>
P10	2.47 ± 0.02 <sup>b</sup>	11.97 ± 0.32 <sup>c</sup>	6.14 ± 0.02 <sup>b</sup>	22.13 ± 0.28 <sup>c</sup>	50.26 ± 3.51 <sup>c</sup>
PSP	4.87 ± 0.01 <sup>a</sup>	6.81 ± 0.10 <sup>d</sup>	4.50 ± 0.10 <sup>e</sup>	7.68 ± 0.02 <sup>d</sup>	52.91 ± 5.18 <sup>bc</sup>

TPC, total phenolics content; DPPH, ability to quench DPPH radicals; ABTS, ability to quench ABTS radicals; RED, reducing power; OH, ability to quench OH radicals; P0, P2.5, P5, P7.5, P10, control bread and bread with 2.5, 5, 7.5 and 10% PSP addition, respectively; PSP, pomegranate seed powder. Values in the same column not sharing same letters are significantly different ( $P < 0.05$ ).

**Table 5** Sensory evaluation of gluten-free breads with pomegranate seed powder

PSP addition	Sensory evaluation attributes				
	Taste	Aroma	Appearance	Texture	Overall
0%	6.32 ± 0.471 <sup>a</sup>	8.06 ± 0.497 <sup>a</sup>	7.70 ± 0.575 <sup>a</sup>	6.04 ± 0.587 <sup>c</sup>	6.81 ± 0.878 <sup>ab</sup>
2.5%	6.23 ± 0.577 <sup>ab</sup>	7.75 ± 0.434 <sup>b</sup>	7.34 ± 0.732 <sup>bc</sup>	6.60 ± 0.716 <sup>b</sup>	6.91 ± 0.878 <sup>ab</sup>
5%	6.17 ± 0.706 <sup>ab</sup>	7.32 ± 0.781 <sup>c</sup>	7.23 ± 0.776 <sup>c</sup>	7.23 ± 0.425 <sup>a</sup>	7.08 ± 0.737 <sup>a</sup>
7.5%	5.96 ± 0.430 <sup>b</sup>	6.26 ± 0.524 <sup>d</sup>	7.49 ± 0.639 <sup>abc</sup>	7.34 ± 0.478 <sup>a</sup>	6.57 ± 0.50 <sup>b</sup>
10%	5.05 ± 0.310 <sup>c</sup>	5.64 ± 0.484 <sup>e</sup>	7.60 ± 0.531 <sup>ab</sup>	7.40 ± 0.494 <sup>a</sup>	5.38 ± 0.471 <sup>c</sup>

Values followed by the same letter in the same column are not significantly different ( $P < 0.05$ ).

A higher value for appearance was obtained for control bread, while some consumers also found gluten-free bread with 7.5% and 10% acceptable. Appearance evaluation depends on consumer and these changes were not significant.

For texture, the highest evaluation values were obtained in the range from 5% to 10% of PSP addition, and the lowest texture evaluation was found for control bread with a texture evaluation of 6.04. In our study, the sensory evaluated texture is related to the instrumental evaluation (TPA test), where for bread with a higher addition of PSP, both less hardness and greater springiness were noticed.

A higher overall evaluation was obtained by 5% of PSP addition, followed by 2.5% of PSP addition and control bread. Some consumers also preferred control bread and the bread with 2.5% of PSP addition. These breads were highly rated for both taste, appearance and texture, and this certainly influenced their overall rating.

## Conclusions

The results showed that pomegranate seed powder at a level from 2.5% to 10% significantly improved the specific volume (from 6% to 14%) of bread. The higher values of springiness between 11.5% and 17% were observed for bread with 2.5%, 5.0% and 7.5%. Crumb hardness was significantly reduced by 12% already with the 5% of PSP addition of bread. Sensorial analysis showed an acceptable bread to have 5% of PSP addition. The optimum gluten-free bread with the best physical characteristics and high antioxidant properties was found for 7.5% of PSP. This supplemented bread had 145% higher TPC and higher value of antioxidant activity. Therefore, pomegranate seeds can be used as an ingredient in the formulation of gluten-free bread containing enhanced levels of antioxidants.

## Acknowledgments

This research was funded by the exceptional National Program. H. Bourekoua acknowledges the financial support of Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires (INATAA). Experiments were also supported by statutory funds of the Life Sciences University in Lublin, Poland.

## Conflict of interest

Authors have no conflict of interest to declare.

## References

AACC. (2000). *American Association of Cereal Chemists. Approved methods of the AACC*, 10th ed. St Paul, USA: American Association of Cereal Chemists.

- Aruna, P., Venkataramanamma, D., Singh, A.K. & Singh, R.P. (2016). Health benefits of punicic acid: a review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, **15**, 16–27.
- Bascuñán, K.A., Vespa, M.C. & Araya, M. (2016). Celiac disease: understanding the gluten-free diet. Review. *European Journal of Nutrition*, **56**, 449–459.
- Bourekoua, H., Benatallah, L., Zidoune, M.N. & Rosell, C.M. (2016). Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT - Food Science and Technology*, **73**, 342–350.
- Bourekoua, H., Różyło, R., Gawlik-Dziki, U., Benatallah, L., Zidoune, M.N. & Dziki, D. (2018). Evaluation of physical, sensorial, and antioxidant properties of gluten-free bread enriched with *Moringa Oleifera* leaf powder. *European Food Research and Technology*, **244**, 189–195.
- Boyer, J. & Liu, R.H. (2004). Apple phytochemicals and their health benefits. *Nutrition Journal*, **3**, 1–15.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E. & Berset, C. (1995). Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, **28**, 25–30.
- Bustamante, A., Hinojosa, A., Robert, P. & Escalona, V. (2017). Extraction and microencapsulation of bioactive compounds from pomegranate (*Punica granatum* var. Wonderful) residues. *International Journal of Food Science and Technology*, **52**, 1452–1462.
- Capriles, V.D., dos Santos, F.G. & Arêas, J.A.G. (2016). Gluten-free breadmaking: improving nutritional and bioactive compounds. *Journal of Cereal Science*, **67**, 83–91.
- Conte, P., Del Caro, A., Balestra, F., Piga, A. & Fadda, C. (2018). Bee Pollen as a functional ingredient in gluten-free bread: a physico-chemical, technological and sensory approach. *LWT - Food Science and Technology*, **90**, 1–7.
- Dewettinck, K., Van Bockstaele, F., Kühne, B., Van de Walle, D., Courtens, T.M. & Gellynck, X. (2008). Nutritional value of bread: influence of processing, food interaction and consumer perception. *Journal of Cereal Science*, **48**, 243–257.
- Dziki, D., Różyło, R., Gawlik-Dziki, U. & Świeca, M. (2014). Current trends in the enhancement of antioxidant activity of wheat bread by the addition of plant materials rich in phenolic compounds. *Trends in Food Science and Technology*, **40**, 48–61.
- Jakobek, L. (2015). Interactions of polyphenols with carbohydrates, lipids and proteins. *Food Chemistry*, **175**, 556–567.
- Lim, H.S., Park, S.H., Ghafoor, K., Hwang, S.Y. & Park, J. (2011). Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. *Food Chemistry*, **124**, 1577–1582.
- Matos, M.E. & Rosell, C.M. (2012). Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten-free breads. *European Food Research Technology*, **235**, 107–117.
- Mehder, A.O.A. (2013). Pomegranate Peels Effectiveness in improving the nutritional, physical and sensory characteristics of pan bread. *Current Science International*, **2**, 8–14.
- Oyaizu, M. (1986). Studies on products of browning reaction – Antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *Japanese Journal of Nutrition*, **44**, 307–315.
- Paciulli, M., Rinaldi, M., Cirilini, M., Scazzino, F. & Chiavaro, E. (2016). Chestnut flour addition in commercial gluten-free bread: a shelf-life study. *LWT-Food Science and Technology*, **70**, 88–95.
- Paul, P. & Bhattacharyya, S. (2015). Antioxidant profile and sensory evaluation of cookies fortified with juice and peel powder of fresh Pomegranate (*Punica granatum*). *International Journal of Agricultural and Food Science*, **5**, 85–91.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M. & Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*, **26**, 1231–1237.
- Renzzetti, S. & Arendt, E.K. (2009). Effect of protease treatment on the baking quality of brown rice bread: From textural and

- rheological properties to biochemistry and microstructure. *Journal of Cereal Science*, **50**, 22–28.
- Ronda, F., Pérez-Quirce, S. & Villanueva, M. (2017). Chapter 12 - Rheological Properties of Gluten-Free Bread Doughs: relationship with Bread Quality. In *Advances in Food Rheology and its Applications. A volume in Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition* (edited by J. Jasim Ahmed, P. Ptaszek, & S. Basu). Pp. 297–334. Duxford, Elsevier.
- Rouhi, S.Z.T., Sarker, M.M.R., Rahmat, A., Alkahtani, S.A. & Othman, F. (2017). The effect of pomegranate fresh juice versus pomegranate seed powder on metabolic indices, lipid profile, inflammatory biomarkers, and the histopathology of pancreatic islets of Langerhans in streptozotocin-nicotinamide induced type 2 diabetic Sprague-Dawley rats. *BMC Complementary and Alternative Medicine*, **17**, 156–165.
- Różyło, R. & Laskowski, J. (2011). Predicting bread quality (Bread Loaf Volume and Crumb Texture). *Polish Journal of Food Nutrition Sciences*, **61**, 61–67.
- Różyło, R., Dziki, D., Gawlik-Dziki, U., Cacak-Pietrzak, G., Miś, A. & Rudy, S. (2015). Physical properties of gluten-free bread caused by water addition. *International Agrophysics*, **29**, 353–364.
- Sayed-Ahmed, E.F. (2014). Evaluation of pomegranate peel fortified pan bread on body weight loss. *International Journal of Nutrition and Food Sciences*, **3**, 411–420.
- Singleton, V.L. & Rossi, J.A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, **16**, 144–158.
- Sivam, A.S., Sun-Waterhouse, D., Quek, S.Y. & Perera, C.O. (2010). Properties of bread dough with added fiber polysaccharides and phenolic antioxidants: a review. *Journal of Food Science*, **75**, 163–174.
- Su, X.-Y., Wang, Z.-Y. & Liu, J.-R. (2009). *In vitro* and *in vivo* antioxidant activity of *Pinus koraiensis* seed extract containing phenolic compounds. *Food Chemistry*, **117**, 681–686.
- Sulieman, A.M.E., Babiker, W.A.M., Elhardallou, S.B., Elkhalfa, E.A. & Veettil, V.N. (2016). Influence of enrichment of wheat bread with pomegranate (*Punica granatum* L) peels by-products. *International Journal of Food Science and Nutrition Engineering*, **6**, 9–13.
- Świeca, M., Sęczyk, L., Gawlik-Dziki, U. & Dziki, D. (2014). Bread enriched with quinoa leaves - the influence of protein-phenolics interactions on the nutritional and antioxidant quality. *Food Chemistry*, **162**, 54–62.
- Terpinc, P., Čeh, B., Ulrih, N.P. & Abramovič, H. (2012). Studies of the correlation between antioxidant properties and the total phenolic content of different oil cake extracts. *Industrial Crops and Products*, **39**, 210–217.
- Vaijapurkar, K.R., Rudrawar, B.D., Dambalkar, V.S. & Poojari, V.R. (2015). Development and standardization of Bajara biscuits (*Pennisetum glaucum*) with added pomegranate peel powder and their physical and sensory attributes. *International Journal of Science and Research*, **4**, 952–956.
- Wald, E. (2009). Le grenadier (*Punica granatum*): Plante historique et évolutions thérapeutiques récentes. Thèse de Doctorat en Pharmacie. Université Henri Poincaré - Nancy 1. France. 149 p.
- Wang, S., Wang, D. & Liu, Z. (2015). Synergistic, additive and antagonistic effects of *Potentilla fruticosa* combined with EGb761 on antioxidant capacities and the possible mechanism. *Industrial Crops and Products*, **67**, 227–238.
- Wang, K., Lu, F., Li, Z., Zhad, L. & Han, C. (2017). Recent developments in gluten-free bread baking approaches: a review. *Food Science and Technology, Campinas*, **37**, 1–9.
- Wetzstein, H.Y., Zhang, Z., Ravid, N. & Wetzstein, M.E. (2011). Characterization of attributes related to fruit size in pomegranate. *Hort Science*, **46**, 908–912.



*Enrichissement de la formule riz/féverole  
de pains sans gluten type « khobz eddar »  
par incorporation de la poudre des feuilles  
de Moringa*

## 5. Enrichissement de la formule riz-féverole de pain type « *khobz-eddar* » par adjonction de la poudre des feuilles de Moringa

### Préambule

Afin d'attendre le meilleur équilibre nutritionnel pour les malades cœliaques, un autre type de plante a été testé pour leur richesse en matières nutritionnelles, c'est les feuilles de Moringa.

*Moringa oleifera* communément connue comme la plante miracle ou «l'arbre de la vie» est une plante originaire de l'Inde, mais elle est cultivée dans le monde entier ; c'est un arbre nutritif avec différentes utilisations potentielles (Morton, 1991, Wang *et al.*, 2017). Ses feuilles sont considérées comme l'une des meilleures sources végétales de minéraux et vitamines, leurs teneurs en calcium, en fer et en potassium est très élevée (Sengev *et al.*, 2013). Elles sont d'excellentes sources de protéines et contiennent très peu de matières grasses et de glucides. Elles constituent une source incomparable d'acides aminés essentiels tels que la lysine, la méthionine et la cystéine souvent déficients dans les régimes alimentaires. Ceci faire de ces feuilles l'un des meilleurs aliments végétaux (Teye *et al.*, 2013, Hekmat *et al.*, 2015, Mohammed Nour *et al.*, 2016).

Les feuilles de *Moringa oleifera* sont riches également en sources de phyto-nutriments tels que les caroténoïdes (Saini *et al.*, 2014; Wang *et al.*, 2017), les tocophérols et l'acide ascorbique, elles contiennent également des quantités appréciables de phénols totaux et de flavonoïdes qui peuvent être utilisé comme antioxydant (Oyeyinka et Oyeyinka, 2016, Wang *et al.*, 2017, Vázquez-León *et al.*, 2017). Dans de nombreuses régions du monde, y compris l'Afrique, l'utilisation de *M. oleifera* comme fortifiant alimentaire est en augmentation. Certaines études ont été menées pour l'utilisation de la poudre de feuilles de Moringa comme complément nutritif du pain de blé (Sengev *et al.*, 2013; Olaitan *et al.*, 2014; Oyeyinka et Oyeyinka, 2016).

Le pain sans gluten est souvent pauvre en protéines, minéraux et autres nutriments par rapport au pain à base de blé (Sabanis *et al.*, 2008, Litwinek *et al.*, 2014). La supplémentation de pain sans gluten par les feuilles de Moringa semble être un bon moyen de fournir des niveaux appropriés de minéraux, de protéines, de phénols et d'autres nutriments.

Dans le monde entier, le seul traitement éprouvé de la maladie cœliaque est une adhésion stricte et permanente à un régime sans gluten, ce qui entraîne une carence en éléments

nutritifs résultant non seulement des anomalies intestinales, mais aussi d'un apport insuffisant de nutriments dans le régime sans gluten (Kiskini *et al.*, 2012, Wronkowska *et al.*, 2013).

En l'absence d'étude sur le pain sans gluten avec des feuilles de Moringa, il semble intéressant de mener ce travail pour déterminer l'effet de l'ajout de la poudre de feuilles de Moringa sur les propriétés physiques, sensorielles et antioxydantes de pain sans gluten type « *khobz eddar* ».

En conclusion, les feuilles de Moringa ont montré une richesse importante en matières nutritionnelles, les pains sans gluten type « *khobz eddar* » enrichis par les feuilles de Moringa sont des aliments fonctionnels par leurs richesses en substances antioxydantes dotés des activités anti radicalaires importantes. L'utilisation des feuilles de Moringa en combinaison avec d'autres améliorants peut donner des pains sans gluten de meilleure qualité technologique et nutritionnelle à la fois. Les détails de ce travail sont présentés dans la Publication 05.

## Publication 05.

### Evaluation of physical, sensorial, and antioxidant properties of gluten-free bread enriched with *Moringa oleifera* leaf powder

Hayat Bourekoua, Renata Różyło, Urszula Gawlik-Dziki, Leila Benatallah, Mohammed Nasreddine Zidoune, Dariusz Dziki

Publié dans European Food Research and Technology (2017).

#### **Résumé**

L'objectif de cette étude était d'évaluer l'effet de l'addition de la poudre de feuilles de *Moringa oleifera* sur les propriétés physiques, sensorielles et antioxydantes de pain sans gluten. La poudre de feuilles de Moringa (MLP) a été incorporée à différents niveaux (2,5, 5,0, 7,5 et 10% p/p) dans le pain sans gluten. Les résultats ont révélé que l'addition de plus de 2,5% a diminué le volume spécifique de pain. La dureté et la masticabilité a légèrement diminué avec 2,5 et 10% d'addition de MLP, alors que l'élasticité n'a pas été affecté par l'addition de MLP. Pour l'évaluation sensorielle, le pain le plus acceptable et celui additionné de 2,5% de MLP. La clarté de la mie et de la croûte a diminué avec l'augmentation de MLP de  $L^*$  de 63,37 à 27,59 et de 52,40 à 33,49, respectivement. Le contenu phénolique total (TPC) et l'activité antioxydante des extraits ont augmenté avec l'addition de MLP. L'ajout de MLP déjà pour 2,5% a entraîné une forte augmentation du contenu de TPC (de 0,88 à 2,12 GAE / g m.s). L'activité antioxydante la plus élevée pour le piégeage du DPPH a été trouvée pour 7,5% et pour 10% de l'addition de MLP. Pour la capacité de piégeage de l'ABTS, l'activité élevée était de 5, 7,5 et 10%. En ce qui concerne le pouvoir réducteur RED et le piégeage de radical OH, les pains sans gluten avec MLP de 2,5 à 10% présentaient une activité significativement plus élevée (RED de 32,92 à 21,56 et OH de 54,38 à 47,31 EC<sub>50</sub> mg m.s par rapport au pain control sans gluten (40,02 ; 90,81 EC<sub>50</sub> mg ms / mL, respectivement). Compte tenu de l'évaluation sensorielle et de l'activité antioxydante, l'ajout de MLP ne doit pas dépasser 5%.

**Mots clés** : Panification, pain sans gluten, feuilles de Moringa, propriétés physiques, activité antioxydante.

# Evaluation of physical, sensorial, and antioxidant properties of gluten-free bread enriched with *Moringa Oleifera* leaf powder

Hayat Bourekoua<sup>1,2</sup> · Renata Różyło<sup>2</sup> · Urszula Gawlik-Dziki<sup>3</sup> · Leila Benatallah<sup>1</sup> · Mohammed Nasreddine Zidoune<sup>1</sup> · Dariusz Dziki<sup>4</sup>

Received: 18 April 2017 / Revised: 8 June 2017 / Accepted: 24 June 2017  
© The Author(s) 2017. This article is an open access publication

**Abstract** The aim of this study was to evaluate the effect of *Moringa oleifera* leaf powder addition on physical, sensorial, and antioxidant properties of gluten-free bread. Moringa leaf powder (MLP) was incorporated at different levels (2.5, 5.0, 7.5, and 10% in basic replacement) in gluten-free bread. The results revealed that addition more than 2.5% decreased the specific volume of bread. The hardness and chewiness of bread slightly decreased with 2.5 and 10% MLP addition, whereas springiness was not affected by MLP. For sensory evaluation, the most acceptable gluten-free bread was obtained for control bread and bread with 2.5% MLP. The lightness of crumb and crust decreased with increasing of MLP from 63.37 to 27.59 and from 52.40 to 33.49, respectively. The total phenolics content (TPC) and antioxidant activity of extracts increased with the addition of MLP. The addition of MLP already for 2.5% resulted in large increase in the content of TPC (from 0.88 to 2.12 GAE/g dw). The high activity for DPPH scavenging was found for 7.5% and for 10% of MLP addition. For ABTS scavenging capacity, the high activity was for 5.0, 7.5, and 10%. Regarding RED and OH scavenging capacity,

gluten-free breads with MLP from 2.5 to 10% presented significantly higher activity (RED from 32.92 to 21.56 and OH scavenging from 54.38 to 47.31 EC<sub>50</sub> mg dw comparing to control bread (40.02; 90.81 EC<sub>50</sub> mg dw/ml, respectively). Taking into account both the sensory evaluation and antioxidant activity, the addition of MFP should not exceed 5%.

**Keywords** Bread making · Gluten-free bread · Moringa leaf · Physical properties · Antioxidant activity

## Abbreviations

MLP Moringa leaf powder  
TPC Total phenolics content  
RED Reducing power

## Introduction

*Moringa oleifera* commonly known as the miracle plant or the ‘tree of life’ is a plant native to India, but is cultivated throughout the world; it is a nutritious tree with a variety of potential uses [1–3]. Its leaves are an exceptional source of vitamin A, B group and C. Leaves are considered one of the best vegetable sources of minerals, their content of calcium, iron, and potassium are very high [4]. They are excellent sources of protein and contain very little fat and carbohydrates. They are an incomparable source of essential amino acids such as lysine, methionine, and cysteine often deficient in diets. Thus, making these leaves one of the best plant foods [2, 5, 6].

*Moringa oleifera* leaves are rich in phytonutrients source such as carotenoids [3, 7], tocopherols, and ascorbic acid, it has also been found to contain appreciable amounts of total phenols and flavonoids which can be used as antioxidant [3, 8, 9].

✉ Renata Różyło  
renata.rozylo@up.lublin.pl

<sup>1</sup> Institut de la Nutrition, de l’Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires (INATAA), Université des Frères Mentouri-Constantine 1, Route de Ain El-Bey, 25000 Constantine, Algeria  
<sup>2</sup> Department of Equipment Operation and Maintenance in the Food Industry, University of Life Sciences, Doświadczalna 44, 20-280 Lublin, Poland  
<sup>3</sup> Department of Biochemistry and Food Chemistry, University of Life Sciences, Skromna Street 8, 20-704 Lublin, Poland  
<sup>4</sup> Thermal Engineering Department, University of Life Sciences, 44 Doświadczalna St., 20-280 Lublin, Poland

In many parts of the world including Africa, the use of *M. oleifera* as a food fortificant is on the increase. Some studies have been conducted for the use of Moringa leaf powder as nutrient supplement of wheat bread, but there is no study concerning gluten-free bread with the addition of Moringa leaf [4, 9, 10].

Gluten-free bread is often low in protein, minerals, and other nutrients in comparison with the traditional wheat bread [11, 12]. Supplementation of gluten-free bread by Moringa leaf seems to be a good way to provide appropriate levels of minerals, protein, phenols, and other nutrients.

Over the world, the only proven treatment for coeliac disease is a strict and lifelong adherence to a gluten-free diet, which leads to the deficiency in nutrients components resulting none only from the intestinal abnormalities, but also from an insufficient supply of nutrients in gluten-free diet [13–16]. Patients showing nutritional deficiencies could require supplementation of their diets with vitamins, antioxidants, minerals, and proteins to correct deficiencies and restore nutrient reserves [17, 18]. Bourekoua et al. [19] reported that celiac disease suffers from the lack of gluten-free products with the subsequent negative effects on nutritional and health status of patients.

In the absence of study about gluten-free bread with additional Moringa leaf, it seems interesting to conduct this work to determine the effect of Moringa leaf powder addition on the physical, sensorial, and antioxidant properties of gluten-free bread.

## Materials and methods

### Chemicals

ABTS (2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulphonic acid), DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), Folin-Ciocalteu reagent, ammonium thiocyanate, Fe SO<sub>4</sub>, and sodium thiocyanate were purchased from Sigma-Aldrich company (Poznan, Poland). All others chemicals were of analytical grade.

### Raw materials

*Moringa Oleifera* leaves powder (MLP) derived from India was purchased from Targroch (Filipowice, Poland) (5.62% moisture, 27.85% fiber, 5.41% lipid, 23.29% protein, and 37.83% carbohydrates). Rice was obtained from MAKRO K & K Sp. Z.o.o, Cmolas, Poland, rice semolina (particle size from 200 to 500 μm) was obtained by grinding rice (10.33% moisture, 0.22% ash, 0.50% lipid, and 7.80% protein content) and sieved (laboratory sifter Retsh, AS200, Germany). Field bean (*Vicia faba*) (10.46% moisture, 0.50% ash, 1.03% lipid, and 30.86% protein) was purchased

from Al-Amir Company (Albehera, Egypt). Field bean semolina (size from 200 to 500 μm) was obtained after grinding the hulled bean seeds. The grinding of rice and field bean was made using laboratory mill (LMN-100 TESTCHEM, Radlin, Poland). Instant dry yeast (Saf-Instant, France), salt, commercial sunflower oil, and fresh eggs were purchased from a local market.

### Preparation of gluten-free breads with MLP

The gluten-free formula according to [20] included rice with supplemented field bean in a ratio of 2/1 (w/w) was used in this study. Gluten-free breads ingredients consisted on 200 g of rice/field bean semolina, 4 g dry yeast, 4 g salt, 20 g fresh egg, 40 g sunflower oil, and 150 g of water determined according to preliminary trials of baking tests.

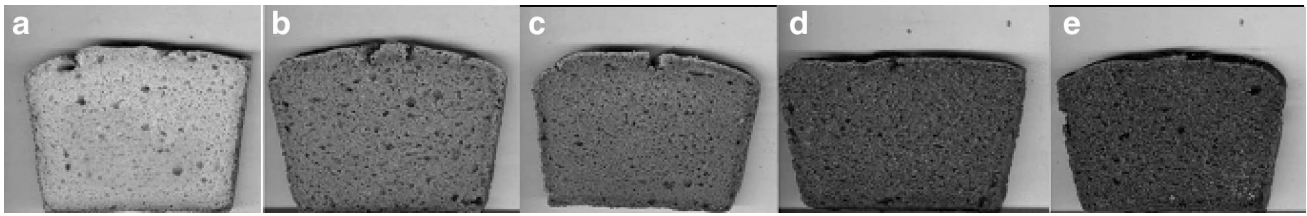
Four formulas were prepared with different levels of MLP: 2.5, 5, 7.5, and 10% on rice/field bean semolina replacement basis, and a control bread was prepared with 0% levels of MLP. All ingredients were mechanically mixed with exception of fresh egg and MLP for 1 min. After a resting time of 10 min, the fresh egg and MLP were added and the mixture was kneaded (Kitchen Aid, Model 5KPM5-220–240 V 50/60 H-USA, St-Joseph, MI) for 15 min at 25 °C.

After kneading, the dough was divided into four portions (80 g), placed in molds and fermented in a climatic chamber (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Poland) for 45 min at 37 °C (75–80% of relative humidity). The baking test of fermented dough was carried out for 20 min at 230 °C in an electric oven (Sadkiewicz Instruments, Bydgoszcz, Poland). The loaves were left 1 h at room temperature for cooling before evaluation of their characteristics. For each levels, one batch of dough was prepared and four loaves of bread were baked for physical and biochemical characteristics. For sensory evaluation, additional four batches (16 loaves) were prepared. Control gluten-free bread and gluten-free bread with different levels of MLP are shown in Fig. 1.

### Evaluation of physical properties of gluten-free breads

Four loaves were used. Bread volume was measured by the millet seed displacement method [21]. The specific volume was calculated by dividing the bread volume by its weight.

Textural properties of bread crumb (30 × 30 × 20 mm) were measured using a texture analyzer (ZWICK Z200/TN2S strength tester), and the samples were compressed twice using a capital equipped with a 30 mm plug until a 50% depth at a crosshead speed of 1 mm s<sup>-1</sup> was achieved [22–25]. The parameters recorded were obtained from the TPA curves 1 and 2: hardness (peak force 1), springiness (length of the base of the area 2/length of the base of the



**Fig. 1** Crumb appearance of gluten-free breads with MLP: *a, b, c, d* gluten-free bread with 0, 2.5, 5.0, 7.5, and 10% MLP, respectively

area 1), and chewiness (hardness  $\times$  cohesiveness  $\times$  springiness). Data from four replicate were averaged.

Color of bread crumb and crust was measured using a colorimeter (4Wave CR30-16) (Planeta, Tychy, Poland) under conditions (Light: D65; observer angle: 10°; space: LAB; diam: 16 mm; style: 8/day). The color was determined in CIE- $L^*a^*b^*$  system, where  $L^*$  indicates lightness. The redness +/greenness  $-$  and the yellowness +/blueness  $-$  are denoted by  $a^*$  and  $b^*$  values, respectively. The total color difference ( $\Delta E$ ) was also determined as follows:

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2}.$$

Data from three slices per sample were averaged.

### Total phenolics content and antioxidant properties

#### Extract preparation

Dry samples of breads were ground to obtain powder. One gram of bread powder was extracted for 30 min with 5 ml of methanol:water mixture (1:1, v/v).

The extracts were separated by decantation in centrifuge for 15 min. The residues were extracted again with 5 ml of methanol and the extracts were combined and stored in darkness at  $-20^\circ\text{C}$ .

#### Total phenolics content

Total phenols were determined according to the Folin–Ciocalteu method [26]. For each sample, 0.1 ml of extract was mixed with 0.1 ml of distilled water, 0.4 ml of Folin reagent (1:5  $\text{H}_2\text{O}$ ), and after 2 ml of 10%,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  was added. The mixtures were kept at room temperature for 30 min before measuring the absorbance in spectrophotometer at a wavelength of 720 nm. The total phenols were expressed in mg as gallic acid equivalents (GAE).

#### Antioxidant activity

Antioxidant activity (AA) of MLP and gluten-free breads was evaluated by four different methods: the DPPH radicals scavenging activity [27]. ABTS radical scavenging activity [28], reducing antioxidant power (RED) [29], and

OH $\cdot$  scavenging assay [30] were performed. All activities were expressed as  $\text{EC}_{50}$ -extract concentrate ion that provided 50% of activity based on a dose-dependent mode of action.  $\text{EC}_{50}$  value (mg/ml) is the effective concentration at which the absorbance was 0.5 for RED and was obtained by interpolation from linear regression analysis. The lower  $\text{EC}_{50}$  value indicates a higher antioxidant activity.

### Sensory evaluation

For sensory evaluation, the whole bread was divided into eight parts (slices) and the two slices for a each consumer were taken [31]. The panel for sensory evaluation consisted of 52 untrained consumers (23–48 years, 28 females and 24 males) who were habitual consumers of bread. According to a nine-point hedonic scale (1: dislike extremely, 5: neither like nor dislike, and 9: like extremely), the taste, aroma, texture, and the overall acceptability of breads were evaluated [32].

### Statistical analysis

Four loaves of bread were used. All the experiments were replicated in triplicate unless otherwise stated.

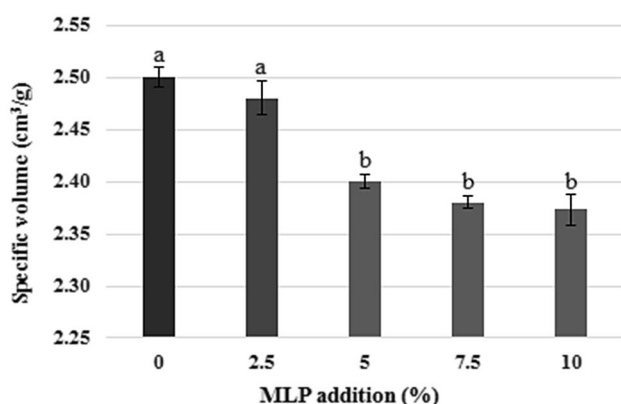
Data were averaged and means were compared and evaluated using one-way analysis of variance (ANOVA) followed by the Tukey's Significant Differences post hoc test, performed using the STATISTICA 7.0 software (StatSoft, Inc., Tulsa, OK, USA). A statistical difference at  $p < 0.05$  was considered significant.

## Results and discussion

### Physical properties of gluten-free breads fortified with MLP

Results of specific volume, textural parameters, and crumb and crust color of obtained breads are shown in Fig. 2 and Tables 1, 2.

*Specific volume* The mean values of specific volume of loaves shown in Fig. 1 indicated no difference



**Fig. 2** Specific volume of gluten-free breads with MLP: *a, b* indicated significant difference at 0.05 levels

between sample containing 2.5% of MLP (2.48 cm<sup>3</sup>/g) and control bread (2.50 cm<sup>3</sup>/g); a significant decrease of specific volume was observed when higher amount of MLP was added. These results are consistent with those previously published for wheat bread enriched with MLP [4, 9].

### Textural parameters

As shown in Table 1, hardness of gluten-free breads was decreased significantly with increasing MLP from 0 to 5% comparing to control bread (25.30 N). However, no significant effect was shown for bread with 7.5 and 10% of MLP on hardness of gluten-free breads in comparison with control bread. Comparing to control bread significant decrease was observed in chewiness of breads with addition MLP from 0 to 7.5%. The addition of MLP had no significant influence on springiness of obtained breads.

### Color of bread

Considering color, lightness (*L*<sup>\*</sup>) of crumb and crust decreased significantly with increasing MLP addition (Table 2). The redness (*a*<sup>\*</sup>) of crumb was increased with the addition of MLP from 2.36 to 4.14. The highest redness was marked for bread crumb with 7.5% of MLP, and there were no significant differences between *a*<sup>\*</sup> value for 7.5 and 10%. It could be caused by increasing the intensity of another color parameter with higher addition of MLP. Conversely, as shown in crust color, the addition of MLP from 0 to 10% decreased significantly this parameter from 13.99 to 6.37. The yellowness (*b*<sup>\*</sup>) of crumb increased significantly with the addition of MLP (from 22.62 to 27.28). However, the yellowness (*b*<sup>\*</sup>) of crust decreased significantly with increasing MLP addition (from 35.20 to 23.06). The total color difference of crumb and crust ( $\Delta E$ )

significantly increased with MLP addition from 18.84 to 37.46 for crumb and from 14.44 to 25.14 for crust. The differences in color parameters of breads are caused by pigments in MLP. As reported by [33], MLP had a deep green color related to high chlorophyll content, and this green color of MLP changes the color of bread.

### Antioxidant properties

The total phenolics content (TPC) and antioxidant activity (AA) of MLP and obtained breads are shown in Table 3. Showing results of phenolic compounds, MLP present the highest value of TPC with 33.13 mg GAE/g dw. As reported by [34] analysis of hydro-methanolic extracts of Moringa, leaves revealed a wide range of phenolic compounds. Many authors also reported that the leaves of *M. oleifera* fresh or dried are known to be excellent source of antioxidants and they have significantly higher antioxidant content comparing to fruits such as strawberries known for high antioxidant contents [7, 35–37].

In general, all breads contain phenolics components. The addition of MFP significantly enriched gluten-free products with TPC from 0.88 mg GAE/g dw for control bread to 2.39 mg GAE/g dw for bread with 10% MFP. The addition of MFP already in the amount of 2.5% resulted in very large changes in the TPC from 0.88 to 2.12 GAE/g dw. Many authors reported that phenolics can form complexation with protein in matrix, and heating process also may alter phenolic antioxidants in bread during baking in different extents [38, 39].

In DPPH and ABTS radicals scavenging activity and for RED, the values were varied significantly for bread with different levels of MLP. The highest activities were found for bread with 7.5 and 10% of MLP. Instead of RED, there were no significant differences between AA of breads with 5.0 and 7.5% MLP. In general, breads with MFP had higher antioxidant activity compared to control bread. Breads with 2.5, 5.0, 7.5, and 10.0% of MLP presented a significantly higher ABTS scavenging activity ( $EC_{50} = 7.51, 6.15, 5.89, \text{ and } 4.72 \text{ mg dw/ml}$ ) comparing to control bread with ( $EC_{50} = 9.95 \text{ mg dw/ml}$ ).

Scavenging of hydroxyl radicals is an important antioxidant activity because of very high reactivity of the OH· radicals, enabling it to react with a wide range of molecules found in living cells, such as sugars, amino acids, lipids, and nucleotides [40]. Thus, removing this radicals is very important for the protection of living systems. The hydroxyl radicals scavenging potential of various extracts is shown in Table 3. The lowest activity was observed for control bread. OH· radicals scavenging activity increased with increasing of MLP in bread recipe.

The highest activity was found for 7.5 and 10% of MLP addition, and these results were similar for the



**Table 1** Textural parameters of gluten-free breads with MLP

Parameters	Moringa leaves powder levels				
	0%	2.5%	5%	7.5%	10%
Hardness ( <i>N</i> )	25.30 ± 0.99a	22.40 ± 0.15b	23.02 ± 1.28b	24.96 ± 1.30ab	26.04 ± 1.72a
Chewiness ( <i>N</i> )	6.39 ± 0.14a	4.75 ± 0.18b	4.54 ± 0.03b	4.43 ± 0.58b	5.16 ± 0.25ab
Springiness	0.72 ± 0.05a	0.73 ± 0.06a	0.71 ± 0.02a	0.74 ± 0.02a	0.73 ± 0.03a

Values in the same line not sharing same letters are significantly different ( $p < 0.05$ )

**Table 2** Color parameters of crumb and crust of gluten-free breads with MLP

Parameters	Moringa leaves powder levels				
	0%	2.5%	5%	7.5%	10%
Crumb color					
<i>L</i> *	63.3 ± 1.97a	47.66 ± 1.58b	40.21 ± 0.63c	29.08 ± 1.49d	27.59 ± 0.34d
<i>a</i> *	2.36 ± 0.02c	3.63 ± 0.15b	3.45 ± 0.04b	4.14 ± 0.08a	3.99 ± 0.08a
<i>b</i> *	22.62 ± 0.29c	30.19 ± 0.94ab	29.87 ± 0.31ab	31.89 ± 2.51a	27.28 ± 0.47b
$\Delta E$	–	18.84 ± 0.57d	26.54 ± 0.54c	35.62 ± 0.35b	37.46 ± 0.60a
Crust color					
<i>L</i> *	52.40 ± 1.21a	39.54 ± 0.60b	39.77 ± 0.48b	34.42 ± 1.34c	33.49 ± 0.41c
<i>a</i> *	13.99 ± 0.38a	12.48 ± 0.08b	9.12 ± 0.15c	6.87 ± 0.52d	6.37 ± 0.13d
<i>b</i> *	35.20 ± 0.14a	29.07 ± 0.37b	28.08 ± 0.94b	22.52 ± 0.66c	23.06 ± 0.11c
$\Delta E$	–	14.44 ± 0.33b	16.06 ± 0.48b	25.76 ± 0.49a	25.14 ± 1.83a

Values in the same line not sharing same letters are significantly different ( $p < 0.05$ )

**Table 3** Total phenolics content and antioxidant activity of MLP and bread samples

Sample	(mg GAE/g dw)	EC <sub>50</sub> (mg dw/ml)			
		TPC	DPPH	ABTS	RED
M 0	0.88 ± 0.00e	25.97 ± 4.41a	9.95 ± 0.21a	40.02 ± 1.36a	90.81 ± 6.91a
M 2.5	2.12 ± 0.02c	31.62 ± 7.00a	7.51 ± 0.16b	32.92 ± 1.23b	54.38 ± 2.81c
M 5.0	2.03 ± 0.04d	18.91 ± 6.17ab	6.15 ± 0.09c	28.75 ± 0.93c	59.14 ± 0.39b
M 7.5	2.27 ± 0.04b	12.22 ± 4.80bc	5.89 ± 0.06c	23.46 ± 2.17d	49.68 ± 1.04d
M 10	2.39 ± 0.10b	10.60 ± 0.74c	4.72 ± 0.09d	21.56 ± 0.53d	47.31 ± 2.52d
MLP	33.13 ± 2.39a	1.23 ± 0.47d	0.94 ± 0.18e	1.89 ± 0.20e	59.52 ± 0.63b

Values in the same column not sharing the same letters are significantly different ( $p < 0.05$ )

TPC total phenolics content, DPPH ability to quench DPPH radicals, ABTS ability to quench ABTS radicals, RED reducing power, OH ability to quench OH radicals, M 0, M 2.5, M 5, M 7.5, M 10 control bread and bread with 2.5, 5, 7.5 and 10% MLP addition, respectively, MLP moringa leaf powder

DPPH, ABTS, and RED. Higher antioxidant activities were found to be corresponded to higher TPC. Sowndhararajan and Kang [41] reported that the high phenolics component has more ability to quench free radicals. It must be mentioned that with low addition of MLP, there were no dose relationships for TPC, DPPH, and OH-radicals, as shown in Table 3, and according to Gawlik-Dziki et al. [42], this fact could be explained by the interactions between active compounds (mainly phenolics) and food matrix components and especially proteins and carbohydrates.

Regarding the results of the DPPH, ABTS, RED, and OH- scavenging assay, it can be concluded that the addition of MLP significantly enriched the gluten-free bread with compounds that have high antioxidant activity.

### Results of sensory evaluation

Sensory evaluation showed that control bread was classified significantly with the highest scores for taste, aroma, and appearance (Table 4). These evaluation attributes decreased with the addition of MLP. The lowest evaluation of taste,

**Table 4** Sensory evaluation of gluten-free bread enriched with MLP

MLP addition (%)	Sensory attributes				
	Taste	Aroma	Appearance	Texture	Overall
0	6.32 ± 0.471a	8.06 ± 0.497a	7.70 ± 0.575a	6.04 ± 0.587a	6.81 ± 0.878a
2.5	6.04 ± 0.517b	7.57 ± 0.500b	7.06 ± 0.718b	6.02 ± 0.604a	6.72 ± 0.885a
5.0	5.66 ± 0.474c	6.55 ± 0.641c	6.74 ± 0.660b	5.98 ± 0.522a	6.28 ± 0.699b
7.5	4.26 ± 0.445d	5.55 ± 0.503d	5.55 ± 0.607c	4.83 ± 0.580b	5.09 ± 0.450c
10	2.77 ± 0.423e	2.94 ± 0.745e	4.45 ± 0.607d	4.74 ± 0.445b	3.60 ± 0.660d

Values followed by the same letter in the same column are not significantly different ( $p < 0.05$ )

aroma, and appearance was obtained for bread with 10% of MLP. The enrichment of bread with 2.5 and 5% of MLP had little influence of bread taste.

Regarding texture, there is no statistical difference with control gluten-free bread and bread with 2.5 and 5.0% of MLP. Results of overall acceptability showed that the highest value was found for control bread and bread with 2.5% of MLP against the lowest value for bread with 10% of MLP.

The lowest score for sensory attributes were obtained for bread with 10% of MLP. These can be related to the green color of the bread imparted by chlorophyll content of the MLP that affect negatively the acceptability of consumers.

## Conclusion

In this study, different levels of MLP were chosen for partial replacement of formula based on rice/field bean semolina for gluten-free bread making process. The experiment results showed that gluten-free breads with higher level of MLP than 2.5% had poor physical characteristics (low specific volume, compact texture) comparing to control gluten-free bread ( $p < 0.05$ ). Sensory evaluation showed that the addition of MLP at high level affects overall acceptability of bread, and an acceptable gluten-free bread was obtained with 2.5% of MLP addition. The addition of MLP to gluten-free bread results in decrease in yellowness of color of bread which appears greenish and dark and became more pronounced with increase in MLP addition. Most importantly, the addition of MLP significantly increased TPC and AA of obtained bread. Obtained results indicated that the addition of MLP to gluten-free bread improves its nutritional quality and presents, therefore, a good material for enriching gluten-free bread with bioactive components for coeliac patients.

**Acknowledgements** This research was funded by the exceptional National Program (PNE) from Algeria. H. Bourekoua acknowledges the financial support of Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires (INATAA). Experiments were also supported by the statutory funds of University of Life Science in Lublin, Poland.

## Compliance with ethical standards

**Conflict of interest** There are no conflicts of interest to declare.

**Compliance with ethics requirements** This article does not contain any studies with human participants or animals performed by any of the authors.

**Open Access** This article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made.

## References

- Morton J (1991) The horseradish tree, *Moringa pterigosperma* (Moringaceae)—a boon to Arid Lands? *Econ Bot* 45(3):318–333
- Mohammed Nour AA, Mohamed AR, Adiamo OQ, Babiker EE (2016) Changes in protein nutritional quality as affected by processing of millet supplemented with *Moringa* seed flour *Moringa*. *J Saudi Soc Agric Sci*. doi:10.1016/j.jssas.2016.05.006
- Wang Y, Gao Y, Ding H, Liu S, Han X, Gui J, Liu D (2017) Subcritical ethanol extraction of flavonoids from *Moringa oleifera* leaf and evaluation of antioxidant activity. *Food Chem* 218:152–158
- Sengev AI, Abu JO, Gernah DI (2013) Effect of *Moringa oleifera* leaf powder supplementation on some quality characteristics of wheat bread. *Food Nutr Sci* 4:270–275
- Teye GA, Baffoe F, Teye M (2013) Effects of *Moringa* (*Moringa oleifera*) leaf powder and dawadawa (*Parkia biglobosa*), on sensory characteristics and nutritional quality of frankfurter-type sausages—a preliminary study. *Global Adv Res J Agri Sci* 2:029–033
- Hekmat S, Morgan K, Soltani M, Gough R (2015) Sensory evaluation of locally-grown fruit purees and inulin fibre on probiotic yogurt in Mwanza, Tanzania and the microbial analysis of probiotic yogurt fortified with *Moringa oleifera*. *J Health Popul Nutr* 33:60–67
- Saini RK, Shetty NP, Giridhar P (2014) Carotenoid content in vegetative and reproductive parts of commercially grown *Moringa oleifera* Lam. cultivars from India by LC–APCI–MS. *Eur Food Res Technol* 238:971–978
- Vázquez-León LA, Páramo-Calderón DE, Robles-Olvera VJ et al (2017) Variation in bioactive compounds and antiradical activity of *Moringa oleifera* leaves: influence of climatic factors, tree

- age, and soil parameters. *Eur Food Res Technol*. doi:10.1007/s00217-017-2868-4
9. Oyeyinka AT, Oyeyinka SA (2016) *Moringa oleifera* as a food fortificant: recent trends and prospects. *J Saudi Soc Agric Sci*. doi:10.1016/j.jssas.2016.02.002
  10. Olaitan NI, Eke MO, Uja EM (2014) Quality evaluation of complementary food formulated from *Moringa oleifera* leaf powder and pearl millet (*Pennisetum Glaucum*) flour. *Int J Eng Sci* 3:59–63
  11. Litwinek D, Ziobro R, Gambuś H, Sikora M (2014) Gluten free bread in a diet of celiacs. *Int J Celiac Dis* 2:11–16
  12. Sabanis D, Tzia C, Papadakis S (2008) Effect of different raisin juice preparations on selected properties of gluten-free bread. *Food Bioprocess Tech* 1:374–383
  13. Kiskini A, Kapsokafalou M, Yanniotis S, Mandala I (2012) Effect of iron fortification on physical and sensory quality of gluten-free bread. *Food Bioprocess Tech* 5:385–390
  14. Krupa-Kozak U, Drabinska N (2016) Calcium in gluten-free life: health-related and nutritional implications. *Rev. Foods* 15:5. doi:10.3390/foods5030051
  15. Vici G, Belli L, Biondi M, Polzonetti V (2016) Gluten free diet and nutrient deficiencies: a review. *Clin Nutr* 35:1236–1241
  16. Wronkowska M, Haros M, Soral-Śmietana M (2013) Effect of starch substitution by buckwheat flour on gluten-free bread quality. *Food Bioprocess Tech* 6:1820–1827
  17. Osella C, La Torre M, Sánchez H (2014) Safe foods for celiac people. *Food Nutri Sci* 5:787–800
  18. Bascuñán KA, Vespa MC, Araya M (2016) Celiac disease: understanding the gluten-free diet. *Rev Eur J Nutr*. doi:10.1007/s00394-016-1238-5
  19. Bourekoua H, Benatallah L, Zidoune MN, Rosell CM (2016) Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT Food Sci Technol* 73:342–350
  20. Benatallah L, Zidoune MN, Michon C (2012) Optimization of HPMC and water addition for a gluten-free formula with rice and field bean based on rheological properties of doughs. *Int Rev Chem Eng* 4:474–481
  21. AACC (2000) American Association of Cereal Chemists. Approved methods of the AACC (10th ed). American Association of Cereal Chemists, St Paul, USA
  22. Różyło R (2014) Effect of process modifications in two cycles of dough mixing on physical properties of wheat bread baked from weak flour. *Food Bioprocess Tech* 7:774–783
  23. Różyło R, Dziki D, Laskowski J, Skonecki S, Łysiak G, Kulig R, Różyło K (2014) Texture and sensory evaluation of composite wheat-oat bread prepared with novel two-phase method using oat yeast fermented leaven. *J Texture Stud* 45:235–245
  24. Różyło R, Rudy S, Krzykowski A, Dziki D (2015) Novel application of freeze-dried amaranth sourdough in gluten-free bread production. *J Food Process Eng* 38:135–143
  25. Różyło R, Dziki D, Gawlik-Dziki U, Cacak-Pietrzak G, Miś A, Rudy S (2015) Physical properties of gluten-free bread caused by water addition. *Int Agrophysics* 29:353–364
  26. Singleton VL, Rossi JA (1965) Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *Am J Enol Vitic* 16:144–158
  27. Brand-William W, Cuvelier E, Berset CM (1995) Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Sci Technol* 28:25–30
  28. Re R, Pellegrini N, Proteggente A, Pannala A, Yang M, Rice-Evans C (1999) Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic Biol Med* 6:1231–1237
  29. Oyaizu M (1986) Studies on products of browning reaction—antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *Jpn J Nutr* 44:307–315
  30. Su XY, Wanga ZY, Liu JR (2009) In vitro and in vivo antioxidant activity of *Pinus koraiensis* seed extract containing phenolic compound. *Food Chem* 117:681–686
  31. Matos ME, Rosell CM (2012) Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten-free breads. *Eur Food Res Technol* 235(1):107–117
  32. Lim HS, Park SH, Ghafoor K, Hwang SY, Park J (2011) Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. *Food Chem* 124:1577–1582
  33. Karim O, Kayode R, Oyeyinka S, Oyeyinka A (2015) Physicochemical properties of stiff dough ‘amala’ prepared from plantain (*Musa Paradisca*) flour and *Moringa (Moringa oleifera)* leaf powder. *Food Health Dis* 4:48–58
  34. Nouman W, Anwar F, Gull T, Newton A, Rosa E, Domínguez-Perles R (2016) Profiling of polyphenolics, nutrients and antioxidant potential of germplasm’s leaves from seven cultivars of *Moringa oleifera* Lam. *Ind Crops Prod* 83:166–176
  35. Moyo B, Oyedemib S, Masika PJ, Muchenje V (2012) Polyphenolic content and antioxidant properties of *Moringa oleifera* leaf extracts and enzymatic activity of liver from goats supplemented with *Moringa oleifera* leaves/sunflower seed cake. *Meat Sci* 91:441–447
  36. Vongsak B, Sithisarn P, Mangmool S, Thongpraditchote S, Wongkrajang Y, Gritsanapan W (2013) Maximizing total phenolics, total flavonoids contents and antioxidant activity of *Moringa oleifera* leaf extract by the appropriate extraction method. *Ind Crops Prod* 44:566–571
  37. Gopalakrishnan L, Doriya K, Kumar DS (2016) *Moringa oleifera*: a review on nutritive importance and its medicinal application. *Food Sci Human Wellness* 5:49–56
  38. Sivam AS, Sun-Waterhouse D, Quek SY, Perera CO (2010) Properties of bread dough with added fiber polysaccharides and phenolic antioxidants: a review. *J Food Sci* 75:163–174
  39. Gawlik-Dziki U, Świeca M, Dziki D, Sęczyk L, Złotek U, Różyło R, Kaszuba K, Ryszawy D, Czyż J (2014) Anticancer and antioxidant activity of bread enriched with broccoli sprouts. *Bio Med Res Int*. doi:10.1155/2014/608053
  40. Wang H, Gao XD, Zhou GC, Cai L, Yao WB (2008) In vitro and in vivo antioxidant activity of aqueous extract from *Choerospondias axillaris* fruit. *Food Chem* 106:888–895
  41. Sowndhararajan K, Kang SC (2013) Free radical scavenging activity from different extracts of leaves of *Bauhinia vahlii* Wight and Arn. *Saudi J Biol Sci* 20:319–325
  42. Gawlik-Dziki U, Świeca M, Dziki D, Baraniak B, Tomiło J, Czyż J (2013) Quality and antioxidant properties of breads enriched with dry onion (*Allium cepa* L.) skin. *Food Chem* 138(2–3):1621–1628

*Essai d'intensification de l'amélioration des  
qualités technologiques du pain riz/féverole  
type « khobz eddar » par combinaison  
d'agents améliorants vérifiés*

## **6. Essai d'intensification de l'amélioration des qualités technologiques du pain riz/féverole type « *khobz eddar* » par combinaison d'agents améliorants vérifiés.**

### **Résumé du travail en cours**

Les résultats obtenus dans les différentes parties de cette thèse (publication 2, 3, 4 et 5) sont intéressants et méritent d'être développés au plus. Pour cela, nous avons réalisé un travail complémentaire en vue de proposer d'autres types de formulations sans gluten améliorées. Des combinaisons entre améliorants ont été réalisées, trois types de formulations ont été proposées. La première avec la combinaison entre la farine de riz traité et différents niveaux de gomme arabique (0,5, 1 et 1,5%), une deuxième avec la farine de riz traité combinée avec trois niveaux de la poudre des graines de grenade (2,5, 5 et 7,5%) et une troisième avec la farine de riz traité et trois niveaux de la poudre des feuilles de Moringa (2,5, 5 et 7,5%). Les principaux résultats indiquent que pour toutes les combinaisons, le volume spécifique a augmenté significativement ( $p < 0,05$ ) par rapport à celui des pains optimums avec améliorants seuls et par rapport au pain control sans gluten. Des meilleurs paramètres de texture sont ainsi obtenus avec des pains sans gluten fabriqué par incorporation des améliorants en combinaison. Les meilleurs combinaisons entre améliorants sont obtenues avec riz traité et 1,5 % de la gomme arabique en première position suivie par la combinaison de riz traité avec 5% de la poudre des graines de grenade et en troisième position la combinaison de riz traité avec 2,5 % de la poudre des feuilles de Moringa ( $p < 0,05$ ). En comparaison avec le pain témoin à base de blé, les combinaisons entre riz/traité et gomme arabique et riz traité et poudre des graines de grenade sont les plus proches ( $p < 0,05$ ) au pain témoin à base de blé dur du point de vue technologique. Des corrélations significatives ont été observés pour les pains sans gluten surtout entre le volume spécifique et la texture ( $p < 0,05$  et  $p < 0,01$ ), entre la taille et le nombre des alvéoles avec le volume et la texture des pains sans gluten. Ces résultats méritent d'être publiés parce qu'ils présentent des nouvelles formulations sans gluten afin de diversifier l'alimentation des malades cœliaques.

## 1. Combinaison riz traité/gomme arabique

Les résultats de la combinaison de riz traité et de gomme arabique sur la qualité technologique des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain control sans gluten sont présentés dans le Tableau suivant.

**Tableau 11.** Caractéristiques technologiques des pains sans gluten améliorés par riz traité (Rt) et gomme arabique (Ga).

Paramètres	Pain Control	Pain (Rt+Ga 0,5%)	Pain (Rt+Ga 1%)	Pain (Rt+Ga 1,5%)
Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	2,50±0,034c	2,87±0,015b	2,86±0,015b	2,960±0,020a
<b>Texture</b>				
Dureté (N)	25,30±0,990a	12,93±0,864c	13,49±1,204b	11,70±0,416d
Elasticité	0,72±0,005c	0,778±0,011b	0,785±0,009b	0,810±0,014a
Masticabilité (N)	6,39±0,139a	3,87±0,000b	3,64±0,004c	3,80±0,092d

**Vsp** : volume spécifique ; **Rt** : riz traité ; **Ga** : gomme arabique. Les lettres a, b, c indiquent une différence significative à 0,05 pour les paramètres dans la même ligne.

Selon les résultats du Tableau 11, toutes les combinaisons donnent significativement ( $p < 0,05$ ) des volumes spécifiques élevés par rapport au pain control sans gluten (2,5 cm<sup>3</sup>/g), la combinaison de riz traité avec 1,5% de gomme arabique présente le volume spécifique le plus élevé (2,96 cm<sup>3</sup>/g).

Regardant les paramètres de texture, toutes les combinaisons donnent des pains avec des duretés et des masticabilités significativement inférieures à celles des pains control sans gluten. Les meilleurs paramètres de texture sont obtenus avec les pains fabriqués par la combinaison de riz traité avec 1,5 % de gomme arabique (11,70N, 0,810 et 3,80 N pour la dureté, l'élasticité et la masticabilité respectivement) contre celles du pain control sans gluten avec 25,30N, 0,72 et 6,39 N pour la dureté, l'élasticité et la masticabilité respectivement.

Selon les paramètres technologiques, un optimum est obtenu en combinaison le riz traité avec 1,5% de gomme arabique.

La combinaison entre le riz traité et la gomme arabique a entraînée des améliorations sur le volume et la texture du pain, cela est en concordance avec les résultats obtenus par Cai *et al.* (2016) pour les nouilles sans gluten, les auteurs ont trouvé que la combinaison entre la farine de riz traitée hydro-thermiquement avec la gomme xanthane dans la même formulation a conféré une meilleure extensibilité à la pâte et une texture similaire à celles des nouilles à base de blé.

## 2. Combinaison riz traité/ poudre des feuilles de Moringa

Les résultats de la combinaison de riz traité et de la poudre des feuilles de Moringa sur la qualité technologique des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain control sans gluten sont présentés dans le Tableau suivant.

**Tableau 12.** Caractéristiques technologiques des pains sans gluten améliorés par le riz traité (Rt) et la poudre des feuilles de Moringa (MLP).

Paramètres	Pain Control	Pain (Rt+MLP2, 5%)	Pain (Rt+MLP5%)	Pain (Rt+MLP7, 5%)
Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	2,50±0,034b	2,58±0,010a	2,43±0,030c	2,41±0,025d
<b>Texture</b>				
Dureté (N)	25,30±0,990a	20,16±1,253d	23,24±0,237c	24,59±3,309b
Elasticité	0,72±0,005c	0,769±0,015a	0,751±0,018b	0,757±0,031b
Masticabilité (N)	6,39±0,139a	4,54±0,257c	4,82±0,126c	5,10±0,186b

**Vsp** : volume spécifique ; **Rt** : riz traité ; **MLP** : poudre des feuilles de Moringa. Les lettres a, b, c indiquent une différence significative à 0,05 pour les paramètres dans la même ligne.

Les résultats indiquent que seulement la combinaison de riz traité avec 2,5 % de MLP a montré une augmentation significative ( $p < 0,05$ ) de volume spécifique des pains sans gluten (2,58 cm<sup>3</sup>/g) par rapport au pain control sans gluten (2,5 cm<sup>3</sup>/g). Les autres combinaisons de riz traité avec 5 et 7,5 % de MLP impliquent une diminution de volume spécifique par rapport au pain control sans gluten.

En ce qui concerne les paramètres de texture, toutes les combinaisons diminuent la dureté et la masticabilité et augmentent l'élasticité des pains sans gluten d'une manière significative ( $p < 0,05$ ) en comparaison avec le pain sans améliorant.

Les meilleurs paramètres de texture ont été obtenus par la combinaison de riz traité avec 2,5 % de la poudre des feuilles de Moringa, qui considéré comme l'optimum sans gluten (Rt+MLP2, 5%). Ces résultats pourraient être expliqués par l'effet de la farine de riz traité qui implique une amélioration des paramètres technologiques et non pas dû à la poudre des feuilles de Moringa. Incorporé les deux améliorants dans la pâte du pain sans gluten permet rehausser la qualité technologique et nutritionnelle à la fois, sachant que l'addition d'autres composés de nature polysaccharidique n'affecte pas le taux en polyphénols.

### 3. Combinaison riz traité/poudre des graines de grenade

Les résultats de la combinaison de riz traité et de la poudre des graines de grenade sur la qualité technologique des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain control sans gluten sont présentés dans le Tableau suivant.

**Tableau 13.** Caractéristiques technologiques des pains sans gluten améliorés par le riz traité (Rt) et la poudre des graines de grenade (PSP).

Paramètres	Pain Control	Pain (Rt+PSP 2,5%)	Pain (Rt+PSP 5%)	Pain (Rt+PSP7, 5%)
Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	2,50±0,034d	2,78±0,021b	2,85±0,015a	2,74±0,026c
<b>Texture</b>				
Dureté (N)	25,30±0,990b	22,21±0,684c	21,37±0,121d	29,92±0,501a
Elasticité	0,72±0,005c	0,804±0,004b	0,818±0,011a	0,663±0,093d
Masticabilité (N)	6,39±0,139a	3,93±0,593c	3,59±0,688d	4,69±0,819b

**Vsp** : volume spécifique ; **Rt** : riz traité ; **PSP** : poudre des graines de grenade. Les lettres a, b, c indiquent une différence significative à 0,05 pour les paramètres dans la même ligne.

Selon le Tableau ci-dessus, toutes les combinaisons présentent une amélioration du volume spécifique des pains en comparaison avec le pain sans améliorant, le meilleur volume spécifique est obtenu en combinant le riz traité avec 5% de la PSP (2,85 cm<sup>3</sup>/g).

Les résultats de la dureté indiquent que la combinaison de riz traité avec 2,5 % et 5% de PSP provoquent une diminution de la dureté et une augmentation de l'élasticité, sachant que la combinaison avec 7,5 % de PSP n'apportent aucune amélioration sur ces deux paramètres. Pour la masticabilité toutes les combinaisons apportent une amélioration par rapport au pain control sans gluten ( $p < 0,05$ ).

En regardant tous les paramètres technologiques, un optimum est obtenu par combinaison de riz traité avec 5% de la PSP.

L'amélioration du volume et de la texture des pains sans gluten par combinaison de riz traité avec de la poudre des graines de grenade pourrait être expliquée par l'effet améliorant du riz traité qui participe à la rétention gazeuse, la richesse de la PSP en carbohydrates pourrait être un élément de plus qui permet la stabilité de film interfacial entourant les cellules de gaz.

### 4. Caractéristiques des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain « *khobz eddar* » témoin à base de blé dur

Dans cette partie, nous avons rassemblé tous les optimums des pains sans gluten obtenus lors des travaux précédents, afin de les comparés avec le pain « *khobz eddar* » témoin à base de blé



dur et déterminer les meilleurs pains sans gluten type « *khobz eddar* » qui présentent les caractéristiques technologiques les plus proches à celles du pain à base de blé dur.

Les optimums étudiés sont : le pain optimum fabriqué avec riz traité (7,59 g), le pain optimum avec gomme arabique (1,5%), le pain optimum avec la poudre des graines de grenade (7,5% p/p), le pain optimum avec la poudre des feuilles de Moringa (2,5% p/p), le pain optimum avec combinaison de riz traité avec 1,5% de la gomme arabique, le pain optimum avec combinaison de riz traité avec 5% de PSP et le pain optimum avec le riz traité en combinaison avec 2,5% de MLP. Ces pains sans gluten type « *khobz eddar* » optimums sont fait l'objet d'une caractérisation technologique et sensorielle : volume spécifique, densité, texture, humidité finale, couleur, analyse d'image et analyse sensorielle, et ils sont comparés avec le pain control sans gluten sans améliorant et le pain témoin à base de blé.

#### **4.1. Caractéristiques technologiques**

Les résultats de la caractérisation technologique (volume spécifique, texture, humidité finale, couleur) de différents pains optimums en comparaison avec le pain control sans gluten et le pain témoin à base de blé dur sont résumés dans les Tableaux 14 et 15.

##### **- Volume spécifique**

D'après les résultats du Tableau 14, le volume spécifique des différents pains est changé de manière significative ( $p < 0,05$ ), tous les améliorants utilisés soit seuls ou en combinaison influent positivement sur le volume spécifique sauf pour MLP à 2,5%, aucune différence significative n'a été notée ( $2,48 \text{ cm}^3/\text{g}$ ). De même les volumes spécifiques de tous les pains sans gluten restent inférieurs à celui du pain témoin à base de blé dur qui présente le volume spécifique le plus élevé avec  $3,64 \text{ cm}^3/\text{g}$ , suivi par le pain sans gluten amélioré par le riz traité en combinaison avec la gomme arabique ( $2,96 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) et ensuite le pain au riz traité ( $2,90 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) suivi par le pain sans gluten avec la gomme arabique ( $2,87 \text{ cm}^3/\text{g}$ ).

Le volume spécifique élevé du pain témoin à base de blé dur par rapport aux pains sans gluten est expliqué par l'existence du gluten, la protéine clé responsable de la rétention gazeuse et donc la levée de la pâte (Huebner *et al.*, 1990 ; Cuq et Leynaudrouaud, 1992). D'après Elgeti *et al.* (2015), la pâte sans gluten est souvent plus fluide et moins élastique que la pâte de blé ce qui donne des pains de volumes inférieurs par rapport à ceux de pains de blé.

Les résultats de la densité des pains, ont révélé les mêmes observations que pour le volume spécifique, les pains sans gluten les plus denses sont ceux de pain control sans gluten et de pain sans gluten avec MLP ( $0,40 \text{ g}/\text{cm}^3$ ). Le pain témoin présente la texture la moins dense

avec une valeur de 0,27 g/cm<sup>3</sup> suivi par les pains améliorés par le riz traité et la gomme arabique seuls ou en combinaison (entre 0,33 et 0,35 g/cm<sup>3</sup>), le pain avec graines de grenade présente ainsi une texture moins dense (0,35 g/cm<sup>3</sup>).

#### - **Texture des pains**

Concernant les paramètres de texture (Tableau 14). La dureté, l'élasticité et la masticabilité sont influencés significativement ( $p < 0,05$ ) par l'ajout des différents améliorants seuls ou en combinaison, tous les améliorants portent des améliorations au niveau de la texture par rapport au pain control sans gluten, pour certains, la texture est meilleure par rapport au pain témoin à base de blé.

Pour la dureté, le pain avec la combinaison riz traité/gomme arabique présente la valeur la plus basse (11,70 N) par rapport au pain control sans gluten (25N) et même par rapport au pain témoin (13,15 N). L'élasticité de pain témoin (0,867) est la plus élevée ( $p < 0,05$ ) suivi par celle de pain avec graines de grenade et pain avec riz traité avec 0,841 et 0,84 respectivement. Les améliorants influent différemment ( $p < 0,05$ ) la masticabilité des pains sans gluten, la meilleure valeur est enregistrée pour le pain avec la combinaison riz traité/ graines de grenade (3,59 N) suivie par celle de pain témoin à base de blé (3,7 N).

#### - **Humidité finale**

En ce qui concerne l'humidité finale des pains (Tableau 14), les pains avec la gomme arabique et avec la combinaison riz traité/gomme arabique présentent les valeurs de l'humidité les plus faibles (28,09 et 29,32 % respectivement) après le pain témoin à base de blé (26,14%).

D'une manière générale, les pains sans gluten présentant les caractéristiques technologiques les plus proches à celles du pain témoin à base de blé sont les pains sans gluten améliorés par le riz traité, la gomme arabique et la combinaison entre les deux (Rt+Ga). De même les pains fabriqués avec les graines de grenade et en combinaison avec le riz traité présentent ainsi des caractéristiques proches à celles de pain témoin à base de blé dur.

**Tableau 14.** Caractéristiques technologiques des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur.

Parameters	Control	Ga	Rt	MLP 2,5 %	PSP 7,5 %	Rt+Ga	Rt+MLP	Rt+PSP	Témoin
Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	2,50±0,034h	2,87±0,093d	2,90±0,010c	2,48±0,017i	2,82±0,011f	2,960±0,020b	2,58±0,010g	2,85±0,015e	3,64 ± 0,030a
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	0,40±0,021a	0,35±0,012c	0,34±0,032d	0,40±0,050a	0,35±0,120c	0,33±0,013e	0,38±0,032b	0,35±0,053c	0,27±0,083f
<b>Texture</b>									
Dureté (N)	25,30±0,990a	14,94±2,260g	15,84±1,638f	22,41±0,148b	20,04±0,660e	11,70±0,416i	20,16±1,253d	21,37±0,121c	13,15 ± 0,953h
Elasticité	0,72±0,005g	0,79±0,222d	0,84±0,018b	0,73±0,006f	0,841±0,007b	0,810±0,014d	0,769±0,015e	0,818±0,011c	0,867 ± 0,013a
Masticabilité (N)	6,39±0,139a	4,26±1,177e	4,39±0,044d	4,75±0,185b	3,84±0,269f	3,80±0,092g	4,54±0,257c	3,59±0,688i	3,700 ± 0,606h
Humidité (%)	32,15±1,825b	28,09±2,379h	32,96±0,362a	32,04±0,052c	30,98±0,750e	29,32±0,360g	31,26±0,652d	30,52±0,852f	26,14 ± 1,606i

**Tableau 15.** Paramètres de la couleur des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur.

Paramètre	Control	Ga	Rt	MLP 2,5 %	PSP 7,5 %	Rt+Ga	Rt+MLP	TR+PSP	Témoin
<b>Couleur de la mie</b>									
L*	63,37±1,970c	60,28±0,523f	61,00±1,000e	47,66±1,582h	51,51±0,752g	70,53±0,767b	61,75±0,355d	60,95±0,364f	72,66 ± 4,134a
a*	2,36±0,023e	2,34±0,113e	-0,55±0,380g	3,63±0,156c	6,09±0,135a	2,33±0,072e	2,97±0,167d	4,22±0,058b	0,43 ± 0,026f
b*	22,62±0,295d	20,86±0,346e	17,60±1,500g	30,19±0,937a	20,86±0,280e	20,17±0,403f	27,19±1,138c	16,55±0,277h	28,66 ± 0,726b
<b>Couleur de la croûte</b>									
L*	52,40±1,215d	52,30±0,235e	54,02±0,120b	39,54±0,598i	50,27±0,269f	53,69±0,575c	40,31±0,560h	42,80±0,497g	57,78 ± 0,779a
a*	13,99±0,380d	12,98±0,200f	14,25±0,257c	12,48±0,085g	12,07±0,189h	13,10±0,597e	11,16±0,413i	14,57±0,012b	15,03 ± 0,336a
b*	35,20±0,137e	39,15±0,320b	37,63±0,092d	29,07±0,368i	30,71±0,080h	38,30±0,943c	34,19±0,315g	34,52±0,012f	40,33 ± 0,446a

**Tableau 14 et 15 :** Vsp : volume spécifique ; Control : pain control sans gluten ; Rt: pain optimum avec riz traité; Ga: pain optimum avec gomme arabique; MLP2,5% : pain optimum avec MLP ; PSP 7,5%: pain optimum avec PSP ; Rt+Ga : pain optimum avec combinaison riz traité/gomme arabique ; Rt+MLP : pain optimum avec combinaison riz traité/MLP ; Rt+PSP: pain optimum avec combinaison riz traité/PSP.

#### - **Couleur des pains**

Le Tableau 15, résume le changement dans les paramètres de la couleur des mies et des croûtes des pains sans gluten améliorés en comparaison avec le pain témoin à base de blé.

Pour la mie comme pour la croûte, la couleur des pains sans gluten est influencée significativement ( $p < 0,05$ ) par l'ajout des différents améliorants, les changements de couleur sont liés principalement à la couleur des additifs ajoutés.

Le pain témoin à base de blé dur, présente la couleur la plus clair ( $p < 0,05$ ) par rapport aux pains sans gluten avec une valeur de  $L^*$  de 72,66 pour la mie et de 57,78 pour la croûte, ceci est étroitement lié à la couleur de la semoule utilisée pour la fabrication de ce pain. Le paramètre  $b^*$  de jaunissement présente aussi des valeurs considérable pour la mie et pour la croûte. Ceci est probablement lié à l'addition des œufs parmi les ingrédients.

L'ajout des améliorants tels que le Moringa et les graines de grenade diminue significativement la clarté des pains pour la mie ainsi que pour la croûte à cause de la couleur prononcée de ces deux additifs végétaux.

#### **4.2. Structure alvéolaire des pains**

Les paramètres alvéolaires des différents pains sans gluten avec et sans améliorants en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur sont résumés dans le Tableau 16.

Les structures alvéolaires des mies des différents pains sans gluten ainsi que de pain témoin à base de blé dur sont illustrées dans l'Annexe 04.

D'après le Tableau 16, la structure alvéolaire des différents pains sans gluten est développée d'une manière différente ( $p < 0,05$ ) avec l'ajout des améliorants. Le pain témoin à base de blé dur présente une structure aérée avec un nombre élevé des alvéoles (628, 5) de taille homogène ( $1,14\text{mm}^2$ ). Par contre le pain control sans gluten présente la structure alvéolaire la plus compact avec un nombre inférieur des alvéoles (205,67) de petites tailles (0,78).

Les améliorants apportent des modifications significatives ( $p < 0,05$ ), provoquent ainsi l'aération de la pâte avec des alvéoles de tailles moyenne et des pourcentages d'aération importants (22,5% pour le pain avec la gomme arabique, 22,4% pour le pain avec les graines de grenade, 22,05% pour le pain avec la combinaison riz traité/graines de grenade et 20% pour le pain avec le riz traité. Les pains fabriqués par incorporation de ces améliorants présentent des structures alvéolaires plus aérées par rapport au pain control sans gluten.

**Tableau 16.** Caractéristiques de la structure alvéole des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur.

Parameters	Control	Ga	Rt	MLP 2,5 %	PSP 7,5 %	Rt+Ga	Rt+MLP	Rt+PSP	Témoin
<b>Nombre des alvéoles</b>	205,67±1,155i	362,66±3,400f	286,5±2h	659,76±8,720a	425,25±3,930d	346,5±7,440g	580,25±3,961c	389±1,392e	628,5 ±4,55b
<b>Taille moyenne (mm<sup>2</sup>)</b>	0,78±0,045i	1,87±0,010a	1,78±0,227b	0,926±0,078h	1,46±0,054e	1,60±0,146c	0,944±0,018g	1,569±0,084d	1,14 ± 0,020f
<b>Fraction de surface (%)</b>	12,27±0,115b	22,5±0,025ab	20±0,001ab	22,2±0,898ab	22,4±1,374ab	19,82±0,895ab	19,65±0,5ab	22,05±0,772ab	27,7 ± 2,300a

**Control** : pain control sans gluten ; **Rt**: pain optimum avec riz traité; **Ga**: pain optimum avec gomme arabique; **MLP2,5%** : pain optimum avec MLP ; **PSP 7,5%**: pain optimum avec PSP ; **Rt+Ga** : pain optimum avec combinaison riz traité/gomme arabique ; **Rt+MLP** : pain optimum avec combinaison riz traité/MLP ; **Rt+PSP**: pain optimum avec combinaison riz traité/PSP.

**Tableau 17.** Caractéristiques sensorielles des pains sans gluten type « *khobz eddar* » en comparaison avec le pain témoin à base de blé dur.

Parameters	Control	Ga	Rt	MLP 2,5 %	PSP 7,5 %	Rt+Ga	Rt+MLP	Rt+PSP	Témoin
<b>Goût</b>	6,32±0,471e	6,39±0,630d	7,09±0,530b	6,04±0,517g	5,96±0,430h	7,01±0,230c	6,25±0,175f	7,01±0,605c	8,5±0,527a
<b>Arôme</b>	8,06±0,497d	7,98±0,499e	8,08±0,421c	7,57±0,500h	6,26±0,524i	8,10±0,520b	7,85±0,056g	7,94±0,810f	8,3±0,483a
<b>Apparence</b>	7,70±0,575f	8,43±0,500b	8,03±0,520d	7,06±0,718i	7,49±0,639h	8,50±0,511a	7,53±0,562g	8,01±0,603e	8,2±0,422c
<b>Texture</b>	6,04±0,587h	7,83±0,426e	8,02±0,426d	6,02±0,604i	7,34±0,478f	8,15±0,322b	6,62±0,530g	8,10±0,901c	8,4±0,516a
<b>Acceptabilité</b>	6,81±0,878g	7,52±0,878e	7,98±0,253d	6,72±0,885h	6,57±0,50i	8,12±0,751b	6,87±0,402f	8,09±0,321c	8,2±0,919a

**Control** : pain control sans gluten ; **Rt**: pain optimum avec riz traité; **Ga**: pain optimum avec gomme arabique; **MLP2,5%** : pain optimum avec MLP ; **PSP 7,5%**: pain optimum avec PSP ; **Rt+Ga** : pain optimum avec combinaison riz traité/gomme arabique ; **Rt+MLP** : pain optimum avec combinaison riz traité/MLP ; **Rt+PSP**: pain optimum avec combinaison riz traité/PSP.

### 4.3. Evaluation sensorielle

Les résultats des notes attribués aux différents types des pains sans gluten en comparaison avec le pain à base de blé dur sont présentés dans le Tableau 17.

D'après les dégustateurs, le pain témoin à base de blé est le plus apprécié ( $p < 0,05$ ) pour les paramètres sensoriels (goût, arôme, texture et acceptabilité globale), sauf pour l'apparence où le pain sans gluten fabriqué par la combinaison de riz traité avec la gomme arabique a plus de notes et est le plus appréciable pour son aspect suivi par le pain fabriqué par la gomme arabique et en troisième position le pain témoin à base de blé. Les pains les moins appréciés par les dégustateurs sont ceux fabriqués par addition de la poudre des feuilles de Moringa et le pain control sans gluten. Les pains sans gluten qui donnent des caractéristiques sensorielles proches de celles du pain témoin sont ceux fabriqués par la combinaison riz traité/gomme arabique, riz traité/graines de grenade et même avec la gomme arabique seule ou les graines de grenade seules avec des notes allant jusqu'à 8 pour l'aspect, la texture et l'acceptabilité globale.

### 4.4. Corrélations entre les différents paramètres des pains sans gluten

Les paramètres choisis pour les corrélations sont : le volume spécifique, la texture, les paramètres alvéolaires et les paramètres sensoriels. Les résultats de l'analyse de corrélation entre les paramètres de qualité des pains sans gluten, indiquent une forte corrélation négative (-0,81) entre le volume spécifique et la dureté des pains sans gluten, les volumes spécifiques augmentent avec la diminution de la dureté des pains. De même pour la masticabilité avec (-0,74). Il y a une forte corrélation positive entre les volumes spécifiques et l'élasticité des pains sans gluten (0,88), le volume augmente avec l'augmentation de l'élasticité. Ces résultats indiquent qu'il y a des corrélations significatives entre le volume spécifique et la texture des pains et ça concorde avec les données de la littérature.

Une corrélation significative entre le volume spécifique et la taille des alvéoles (0,94) et (-0,42) entre le volume et le nombre des alvéoles, ce qui signifie que le meilleur volume est accompagné par des alvéoles de grandes tailles. Cela pourrait être expliqué par la croissance et la coalescence des alvéoles, phénomènes qui se traduisent par une augmentation du volume de la pâte et donc de sa porosité (Reguerre *et al.*, 2009). Des corrélations significatives négatives sont notées entre l'élasticité et la dureté et la masticabilité des pains. Ces corrélations confirment qu'une fois l'élasticité du pain est élevée, sa dureté et sa masticabilité sont basses. Les résultats des corrélations des tailles des alvéoles avec les paramètres de texture confirment celles obtenus avec le volume spécifique au seuil de signification 0,05 comme pour 0,01.

# *Discussion générale*

## **Discussion générale**

Dans cette section, nous discutons les principaux résultats que nous avons obtenu lors des essais d'utilisation des différents ingrédients et additifs utilisés en panification sans gluten pour un pain traditionnel algérien type « *khobz eddar* ». L'objectif était d'optimiser ces formulations. Chaque élément de la formule est sélectionné sur la base de ses propriétés technofonctionnelles, sensorielles et nutritionnelles qui pourraient contribuer à l'amélioration des pains sans gluten sur le plan technologique, organoleptique et nutritionnel.

Tous les composants des formulations utilisés dans cette étude sont naturels, à commencer par les farines à base de riz et de maïs traitées hydro-thermiquement. A ces premiers éléments, un mélange d'additifs constitué de deux types d'amidon (maïs et tapioca) et de trois types d'hydrocolloïdes (agar-agar, gomme arabique et gomme de caroube) a été testé. Ensuite, des additifs de natures différentes ont été expérimentés pour leur apport en antioxydants tout en veillant à assurer l'aspect technologique des produits finis. Les poudres utilisées étaient celles de graines de grenade et des feuilles de *Moringa oleifera* dont les résultats ont montré à la fois une amélioration de la qualité physique, sensorielle et même antioxydante des pains sans gluten fabriqués.

Le premier des résultats intéressants de notre étude est la confirmation de la faisabilité du diagramme de fabrication pour une panification sans gluten permettant l'accès par les malades cœliaques à un pain type traditionnel très demandé. Les résultats des parties suivantes indiquent un effet améliorant sur la qualité technologique et l'apport nutritionnel du pain sans gluten fabriqué en faisant intervenir un traitement particulier du riz et du maïs, de la gomme arabique, de la poudre de graines de grenades et de la poudre des feuilles de Moringa. Les combinaisons entre améliorants ont été testées afin de situer l'effet de leurs interactions sur la qualité du pain sans gluten ciblé et se sont révélées toutes bénéfiques aux niveaux de la qualité technologique des pains sans gluten.

### **- Diagramme de fabrication et qualité du pain « *khobz eddar* »**

Les résultats du sondage réalisé dans la commune de Constantine auprès de 50 femmes sur le diagramme de fabrication du pain « *khobz eddar* » ont révélé que les ingrédients impliqués dans le pétrissage sont la semoule de blé dur, la levure, le sel, l'huile (de tournesol et soja) et l'œuf entier. Ce pain est caractérisé par un volume spécifique élevé (3,64 cm<sup>3</sup>/g), une faible dureté et masticabilité et une élasticité élevée avec une couleur de mie claire et une structure alvéolaire aérée. L'analyse sensorielle a révélé que ce pain traditionnel est apprécié par les



dégustateurs ([Publication 01](#)). Ces caractéristiques sont fortement liées aux ingrédients utilisés pour la fabrication de ce type de pain. Comme rapporté par Orth *et al.* (1988), la semoule de blé dur contient des quantités considérables de protéines. La relation entre la quantité des protéines de blé et le volume du pain a été étudiée par nombreux auteurs (Dexter *et al.*, 1994, Liu *et al.*, 1996, Dogan *et al.*, 2012). Il faut aussi signaler que la matière grasse et les protéines des œufs ont contribué à l'amélioration des caractéristiques du pain par ses contributions à la rétention gazeuse (Pylar, 1988 ; Pasqualone *et al.*, 2010). Le pain « *khobz eddar* » présente une humidité faible (26,14%) ce qui permet de le conserver pour une longue durée.

- **Qualité technologique du pain sans gluten type « *khobz eddar* »**

Le pain traditionnel « *khobz eddar* » est un produit très recherché par la population algérienne car il présente des propriétés organoleptiques très appréciées. Fabriquer un tel type de pain avec des ingrédients sans gluten pour malades cœliaques a constitué pour nous un défi majeur car la substitution de la semoule de blé dur par d'autres formules sans gluten nécessite l'ajout d'autres additifs pour essayer de retrouver ou compenser certaines des propriétés et interactions dues au gluten.

Les résultats de la qualité technologique du pain sans gluten fabriqué par incorporation de la farine de riz ou de la farine de maïs traitée par un traitement hydro-thermique ([Publication 02](#)), ont révélé une amélioration du volume spécifique et des paramètres de texture des deux types du pain (riz/féverole, maïs/féverole) par rapport à celui du pain control sans gluten. Comme rapporté par plusieurs auteurs (Hormdok et Noomborm, 2007 ; Cham et Suwannaporn, 2010) les farines ayant subi un traitement sont beaucoup utilisées pour leur effet améliorant de la texture de plusieurs produits alimentaires. Le traitement hydro-thermique est considéré comme l'une des meilleures méthodes pour produire les farines traitées et il est de plus en plus appliqué pour améliorer la fonctionnalité des ingrédients à base d'amidon (Cai *et al.*, 2016 ; Naqash *et al.*, 2017).

Les résultats de l'incorporation des farines traitées en panification sans gluten, ont enregistré une amélioration relativement plus élevée ( $p < 0,05$ ) pour le pain de la formule maïs/féverole fabriqué par addition du maïs traité que pour celui de la formule riz/féverole additionné de riz traité. La teneur en humidité des deux types de pains sans gluten était assez importante. Elle reflète la quantité d'eau ajoutée, au cours du processus de panification, qui est nécessaire pour la mise en forme des pains.

Les résultats marqués pour le pain de la formule maïs/féverole pourraient être liés aux propriétés de viscosité du maïs traité qui génère des caractéristiques de viscosité plus importantes que celui de riz traité. Par contre, le pain additionné de riz traité présente une masticabilité plus faible (217g) et une élasticité plus élevée (0,97) par rapport au pain additionné de maïs traité (298g et 0,91). Les faibles valeurs de la masticabilité traduisent une rupture facile du pain dans la bouche. De plus l'analyse sensorielle a révélé une meilleure appréciation du pain sans gluten fabriqué par addition de riz traité par rapport au pain fabriqué par du maïs traité. Comme rapporté par Tzia *et al.* (2015), Il ne suffit pas qu'un produit présente d'excellentes caractéristiques chimiques ou physiques, mais il faut qu'il réponde aux attentes et aux exigences du consommateur final. De plus l'apparence, l'arôme, le goût et la texture jouent également un rôle clé dans l'appréciation et la consommation des aliments. Selon Do Nascimento *et al.* (2017), plus d'attention est nécessaire à l'avis des malades cœliaques sur les produits destinés à leur consommation.

Sur la base des résultats sensoriels et prenant en considération que le riz est plus digeste que le maïs, la formule riz/féverole est la seule retenue pour le reste de ce travail de thèse.

Les résultats de criblage des amidons (de maïs et de tapioca) et d'hydrocolloïdes (agar-agar, gomme arabique et gomme de caroube) (Publication 03), ont indiqué qu'un effet améliorant sur le volume spécifique des pains fabriqués à base de la formule riz/féverole est provoqué par l'addition de l'amidon de maïs, de l'amidon de tapioca et de la gomme arabique ainsi que l'interaction de l'amidon de tapioca et la gomme arabique. Les propriétés de texture, dureté, masticabilité et élasticité ont été améliorées par la gomme arabique. Sans oublier l'effet améliorant de l'agar-agar sur la dureté du pain sans gluten et l'effet améliorant des deux types d'amidons sur l'élasticité du pain.

Selon nos résultats (Publication 02 et 03), l'amidon de maïs soit à l'état natif ou modifié sous forme traité a porté des améliorations au niveau de volume spécifique et de la texture du pain sans gluten. L'amidon constitue l'agent de formage de la texture primaire et de la structure dans les systèmes sans gluten. L'amidon et ses dérivés tels que les amidons résistants ou chimiquement modifiés jouent un rôle important dans les produits sans gluten (Naqash *et al.*, 2017). Les amidons physiquement modifiés, considérés comme des composants alimentaires, pourraient également trouver des applications dans des produits sans gluten. L'amidon de tapioca pré-gélatinisé a été utilisé dans le pain à base de la farine de riz comme agent formateur

de structure, par conséquent, le volume de pain et sa dureté ont été positivement affectés (Pongjaruvat *et al.*, 2014 ; Naqash *et al.*, 2017).

L'amidon du tapioca a été considéré comme l'agent ayant le plus grand impact sur les propriétés rhéologiques. La dureté du pain sans gluten contenant de l'amidon de tapioca a diminué par rapport au pain control sans gluten en raison d'une influence positive sur sa température de gélatinisation (Witczak *et al.*, 2015). Il a également agi comme agent élastique dans les produits à base de riz (Tsatsaragkou *et al.*, 2014). Ceci expliquerait l'amélioration de l'élasticité du pain sans gluten type '*khobz eddar*' par l'incorporation de l'amidon de tapioca.

L'effet améliorant de la gomme arabique, s'explique par l'augmentation de la viscosité de la pâte additionnée de la gomme, comme indiqué par Lazaridou *et al.* (2007) ; Marco et Rosell (2008) et Peressini *et al.* (2011), les hydrocolloïdes améliorent le développement de la pâte et la rétention de gaz en augmentant la viscosité, ce qui permet de produire des pains de volumes spécifiques élevés. L'ajout d'amidons, d'hydrocolloïdes et même leurs combinaisons permet ainsi la production de produits sans gluten semblable à leurs témoins contenant du gluten (Naqash *et al.*, 2017).

Les résultats de la [Publication 02 et 03](#), indiquent un effet positif remarquable de l'eau d'hydratation sur la qualité technologique des pains sans gluten type « *khobz eddar* », mais un optimum d'hydratation est nécessaire dans chaque formulation. Un niveau maximal d'hydratation dans les pâtes sans gluten, permet d'obtenir des pains de mauvais volume, les optimums obtenus dans notre étude ([Publication 02 et 03](#)), ont montré des niveaux d'hydratation inférieurs aux niveaux maxima fixés lors de la construction des plans d'expériences.

Comme rapporté par Abdelrahman et Spies (1983), la quantité d'eau présente dans la pâte affecte significativement les propriétés rhéologiques de la pâte et la qualité finale du pain (Ronda *et al.*, 2017). Cependant, des valeurs optimales d'hydratation sont exigées, des études plus profondes sur l'effet de l'hydratation sur le volume spécifique du pain ont été réalisées, permettant de conférer l'existence d'une valeur optimale pour l'hydratation de la pâte. Ce résultat pourrait clarifier les conclusions controversées rapportées antérieurement par rapport à la relation entre la consistance de la pâte et le volume du pain final. Matos et Rosell (2013) ont montré que les fortes consistances de la pâte ont limité l'expansion au cours de la fermentation et ont conduit à réduire le volume de pain.

- **Qualité technologique et antioxydante des pains sans gluten type « khobz eddar » améliorés**

L'enrichissement des pains sans gluten par des ingrédients riches en composés bioactifs est considéré actuellement un des aspects qu'il faut développer pour améliorer la qualité nutritionnelle du pain sans gluten (Swieca *et al.*, 2015). L'obtention de pains sans gluten comme aliments bioactifs est constitué actuellement un grand défi, et des recherches approfondies ont été menées pour étudier la préparation des nouvelles générations d'aliments sans gluten à base de céréales formulées par d'autres ingrédients qui enrichiraient sa valeur nutritionnelle (Foschia *et al.*, 2017 ; Giuberti *et al.*, 2018).

Les résultats de l'incorporation de la poudre des feuilles de Moringa et ainsi de la poudre de graines de grenade ([Publication 04 et 05](#)), indiquent à la fois une amélioration des propriétés antioxydantes et des changements de la qualité technologique et sensorielle des pains sans gluten enrichis. L'enrichissement des pains sans gluten par ces deux types d'additifs végétaux a permis d'augmenter la teneur en polyphénols totaux des pains et ainsi leurs activités antioxydantes.

L'enrichissement des pains sans gluten par la poudre des graines de grenade, a montré des résultats intéressants sur la qualité technologique des pains. Un meilleur volume spécifique par rapport au pain control sans gluten, une amélioration de la dureté, l'élasticité ainsi la masticabilité sont observés pour les pains enrichis. Cela pourrait être lié à la fois, à l'augmentation de la viscosité de la pâte enrichie et à la richesse de la poudre des graines de grenade en carbohydrates. La qualité du pain sans gluten est principalement influencée par le contenu et les propriétés des polysaccharides, qui augmenteraient la stabilité de la mousse en augmentant la viscosité, empêchant les effets de coalescence sur la phase aqueuse de la pâte et donc sur la stabilité du film liquide entourant les bulles de gaz (Buresova *et al.*, 2014 ; Naqash *et al.*, 2017). L'enrichissement des pains sans gluten par la poudre des feuilles de Moringa, a augmenté ses valeurs antioxydantes mais n'a pas porté des améliorations sur le plan technologique. Comme rapporté par Sengev *et al.* (2013), la substitution des formules par d'autres substances sans gluten peut impliquer une diminution du volume des pains.

En final, les résultats des combinaisons entre améliorants ont montré des résultats positifs sur le plan technologique et sensoriel. La poudre des feuilles de Moringa, qui n'a pas porté de changements sur la qualité technologique des pains sans gluten quand elle est incorporée toute seule, a améliorée significativement ( $p < 0,05$ ) le volume, la texture et la qualité sensorielle des

pains sans gluten en combinaison avec le riz traité. Une amélioration du volume spécifique, de la dureté, de la masticabilité et même de l'élasticité a été notée pour le pain fabriqué avec des combinaisons entre la poudre des feuilles de Moringa et le riz traité.

La morphologie cellulaire de la pâte est une caractéristique de qualité importante de pain comme le volume et la forme. Cette structure alvéolaire de la pâte est principalement développée pendant la fermentation par l'expansion de microalvéoles constitués par l'air enfermé pendant le pétrissage (Romano *et al.*, 2013). Des corrélations significatives ont été observées entre le volume des pains sans gluten et la taille et le nombre des alvéoles. La première corrélation est positive ce qui signifie que le volume du pain augmente avec l'augmentation de la taille des alvéoles et par conséquent une diminution de leur nombre. D'autres corrélations significatives ont été observées entre les volumes des pains sans gluten et leurs paramètres de texture.

# *Conclusion*

## Conclusion

Ce travail avait pour objectif la diversification de l'alimentation des malades cœliaques algériens. Le produit cible est un pain traditionnel fabriqué habituellement à base de blé dur. La proportion de formule de substitution sans gluten a été testée et les résultats très intéressants ont confirmé la faisabilité technologique d'obtention d'un pain sans gluten type «*khobz eddar*».

Les résultats du sondage auprès des ménages ont montré que le pain traditionnel «*khobz eddar*» est un produit fabriqué par les femmes à la maison, à base de semoule de blé dur, d'huile et d'œufs. Il se caractérise par un volume spécifique élevé, une faible dureté, une élasticité élevée, une couleur jaune de mie et une couleur marron de la croûte. Les résultats de l'analyse d'image peuvent être utilisés pour prédire les différentes propriétés des pains. L'analyse d'image a révélé que le pain «*khobz eddar*» se caractérise par un nombre important de petites alvéoles et présente une structure de mie aérée et fine. Les résultats sensoriels fournissent un pain intéressant. Les caractéristiques peuvent suggérer l'adéquation du blé dur pour fabriquer un pain de bonne qualité.

Des pains traditionnels sans gluten type «*khobz eddar*» à base des formules riz/féverole et maïs/féverole ont été développés avec succès en appliquant un traitement hydro-thermique de la farine de riz et de la farine de maïs puis par la substitution d'une partie de ces formules par les farines traitées. La conception expérimentale utilisée pour optimiser le niveau d'hydratation et la quantité d'améliorant, a révélé l'importance de ces facteurs dans les caractéristiques de qualité des pains sans gluten et a permis de déterminer les niveaux optima pour améliorer le volume spécifique, le rapport H/L et les paramètres de texture. Le pain optimum à base de la formule riz/féverole a été produit en incorporant 7,59 g de riz traité et 96,66 g d'eau/100 g de formule, alors que le pain optimum à base de la formule maïs / féverole a été produit en incorporant 4,73 g de maïs traité et 78,81 g d'eau/ 100 g de la formule. Les résultats du volume spécifique, des paramètres de texture, de la couleur et de la structure des mies ont révélé un pain à base de maïs plus important par rapport à celui à base de riz. Les résultats de l'analyse sensorielle ont permis de classer le pain à base de riz comme le plus acceptable. Sur la base de ces résultats, la formule riz/féverole est celle qui a été retenue dans le reste de ce travail de thèse.

L'effet de la combinaison d'amidons / hydrocolloïdes sur la qualité des pains à base de riz et de féverole a été estimé par un plan d'expérience de criblage définitif. L'approche DSD a permis d'estimer les conditions optimales avec les facteurs les plus influençant. Sur toutes les

caractéristiques de la qualité du pain sans gluten étudié, seulement la gomme arabique et l'hydratation ont été trouvés comme additifs significatifs. Le pain optimum sans gluten est obtenu avec 1,5% de gomme arabique et 71,5 g/100 g d'eau.

Les graines de grenade améliorent considérablement le volume spécifique et la texture du pain, de plus, ce type d'additif influence fortement la couleur du pain. Plus important encore, les graines de grenade ont permis d'obtenir un pain avec une quantité en polyphénols élevée ainsi qu'une activité antioxydante importante. Sur le plan sensoriel le pain avec 5% de la poudre des graines de grenade a été accepté par les consommateurs. Par ailleurs, en se basant sur l'ensemble des propriétés étudiées (physiques et antioxydantes), un optimum avec 7,5% de la poudre des graines de grenade a été retenu afin d'obtenir un pain sans gluten de meilleure qualité nutritionnelle.

L'enrichissement du pain sans gluten par la poudre des feuilles de Moringa à 5% a montré des avantages sur les propriétés antioxydantes et a permis de développer ce pain comme aliment fonctionnel bénéfique pour les malades céliaques algériens.

L'ajout de différents améliorants en combinaison dans la pâte sans gluten à base de la formule riz/féverole ayant subi un traitement hydro-thermique, ça permis de noter des résultats intéressants sur le plan technologique. Les combinaisons riz traité et gomme arabique, riz traité-graines de grenade et riz traité-feuilles de Moringa ont noté des améliorations significatives des volumes spécifiques, des paramètres de texture et sensoriels des pains sans gluten. Les corrélations observées ont montré que l'application de ces technologies pourrait aider à la production de pains sans gluten moins chers avec les propriétés technologiques, sensorielles et nutritionnelles souhaitées.

Ces résultats encourageants et mériteraient d'être poursuivis et approfondis par :

- Une étude moléculaire par les méthodes spectroscopiques comme l'analyse FTIR-infrarouge et spectroscopie RMN afin de situer l'effet de ces améliorants.
- Une investigation sur la combinaison des améliorants en se basant sur les résultats de cette thèse.
- Etude de la biodisponibilité des polyphénols des pains sans gluten par des tests *in vivo*.



*Références  
bibliographiques*

- AACC. (2000). American Association of Cereal Chemists. Approved methods of the AACC, 10th ed. American Association of Cereal Chemists, St Paul, USA.
- Abdel-Kader, Z.M. (2001). Enrichment of Egyptian “Balady” bread. Part 2. Nutritional values and biological evaluation of enrichment with decorticated cracked broad beans flour (*Vicia faba L.*). *Nahrung*, 45, 31-34.
- Abdelrahman, A.A., Spies, R.D. (1983). Dynamic rheological studies of dough systems. In: Faridi, H., Faubion, J.M. (Eds.), *Fundamentals of Dough Rheology*. AACC, St. Paul, MN, pp. 87-103.
- Abdulkadir, A. R., Zawawi, D. D., Jahan, M. S. (2016). Proximate and phytochemical screening of different parts of *Moringa Oleifera*. *Russian Agricultural Sciences*, 42(1), 34.
- Abecassis, J., Boggini, G., Cuq, B., Namoune, H. (2012). Other Traditional Durum Derived Products. In: Sissons M.J., Abecassis J., Marchylo M., Carcea M. *Durum Wheat: Chemistry and Technology*, 2nd edition. AACC International Press.
- Abu-Reidah, IM., Arráez-Román, D., Warad, I., Fernández-Gutiérrez, A., Segura-Carretero, A. (2017). UHPLC/MS2-based approach for the comprehensive metabolite profiling of bean (*Vicia faba L.*) by-products: A promising source of bioactive constituents. *Food Research International*, 93, 87-96.
- Achayuthakan, P., Supphantharika, M. (2008). Pasting and rheological properties of waxy corn starch as affected by guar gum and xanthan gum. *Carbohydrate Polymers*, 71, 9-17.
- Adeolu, A.A., Florence, O.J., Anthony, J.A., J.M. (2008). Antioxidant activities and phenolic contents of the methanol extracts of the stems of *Acokanthera oppositifolia* and *Adenia gummifera*. *BMC Complementary and Alternative Médecine*, 8, 1-7.
- AFNOR. (1991). Normes : NF V 03-707 (juin 1989), NF V 03-720 (Décembre 1981), NF V 03-050 (Septembre 1970), In recueil des normes françaises, contrôle de la qualité des produits alimentaires, Céréales et produits céréaliers, AFNOR/DGCCRF, 3ème édition, Paris, 360p.
- Aguilar, N., Albanell, E., Miñarro, B., Capellas, M. (2015). Chickpea and tiger nut flours as alternatives to emulsifier and shortening in gluten-free bread. *LWT-Food Science and Technology*, 62, 225-232.
- Aguilera, J.M., Stanley, D.W. (1999). Microstructural principles of food processing and engineering. Aspen Publishers, Maryland. Second Edn: 19-22. And gas retention in wheat bread dough. *Journal of Cereal Science*, 21, 215-230.
- Alais, C., linden, G. (1997). Biochimie alimentaire. Abrégés. 4<sup>ème</sup> édition, Masson, 248 p.

- Alaunyte, I. (2013). Development of nutrient-rich teff bread and its effects on iron status and exercise performance in female runners. Thesis, University for the degree of Doctor of Philosophy, Department of Food and Tourism Management. The Manchester Metropolitan University, 216p.
- Al-Dmoor, H. M. (2012). Flat bread: ingredients and fortification. *Quality Assurance and Safety of Crops & Foods*, 4, 2-8.
- Alvarenga, N.B., Lidon, F.C., Belga, E., Motrena, P., Guerreiro, S., Carvalho, J.M., Canada, J. (2011). Characterization of Gluten-free Bread Prepared from Maize, Rice and Tapioca Flours using the Hydrocolloid Seaweed Agar-Agar. *Recent Research in Science and Technology*, 3, 64-68.
- Aly, A.A., Maraei, R.W., Ali, H.G. (2016). Fatty Acids Profile and Chemical Composition of Egyptian *Moringa oleifera* Seed Oils. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 93, 397-404.
- Anton, A.A., Artfield, S.D. (2008). Hydrocolloids in gluten-free breads: A review. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 59, 11-23.
- Arendt, E.K., Dal Bello, F. (2008). Gluten-free cereal products and beverages. Academic press. A volume in Food Science and Technology, (First Ed.), 443p.
- Arendt, E.K., O'Brien, C.M., Schober, T., Gormley, T.R., Gallaguer, E. (2002). Development of gluten-free cereal products. *Farm and Food*, 12, 21-27.
- Arese, P., De Flora, A. (1990). Pathophysiology of hemolysis in glucose-6-phosphate dehydrogenase deficiency, In Seminars in hematology, Elsevier, 27, 1-40.
- Arshad, M.S., Farooq, M., Asch, F., Krishna J. S.V., Prasad P.V.V., Siddique K. H.M. (2017). Thermal stress impacts reproductive development and grain yield in rice. Review. *Plant Physiology and Biochemistry*, 115, 57-72.
- Artan, M.Y., Karim, R., Chern, B.H., Ariffn, A.A., Che Man, Y., Chin, N.L. (2010). The influence of different formulations of palm oil/palm stearn-based shortenings on the quality of white bread. *Middle-East Journal of Scientific Research*, 5, 469-476.
- Asghar, A., Anjum, F.M., Tariq, M.W., Hussain, S. (2005). Effect of Carboxy Methyl Cellulose and Gum Arabic on the Stability of Frozen Dough for Bakery Products. *Turkisch Journal of Biology*, 29, 237-241.
- Auzias, D., Labourdette, J.P. (2009). Alger 2010-11: City Guides Monde. Editeur : Petit Futé, 256p.
- Aykroyd, W.R., Doughty, J. (1982). Les graines de légumineuses dans l'alimentation humaine. *Rome, Italy : FAO*, 1982. 152 p.

- Bahrani, S.A. (2013). Modification des propriétés physico-chimiques de l'amidon par procédés hydrothermiques : Contribution à l'étude des transferts couplés chaleur-masse. Thèse. Université de La Rochelle. France.
- Barak, S., Mudgil, D. (2014). Locust bean gum: Processing, properties and food applications- A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 66, 74-8.
- Bárcenas, M.E., Haros, M., Rosell, C.M. (2003). An approach to studying the effect of different bread improvers on the staling of pre-baked frozen bread. *European Food Research and Technology*, 218, 56-61.
- Bascuñán, K.A., Vespa, M.C., Araya, M. (2016). Celiac disease: understanding the gluten-free diet. Review. *European Journal of Nutrition*, 56, 449-459.
- Begum, R., Uddin, M.J., Rahman, M. A., Islam, M. S. (2013). Comparative study on the development of maize flour based composite bread. *Journal of the Bangladesh Agricultural University*, 11, 133-139.
- Bellir, N., Bellir, M.N., Rouabah, L. (2015). Etude de l'effet de *Nigella sativa* sur les manifestations cliniques de la maladie cœliaque de l'adulte. *International Journal of Advance Research*, 3, 880-893.
- Bello, H. (2010). Essai d'incorporation de la farine de feuilles de *Moringa oleifera* dans l'alimentation chez les poulets indigènes du Sénégal : Effets sur les performances de croissance, les caractéristiques de la carcasse et le résultat économique, Thèse de Doctorat, Université Cheikh Anta Diop de Dakar.
- BeMiller, J., Whistler, R. (2009). Starch: Chemistry and Technology. Third Edition. Academic Press is an imprint of Elsevier, 879p.
- Benatallah, L. (2009). Couscous et pain sans gluten pour malades cœliaques : aptitude technologique de formules à base de riz et de légumes secs. Thèse de Doctorat en Sciences Alimentaire. I.N.A.T.A.A. Université Frères Mentouri-Constantine 1. 169p.
- Benatallah, L., Zidoune, M.N., Michon, C. (2012). Optimization of HPMC and water addition for a gluten-free formula with rice and field bean based on rheological properties of doughs. *International Review of Chemical Engenning*, 4, 474-481.
- Bibiana, I., Grace, N., Julius, A. (2014). Quality Evaluation of Composite Bread Produced from Wheat, Maize and Orange Fleshed Sweet Potato Flours. *American Journal of Food Science and Technology*, 2, 109-115.
- Bloksma, A. H. (1990a). Dough structure, dough rheology, and baking quality. *Cereal Foods World*, 35, 237-244.

- Bloksma, A. H. (1990b). Rheology of the breadmaking process. *Cereal Foods World*, 35, 228-236.
- Bouasla, A., Benatallah, L., Zidoune, M.N. (2011). Prévalence de la maladie cœliaque à Constantine (1996–2008). Poster P038. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 46, S71.
- Boudraa, G., Bessahraoui, M., Bouziane, Nedjadi, K., Niar, S., Naceur, M., Bouchetara, A., Benmansour, A., Touhami, M. (2008). Epidémiologie-Evolution de l'incidence de la maladie cœliaque chez l'enfant de l'ouest algérien (1975-2007). Posters SFP-P013. *Archives de Pédiatrie*, 15, (5) ,949.
- Boukezoula, F., Zidoune, M.N. (2014). Gluten-free diet adherence and its consequences on the nutritional and health status of 100 celiac patients in Tébessa. Algeria. *Médecine des maladies Métaboliques*, 8, 440-444.
- Bourekoua, H., Benatallah, L., Zidoune, M.N., Rosell, C.M. (2016). Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT - Food Science and Technology*, 73,342-350.
- Bourne, M.C. (1982). Texture, viscosity and food in Food texture and viscosity. Concept and measurement, New York, Academic Press, pp. 1 -23.
- Boyer, C.D., Hannah, L.C. (1994). Kernel mutants of corn. Chapter 1. In: AR Hallauer, ed. Specialty corns. CRC Press Inc Boca Raton, USA, pp. 1-28.
- Boyer, J., Liu, R.H. (2004). Apple phytochemicals and their health benefits. *Nutrition Journal*, 3, 1-15.
- Boz, H., Karaoğlu, M.M. (2013). Improving the quality of whole wheat bread by using various plant origin materials. *Czech Journal of Food Science*, 31, 457-466.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, E., Berset, C. M. (1995). Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 28, 25-30.
- Branger, A., Richer, M.M., Roustel, S. (2007). Microchimie et alimentation. Edit Educagri, Paris, 343 p.
- Bressani, R., Elias, L.G., Juliano, B.O. (1971). Evaluation of protein quality and milled rices differing in protein content. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 19, 1028-1034.
- Buresova, I., Kracmar, S., Dvorakova, P., Streda, T. (2014). The relationship between rheological characteristics of gluten-free dough and the quality of biologically leavened bread. *Journal of Cereal Science*, 60, 271-275.
- Cai, J., Hong Chiang, J., Yi Pei Tan, M., Saw, L.K., Xu, Y., Ngan-Loong, M.N. (2016). Physicochemical properties of hydrothermally treated glutinous rice flour and xanthan

- gum mixture and its application in gluten-free noodles. *Journal of Food Engineering*, 186, 1-9.
- Caley, M., Park, S.H., Chung, O. (2005). Comparison of loaf-volume measuring methods: Rapeseed displacement vs. laser sensor, in AACC International Meeting, Orlando, Florida.
- Calvel, R. (1990). Le goût du pain, comment le préserver, comment le retrouver. Villette, J. Editeur commercial, Paris, 125p.
- Capriles, V., Areas, J.A. (2014). Novel approaches in gluten-free bread making: interface between food science, nutrition and health. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 13, 871-890.
- Capriles, V.D., Dos Santosa, F.G., Arêas, J.A.G. (2016). Gluten-free bread making: Improving nutritional and bioactive compounds. *Journal of Cereal Science*, 67, 83-91.
- Castro, L., Freeman, B. A. (2001). Reactive oxygen species in human health and disease. *Nutrition*, 170, 161-165.
- Cauvain, S., Young, L. (2000). Bakery food manufacture and quality: water control and effects, Oxford, Blackwell Science Ltd, 206p.
- Cauvain, S.P., Young, L.S. (2006) Baked Products: Science, Technology and Practice, Oxford, Blackwell Publishing.
- Cham, S., Suwannaporn, P. (2010). Effect of hydrothermal treatment of rice flour on various rice noodles quality. *Journal of Cereal Science*, 51, 284-291.
- Cheriet, G. (2000). Etude de la galette : différents types, recettes et mode de fabrication. Mémoire de Magister. Université Frères Mentouri, Constantine1, Algérie.
- Chiang, B.Y., Johnson, J.A. (1976). Gelatinization of starch in extruded products. *Cereal Chemistry*, 54, 436-443.
- Chiavaro, E., Vittadini, E., Musci, M., Bianchi, F., Curti, E. (2008). Shelf-life stability of artisanally and industrially produced durum wheat sourdough bread “Altamura bread”. *LWT-Food Science and Technology*, 41, 58-70.
- Chiotellis, E., Campbell, G.M. (2003a). Proving of bread dough. I: Modelling the evolution of the bubble size distribution. *Food and Bioproducts Processing*, 81, 194-206.
- Chiotellis, E., Campbell, G.M. (2003b). Proving of bread dough. II: Measurement of gas production and retention. *Food and Bioproducts Processing*, 81, 207-216.
- Chivero, P., Gohtani, S., Yoshii, H., Nakamura, A. (2016). Assessment of soy soluble polysaccharide, gum arabic and OSA-Starch as emulsifiers for mayonnaise-like emulsions. *LWT - Food Science and Technology*, 69, 59-66.

- Chouaki, S., Raha-Bouziane, H., Zikarat, Z., Chebouti, A. Issoulah, R. (2007). Biodiversité en Algérie : Céréales, Légumineuses Alimentaires, Espèces fourragères et steppiques, Espèces Fruitières, Cultures Maraîchères et industrielles. 120 p.
- Chranioti, C., Nikoloudaki, A., Tzia, C. (2015). Saffron and beetroot extracts encapsulated in maltodextrin, gum Arabic, modified starch and chitosan: Incorporation in a chewing gum system. *Carbohydrate Polymers*, 127, 252-263.
- Icard-Vernière, C. (1999). De la semoule du blé dur aux pâtes alimentaires fraîches : évènements physiques et biochimiques. Thèse de Doctorat en Biochimie et biologie moléculaire, Université des Sciences et Techniques de Montpellier 2, 117p.
- Chtioui, Y., Bertrand, D., Dattee, Y., Devaux, M.F. (1996). Identification of seeds by colour imaging - comparison of discriminant analysis and artificial neural network. *Journal of the Science of Food & Agriculture*, 71, 433-441.
- Ciaffi, M., Tozzi, L., Lafiandra, D. (1996). Relationship between flour protein composition determined by size-exclusion high-performance liquid chromatography and dough rheological parameters. *Cereal Chemistry*, 73, 346-351.
- Collar, C, Andreu, P, Martinez, JC, Armero, E. (1999). Optimization of hydrocolloid addition to improve wheat bread dough functionality: a response surface methodology study. *Food Hydrocolloids*, 13, 467-475
- Conte, P., Del Caro, A., Balestra, F., Piga, A., Fadda, C. (2018). Bee Pollen as a functional ingredient in gluten-free bread: A physical-chemical, technological and sensory approach. *LWT - Food Science and Technology*, 90, 1-7.
- Cornejo, F., Rosell, C.M. (2015). Physicochemical properties of long rice grain varieties in relation to gluten free bread quality. *LWT - Food Science and Technology*, 62, 1203-1210.
- Crockett, R., Ie, P., Vodovotz, Y. (2001). How do xanthan and hydroxypropylmethylcellulose individually affect the physicochemical properties in a model gluten-free dough?. *Journal of Food Science*, 76, 274-282.
- Cuq, J. L., Leynaud-Rouaud, C. (1992). Les graines de légumineuse. Chapter 10. In, Dupin, H., Cuq, J.L., Malewiak, M.I., Leynaudrouaud, C., Berthier, A.M. Alimentation et nutrition humaines. ESF. Paris, pp. 941-961.
- Ćurić, D., Karlović, D., Tušak, D., Petrović, B., Đugum, J. (2001). Gluten as a Standard of Wheat Flour Quality. *Food Technology and Biotechnology*, 39, 353-361.
- Dagher, M.S. (1991). Traditional foods in the Near East, Numéro 50, FAO, 161p.

- Danza, A., Mastromatteo, M., Lecce, L., Spinelli, S., Laverse, J., Lampignano, V., Contò, F., Del Nobile, M.A. (2014). Effect of Whole meal Durum Wheat Varieties on Bread Quality. *Food and Nutrition Sciences*, 5, 977-988.
- Dapcevic Hadnadev, T., Dokic, L., Pojic, M., Hadnadev, M., Torbica, A., Rakita, S. (2014). Rheological properties of dough and quality of bread supplemented with emulsifying polysaccharides. *Hemijska industrija*, 68, 99-106.
- Delcourt, A.L., Lefief, L. (2013). Pains et brioches irrésistibles : 80 recettes faciles et gourmandes avec ou sans machine à pain, Quotidien Malin Éditions, 193p.
- Demirkesen, I., Kelkar, S., Campanella, O.H., Sumnu, G., Sahin, S., Okos, M. (2014). Characterization of structure of gluten-free breads by using X-ray Microtomography. *Food Hydrocolloids*, 36, 37-44.
- Dewettinck, K., Van Bockstaele, F., Kušhne, B., Van de Walle, D., Courtens, T.M., Gellynck X. (2008). Nutritional value of bread: Influence of processing, food interaction and consumer perception. *Journal of Cereal Science*, 48, 243-257.
- Dexter, J.E., Preston, K.R., Martin, D.G., Gander, E. J. (1994). The effects of protein content and starch damage on the physical dough properties and bread-making quality of Canadian durum wheat. *Journal of Cereal Sciences*, 20, 139-151.
- Djeghim, F. (2015). Utilisation d'améliorants de l'expansion gazeuse dans la fabrication sans gluten de pains levés traditionnels. Magister en Technologie Alimentaire. Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-alimentaires. Université Frères Mentouti Constantine1, 106 p.
- Do Nascimento, A.B., Rataichesk Fiates, G.M., Teixeira, E. (2017). We want to be normal! Perceptions of a group of Brazilian consumers with coeliac disease on gluten-free bread buns. *International Journal of Gastronomy and Food Science*, 7, 27-31.
- Dogan, I. S., Yildiz, O., Tasan, B. (2012). Determination of the bread-making quality of flours using an automatic bread machine. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 36, 608-618.
- Dupin, H., Cuq, J., Malewiak, M., Leynaud-Rouaud, C., Berthier, A. (1992). Alimentation et nutrition humaines. Edit ESF, 1533 p.
- Dürrenberger, M.B., Handschin, S., Conde-Petit, B., Escher, F.(2001). Visualization of Food Structure by Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM). *LWT - Food Science and Technology*, 34, 11-17.
- Dziezak, J.D. (1991). A focus on gums. *Food Technology*, 45, 116-132.



- Elgeti, D., Jekle, M., Becker, T. (2015). Strategies for the aeration of gluten-free bread – A Review. *Trends in Food Science & Technology*, 46, 75-84.
- Ertaş A., Gören AC., Boğa M., Yeşil Y., Kolak U. (2014). Essential oil compositions and anticholinesterase activities of two edible plants *Tragopogon latifolius* var. *angustifolius* and *Lycopsis orientalis*. *Natural Product Research*, 28, 1405-1408.
- Escalante-Ten Hoopen, M., Maïga, A. (2012). Maize: production and processing. Edition : CTA and ISF. 31p.
- Fadil, M., Farah, A., Ihssane, B., Haloui, T., Rachiq, S. (2014). Application de plan de Plackett et Burman dans le criblage des paramètres agissants sur le processus d'hydro distillation de Thym du Maroc (*Thymus vulgaris* L). *International Journal of Innovation and Applied Studies*, 6, 530-540.
- FAO. (1982). Les graines de légumineuses dans l'alimentation humaine « étude FAO : Alimentation et Nutrition (20) ». Rome. 152 p.
- FAO. (1992). Maize in Human Nutrition. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Rome. <http://www.fao.org/docrep/t0395e/T0395E00.htm#Contents>.
- FAO. (1995). Norme codex pour la semoule et la farine de blé dur. CODEX STAN 178-1991, Révision 1995, 3p.
- Feuillet, P. (2000). Le grain de blé. Composition et utilisation. Paris : Edit INRA. 281p.
- Ferreira, T., Rasband, W. (2011). Image J. User Guide. IJ 1.45.
- Fidaleo, M., Lavecchia, R., Petrucci, E., Zuorro, A. (2016). Application of a novel definitive screening design to decolorization of an azo dye on boron-doped diamond electrodes. *International Journal of Environment Science and Technology*, 13, 835-842.
- Fitzgerald, M. A., Reinke, R. F. (2006). Rice grain quality III, A report for the rural industries research and development corporation, RIRDC Publication No 06/056.
- Fleming, S. E., Sosulski, F.W. (1978). Microscopic Evaluation of Bread Fortified with Concentrated Plant Proteins. *Cereal Chemistry*, 55, 373-382.
- Foschia, M., Beraldo, P., Peressini, D. (2017). Evaluation of the physicochemical properties of gluten-free pastas enriched with resistant starch. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 97, 572-577.
- Funami, T., Kataoka, Y., Omoto, T., Goto, Y., Asai, I., Nishinari, K. (2005). Food hydrocolloids control the gelatinization and retro gradation behavior of starch. 2a. Functions of guar gums with different molecular weights on the gelatinization behavior of cornstarch. *Food Hydrocolloids*, 19, 15-24.
- Gallagher, E. (2009). Gluten-free food science and technology, Oxford Wiley-Blackwell, 256p.

- Gallagher, E., Gormley, T.R., Arendt, E.K. (2004). Recent advances in the formulation of gluten-free cereal-based products. *Trends in Food Science & Technology*, 15, 143-152.
- Gally, T., Rouaud, O., Jury, V., Havet, M., Ogé, A., Le-Bail, A. (2017). Proofing of bread dough assisted by ohmic heating. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 39, 55-62.
- Gámbaro, A., Gimenez, A., Ares, G., Gilardi, V. (2006). Influence of enzymes on the texture of brown pan bread. *Journal of Texture Studies*, 37, 300-314.
- Gambuś, H., Sikora, M., Ziobro, R. (2007). The effect of composition of hydrocolloids on properties of gluten-free bread. *Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria*, 6, 61-74.
- Gao, J., Si Koh, A.H., Tay, S.L., Zhou, W. (2017). Dough and bread made from high- and low-protein flours by vacuum mixing: Part 1: Gluten network formation. *Journal of Cereal Science*, 74, 288-295.
- Gawlik-Dziki, U., Świeca, M., Dziki, D., Baraniak, B., Tomiło, J., Czyż, J. (2013). Quality and antioxidant properties of breads enriched with dry onion (*Allium cepa* L.) skin. *Food Chemistry*, 138, 1621-1628.
- Gawlik-Dziki, U., Świeca, M., Dziki, D., Sęczyk, L., Złotek, U., Różyło, R., Kaszuba, K., Ryszawy, D., Czyż, J. (2014). Anticancer and antioxidant activity of bread enriched with broccoli sprouts. *BioMed Research International*, Article ID 608053, 14 pages.
- Gerville-Réache, L., Couallier, V. (2011). Échantillon Représentatif (D'une Population Finie) : Définition Statistique Et Propriétés. Échantillon représentatif, Sondage, Quotas, Probabilités d'inclusion. HAL Id : hal-00655566 <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00655566>.
- Ghaisas, M., Navghare, V., Takawale, A., Zope, V., Deshpande, A. (2008). In-vitro antioxidant activity of *Tectona grandis* Linn. *Pharmacologyonline*, 3, 296-305.
- Giannou, V., Kessoglou, V., Tzia, C. (2003). Quality and safety characteristics of bread made from frozen dough. *Trends in Food Science & Technology*, 14, 99-108.
- Giuberti, G., Rocchetti, G., Sigolo, S., Fortunati, P., Lucini, L., Gallo, A. (2018). Exploitation of alfalfa seed (*Medicago sativa* L.) flour into gluten-free rice cookies: nutritional, antioxidant and quality characteristics. *Food Chemistry*, 239, 679-687.
- Gocmen, D., Inkaya, A. N., Aydin, E. (2009). Flat breads. *Bulgum Journal of Agricultural Sciences*, 15, 298-306.

- Gomez Pallares, M., Diez Val, A. (2001). Influence of eggs and derivative products on rheological and fermentative properties of doughs. *Industries des Cereales*. ISSN: 0245-4505.
- Gonzales-Barron, U., Butler, F. (2006). A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of breadcrumb features by digital image analysis. *Journal of Food Engineering*, 74, 268-278.
- Gopalakrishnan, L., Doriya, K., Kumar, D.S. (2016). *Moringa oleifera*: a review on nutritive importance and its medicinal application. *Food Sciences and Human Wellness*, 5, 49-56.
- Goula, A.M., Adamopoulos, K.G. (2012). A method for pomegranate seed application in food industries: Seed oil encapsulation. *Food and Bioproducts Processing*, 90, 639-652.
- Goupy, J., Creighton, L. (2006). Introduction aux plans d'expériences. *Donud*. 336p.
- Graves, T., Narendranath, N. V., Dawson, K., Power, R. (2006). Effect of pH and lactic or acetic acid on ethanol productivity by *Saccharomyces cerevisiae* in corn mash. *Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology*, 33, 469-474.
- Guarda, A., Rosell, C. M., Benedito, C., Galotto, M. J. (2004). Different hydrocolloids as bread improvers and antistaling agents. *Food Hydrocolloids*, 18,241-247.
- Guessasma, S. (2007). Approches de génération de structures alvéolaires et élasticité de produits céréaliers. INRA, 18<sup>ème</sup> congrès français de Mécanique. France, 6p.
- Guzmán, C., Autrique, J.E., Mondal, S., Singh, R.P., Govindan, V., Morales-Dorantes, A., Posadas-Romano, G., Crossa, J., Ammar,A., Pena, R.J. (2016). Response to drought and heat stress on wheat quality, with special emphasis on bread-making quality, in durum wheat. *Field Crops Research*, 186,157-165.
- Hager, A.S., Arendt , E.K. (2013). Influence of hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), xanthan gum and their combination on loaf specific volume, crumb hardness and crumb grain characteristics of gluten-free breads based on rice, maize, teff and buckwheat. *Food Hydrocolloids*, 32, 195-203.
- Hamaker, B.R. (2008). *Technology of Functional Cereal Products*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England, 538 p.
- He, H., Hoseney, R.C. (1990). Changes in Bread Firmness and Moisture during Long-Term Storage. *Cereal Chemistry*, 67, 603-605.
- Hekmat, S., Morgan, K., Soltani, M., Gough, R. (2015). Sensory evaluation of locally grown fruit purees and inulin fibre on probiotic yogurt in Mwanza, Tanzania and the microbial analysis of probiotic yogurt fortified with *Moringa oleifera*. *J Health Popul Nutr* 33, 60–67.

- Hemery, Y., Rouau, X., Lullien-Pellerin, V., Barron, C., Abecassis, J. (2007). Dry processes to develop wheat fractions and products with enhanced nutritional quality. *Journal of Cereal Science*, 46, 327-347.
- Herberth, S. (2013). Hefe und mehr: Lieblingsbrote selbstgebacken. BoD – Books on Demand, Norderstedt.
- Hesso, N., Loisel, C., Chevallier, S., Le-Bail, A. (2014). Impact of pregelatinized starches on the texture and staling of conventional and degassed pound cake. *Food Bioprocess Technology*, 7, 2923-2930.
- Hmid, I. (2013). Contribution à la valorisation alimentaire de la grenade marocaine (*punica granatum L.*) : caractérisation physicochimique, biochimique et stabilité de leur jus frais. Thèse de Doctorat en Alimentation et Nutrition, Université d'Angers, 177p.
- Hoefler, A.C. (2004). Hydrocolloids. In: Egan Press Handbook. St. Paul. Minnessota, Chapters 1-3, pp. 1-42.
- Horndok, R., Noomborn, A. (2007). Hydrothermal treatments of rice starch for improvement of rice noodle quality. *LWT - Food Science and Technology*, 40, 1723-1731.
- Horstmann, S.W., Belz, M.C. E., Heitmann, M., Zannini, E., Arendt, E.K. (2016). Fundamental Study on the Impact of Gluten-Free Starches on the Quality of Gluten-Free Model Breads. *Foods*, 5, (2), 30.
- Lai, H.M. (2001). Effects of hydrothermal treatment on the physicochemical properties of pregelatinized rice flour. *Food Chemistry*, 72, 455-463.
- Huebner, F. R., Bietz, J.A., Webb, B.D. Juliano, B.O. (1990). Rice cultivar identification by high-performance liquid chromatography of endosperm proteins. *Cereal Chemistry*, 67, 129-135.
- Huettner, E.K., Arendt, E.K. (2010). Recent advances in gluten-free baking and the status of oats. *Trends in Food and Technology*, 21, 303-312.
- Hussain, R., Vatankhah, H., Singh, A., Ramaswamy, H.S. (2016). Effect of high-pressure treatment on the structural and rheological properties of resistant corn starch/locust bean gum mixtures. *Carbohydrate Polymers*, 150, 299-307.
- ICC. (1996). Standard methods of the International Association for Cereal Science and Technology. Austria, Vienna.
- Ingrao, C., Licciardello, F., Pecorino, B., Muratore, G., Zerbo, A., Messineo, A. (2018). Energy and environmental assessment of a traditional durum wheat bread. *Journal of Cleaner Production*, 171, 1494-1509.

- Jacobs, H., Delcour, J.A. (1998). Hydrothermal modifications of granular starch, with retention of the granular structure: a review. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 2895-2905.
- Jane, J., Chen, Y.Y., Lee, L.F., McPherson, A.E., Wong, K.S., Radosavljevic, M., Kasemsuwan, T. (1999). Effects of amylopectin branch chain length and amylose content on the gelatinization and pasting properties of starch. *Cereal Chemistry*, 76, 629-637.
- Jenkins, D.J., Wolever, T.M., Taylor, R.H., Barker, H., Fielden, H., Baldwin, J.M., Bowling, A.C., Newman, H.C., Jenkins, A.L., Goff, D.V. (1981). Glycemic index of foods: A physiological basis for carbohydrate exchange. *American Journal of Clinical Nutrition*, 34, 362-366.
- Jha, P.K., Chevallier, S., Cheio, J., Rawson, A., Le-Bail, A. (2017). Impact of resting time between mixing and shaping on the dough porosity and final cell distribution in sandwich bread. *Journal of Food Engineering*, 194, 15-23.
- Jnawali, P., kumar, V., Tanwar, B. (2016). Celiac Disease: Overview and considerations for development of gluten-free foods. *Food Science and Humain Wellness*, 5, 169-176.
- Jones, B., Nachtsheim, C.J. (2011). A Class of Three-Level Designs for Definitive Screening in the Presence of Second-Order Effects. *Journal of Quality Technology*, 43, 1-15.
- JORA. (1991). Journal Officiel de la République Algérienne. Collections Statistiques N° 692.
- Juan, C., Lino, C.M., Pena, A., Molto, J.C., Manes, J., Silveira, I. (2007). Determination of ochratoxin A in maize bread samples by LC with fluorescence detection. *Talanta*, 73, 246-250.
- Juliano, B.O. (1993). Nutritional value of rice and rice diets. In: Rice in Human Nutrition. IIRRI and FAO, Rome, Italy, pp. 61-84.
- Jurenka, J. (2008). Therapeutic Applications of Pomegranate (*Punica granatum* L.): A Review. *Alternative Medicine Review*, 13, 128-144.
- Kamman, P.W. (1970). Factors affecting the grain and texture of white bread. *The Bakers Digest*, 44, 34-38.
- Karim, O., Kayode, R., Oyeyinka, S., Oyeyinka, A. (2015). Physicochemical properties of stiff dough 'amala' prepared from plantain (*Musa Paradisca*) four and Moringa (*Moringa oleifera*) leaf powder. *Food in Health and Disease*, 4, 48-58.
- Karizaki, V.M. (2017). Ethnic and traditional Iranian breads: different types, and historical and cultural aspects. *Journal of Ethnic Foods*, 4, 8-14.

- Kaysi, Y. (1991). Méthode d'évaluation de deux traitements de mise en forme des aliments des animaux : cuisson-extrusion et agglomération. Application à la graine de féverole décortiquée. Thèse de Doctorat, Université de Nantes, 160p.
- Kaysi, Y., Melcion, J. P. (1992). Traitements technologiques des protéagineux pour le monogastrique : exemples d'application à la graine de féverole, INRA Productions animales, 5, 3-17.
- Kenny, S., Wehrle, K., Stanton, C., Arendt, E.K. (2000). Incorporation of dairy ingredients into wheat bread: effects on dough rheology and bread quality. *European Food Research and Technology*, 210, 391-396.
- Kezih, R., Bekhouche, F., Merazka, A. (2014). Some traditional Algerian products from durum wheat. *African Journal of Food Science*, 8, 30-34.
- Kim, M., Yun, Y., et Jeong, Y. (2015). Effects of Corn, Potato, and Tapioca Starches on the Quality of Gluten-free Rice Bread. *Food Science and Biotechnology*, 24, 913-919.
- Kiskini, A., Kapsokefalou, M., Yanniotis, S., Mandala, I. (2012). Effect of iron fortification on physical and sensory quality of gluten-free bread. *Food Bioprocess and Technology*, 5, 385-390.
- Klug Tavares, A. C., Zanatta, E., Zavareze, E. R., Helbig, E., Guerra Dias, A. R. (2010). The effects of acid and oxidative modification on the expansion properties of rice flours with varying levels of amylose. *LWT-Food Science and Technology*, 43, 1213-1219.
- Kneipp, J. (2008). Durum wheat production. State of New South Wales through NSW Department of Primary Industries. 16p.
- Kohajdová, Z., Karovičová, J. (2009). Applications of hydrocolloids as bakery improvers. *Chemical Papers*, 63, 26-38.
- Kohajdová, Z., Karovičová, J., Schmidt, Š. (2009). Significance of emulsifiers and hydrocolloids in bakery industry. *Acta Chimica Slovenica*, 2, 46-61.
- Koksel, F., Scanlon, M.G. (2016). Chapter 5: Kinetics of Bubble Growth in Bread Dough and Crust Formation, pp. 129-167. In N. Sozer (ed.), *Imaging Technologies and Data Processing for Food Engineers*, Food Engineering Series, Springer International Publishing Switzerland. ISBN 978-3-319-24735-9.
- Krupa, U., Rosell, C., Sadowska, J., Soral-Smietana, M. (2010). Bean starch as ingredient for gluten-free bread. *Journal of Food Process*, 34, 501-518.
- Krupa-Kozak, U., Drabinska, N. (2016). Calcium in Gluten-Free Life: Health-Related and Nutritional Implications. Review. *Foods*. 5(3), 51.

- Lai, C.S., Davis, A.B., Hosney, R.C. (1989). Production of Whole Wheat Bread with Good Loaf Volume. *Cereal Chemistry*, 66, 224-227.
- Lai, H.M. (2001). Effects of hydrothermal treatment on the physicochemical properties of pre-gelatinized rice flour. *Food Chemistry*, 72, 455-463.
- Lamacchia, C., Camarca, A., Picascia, S., Di Luccia, A., Gianfrani, C. (2014). Cereal-based gluten free food: how to reconcile nutritional and technological properties of wheat proteins with safety for celiac disease patients. *Nutrients*, 6, 575-590.
- Lampignano, V., Laverse, J., Mastromatteo, M., Del Nobile, M.A. (2013). Microstructure, textural and sensorial properties of durum wheat bread as affected by yeast content. *Food Research International*, 50, 369-376.
- Langraf, F. (2002). Produits et procédés de panification, F 6 180, Techniques de l'ingénieur, traité Agroalimentaire, 12p.
- Larrosa, V.J., Lorenzo, G., Zaritzky, N.E., Califano, A.N. (2012). Effect of the addition of proteins and hydrocolloids on the water mobility in gluten-free pasta formulations. *Water*, 4,1-17.
- Lazaridou, A., Duta, D., Papageorgiou, M., Belc, N., Biliaderis, C.G., 2007. Effects of hydrocolloids on dough rheology and bread quality parameters in gluten-free formulations. *Journal of Food Engineering*, 79, 1033-1047.
- Le Blanc, A. (2008). Alimentation humaine. Condensé de cours. ENSMIC. 5p.
- Levavasseur, L. (2009). Suivi simultané de la consommation d'oxygène et de la consistance des pâtes de farine de blé à l'aide de farine d'un pétrin instrumenté(le sitoxygraphe): tentative d'explication biochimique et rhéologique. Application à l'ajout de laccases. Thèse de Doctorat, Université Paris VII et Paris XI, AgroParis Tech. 415p.
- Li, J.M., Nie, S.P. (2016). The functional and nutritional aspects of hydrocolloids in foods. *Food Hydrocolloids*, 53, 46-61.
- Licciardello, F., Giannone, V., Alessandro Del Nobile, M., Muratore, G., Summo, C., Giarnetti, M., Caponio, F., Michele Paradiso, V., Pasqualone, A. (2017). Shelf life assessment of industrial durum wheat bread as a function of packaging system. *Food Chemistry*, 224, 181-190.
- Lim, H.S., Park, S.H., Ghafoor, K., Hwang, S.Y., Park, J. (2011). Quality and antioxidant properties of bread containing turmeric (*Curcuma longa* L.) cultivated in South Korea. *Food Chemistry*, 124, 1577-1582.
- Linlaud, N., Puppo, M., Ferrero, C. (2009). Effect of hydrocolloids on water absorption of wheat flour and farinograph and textural characteristics of dough. *Cereal Chemistry*, 86, 376-382.

- Litwinek, D., Ziobro, R., Gambuś, H., Sikora, M. (2014). Gluten Free Bread in a Diet of Celiacs. *International Journal of Celiac Disease*, 2, 11-16.
- Liu, C.Y., Shepherd, K.W., Rathjen, A.J. (1996). Improvement of durum wheat pastamaking and breadmaking qualities. *Cereal Chemistry*, 73, 155-166.
- Liu, X., Mu, T., Sun, H., Zhang, M., Chen, J., Fauconnier, M.L. (2018). Influence of different hydrocolloids on dough thermo-mechanical properties and in vitro starch digestibility of gluten-free steamed bread based on potato flour. *Food Chemistry*, 239, 1064-1074.
- Liu, Z., Scanlon, M.G. (2003). Predicting mechanical properties of breadcrumb. *Food and Bioproducts Processing*, 81, 224-238.
- Macarulla, M.T., Medina, C., Diego, M. A. N. D., Chavarri, M., Zulet, M., Martínez J A., Portillo, M.P. (2001). Effects of the whole seed and a protein isolate of faba bean (*Vicia faba*) on the cholesterol metabolism of hypercholesterolaemic rats. *British Journal of Nutrition*, 85, 607-614.
- Magallanes-López, A.M., Ammar, K., Morales-Dorantes, A., Gonzalez Santoyo, H., Crossa, J., Guzmán, C. (2017). Grain quality traits of commercial durum wheat varieties and their relationships with drought stress and glutenins composition. *Journal of Cereal Science*, 75, 1-9.
- Maghaydah, S., Abdul-Hussain, S., Ajo, R., Tawalbeh, Y., Alsaydali, O. (2013). Utilization of Different Hydrocolloid Combinations in Gluten-Free Bread Making. *Food and Nutrition Sciences*, 4, 496-502.
- Maghirang, E.B., Lookhart, G.L., Bean, S.R., Pierce, R.O., Xie, F., Caley, M.S., Wilson, J.D., Seabourn, B.W., Ram, M.S., Park, S.H., Chung, O.K., Dowell, F.E. (2006). Comparison of Quality Characteristics and Breadmaking Functionality of Hard Red Winter and Hard Red Spring Wheat. *Cereal Chemistry*, 83, 520-528.
- Mahmoud, R.M., Yousif, E.I., Gadallah, M. G.E., Alawneh, A.R. (2013). Formulations and quality characterization of gluten-free Egyptian balady flat bread. *Annals of Agricultural Science*, 58, 19-25.
- Makharia, G.K., Verma, A.K., Amarchand, R., Bhatnagar, S., Das, P., Goswami, A., Bhatia, V., Ahuja, V., Datta Gupta, S., Anand, K. (2011). Prevalence of celiac disease in the northern part of India: A community based study. *Journal of Gastroenterol Hepatology*, 26, 894-900.
- Makita, C., Chimuka L., Cukrowska, E., Steenkamp P.A., Kandawa-Schutz, M., Ndhlala A.R., Madala, N.E. (2017). UPLC-qTOF-MS profiling of pharmacologically important



- chlorogenic acids and associated glycosides in *Moringa ovalifolia* leaf extracts. *South African Journal of Botany*, 108,193-199.
- Makita, C., Chimuka, L., Steenkamp, P., Cukrowska, E., Madala, E., (2016). Comparative analyses of flavonoid content in *Moringa oleifera* and *Moringa ovalifolia* with the aid of UHPLC-qTOF-MS fingerprinting. *South African Journal of Botany*, 105, 116-122.
- Malumba, P., Janas, S., Deroanne, C., Masimango, T., Béra, F. (2011). Structure de l'amidon de maïs et principaux phénomènes impliqués dans sa modification thermique. *Biotechnology Agronomy Society and Environment*, 15, 315-326.
- Mancebo, C. M., Miguel, M. A. S., Martinez, M. M., Gomez, M. (2015). Optimisation of rheological properties of gluten-free doughs with HPMC, psyllium and different levels of water. *Journal of Cereal Science*, 61, 8-15.
- Marco, C., Rosell, M.C. (2008). Breadmaking performance of protein enriched, gluten free breads. *European Food Research and Technology*; 227, 1205-1213.
- Marti, A, Caramanico, R., Bottega, G., Pagani, M.A. (2013).Cooking behavior of rice pasta: Effect of thermal treatments and extrusion conditions. *LWT - Food Science and Technology*, 54, 229-235.
- Martinez, M.M., Gómez, M. (2016). Rheological and microstructural evolution of the most common gluten-free flours and starches during bread fermentation and baking. *Journal of Food Engineering*, 197, 78-86.
- Mastromatteo, M., Guida, M., Danza, A., Laverse, J., Frisullo, P., Lampignano, V., Del Nobile, M.A. (2013). Rheological, microstructural and sensorial properties of durum wheat bread as affected by dough water content. *Food Research International*, 51, 458-466.
- Masure, H.G, Fierens, E, Delcour, J.A. (2016). Current and forward looking experimental approaches in gluten-free bread making research. *Journal of Cereal Science*, 67, 92-111.
- Matos, M.E, Rosell, C.M. (2012). Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten free breads. *European Food Research and Technology*, 235, 107-117.
- Matos, M.E., Rosell, C.M. (2011). Chemical composition and starch digestibility of different gluten free breads. *Plant Food for Human Nutrition*, 66, 224-230.
- Matos, M.E., Rosell, C.M. (2012). Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten free breads. *European Food Research and Technology*, 235, 107-117.

- Matos, M.E., Rosell, C.M. (2013). Quality Indicators of Rice-Based Gluten-Free Bread- Like Products: Relationships Between Dough Rheology and Quality Characteristics. *Food Bioprocess Technology*, 6, 2331-2341.
- Matos, M.E., Rosell, C.M. (2015). A review: understanding gluten free dough for reaching breads with physical quality and nutritional balance. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 95, 653-661.
- Mazouz, L. (2006). Etude de la contribution des paramètres phéno-morphologiques dans l'adaptation du blé dur (*Triticum durumdes f.*) dans l'étage bioclimatique semi-aride, Mémoire de Magister, Département d'Agronomie, Faculté des Sciences, Université El-Hadj Lakhdar Batna, Algérie, 66p.
- Meddour, A., Yahia, M., Benkiki, N., Ayachi, A. (2013). Étude de l'activité antioxydante et antibactérienne des extraits d'un ensemble des parties de la fleur du capparidées spinosa l. *Lebanese Science Journal*, 14 (1), 52.
- Mehder, A.O.A. (2013). Pomegranate Peels Effectiveness in improving the nutritional, physical and sensory characteristics of pan bread. *Current Science International*, 2, 8-14.
- Melini, F., Melini, V., Luziatelli, F., Ruzzi, M. (2017). Current and Forward-Looking Approaches to Technological and Nutritional Improvements of Gluten-Free Bread with Legume Flours: A Critical Review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 16, 1101-1122.
- Metzger, L.E. (2003). Bleached grain and grain products and methods of preparation. U.S.454 patent 0,082.280 A1.
- Micard, V., Brossard, C., Champ, M., Crenon, I., Jourdheuil-Rahmani, D., Minier, C., Petitot, M. (2010). Aliment mixte «blé dur-légumineuse» : influence de la structuration de leurs constituants sur leurs qualités nutritionnelles et organoleptiques. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 45, 237- 245.
- Mills, E.N.C., Burgess, S.R., Tatham, A.S., Shewry, P.R., Chan, H.W.S., Morgan, M.R.A. (1990). Characterization of a panel of monoclonal anti-gliadin antibodies. *Journal of Cereal Science*, 11, 89-101.
- Miñarro, B. (2013). Development of gluten-free bread formulations, Thèse de Doctorat, Université Autònoma de Barcelone, Spain, 164p.
- Mir, S.A., Naik, H. R., Shah, M. A., Mir, M.M., Wani, M. H., Bhat, M.A. (2014). Indian Flat Breads: A Review. *Food and Nutrition Sciences*, 5, 549-561.

- Mir, S.A., Shah, M.A., Naik, H.R., Zargar, I.A. (2016). Influence of hydrocolloids on dough handling and technological properties of gluten-free breads. *Trends in Food Science and Technology*, 51, 49-57.
- Mohammadi, M., Sadeghnia, N., Azizi, M. H., Neyestani, T. R., Mortazavian, A. M. (2014). Development of gluten-free flat bread using hydrocolloids: Xanthan and CMC. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20, 1812-1818.
- Mohammed Nour, A.A., Mohamed, A.R., Adiamo, O.Q., Babiker, E.E. (2016). Changes in protein nutritional quality as affected by processing of millet supplemented with Moringa seed flour Moringa. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, doi:10.1016/j.jssas.2016.05.006.
- Mohammed Nour, A.A., Mohamed, A.E., Ibrahim, M. (2016). Effect of Supplementation with Moringa Leaves Powder (MLP) and Fermentation on Chemical Composition, Total Minerals Contents and Sensory Characteristics of Sorghum Flour. *International Journal of Science and Research*, 5, 672-677.
- Molinier, A. (2007). Pathologie médicale et pratique infirmière (Vol. 2). France: Edit Wolters, 138 p.
- Mollakhalili Meybodi, N., Mohammadifar, M.A., Feizollahi, E. (2015). Gluten-Free Bread Quality: A Review of the Improving Factors. *Journal of Food Quality Hazards Control*, 2, 81-85.
- Montel, M.C., Bonnemaire, J., Beranger, C. (2005). Les fermentations au service des produits de terroir. INRA. 320p.
- Moore, M.M., Dal Bello, F., Arendt, E.K. (2008). Sourdough fermented by *Lactobacillus plantarum* improves the quality and shelf life of gluten-free bread. *European Food Research Technology*, 226, 1309-1316.
- Moreira, R., Chenlo, F., Torres, M. D. (2011a). Rheology of commercial chestnut flour doughs incorporated with gelling agents. *Food hydrocolloids*, 25, 1361-1371.
- Moreira, R., Chenlo, F., Torres, M. D. (2011b). Rheological properties of commercial chestnut flour dough with different gums. *International Journal of Food Science and Technology*, 46, 2085-2095.
- Moreira, R., Chenlo, F., Torres, M.D. (2013). Effect of chia (*Sativa hispanica* L.) and hydrocolloids on the rheology of gluten-free doughs based on chestnut flour. *LWT-Food Science and Technology*, 50, 160-166.

- Morreale, F., Garzón, R., Rosell, C.M. (2017). Understanding the role of hydrocolloids viscosity and hydration in developing gluten-free bread. A study with hydroxypropylmethylcellulose. *Food Hydrocolloids*, 77, 629-635.
- Morton, J. (1991). The horseradish tree, *Moringa pterigosperma* (Moringaceae) —A boon to Arid Lands?. *Economic Botany*, 45, 318-333.
- Moyo, B., Oyedemib, S., Masika, P.J., Muchenje, V. (2012). Polyphenolic content and antioxidant properties of *Moringa oleifera* leaf extracts and enzymatic activity of liver from goats supplemented with *Moringa oleifera* leaves/sunflower seed cake. *Meat Sciences*, 91,441-447.
- Naik, R.D., Douglas, M.D, Seidner, L., Dawn, M.D, Adams, M.D. (2017). Nutritional Consideration in Celiac Disease and Nonceliac Gluten Sensitivity. *Gastroenterology clinics of North America*, 47, 139-154.
- Naji- Tabasi, S., Mohebbi, M. (2015). Evaluation of cress seed gum and xanthan gum effect on macrostructure properties of gluten-free bread by image processing. *Journal of Food Measurement and Characterisation*, 9, 110-119.
- Naqash, F., Gani, A., Gani, A., Masoodi, F.A. (2017). Gluten-free baking: Combating the challenges - A review. *Trends in Food Science & Technology*, 66, 98-107.
- Ncube, E.N., Mhlongo, M.I., Piater, L.A., Steenkamp, P.A., Dubery, I.A., Madala, E.N. (2014). Analyses of chlorogenic acids and related cinnamic acid derivatives from *Nicotiana tabacum* tissues with the aid of UPLC-QTOF-MS/MS based on the in-source collision-induced dissociation method. *Chemistry Century Journal*, 8(1), 66.
- Ndangui, C.B. (2015). Production et caractérisation de farine de patate douce (*Ipomoeabatatas.Lam*) : optimisation de la technologie de panification, Thèse en cotutelle, Université de Lorraine et Université Marien Ngouabi, 134p.
- Nicolae, A., Radu, G. L., Belc, N. (2016). Effect of sodium carboxymethyl cellulose on gluten-free dough rheology. *Journal of Food Engineering*, 168, 16-19.
- Nouman, W., Anwar, F., Gull, T., Newton, A., Rosa, E., Domínguez Perles, R. (2016). Profiling of polyphenolics, nutrients and antioxidant potential of germplasm's leaves from seven cultivars of *Moringa oleifera* Lam. *Industrial Crops and Products*, 83, 166-176.
- Nozawa, M., Ito, S., Arai, E. (2016). Effect of ovalbumin on the quality of gluten-free rice flour bread made with soymilk. *LWT - Food Science and Technology*, 66, 598-605.
- Oko, A.O., Ubi, B.E., Efiue, A.A., Dambaba, N. (2012). Comparative analysis of the chemical nutrient composition of selected local and newly introduced rice varieties grown in Ebonyi State of Nigeria. *International Journal of Agricultural Forest*, 2, 16-23.

- Olaitan, N.I., Eke M.O., Uja, E.M. (2014). Quality Evaluation of Complementary Food Formulated From *Moringa oleifera* Leaf Powder and Pearl Millet (*Pennisetum Glaucum*) Flour. *The International Journal of Engineering and Science*, 3, 59-63.
- ONS. (2008). Office National des Statistiques (Algérie).
- Onyango, C., Mutungi, C., Unbehend, G., Lindhauer, M.G. (2011). Modification of gluten- free sorghum batter and bread using maize, potato, cassava or rice starch. *LWT- Food Science and Technology*, 44, 681-686.
- Orth, R.A., Shellenberger, J.A. (1988). Origin, production, and utilization of wheat. In: Pomeranz, Y. *Wheat Chemistry and Technology*, Third Edition, American Association of Cereal Chemists, St, Paul, MN.
- Osella, C., La Torre, M., Sánchez, H. (2014). Safe foods for celiac people. *Food and Nutrition Science*, 5,787-800.
- Oyaizu, M. (1986). Studies on products of browning reaction – Antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *Japanese Journal of Nutrition*, 44, 307-315.
- Oyeyinka, A.T., Oyeyinka, S.A. (2016). *Moringa oleifera* as a food fortificant: recent trends and prospects. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17, 127-136.
- Ozcan, S., Jackson, D.S. (2003). A response surface analysis of commercial corn starch annealing. *Cereal Chemistry*, 80, 241-243.
- Paciulli, M., Rinaldi, M., Cirlini, M., Scazzina, F., Chiavaro, E. (2016). Chestnut flour addition in commercial gluten-free bread: Ashelf-life study. *LWT-Food Science and Technology*, 70, 88-95.
- Pahwa, A., Kaur, A., Puri, R. (2016). Influence of hydrocolloids on the quality of Major Flat Breads: A Review. *Journal of Food Process*, Article ID 8750258, 9 pages.
- Pasqualone, A., Caponio, F., Summo, C., Paradiso, V.M., Bottega, G., Pagani, M.A. (2010). Gluten-free bread making trials from cassava (*Manihot esculenta* Crantz) flour and sensory evaluation of the final product. *International Journal of Food Properties*, 13, 562-573.
- Pasqualone, A., Laddomada, B., Centomani, I., Paradiso, V.M., Minervini, D., Caponio, F., Summo, C. (2017). Bread making aptitude of mixtures of re-milled semolina and selected durum wheat milling by-products. *LWT- Food Sciences and Technology*, 78, 151-159.
- Pasqualone, A., Summo, C., Bilancia, M.T., Caponio, F. (2007). Variations of the sensory profile of durum wheat Altamura PDO (Protected Designation of Origin) bread during staling. *Journal of Food Science*, 72, 191-196.

- Paul, P., Bhattacharyya, S. (2015). Antioxidant profile and sensory evaluation of cookies fortified with juice and peel powder of fresh Pomegranate (*Punica granatum*). *International Journal of Agricultural and Food Science*, 5, 85-91.
- Peighambaroust, S.H., Fallah, E., Hamer, R.J. (2010). Aeration of bread dough influenced by different way of processing. *Journal of Cereal Science*, 51, 89-95.
- Peressini, D., Pin, M., Sensidoni, A. (2011). Rheology and breadmaking performance of rice-buckwheat batters supplemented with hydrocolloids. *Food Hydrocolloids*, 25, 340-349.
- Phatcharee, K., Pitiporn, R., Manop, S. (2014). Optimization of hydroxypropylmethylcellulose, yeast b-glucan, and whey protein levels based on physical properties of gluten free ricebread using response surface methodology. *Food Science and Technology*, 57, 738-748.
- Pietrzak, W., Kawa-Rygielska, J., Król, B., Lennartsson, P.R., Taherzadeh, M.J. (2016). Ethanol, feed components and fungal biomass production from field bean (*Vicia faba var. equina*) seeds in an integrated process. *Bioresource Technology*, 216, 69-76.
- Pomeranz, Y., Shogren, M.D., Finney, K.F. and Bechtel, D.B. (1977). Fiber in Breadmaking Effects on Functional Properties. *Cereal Chemistry*, 54, 25-41.
- Pongjaruvat, W., Methacanon, P., Seetapan, N., Fuongfuchat, A., Gamonpilas, C. (2014). Influence of pregelatinised tapioca starch and transglutaminase on dough rheology and quality of gluten-free jasmine rice breads. *Food hydrocolloids*, 36, 143-150.
- Pourfarzad, A., Mohebbi, M., Mazaheri Tehrani, M. (2012). Interrelationship between image, dough and Barbari bread characteristics; use of image analysis to predict rheology, quality and shelf life. *International Journal of Food Science and Technology*, 47, 1354-1360.
- Price, M.L. (2007). Le Moringa. Note technique d'ECHO, 22p.
- Pyler, E.J. (1988). Baking Science and Technology. Ed 1. Sosland Publishing Company, pp. 183-581.
- Radunic, M., Špika, M.J., Ban, S.G., Gadze, J., Díaz-Pérez, J.C., MacLean, D. (2015). Physical and chemical properties of pomegranate fruit accessions from Croatia. *Food Chemistry*, 177, 53-60.
- Rahman, S., Bird, A., Regina, A., Li, Z., Ral, J.P., McMaugh, S., Topping, D., Morell, M. (2007). Resistant starch in cereals: exploiting genetic engineering and genetic variation. *Journal of Cereal Science*, 46, 251-260.

- Ramabulana, T., Mavunda, R.D., Steenkamp, P.A., Piater, L.A., Dubery, I.A., Madala, N.E. (2015). Secondary metabolite perturbations in *Phaseolus vulgaris* leaves due to gamma radiation. *Plant Physiology and Biochemistry*, 97, 287-295.
- Ranum, P., Pena-Rosas, J.P., Garcia-Casal, M.N. (2014). Global maize production, utilization, and consumption. *Annal Softhe New York Academy of Sciences*, pp. 105-112.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology Medical*, 6, 1231-1237.
- Receveur, O., Boulay, M., Kuhnlein H. V. (1997). Decreasing Traditional Food Use Affects Diet Quality for Adult Dene/Métis in 16 Communities of the Canadian Northwest Territories. *Journal of Nutrition*, 127, 2179-2186.
- Reguerre A.L., Chiron H., Shehzad A., Della Valle G. 2009. Suivi de fermentation de la pâte à pain par imagerie. Edit INRA, pp. 51-60.
- Renzetti, S., Arendt, E.K. (2009). Effect of protease treatment on the baking quality of brown rice bread: from textural and rheological properties to biochemistry and microstructure. *Journal of Cereal Science*, 50, 22-28.
- Revilla, P., Landa, A., Rodríguez, V.M., Romay, M.C., Ordás, A., Malvar R. A. (2008). Maize for bread under organic agriculture. *Spanish Journal of Agricultural Research*, 6, 241-247.
- Ribeiro, R.J.M.C., Melo, P.I.M. (1990). Composition and nutritive value of chickpea. In: Saxena, M.C., Cubero, J.I., Wery J. Present status and future prospects of chickpea crop production and improvement in the Mediterranean countries. Zaragoza : CIHEAM, pp. 107-111.
- Ribereau-Gayon, J., Ribereau-Gayon, P., Peynaud, E., Sudraud, P. (1972). *Traité d'Enologie - Sciences et techniques du Vin, Tome 1 : Analyse et contrôle des Vins*, Dunod, Paris, 671 p.
- Romano, A., Cavella, S., Toraldo, G., Masi, P. (2013). 2D structural imaging study of bubble evolution during leavening. *Food Research International*, 50, 324-329.
- Romelle, F.D., Rani P. A., & Manohar, R.S. (2016). Chemical composition of some selected fruit peels. *European Journal of Food Science and Technology*, 4, 12-21.
- Ronda, F. Pérez-Quirce, S., Villanueva, M. (2017). Chapter 12 - Rheological Properties of Gluten-Free Bread Doughs: Relationship with Bread Quality. In Jasim Ahmed, J., Ptaszek, P., Basu, S. *Advances in Food Rheology and its Applications*. A volume in

- Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Elsevier, pp. 297-334
- Rosell, C.M., Collar, C., Haros, M. (2007). Assessment of hydrocolloid effects on the thermo-mechanical properties of wheat using the Mixolab. *Food Hydrocolloids*, 21, 452- 462.
- Rosell, C.M., Rojas, J.A., De Barber, C. B. (2001). Influence of hydrocolloids on dough rheology and bread quality. *Food Hydrocolloids*, 15, 75-81.
- Rosell, C.M., Santos, E., Sanz-Penella, J.M., Haros, M. (2009). Wholemeal wheat bread: A comparison of different breadmaking processes and fungal phytase addition. *Journal of Cereal Science*, 50, 272-277.
- Rosell, M.C., Marco, C. (2008). Rice. In *Gluten Free Cereal Products and Beverages*. Edited by: Arendt, E.K., Dal Bello, F. Elsevier Academic Press, pp. 81-100.
- Roussel, P., Chiron, H. (2005). *Les pains français : évolution, qualité, production*. Maé-Erti. France, 433p.
- Rowayshed, G., Salama, A., Abul-Fadl, M., Akila-Hamza, S., Emad, A.M. (2013). Nutritional and Chemical Evaluation for Pomegranate (*Punica granatum L.*) Fruit Peel and Seeds Powders by Products. *Middle East Journal of Applied Sciences*, 3, 169-179.
- Różyło, R. (2014). Effect of process modifications in two cycles of dough mixing on physical properties of wheat bread baked from weak flour. *Food Bioprocess Technology*, 7, 774-783.
- Różyło, R., Dziki, D., Gawlik-Dziki, U., Cacak-Pietrzak, G., Miś, A., Rudy, S. (2015b). Physical properties of gluten-free bread caused by water addition. *International Agro physics*, 29, 353-364.
- Różyło, R., Dziki, D., Laskowski, J., Skonecki, S., Łysiak, G., Kulig, R., Różyło, K. (2014). Texture and sensory evaluation of composite wheat-oat bread prepared with novel two-phase method using oat yeast fermented leaven. *Journal of Texture Studies*, 45, 235-245.
- Różyło, R., Laskowski, J. (2011). Predicting Bread Quality (Bread Loaf Volume and Crumb Texture). *Polish Journal of Food Nutrition Sciences*, 61, 61-67.
- Różyło, R., Rudy, S., Krzykowski, A., Dziki, D. (2015a). Novel application of freeze-dried amaranth sourdough in gluten-free bread production. *Journal of Food Process Engineering*, 38, 135-143.
- Sabanis, D., Tzia, C., Papadakis, S. (2008). Effect of different raisin juice preparations on selected properties of gluten-free bread. *Food Bioprocess Technology*, 1, 374-383.
- Sabanis, D., Lebesi, D., Tzia, C., (2009). Effect of dietary fibre enrichment on selected properties of gluten-free bread. *LWT-Food Science and Technology*. 42, 1380-1389.



- Sablani, S.S., Marcotte, M., Baik, O.D., Castaigne, F. (1998). Modeling of simultaneous heat and water transport in the baking process. *LWT- Food Science and Technology*, 31, 201-209.
- Sacithraa, R., MadhanMohan, M., Vijayachitra, S. (2013). Quantitative Analysis of Tapioca Starch using FT-IR Spectroscopy and Partial Least Squares. *International Journal of Computer Applications*, pp. 29-33.
- Saini, R.K., Shetty, N.P., Giridhar, P. (2014). Carotenoid content in vegetative and reproductive parts of commercially grown *Moringa oleifera* Lam. Cultivars from India by LC–APCI–MS. *European Food Research and Technology*, 238,971-978.
- Saint Sauveur, A., Broin, M. (2006). L'utilisation des feuilles de *Moringa oleifera* contre les carences alimentaires : un potentiel encore peu valorisé. Moringa et autres végétaux à fort potentiel nutritionnel. Stratégies, normes et marchés pour un meilleur impact sur la nutrition en Afrique, Accra, 16-18 Novembre 2006.
- Salt, L.J., Wilde, P.J., Georget, D., Wellner, N., Skeggs, P.K., Mills, E.N.C. (2006). Composition and surface properties of dough liquor. *Journal of Cereal Science*, 43, 284-292.
- Sandhu, K.S., Singh, N., Kaur, M. (2004). Characteristics of the different corn types and their grain fractions: physicochemical, thermal, morphological, and rheological properties of starches. *Journal of Food Engineering*, 64, 119-127.
- Sandhya Rani, M. R., Bhattacharya, K. R. (1995). Microscopy of rice starch granules during cooking. *Starch-Stärke*, 46,334-337.
- Sanina, T., Ponomareva, E., Zubchenko, A. (1996). Technological methods of reducing the autolytic activity of Podol, 'Skaya' flour. *Khleboproduckty*, 3, 9-18.
- Sanz, T., Tárrega, A., Salvador, A. (2016). Effect of thermally inhibited starches on the freezing and thermal stability of white sauces: Rheological and sensory properties. *LWT- Food Science Technology*, 67, 82-88.
- Sapirstein, H.D., David, P., Preston, K.R., Dexter, J.E. (2007). Durum wheat bread making quality: Effects of gluten strength, protein composition, semolina particle size and fermentation time. *Journal of Cereal Science*, 45, 150-161.
- Saturni, L., Ferretti, G., Bacchetti, T. (2010). The gluten-free diet: safety and nutritional quality. *Journal nutrients*, 2, 16-34.
- Saulnier L. (2012). Les grains de céréales : diversité et compositions nutritionnelles, *Cahiers de nutrition et de diététique*, 47, 4-15.
- Sauvant, D., Perez, J.M, Tran, G. (2002). Table de composition et de valeur nutritive des matières premières des animaux d'élevage. INRA Edition, 301p.

- Sayed-Ahmed, E.F. (2014). Evaluation of pomegranate peel fortified pan bread on body weight loss. *International Journal of Nutrition and Food Sciences*, 3, 411-420.
- Scanlon, M.G., Zghal, M.C. (2001). Bread properties and crumb structure. *Food Research International*, 34, 841-864.
- Scheuer, P.M., Ferreira, J.A.S., Mattidni, B., Miranda, M.Z., Francisca, A. (2015). Optimization of image analysis techniques for quality assessment of whole-wheat breads made with fat replacer. *Food Science Technology, Campinas*, 35, 133-142.
- Schoenlechner, R., Mandala, I., Kiskini, A., Kostaropoulos, A., Berghofer, E. (2010). Effect of water, albumen and fat on the quality of gluten-free bread containing amaranth. *International Journal of Food Science and Technology*, 45, 661-669.
- Sciarini, L. S., Ribotta, P. D., Leon, A. E., Perez, G. T. (2010). Effect of hydrocolloids on gluten-free batter properties and bread quality. *International Journal of Food Science and Technology*, 45, 2306-2313.
- Sciarini, L.S. Ribotta P.D, León A.E., Pérez G.T. (2012). Incorporation of several additives into gluten free breads: Effect on dough properties and bread quality. *Journal of Food Engineering*, 111, 590–597.
- Sciarini, L.S., Ribotta, P.D., Leon, A.E., Pérez, G.T. (2010). Influence of gluten free flours and their mixtures on batter properties and bread quality. *Food and Bioprocess Technology*, 3, 577-585.
- Seetharaman, K., Tziotis, A., Borrás, F., White, P.J., Ferrer, M., Robutti, J. (2001). Thermal and functional characterization of starch from Argentinean corn. *Cereal Chemistry*, 78, 379-386.
- Seleem, H.A., Omran, A.A. (2014). Evaluation Quality of One Layer Flat Bread Supplemented with Beans and Sorghum Baked on Hot Metal Surface. *Food and Nutrition Sciences*, 5, 2246-2256.
- Sengev, A.I., Abu, J.O., Gernah, D.I. (2013). Effect of *Moringa oleifera* Leaf Powder Supplementation on Some Quality Characteristics of Wheat Bread. *Food and Nutrition Sciences*, 4, 270-275.
- Serna-Saldivar, S.O. (2004). Foods from Maize. In Maize. Ed. LEE E.A. In Encyclopedia of grain science. Editors: Wrigley, C., Corke, H., Walker, E.C. Edition: Elsevier, pp. 242-253.
- Shehzad, A. (2010). Rôle du pétrissage de farine de blé sur les propriétés rhéologiques de la pâte et la texture du pain, Thèse de Doctorat, Université De Nantes UFR Sciences et Techniques, 204p.

- Shewry, P.R., Zhao, F.J., Gowa, G.B., Hawkins, N.D., Ward, J.L., Beale, M.H., Halford, N.G., Parry, M.A.J., Abécassis, J. (2009). Sulphur nutrition differentially affects the distribution of asparagine in wheat grain. *Journal of Cereal Science*, 50, 407-409.
- Shiban, M.S., Al-Otaibi, M.M., Al-zoreky, N.S. (2012). Antioxidant Activity of Pomegranate (*Punica granatum* L.) Fruit Peels. *Food and Nutrition Sciences*, 3, 991-996.
- Shibata, M., Sugiyama, J., Tsai, C. L., Tsuta, M., Fujita, K., Kokama, M., Araki, T. (2011). Evaluation of viscoelastic properties and air-bubble structure of bread containing gelatinized rice. *Procedia Food Science*, 1, 563-567.
- Shin, M., Gang, D., Song, J. (2010). Effects of protein and transglutaminase on the preparation of gluten-free rice bread. *Food Science and Biotechnology*, 19, 951-956.
- Shinoj, S., Viswanathan, R., Sajeev, M.S., Moorthy, S.N. (2006). Gelatinization and rheological characteristics of minor millet flours. *Bio system Engineering*, 95, 51-59.
- Shomba Kinyamba, S. (2006). *Méthodologie de la recherche scientifique*, éd. MES, Kinshasa RDC.
- Siddhuraju, P., Becker, K. (2007). The antioxidant and free radical scavenging activities of processed cowpea (*Vigna unguiculata* (L.) Walp) seed extracts. *Food Chemistry*, 101, 10-19.
- Šimurina, O.D., Ikonić, B.B., Jevtić-Mučibabić, R.C., Belović, M.M., Koprivica, G.B., Mišljenović, N.M. (2012). Application of response surface methodology in the development of specialty bread with sugar beet molasses, flax seed and vital wheat gluten. *Food and Feed Research*, 39, 11-21.
- Singh, A., Gevekea, D.J., Yadav, M.P. (2016). Improvement of rheological, thermal and functional properties of tapioca starch by using gum Arabic. *LWT - Food Science and Technology*, 80, 155-162.
- Singh, N., Singh, J., Kaur, L., Sodhi, N. S., Gill, B. S. (2003). Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. *Food Chemistry*, 81, 219-231.
- Singleton, V.L., Rossi, J.A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phodphotungstics acid reagents. *American Journal of Enology Viticulture*, 16, 144-158.
- Sissons, M. (2008). Role of durum wheat composition on the quality of pasta and bread. *Food*, 2, 75-90.
- Sivam, A.S., Sun-Waterhouse, D., SiewYoung Quek, S.Y., Perera, C.O. (2010). Properties of Bread Dough with Added Fiber Polysaccharides and Phenolic Antioxidants: A Review. *Journal of Food Science*, 75, 163-174.

- Sivaramakrishnan, H.P., Senge, B., Chattopadhyay, P.K. (2004). Rheological properties of rice dough for making rice bread. *Journal of Food Engineering*, 62, 37-45.
- Slavin, J., Jacobs, D., Mrquart, L. (2001). Grain Processing and Nutrition. *Critical Reviews in Biotechnology*, 21, 49-66.
- Sobrini, F.J., Santidrian, S., Larralde, J. (1982). Nutritive value and effect of tannin content of *Vicia faba equina* and minor seeds on the rate of growth in growing rats, *Fabis*, 5, 32–35.
- Sowndhararajan, K., Kang, S.C. (2013). Free radical scavenging activity from different extracts of leaves of *Bauhinia vahlii* Wight and Arn. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 20, 319-325.
- Stampfli, L., Nersten, B. (1995). Emulsifiers in bread making. *Food Chemistry*, 52, 353-360.
- Storck, R., Da Rosa Zavareze, E., Gularte, M.A., Elias, M.C., Rosell, C.M., Guerra Dias, A.R. (2013). Protein enrichment and its effects on gluten free bread characteristics. *LWT -Food Science and Technology*. 53, 346-354.
- Su, X.Y., Wang, Z.Y., Liu, J. R. (2009). In vitro and in vivo antioxidant activity of *Pinus koraiensis* seed extract containing phenolic compound. *Food Chemistry*, 117, 681-686.
- Suleiman, A.M.E., Babiker, W.A.M., Elhardallou, S.B., Elkhalfifa, E.A., Veetil, V.N. (2016). Influence of Enrichment of Wheat Bread with Pomegranate (*Punica granatum L*) Peels by-Products. *International Journal of Food Science and Nutrition Engineering*, 6, 9-13.
- Summaya, Masih, D., Sonkar, C. (2016). Effect of *Moringa oleifera* Leaf Powder Supplementation on Quality Characteristics of Wheat- Oat Composite Bread. *International Journal of Science, Engineering and Technology*, 4, 2348-4098.
- Summu, G., Koksel, S., Basman, A., Meda, V. (2010). The effects of xanthan and guar gums on staling of gluten-free rice cakes baked in different ovens. *International Journal of Food Science and Technology*, 45, 87-93.
- Švec, I., Hrušková, M. (2013). Crumb evaluation of bread with hemp products addition by means of image analysis. *Acta Universitatis Agriculturae et Silviculturae Mendelianae Brunensis*, 6, 1867-1872.
- Svec I., Hruskova M. (2004). Image Data of Crumb Structure of Bread from Flour of Czech Spring Wheat Cultivars. *Czech Journal of Food Science*, 22, 133-142.
- Swieca, M., Reguła, J., Suliburska, J., Złotek, U., Gawlik-Dziki, U. (2015). Effects of gluten-free breads, with varying functional supplements, on the biochemical parameters and antioxidant status of rat serum, *Food Chemistry*, 182, 268-274.

- Tester, R.F., Debon, S.J.J., Karkalas, J. (1998). Annealing of wheat starch. *Journal of Cereal Science*, 28, 259-272.
- Teye, G.A., Bafoe, F., Teye, M. (2013). Effects of Moringa (*Moringa oleifera*) leaf powder and dawadawa (*Parkia biglobosa*), on sensory characteristics and nutritional quality of frankfurtertype sausages—a preliminary study. *Global Advances Research Journal of Agricultural Sciences*, 2, 29-33.
- Torbica, A., Hadnayeva, M., Hadnayev, T.D. (2011). Possibility of using durum wheat flour as an improvement agent in bread making process. *Procedia Food Science*, 1, 1628-1632.
- Torres, M.D., Moreira, R., Chenlo, F., Morel, M.H. (2013). Effect of water and guar gum content on thermal properties of chestnut flour and its starch. *Food Hydrocolloids*, 33,192-198
- Toufeili, I., Dagher, S., Shadarevian, S., May Sarakbi, A.N., Farran, M.T. (1994). Formulation of Gluten-Free Pocket-Type Flat Breads: Optimization of Methylcellulose, Gum Arabic, and Egg Albumen Levels by Response Surface Methodology. *Cereal Chemistry*, 71, 594-601.
- Toyosaki, T., Kasai, M., Konishi, Y., Sakane, Y. (2015). Microstructure formation and rheological properties of bread containing medium-chain triacylglycerols (MCT) and its comparison with long-chain triacylglycerols (LCT) and butter containing bread. *African Journal of Food Science*, 9, 342-346.
- Trinh, L. (2013). Gas cells in bread dough. A thesis for the degree of Doctor. School of Chemical Engineering and Analytical Science. University of Manchester.
- Tsai, C.L., Sugiyama, J., Shibata, M., Kokawa, M., Fujita, K., Tsuta, M., Nabetani, H., Araki, T. (2012). Change in the texture and viscoelastic properties of bread containing rice porridge during storage. *Bioscience Biotechnology Biochemistry*, 76, 331-335.
- Tsatsaragkou, K., Gounaropoulos, G., Mandala, I. (2014). Development of gluten free bread containing carob flour and resistant starch. *LWT- Food Science and Technology*, 58, 124-129.
- Tunç, M.T., Kahyaoglu, T. (2016). Improving Rheological and Baking Properties of Gluten-Free Breads Using Defatted Hazelnut Flour with Various Gums. *International Journal of Food Engineering*, 12, 343-353.
- Turabi, E., Summu, G., Sahin, S. (2010). Quantitative analysis of macro and microstructure of gluten-free rice cakes containing types of gums baked in different ovens. *Food Hydrocolloids*, 24,755-762.

- Tzia, C., Giannou, V., Lignou, S., Lebesi, D. (2015). Sensory Evaluation of Foods. In: Varzakas, T., Tzia, C. (Eds.), Handbook of Food Processing: Food Safety, Quality, and Manufacturing Processes.. CRC Press, pp. 42-71.
- Vahedi, K., Bouhnik, Y. Matuchansky, C. (2001). Maladie cœliaque de l'adulte. *Gastroenterol Clinical Biology*, 25,485-494.
- Vaijapurkar, K. R., Rudrawar, B. D., Dambalkar, V. S., & Poojari, V. R. (2015). Development And Standardization of Bajara Biscuits (*Pennisetum glaccum*) with Added Pomegranate Peel Powder and their Physical and Sensory Attributes. *International Journal of Science and Research*, 4, 952-956.
- Vázquez-León, L.A., Páramo-Calderón, D.E., Robles-Olvera, V.J. Valdés-Rodríguez, O. A., Pérez-Vázquez, A., García-Alvarado, M. A., Rodríguez-Jimenes G. C. (2017). Variation in bioactive compounds and antiradical activity of *Moringa oleifera* leaves: influence of climatic factors, treeage, and soil parameters. *European Food Research and Technology*, 243, 1593–1608.
- Verdú, S., Vázquez, F., Grau, R., Ivorra, E., Sánchez, A.J., Barat, J.M. (2016). Detection of adulterations with different grains in wheat products based on the hyperspectral image technique: The specific cases of flour and bread. *Food Control*, 62, 373-380.
- Verheyen, C. (2016). Structural investigations of yeasted wheat dough—the impact of CO<sub>2</sub> and glutathione. Dissertation Technische Universität München. 82p.
- Verheyen, C., Albrecht, A., Elgeti, D., Jekle, M., Becker, T. (2015). Impact of gas formation kinetics on dough development and bread quality. *Food Research International*, 76, 860-866.
- Verma, D.K., Srivastav, P.P. (2017). Proximate Composition, Mineral Content and Fatty Acids Analyses of Aromatic and Non-Aromatic Indian Rice. *Rice Science*, 24, 21-31.
- Vici, G., Belli, L., Biondi, M., Polzonetti, V. (2016). Gluten free diet and nutrient deficiencies: A review. *Clinical Nutrition*, 35, 1236-1241.
- Vongsak, B., Sithisarn, P., Mangmool, S., Thongpraditchote, S., Wongkrajang, Y., Gritsanapan, W. (2013). Maximizing total phenolics, total favonoids contents and antioxidant activity of *Moringa Oleifera* leaf extract by the appropriate extraction method. *Industrial Crops Products*, 44,566-571.
- Wade, P. (1988). Biscuit baking. In Wade, P. Biscuits Cookies and Crackers: volume 1: The principles of the craft. New York : Elsevier Applied Science, pp. 51-81.

- Wald, E. (2009). Le grenadier (*Punica granatum*) : Plante historique et évolutions thérapeutiques récentes. Thèse de Doctorat en Pharmacie. Université Henri Poincaré - Nancy 1.France. 149p.
- Wang, H., Gao, X.D., Zhou, G.C, Cai, L., Yao, W.B. (2008). In vitro and in vivo antioxidant activity of aqueous extract from *Choerospondias axillaris* fruit. *Food Chemistry*, 106, 888-895.
- Wang, Y., Gao, Y., Ding, H., Liu, S., Han, X., Gui, J., Liu, D. (2017). Subcritical ethanol extraction of flavonoids from *Moringa oleifera* leaf and evaluation of antioxidant activity. *Food Chemistry*, 218,152–158.
- Wang, K., Lu, F., Li, Z., Zhad, L., Han, C. (2017). Recent developments in gluten-free bread baking approaches: a review. *Food Science and Technology, Campinas*, 37, 1-9.
- Wasaya, A., Tahir, M., Ali, H., Hussain, M., Yasir, T.A. Sher,A., Ijaz, M., Sattar A. (2017). Influence of varying tillage systems and nitrogen application on crop allometry, chlorophyll contents, biomass production and net returns of maize (*Zea mays L.*). *Soil & Tillage Research*, 170, 18-26.
- Weichselbaum, E., Benelam, B., Costa, H.S. (2009). Synthesis report No 6: Traditional Foods in Europe. EuroFIR Project Management Office/British Nutrition Foundation, Norwich, Norfolk, NR4 7UA, UK. 75p.
- Wetzstein, H.Y., Zhang, Z., Ravid, N., Wetzstein, M.E. (2011). Characterization of Attributes Related to Fruit Size in Pomegranate. *Hort Science*, 46, 908-912.
- Witczak, M., Ziobro, R., Juszcak, L., Korus, J. (2015). Starch and starch derivatives in gluten-free systems – a review. *Journal of Cereal Science*, 67, 46-57.
- Wrigley, C.W., Bietz, J.A. (1988). Proteins and amino acids. In: Pomeranz, Y. Wheat Chemistry and Technology. American Association of Cereal Chemists, pp. 165-193.
- Wronkowska, M., Haros, M., Soral-Śmietana, M. (2013). Effect of starch substitution by buckwheat flour on gluten-free bread quality. *Food Bioprocess Technology*, 6, 1820-1827.
- Yi J., Johnson J.W., Kerr W.L. (2009). Properties of bread made from frozen dough containing waxy wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 50, 364-369.
- Yoenyongbuddhagal, S., Noomhorm, A. (2002). Effect of physicochemical properties of high-amylose Thai rice flours on vermicelli quality. *Cereal Chemistry*, 79, 481-485.
- Yvonne, C. (2007). 65°C Bread doctor. Orange culture Ltd.
- Zayas, I.Y. (1993). Digital image texture analysis for bread crumb grain evaluation. *Cereal Foods World*, 38, 760-766.

- Zhang, Y., Bin Yang, B., Liu, X., Wang, C. (2017). Estimation of rice grain yield from dual-polarization Radarsat-2 SAR data by integrating a rice canopy scattering model and a genetic algorithm. *International Journal of Applied Earth Observation and Geoinformation*, 57, 75-85.
- Zhu, F. (2015). Composition structure, physicochemical properties, and modifications of cassava starch. *Carbohydrate Polymers*, 122, 456-480.
- Zobel, H.F., Young, S.N., Rocca, L.A. (1988). Starch Gelatinization: an X-ray diffraction study. *Cereal Chemistry*, 65, 443-446.



# *Annexes*

## Annexe 01.

Population résidente des ménages ordinaires et collectifs (MOC) selon la commune de résidence et le sexe et le taux d'accroissement annuel moyen (1998-2008).

Communes	الذكور	الإناث	المجموع	معدل النمو	البلدية
	Masculin	Féminin	Total	Taux d'accroissement	
Constantine	222753	225621	448374	-0,7	قسنطينة
Hamma Bouziane	40791	39161	79952	3,3	حامة بوزيان
Ibn Badis	9577	9158	18735	3,1	الهرية
Zighout Youcef	17885	17363	35248	1,3	زيغود يوسف
Didouche Mourad	22828	22123	44951	3,1	ديدوش مراد
El Khroub	89596	89437	179033	7,3	الخروب
Ain Abid	15983	15760	31743	2,1	عين عبيد
Beni Hamiden	4766	4631	9397	1,4	بنى حميدان
Ouled Rahmoune	13327	12805	26132	2,5	أوالد رحمون
Ain Smara	18616	18383	36998	4,3	عين سمارة
Messaoud Boujeriou	4702	4348	9050	1,3	مسعود بوجريو
Ibn Ziad	9438	9423	18861	2,0	ابن زياد
<b>Total</b>	<b>470 262</b>	<b>468 213</b>	<b>938 475</b>	<b>1,5</b>	<b>المجموع</b>

## Annexe 02.

Fiche de sondage (questionnaire) sur le diagramme de fabrication du pain traditionnel « *khobz eddar* ».

### I. Identification

Numéro : \_\_\_\_\_ Age : \_\_\_\_\_

Secteur : \_\_\_\_\_

### II. Fabrication

1. Connaissez-vous « *khobz eddar* » : Oui  Non
2. Les différentes appellations que vous connaissez : \_\_\_\_\_
3. Comment procurez-vous « *khobz eddar* » ? : Achat  Fabrication à la maison
4. Ingrédients utilisés en fabrication : Semoule  Farine  Levure

Huile  Sel  Eau  Autres : \_\_\_\_\_

5. Utilisation des œufs : Comme ingrédient  Pour enduisage
- Type de semoule choisi : Supérieur  Normale  Peu importe

Pourquoi ? : \_\_\_\_\_

6. Proportions d'ingrédients pour 1 pain : Semoule..... Farine.....  
Levure..... Huile..... Sel..... Eau.....  
Autres.....

### III. Etapes de fabrication :

1. Pétrissage : Nombre..... Durée.....  
Manuel  Avec machine
2. Fermentation : Nombre..... Température..... Durée.....
3. Cuisson : Température..... Durée.....

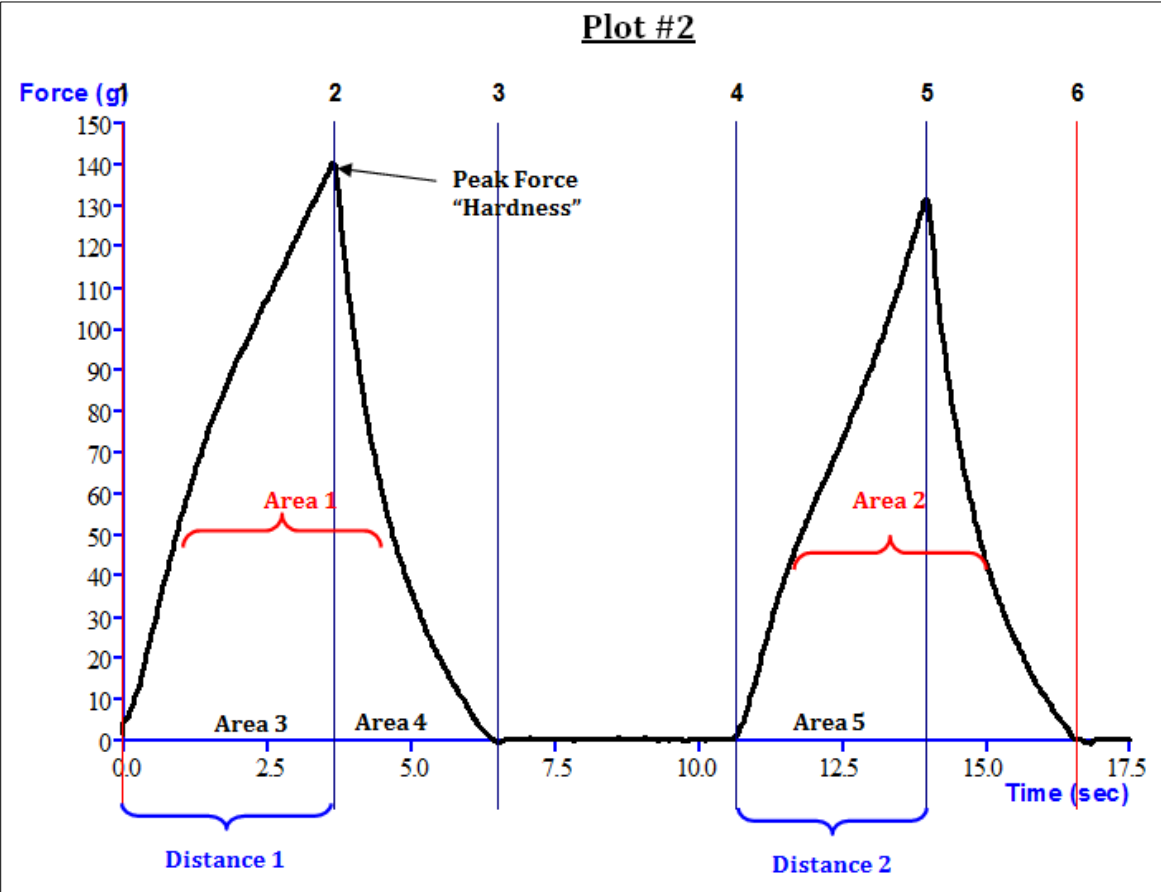
Four électrique  Four à gaz

4. Moules : Grand  Moyen  Petit

### IV. Diagramme de fabrication de pain « *khobz eddar* »? (en détail)..... .....



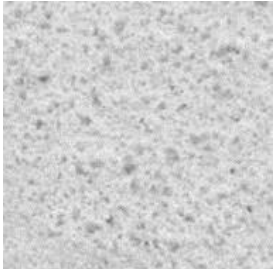


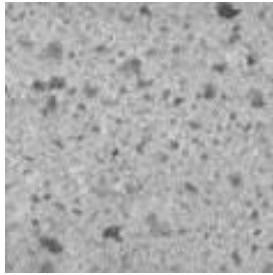


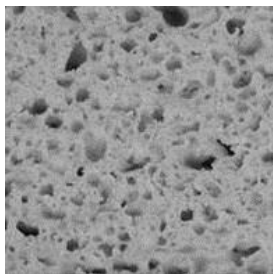


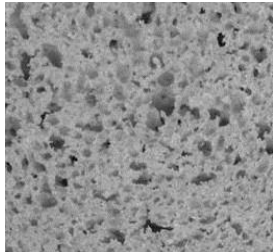


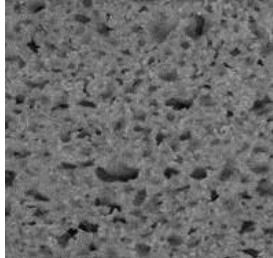
**Annexe 03.**

Analyse du profil de la texture (TPA).



#### Annexe 04.

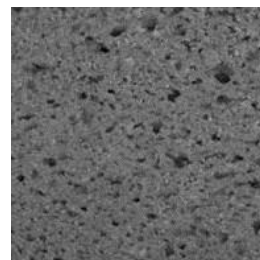
Structure alvéolaire des différents pains avec et sans gluten (Image J. 1.43).

Pain Témoin			
Pain Control sans gluten			
Pain optimum Rt			
Pain optimum Ga			
Pain optimum 7,5% PSP			

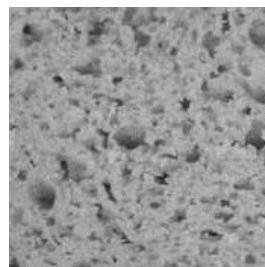
**Annexe 07 (suite).** Structure alvéolaire des pains sans gluten (Image J. 1.43).

---

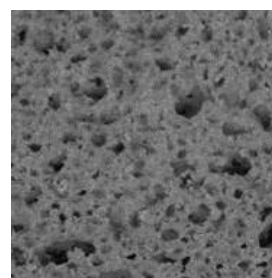
Pain  
optimum  
2,5%MLP



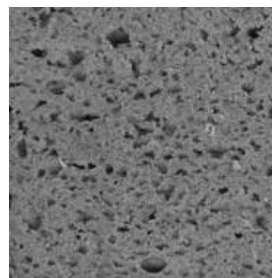
Pain  
optimum  
Rt+Ga



Pain  
optimum  
Rt+PSP



Pain  
optimum  
Rt+MLP



---

**Ga** : gomme arabique ; **Rt** ; riz traité ; **MLP** : poudre des feuilles de Moringa ; **PSP** : poudre des graines de grenade.



## المخلص

الخبز التقليدي "خبز الدار" يشكل غذاء مهم للسكان الجزائريين لأنه يصنع في المنزل من المكونات الطبيعية. تطوير هذا الغذاء مع المكونات الخالية من الغلوتين لمرضى السيلياك يعتبر تحدي يستحق الدراسة. الهدف من هذه الرسالة هو تطوير منتج طبيعي خال من الغلوتين للمرضى الجزائريين الذين يعانون من الاضطرابات الهضمية السيلياك استنادا إلى الطريقة التقليدية في صناعة "خبز الدار". العلاج الحراري المائي، النشا (التابيوكا والذرة)، الأصماغ الغروانية (أغار، صمغ الخروب والصمغ العربي)، بذور الرمان وأوراق المورينجا تمت دراستهم كمحسنات محتملة للمميزات الفيزيائية، الذوقية والغذائية للخبز الخال من الغلوتين من نوع "خبز الدار". وقد مكن الاستجواب الأسري لبلدية قسنطينة من وضع طريقة تحضير الخبز المدروس. وقد سمحت منهجية الاستجابة السطحية بتحسين نوعية الخبز الخالي من الغلوتين المصنوع بصيغة الأرز / الفول وصيغة الذرة / الفول التي تم تحسينها على التوالي من خلال الأرز المعالج والذرة المعالجة حراريا في وجود الماء. وتشير النتائج إلى حجم أفضل وصلابة أقل للخبز المصنوع من الذرة مقارنة مع المصنوع من الأرز. بالإضافة إلى ذلك، تشير النتائج الذوقية إلى تقييم أفضل للخبز المصنوع من الأرز بالمقارنة مع ذلك المصنوع من الذرة. تم استخدام منهجية الفرز النهائية في مخططات التجارب لتحديد تأثير التفاعلات النشا / الأصماغ الغروانية على النوعية التكنولوجية للخبز الخالي من الغلوتين المصنوع بصيغة الأرز / الفول. وقد تم الكشف عن تأثير تفاعلات المضافات والمميزات الأمثل للخبز من الناحية التكنولوجية والذوقية. تشير النتائج إلى أن الصمغ العربي له تأثير محسن على جميع معايير النوعية. تم استخدام نوعين من المكونات النباتية لإثراء الخبز الخالي من الغلوتين مسحوق بذور الرمان ومسحوق أوراق المورينجا بمستويات مختلفة (0، 2.5، 5، 7.5، 10٪). وقد تم تقييم النوعية التكنولوجية والذوقية. تم تحديد البوليفينول الكلي وكذلك تحديد النشاط المضاد للأوكسدة بطرق مختلفة. تشير النتائج إلى إضافات مثالية بنسبة 7.5٪ من مسحوق بذور الرمان و2.5٪ من مسحوق أوراق المورينجا. النتائج التي تم الحصول عليها في مختلف أجزاء هذه الرسالة مثيرة للاهتمام وتستحق أن تتطور أكثر، لذلك، تم القيام بعمل تكميلي لتنويع الصياغة الخالية من الغلوتين. تم إجراء تركيبات بين المحسنات، تم اقتراح ثلاثة أنواع من التركيبات: واحدة مع مزيج من الأرز المعالج ومستويات مختلفة من الصمغ العربي (0.5، 1 و1.5٪)، وآخر مع مزيج من الأرز المعالج حراريا ومستويات مختلفة من مسحوق بذور الرمان (2.5 و5 و7.5٪) والثالث بين الأرز المعالج وثلاثة مستويات من مسحوق أوراق المورينجا (2.5 و5 و7.5٪). وتشير النتائج إلى أن كل التركيبات أدت إلى تحسين نوعية الخبز، زاد الحجم بشكل ملحوظ مقارنة مع الخبز الخالي من الغلوتين والذي لا يحتوي على أي إضافات وحتى بالمقارنة مع الخبز المصنوع من كل مضاف لوحده. وبالتالي مزج المضافات أو المحسنات أدى إلى تحسين نوعية الخبز الخالي من الغلوتين أكثر. بالدرجة الأولى يأتي المزيج المحسن المكون من الأرز المعالج مع 1.5٪ من الصمغ العربي يليه المزيج المكون من الأرز المعالج مع 5٪ من بذور الرمان ثم في الأخير يأتي المزيج المكون من الأرز المعالج مع 2.5٪ من مسحوق أوراق المورينجا.

---

**كلمات المفتاح:** خبز "خبز الدار"، بدون الغلوتين، المعالجة الحرارية المائية، النشا / الأصماغ الغروانية، بذور الرمان، أوراق المورينجا، النوعية التكنولوجية، النوعية الغذائية.



## Abstract

The traditional bread "*khobz eddar*" is an important food for the Algerian population, due to the fact that it is a homemade product produced using natural ingredients. Developing this product with gluten-free ingredients for celiac patients is a challenge that deserves to be investigated. The aim of this study was to develop a natural gluten-free product for Algerian celiac patients based on the traditional "*khobz eddar*" bread flow diagram. Hydro-thermal treatment, starches (tapioca and corn) and hydrocolloids (agar-agar, carob gum and arabic gum) as well as Moringa leaves and pomegranate seed powder are studied for their improving potential of the physical, sensory and nutritional characteristics of gluten-free "*khobz eddar*" bread type. The household's survey in the commune of Constantine allowed to establish the flow diagram of the targeted bread. The response surface methodology optimized gluten-free production based on a rice/Fieldbeans and corn/Fieldbeans formula, improved by a treated rice and treated corn, respectively. The results showed a better volume and hardness of corn-based bread compared to that of rice. On the other hand, the sensory results depicted a better appreciation of rice-based bread than that of corn. The approach through a definitive screening design was used to locate the effect of starch/hydrocolloids interactions on the technological quality of gluten-free bread based on the rice/Fieldbeans formula. The effect of additive interactions has been reported and optimum bread has been technologically and sensorily characterized. The results show that gum arabic has an improving effect on all the quality parameters. Two types of plant ingredients were used to enrich gluten-free bread, pomegranate seed powder and Moringa leaf powder, with different levels (0, 2.5, 5, 7.5, 10% w/w). The technological and sensory quality was evaluated. The assay of total polyphenols and the determination of antioxidant activity by different methods were performed. The results reported optimums with additions of 7.5% of the pomegranate seed powder and 2.5% of the Moringa leaf powder. The results obtained in the different parts of this study are of high interest and deserve to be developed and a complementary work has been done in order to diversify the gluten-free formulation. Combinations between improvers were carried out, three types of formulations were proposed: a first combination of treated rice and different levels of gum arabic (0.5, 1 and 1.5%), a second one with treated rice combined with three levels of the Pomegranate seed powder (2.5, 5 and 7.5%) and a third one between processed rice and three levels of Moringa leaf powder (2.5, 5 and 7.5%). The main results indicate that for all combinations, the specific volume increased significantly ( $p < 0.05$ ) compared to optimum breads with single improvers and gluten-free control bread. The best results for texture parameters are thus obtained with gluten-free breads made by incorporating improvers in combination. The best combination between improvers is obtained with treated rice and 1.5% of arabic gum, then comes the combination of rice treated with 5% of the seed powder of pomegranates and finally the combination of rice treated with 2.5 % of the powder from Moringa leaves.

---

**Keywords:** "*khobz eddar*" bread, gluten-free, hydrothermal treatment, starches/hydrocolloides, pomegranate seeds, Moringa leaves, technological quality, nutritional quality.

## Résumé

Le pain traditionnel «*khobz eddar*» constitue un aliment important pour la population algérienne sur le fait qu'il est fabriqué à la maison par des ingrédients naturels. Développer ce produit avec des ingrédients sans gluten pour des malades cœliaques constitue un défi qui mériterait d'être investigué. L'objectif de cette étude était de développer un produit sans gluten naturel pour malades cœliaques algériens basés sur le diagramme traditionnel du pain «*khobz eddar*». Un traitement hydro-thermique, des amidons (tapioca et maïs) et hydrocolloïdes (agar-agar, gomme de caroube et gomme arabique) ainsi que des feuilles de Moringa et des graines de grenade sont étudiés pour leurs potentiels améliorants des caractéristiques physiques, sensorielles et nutritionnelles du pain sans gluten type «*khobz eddar*». Le sondage auprès des ménages de la commune de Constantine a permis d'établir le diagramme du pain ciblé. La méthodologie de surface de réponse a permis d'optimiser la fabrication sans gluten à base d'une formule riz/féverole et maïs/féverole améliorées respectivement par le riz traité et le maïs traité hydro-thermiquement. Les résultats indiquent un meilleur volume et dureté du pain à base de maïs comparé à celui à base de riz. Par ailleurs, les résultats sensoriels indiquent une meilleure appréciation de pain à base de riz que celui à base de maïs. L'approche à travers un plan de criblage définitif a été utilisée pour situer l'effet des interactions entre amidons/hydrocolloïdes sur la qualité technologique du pain sans gluten à base de la formule riz/féverole. L'effet des interactions entre additifs a été signalé et le pain optimum a été caractérisé sur le plan technologique et sensoriel. Les résultats indiquent que la gomme arabique présente un effet améliorant sur tous les paramètres de qualité. Deux types d'ingrédients végétaux ont été utilisés pour enrichir le pain sans gluten, la poudre des graines de grenades et la poudre des feuilles de Moringa, avec différents niveaux (0, 2,5, 5, 7,5, 10%). La qualité technologique et sensorielle a été évaluée. Le dosage des polyphénols totaux ainsi que la détermination de l'activité antioxydante par différentes méthodes ont été réalisés. Les résultats indiquent des optimums avec additions de 7,5% de la poudre de graines de grenade et de 2,5% de la poudre des feuilles de Moringa. Les résultats obtenus dans les différentes parties de cette thèse sont intéressants et méritent d'être développés et un travail complémentaire a été réalisé afin de diversifier la formulation sans gluten. Des combinaisons entre améliorants ont été réalisées, trois types de formulations ont été proposées : une première combinaison entre le riz traité et différents niveaux de la gomme arabique (0,5, 1 et 1,5%), une seconde avec le riz traité combiné avec trois niveaux de la poudre des graines de grenade (2,5, 5 et 7,5%) et une troisième entre le riz traité et trois niveaux de la poudre des feuilles de Moringa (2,5, 5 et 7,5%). Les principaux résultats indiquent que pour toutes les combinaisons, le volume spécifique a augmenté significativement ( $p < 0,05$ ) par rapport à celui des pains optimums avec améliorants seuls et du pain control sans gluten. Des meilleurs paramètres de texture sont ainsi obtenus avec des pains sans gluten fabriqués par incorporation d'améliorants en combinaison. La meilleure combinaison entre améliorants est obtenue avec riz traité et 1,5 % de gomme arabique, vient par la suite la combinaison de riz traité avec 5% de la poudre des graines de grenade et enfin la combinaison de riz traité avec 2,5 % de la poudre des feuilles de Moringa.

---

**Mots clés** : Pain «*khobz eddar*», sans gluten, traitement hydro-thermique, amidons/hydrocolloïdes, graines de grenade, feuilles de Moringa, qualité technologique, qualité nutritionnelle.