



UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE1

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



N° d'ordre :115/DS/2022

N° de série :08/IN/2022

## Thèse de Doctorat en Sciences

Spécialité : Sciences Alimentaires

Thème

---

### **Farines-biscuits infantiles sans gluten pour enfants cœliaques : Aptitude technologique de formules à base de riz-légumes secs**

---

Par **BENKADRI Soulef**

Soutenue le : 22/12/2022

Devant le jury composé de :

Présidente : <b>BOUGHELLOUT H.</b>	Prof.	Université Constantine 1, Algérie
Rapporteur : <b>ZIDOUNE M. N.</b>	Prof.	Université Constantine1, Algérie
Co-Rapporteur : <b>SANZ M. T.</b>	Dr. Hab.	I.A.T.A.-C.S.I.C., Valence, Espagne
Examineurs : <b>ARRIS S.</b>	Prof.	Université Constantine 3, Algérie
<b>BOUMENJEL M.</b>	Prof.	Université Annaba, Algérie
<b>BENBELKACEM A.</b>		Directeur de recherche-INRA, Constantine, Algérie

## Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier **Allah**, Le Tout Puissant et Le Miséricordieux, de m'avoir donné la santé, la volonté et la patience pour le bon aboutissement de ma thèse de Doctorat.

Mes premiers remerciements s'adressent à mon enseignant et directeur de thèse, Professeur **Zidoune Mohammed Nasreddine**, pour m'avoir proposé ce sujet, pour son esprit scientifique, ses précieux conseils et ses encouragements. Qu'il soit assuré de tout mon respect et de ma profonde gratitude.

J'exprime mes vifs remerciements à ma co-directrice de thèse, Docteur **Maria Teresa Sanz Teberner**, de l'Institut de l'Agrochimie et de Technologie Alimentaire (IATA-CSIC), Valence-Espagne, pour avoir accepté de collaborer avec nous, pour son accueil chaleureux dans son laboratoire de recherche, pour les facilités qu'elle m'a fait pour la réalisation de mon travail, pour ses précieux orientations et conseils. Je remercie de tout mon cœur Dr. **Ana Salvador**, du même laboratoire, pour ses encouragements, sa disponibilité et pour toute les bonnes choses qu'elle m'a fait durant mon séjours en Espagne. Je tiens aussi à exprimer ma grande gratitude à **Maria Espert Tortajada**, pour son aide, sa disponibilité et son amitié.

Je tiens à remercier vivement Dr. **Claire Mouquet Rivier** de m'avoir accueillie au sein de son laboratoire à l'Institut de Recherche pour le Développement (IRD) de Montpellier-France. Toutes mes reconnaissances pour ses conseils, ses orientations et tout le personnel de son équipe de recherche.

Je suis très honorée à remercier de la présence à mon jury de thèse :

- Mme **Boughellout H.**, Professeur à l'Université Frères Mentouri-Constantine 1, pour l'honneur qu'elle m'a fait en acceptant la présidence de ce jury.

- Mme **Arris S.**, Professeur à la faculté de génie des procédés de l'université Salah Boubendir-Constantine 3 ; Mr. **Boumendjel M.**, Professeur à l'université de Annaba ; Mr. **Benbelkacem A.**, Directeur de recherche à l'INRA-Constantine, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger mon travail et pour le temps consacré à la lecture de cette thèse.

Mes sentiments de reconnaissance et mes remerciements les plus vifs vont également à toute personne qui m'a aidé de près ou de loin dans la réalisation de ma thèse, spécialement mes amies et collègues enseignants **Halima, Leïla, Faïza, Nadia, Nouhed, Ameni, Neïla et Rabiaa**,

Mille mercis à ma chère **maman** et à toute **ma famille**, pour m'avoir accompagné et encouragé dans cette longue aventure qu'est le doctorat.

# Sommaire

**Liste des publications et communications**

**Liste des abréviations**

**Liste des figures**

**Liste des tableaux**

**Introduction** ..... 1

## **Revue bibliographique**

**Chapitre 1. Alimentation du jeune enfant** ..... 4

1.1. Lait maternel ..... 4

1.2. Aliments de complément..... 4

1.3. Farines infantiles ..... 5

1.3.1. Définition..... 5

1.3.2. Types de farines infantiles ..... 6

1.3.3. Qualité nutritionnelle ..... 6

**Chapitre 2. Technologie des biscuits** ..... 9

2.1. Définition ..... 9

2.2. Classification ..... 9

2.3. Rôle des principaux ingrédients ..... 10

2.3.1. La farine..... 10

2.3.2. La matière grasse ..... 10

2.3.3. Le sucre..... 12

2.3.4. L'eau ..... 13

2.3.5. Les agents levants ..... 14

2.3.6. Le sel..... 14

2.4. La pâte à biscuit..... 15

2.4.1. Caractéristiques générales ..... 15

2.4.2. Caractéristiques rhéologiques ..... 16

2.4.2.1. Mesure de la texture ..... 16

2.4.2.2. Mesure des propriétés viscoélastiques..... 17

2.5. Cuisson des biscuits ..... 18

2.6. Critères de qualité d'un biscuit..... 20

**Chapitre 3. Biscuits sans gluten** ..... 21

3.1. Farines sans gluten pouvant être utilisées .....	21
3.1.1. La farine de riz.....	21
3.1.1. La farine de pois chiche.....	22
3.2. Améliorants alimentaires.....	23
3.2.1. Les gommes.....	24
3.2.1.1. La gomme de xanthane .....	25
3.2.1.2. La gomme de caroube.....	26
3.2.1.3. Interactions entre gommes .....	28
3.2.2. Les émulsifiants.....	29
3.2.2.1. Définition .....	29
3.2.2.2. Effets sur les constituants de la farine.....	30
3.2.2.3. Application en biscuiterie .....	31

## **Matériel et méthodes**

Démarche globale.....	33
1. Matières premières .....	36
1.1. Farines de céréales et de légumes ses.....	36
1.2. Autres matières utilisées.....	36
2. Caractérisation physico-chimique .....	37
2.1. Caractérisation des farines de bases sans gluten utilisées dans la fabrication .....	37
2.1.1. Humidité.....	37
2.1.2. Capacité d'absorption d'eau.....	37
2.2.5. Cendres.....	37
2.2.3. Protéines totales.....	37
2.2.4. Lipides totaux .....	38
2.2.6. Amidon total.....	38
2.2.8. Facteurs anti-trypsiques.....	39
2.3. Caractérisation des farines-biscuits après cuisson .....	39
2.3.1. Humidité finale.....	39
2.3.2. Activité de l'eau .....	39
2.3.3. Taux de gélatinisation de l'amidon .....	40
2.3.4. Facteurs anti-trypsiques.....	40
3. Formulation .....	40
4. Etude de la faisabilité technologique de la formule .....	43

4.1. Diagramme de fabrication des farines-biscuits .....	43
4.1.1. Préparation des pâtes .....	43
4.1.2. Pétrissage.....	43
4.1.3. Repos .....	44
4.1.4. Laminage et mise en forme .....	44
4.1.5. Cuisson .....	44
4.1.6. Refroidissement.....	44
4.2. Evaluation de la qualité rhéologiques des pâtes.....	46
4.2.1. Analyse du profil de la texture (APT).....	46
4.2.2. Propriétés viscoélastiques .....	46
4.3. Evaluation de la qualité des farines-biscuits .....	47
4.3.1. Volume spécifique.....	47
4.3.2. Texture .....	47
4.3.3. Analyse sensorielle.....	48
4.4. Etude de l'effet des paramètres technologiques sur la qualité des farines-biscuits.....	48
4.4.1. Modèle mathématique .....	48
4.4.2. Niveaux des variables.....	49
4.4.2.1. Variables codées .....	49
4.4.2.2. Variables réelles.....	50
4.4.3. Validation du modèle .....	51
5. Etude de l'effet de l'incorporation d'améliorants .....	51
5.1. Incorporation de la gomme de xanthane .....	51
5.1.1. Caractérisation des farines utilisées dans la fabrication.....	51
5.1.2. Préparation des farines-biscuits.....	51
5.1.3. Evaluation de la qualité des pâtes .....	52
5.1.4. Evaluation de la qualité des farines-biscuits .....	52
5.2. Incorporation d'une combinaison des gommages de xanthane et de caroube .....	52
5.2.1. Matières premières et préparation des farines-biscuits .....	52
5.2.2. Plan d'expérience .....	53
5.2.3. Modèle mathématique .....	53
5.2.3.1. Niveaux des variables codées .....	53
5.2.3.1. Niveaux des variables réelles.....	54
5.2.4. Validation du modèle .....	55

5.2.5. Optimisation des paramètres .....	55
5. 3. Incorporation de la lécithine de soja .....	56
5. 3. 1. Matière premières et préparation des farines-biscuits.....	56
5. 3. 2. Evaluation de la qualité rhéologique des pâtes biscuitières .....	56
5. 3. 3. Evaluation de la qualité des farines-biscuits .....	56
6. Evaluation de la microstructure des pâtes et des farines-biscuits .....	57
6. 1. Structure microscopique des pâtes .....	57
6. 2. Structure microscopique des farines-biscuits .....	57
7. Analyse sensorielle des farines-biscuits sans gluten avec les différents améliorants utilisés. .....	48
8. Caractérisation rhéologique des bouillies préparées à partir des farines-biscuits.....	58
9. Analyse statistique des résultats .....	59

## **Résultats et discussion**

1. Faisabilité technologique de la formule .....	60
1.1. Composition biochimiques des farines .....	60
1.2. Etude de l'effet des paramètres technologiques sur la qualité des farines-biscuits.....	61
1.2.1. Résultats des points expérimentaux pour les réponses étudiées .....	61
1.2.2. Validation du plan d'expérience.....	63
1.2.3. Effet du temps, de la température de cuisson et du taux d'hydratation de la pâte sur la qualité des farines-biscuits .....	64
1.2.3.1. Effet sur la teneur en eau finale .....	65
1.2.3.2. Effet sur le taux de gélatinisation de l'amidon TGA .....	67
1.2.3.3. Effet sur le volume spécifique (Vsp) .....	69
1.2.3.4. Effet du temps de cuisson sur l'activité antitrypsique des farines-biscuits.....	71
1.2.4. Effet du taux d'hydratation de la pâte sur sa dureté .....	72
2. Effet de l'incorporation de la gomme de xanthane .....	73
2. 1. Humidité et capacité d'absorption d'eau des farines utilisées dans la fabrication.....	73
2. 2. Propriétés rhéologiques des pâtes .....	74
2. 2. 1. Comportement rhéologiques et machinabilité.....	74
2. 2. 2. Analyse du profil de la texture .....	75
2.2. 3. Propriétés viscoélastique .....	76
2. 3. Evaluation de la qualité des farines-biscuits .....	78
2. 3. 1. Humidité finale et activité de l'eau .....	78

2.3. 2. Caractéristiques physiques et texturales.....	79
2.4. Evaluation sensorielle .....	81
3. Effet de l'incorporation d'une combinaison des gommes de xanthane et de caroube .....	82
3.1. Résultats des points du plan d'expérience pour l'ensemble des réponses étudiées .....	82
3.2. Validation du plan d'expérience.....	83
3.3.1. Effet des gommes sur les propriétés rhéologiques des pâtes .....	85
3.3.1.1. Dureté.....	85
3.3.1.2. Propriétés viscoélastiques .....	86
3.3.2. Effet des gommes sur les propriétés physiques et texturales des farines-biscuits..	87
3.3.2.1. Activité de l'eau .....	87
3.3.2.2. Volume spécifique .....	88
3.3.2.3. Dureté.....	90
3.3.2. Optimisation .....	91
4. Utilisation de la lécithine de soja .....	93
4.1. Propriétés rhéologiques des pâtes .....	93
4.2. Propriétés physiques et texturales des farines-biscuits .....	94
5. Evaluation sensorielle des farines-biscuits préparées avec les différents améliorants.....	96
6. Caractérisation de la microstructure des pâtes et des farines-biscuits.....	97
6. 1. Microstructure des pâtes.....	97
6. 2. Microstructure des farines-biscuits .....	98
7. Caractéristiques rhéologiques des bouillies préparées à partir des farines-biscuits avec les différents améliorants. ....	100
<b>Conclusion</b> .....	104
<b>Références bibliographiques</b> .....	107

## Liste des publications et communications

### Publications scientifiques

- Benkadri, S., Salvador, A., Zidoune, M. N., Sanz, T. (2018). Gluten-free biscuits based on composite rice-chickpea flour and xanthan gum. *Food Sci Technol Int*, 24(7), 607-616. <https://dx.doi.org/10.1177/1082013218779323>.
- Benkadri, S., Salvador, A., Sanz, T., Nasreddine Zidoune, M. (2020). Optimization of xanthan and locust bean gum in a gluten-free infant biscuit based on rice-chickpea flour using response surface methodology. *Foods*, 10(1), 12. <https://dx.doi.org/10.3390/foods10010012>.

### Communications scientifiques

- Benkadri, S., Benatallah, L., Zidoune, M. N. (2014). Optimisation de trois formules de farines-biscuits infantiles sans gluten. Séminaire International sur les Sciences Alimentaires (SISA). INATAA, Constantine-Algérie.
- Benkadri, S., Sanz, T., Salvador, A., Zidoune, M.N. (2017). Effect of xanthan on rheological properties of toddler gluten-free biscuit dough and final biscuit quality. Iberian meeting on Rheology (IBEREO). Valencia-Spain.
- Benkadri, S., Salvador, A., Zidoune, M.N., Sanz, T. (2018). Optimization of gluten-free biscuit using response surface methodology. V International Congress of Food Science and Technology (AVECTA). Les 21 et 22 Fevrier 2018. Valencia-Spain.
- Benkadri, S., Salvador, A., Zidoune, M.N., Sanz, T. (2018). Etude de l'effet de combinaison de la gomme de xanthane et de caroube sur la qualité d'un biscuit sans gluten. Séminaire International sur les Sciences Alimentaires (SISA). INATAA, Constantine-Algérie.
- Benkadri, S., Sanz, T., Salvador, A., Zidoune, M.N. (2019). Effect of lecithin on rheological properties of infant gluten-free biscuit dough and final biscuit quality. 5<sup>th</sup> International Agriculture Congress. Istanbul-Turkey.

## Liste des abréviations

AACC :	American Association of Cereal Chemists
AFNOR :	Association Française de Normalisation
ANOVA :	Analysis Of Variance
APT :	Analyse du Profil de la Texture
$a_w$ :	water activity
CAE :	Capacité d’Absorption d’Eau
CCD:	Composite Central Design
CLSM :	Confocal Laser Scanning Microscopy
Cryo-SEM :	Cryo Scanning Electron Microscopy
D :	Désirabilité
FAO :	Food and Agriculture Organization
G' :	Module élastique (de conservation)
G" :	Module visqueux (de perte)
GC :	Gomme de Caroube
GX :	Gomme de Xanthane
H :	Teneur en eau
Lec :	Lécithine
ms :	matière sèche
OMS :	Organisation Mondiale de la Santé
R-PC :	Riz-Pois Chiche
T :	Température
tan :	tangente
TB :	Témoin de Blé
TC :	Témoin de Commerce
TGA :	Taux de Gélatinisation de l’Amidon
TH :	Taux d’Humidité
THP :	Taux d’Hydratation de la Pâte
Tps :	Temps
Vsp :	Volume spécifique

## Liste des figures

<b>Figure 1.</b> Réactions et changements se produisant dans le biscuit au cours de la cuisson (Manley, 2011).....	20
<b>Figure 2.</b> Structure primaire du xanthane (Petri, 2015).....	25
<b>Figure 3.</b> Structure de la gomme de caroube (barak et Mudgil, 2014 ; Zhu et al. 2019).....	27
<b>Figure 4.</b> Structure de base des lécithines (Denil et Lannoye, (2004).....	30
<b>Figure 5.</b> Démarche globale de l'étude. ....	35
<b>Figure 6.</b> Diagramme de fabrication des farines-biscuits (Benkadri, 2010) .....	45
<b>Figure 7.</b> Surfaces de réponse montrant l'effet du temps (Tps), de la température (T) de cuisson et le taux d'hydratation de la pâte (THP) sur l'humidité finale (H%) des farines-biscuits.....	66
<b>Figure 8.</b> Surfaces de réponse montrant l'effet du temps (Tps), de la température (T) de cuisson et le taux d'hydratation de la pâte (THP) sur le taux de gélatinisation (TGA) de l'amidon des farines-biscuits .....	68
<b>Figure 9.</b> Surfaces de réponse montrant l'effet du temps (Tps), de la température (T) de cuisson et le taux d'hydratation de la pâte (THP) sur le volume spécifique (Vsp) des farines-biscuits.....	70
<b>Figure 10.</b> Effet du taux d'hydratation de la pâte (THP) sur sa dureté .....	72
<b>Figure 11.</b> Apparence des pâtes à différents temps (1, 3, 5 et 8 min) de pétrissage : A: TB, B: R-PC, C: R-PC+0.5 % GX, D: R-PC+1 % GX et E: R-PC+1.5 % GX .....	74
<b>Figure 12.</b> Evolution des G' (module de conservation) et G'' (module de perte), en fonction de la fréquence, des différentes pâtes préparées (quarrée : R-PC+1,5 % GX, rond: R-PC+1 % GX, triangle: R-PC+0.5 % GX, étoile : R-PC et signe plus: TB).....	77
<b>Figure 13.</b> Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur la dureté des pâtes biscuitières.....	85
<b>Figure 14.</b> Surfaces de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur les paramètres viscoélastique des pâtes (module de conservation G' et module de perte G'') .....	86
<b>Figure 15.</b> Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur l'activité de l'eau $a_w$ , des farines-biscuits .....	88
<b>Figure 16.</b> Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur le volume spécifique Vsp des farines-biscuits .....	89
<b>Figure 17.</b> Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur la dureté des farines-biscuits.....	90
<b>Figure 18.</b> Farines-biscuits : R-PC (A), R-PC+Lec (B), R-PC+GX-GC (C), R-PC+GX (D), TB (E).....	96
<b>Figure 19.</b> Microscopie confocale à balayage laser (CLSM). Images de pâtes colorées à la Rhodamine B et au Nil Rouge (protéines et hydrates de carbone en rouge, graisse en vert et amidon en noir). A, B, C et D correspondent respectivement aux témoins sans gluten R-PC, R-PC+GX, R-PC+Lec et R-PC+GX-GC .....	98

<b>Figure 20.</b> Micrographes Cryo-MEB de la partie interne des farines-biscuits. A, B, C et D correspondent respectivement aux témoins sans gluten R-PC, R-PC+GX, R-PC+Lec et R-PC+GX-GC .....	99
<b>Figure 21.</b> Bouillies préparées à partir des farines-biscuits : TB (B), R-PC+GX (C), R-PC+GX-GC (D), R-PC+Lec (E) et R-PC (F), et de la farine infantile sans gluten (TC) (A) .....	100
<b>Figure 22.</b> Courbes de viscosité apparente ( $\mu$ ) en fonction de la vitesse de cisaillement ( $\gamma$ ), à 45 °C pour les différentes bouillies : témoin sans gluten R-PC, R-PC+1,5% GX, R-PC+ GX-GC et R-PC+Lec, témoin de blé TB et la farine infantile sans gluten du commerce (TC)....	101

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1.</b> Composition essentielle d'aliments de complément à base de céréales destinées aux nourrissons en complément du lait maternel (Mouquet <i>et al.</i> , 1998 ; FAO/OMS, 2019).....	8
<b>Tableau 2.</b> Différentes origines et fonctions des principales gommes commercialisées (Abdel-Aal, 2009 ; Williams <i>et al.</i> , 2009).....	24
<b>Tableau 3.</b> Comparaison des teneurs minimales et maximales fixées en nutriments et celles estimées par le logiciel (pour 100 kcal) pour la formule étudiée. ....	42
<b>Tableau 4.</b> Formule utilisée dans la fabrication des farines-biscuits à base de farine de riz-pois chiche (R-PC). Quantités exprimées en % .....	43
<b>Tableau 5.</b> Matrice d'expériences du plan composite centré à trois facteurs.....	49
<b>Tableau 6.</b> Relation entre les niveaux codés et les niveaux réels utilisés dans le plan d'expérience composite centré (CCD) .....	50
<b>Tableau 7.</b> Formule sans gluten utilisée dans la fabrication des farines-biscuits à base de farine (R-PC) avec différents taux de xanthane et celle du témoin à base de farine de blé tendre. Quantités exprimées en % (g pour 100 g de farine composite) .....	52
<b>Tableau 8.</b> Matrice d'expérience du plan composite centré à deux facteurs (gomme de xanthane GX et gomme de caroube GC).....	54
<b>Tableau 9.</b> Relation entre les niveaux codés et les niveaux réels utilisés dans le plan d'expérience composite centré à deux niveaux, exprimés en % (g/100g de farine R-PC) .....	55
<b>Tableau 10.</b> Composition globale des différentes farines de base utilisées dans la fabrication des farines-biscuits (en % de la masse sèche).....	60
<b>Tableau 11.</b> Matrice expérimentale donnant les valeurs de réponses pour les paramètres étudiés en fonction des variables indépendantes .....	62
<b>Tableau 12.</b> Valeurs des coefficients de vérification du model pour les réponses étudiées ...	63
<b>Tableau 13.</b> Coefficients estimés par l'analyse de la régression pour les trois réponses mesurées .....	64
<b>Tableau 14.</b> Effet du temps de cuisson sur l'activité antitrypsique des farines-biscuits.....	71
<b>Tableau 15.</b> Capacité d'Absorption d'Eau (CAE) des farines utilisées dans la fabrication (%) .....	73
<b>Tableau 16.</b> Paramètres de texture des pâtes sans gluten comparés à celles du témoin de blé .....	75
<b>Tableau 17.</b> Valeurs des paramètres rhéologiques ( $G'$ , $G''$ et $\tan \delta$ ) des pâtes à 1 Hz.....	76
<b>Tableau 18.</b> Teneur en humidité (%) et activité de l'eau ( $a_w$ ) des farines-biscuits après cuisson .....	79
<b>Tableau 19.</b> Caractéristiques physiques et texturales des farines-biscuits .....	79
<b>Tableau 20.</b> Acceptabilité sensorielle des biscuits .....	81
<b>Tableau 21.</b> Matrice expérimentale donnant les valeurs de réponses pour les paramètres rhéologiques des pâtes et physiques des farines-biscuits .....	82

<b>Tableau 22.</b> Valeurs des coefficients de vérification du model pour les réponses étudiées....	83
<b>Tableau 23.</b> Coefficients estimés par l'analyse de la régression pour les réponses mesurées	84
<b>Tableau 24.</b> Valeurs prédites et mesurées des paramètres rhéologiques et physiques de l'optimum de pâtes et de farines-biscuits sélectionnés, comparés à celles des témoins avec et sans gluten .....	92
<b>Tableau 25.</b> Paramètres rhéologiques des pâtes additionnées de lécithine, comparé à celles des témoins avec et sans gluten et à celles additionnées de gommés. ....	93
<b>Tableau 26.</b> Paramètres physiques des farines- biscuits contenant de la lécithine, comparé à celles des témoins avec et sans gluten et à celles contenant les gommés. ....	94
<b>Tableau 27.</b> Acceptabilité sensorielle des farines-biscuits. ....	96
<b>Tableau 28.</b> Coefficients de consistance (K), indice d'écoulement (n) et R <sup>2</sup> des bouillies. ....	103

# Introduction

### Introduction

La maladie cœliaque est une entéropathie auto-immune déclenchée par l'ingestion de gluten de blé et des prolamines équivalentes des autres céréales réputées toxiques telles que le seigle et l'orge chez des individus génétiquement prédisposés. Elle affecte environ 1% de la population mondiale et elle peut survenir aussi bien chez des enfants que chez des adultes. Elle entraîne une atrophie de la muqueuse de l'intestin grêle et par conséquent, une altération de l'absorption intestinale pouvant même conduire à une malnutrition sévère (Elli et *al.*, 2015 ; Jnawali et *al.*, 2016 ; Leonard et *al.*, 2017 ; Singh et *al.*, 2018 ; Caio et *al.*, 2019).

Le seul traitement possible reste l'adhésion stricte à un régime sans gluten à vie (Elli et *al.*, 2015 ; Garnier-Lengline et *al.*, 2015 ; Gobetti et *al.*, 2018). Cependant, vu que le blé est l'un des principaux composants de l'alimentation quotidienne dans le monde entier, ce régime est difficile à suivre et notamment pour les jeunes enfants dont le comportement est difficile à contrôler.

En Algérie, les malades cœliaques souffrent d'un manque de disponibilité et de diversité des produits sans gluten (Benatallah, 2009 ; Boukezzoula et Zidoune, 2014). Les produits diététiques du commerce destinés à cette tranche de population sont pour la plupart importés, onéreux, peu diversifiés, de texture et de goût peu appréciés. Ce problème se pose surtout pour les enfants en bas âge dont les besoins nutritionnels ne dépendent plus que du lait maternel.

La formulation et la fabrication des produits alimentaires à partir de farines sans gluten constituent un véritable défi au plan technologique, car il s'agit d'une abstention d'utilisation d'un constituant de la farine qui est d'une grande responsabilité dans la rétention gazeuse et des propriétés viscoélastiques des pâtes à lever, contribuant à la structuration des produits cuits (Gallagher et *al.*, 2004a).

La farine de riz est largement utilisée comme substitut à la farine de blé pour la préparation de produits sans gluten, en raison de ses propriétés hypoallergéniques et de sa grande teneur en glucides facilement digestibles (Demirkesen et *al.*, 2010 ; Marco, 2008). Cependant, la farine de riz a une composition nutritionnelle relativement faible, en raison de ses protéines, matières grasses et fibres et de son sodium. Une des stratégies pour améliorer sa qualité nutritionnelle consiste à la compléter avec des légumineuses.

Les combinaisons céréales-légumineuses améliorent grandement la qualité nutritionnelle globale des produits finis sans gluten et fournissent un meilleur équilibre en acides aminés essentiels, contribuant ainsi à lutter contre la malnutrition, en particulier chez les enfants cœliaques. En fait, les légumineuses contiennent des quantités importantes de protéines et constituent une source importante de vitamines du groupe B et de certains minéraux (Asif et al., 2013 ; Sánchez-Chino et al., 2015 ; Rémond, 2016).

En outre, les farines de légumes secs, comme celle de pois chiche, ayant une couleur jaune naturelle et une saveur caractéristique pourrait améliorer, sans avoir besoin d'additifs de saveur et de couleur, les qualités organoleptiques de mélanges à base de farine de riz de couleur blanche et très peu de saveur.

En plus d'une qualité nutritionnelle, en générale, inférieure, une autre limitation des farines sans gluten réside dans leurs faibles propriétés fonctionnelles, en étant incapables de donner à la pâte pétrie la viscoélasticité nécessaire assurant une machinabilité satisfaisante et une rétention gazeuse au cours de la cuisson des produits levés (Rosell et Marco, 2008).

En effet, la recherche et l'utilisation d'alternatives au gluten sont devenues indispensables pour améliorer la qualité des produits sans gluten (Matos et Rosell, 2015). Récemment, plusieurs formulations sans gluten ont été développées en utilisant des hydrocolloïdes, tels que les gommes alimentaires, pour surmonter la limitation technologique des farines sans gluten. Ces gommes, possédant des propriétés épaississantes et gélifiantes, permettent la formation de structures similaires à celles du réseau de gluten, imitant ses propriétés viscoélastiques dans la pâte et améliorent la qualité finale du produit (Anton et Artfield, 2008 ; Turabi et al., 2008 ; Nammakuna et al. 2009 ; Saha et Bhattacharya, 2010 ; Turabi et al. 2010 ; Gularte et al. 2012 ; Banerjee et al., 2014 ; Aly et Seleem, 2015 ; Devisetti et al., 2015 ; Kaur et al., 2015 ; Mollakhalili Meybodi et al., 2015 ; Gadallah, 2017 ; Sarabhai et al. 2017).

En outre, d'autres substances ont occupé une place importante dans la formulation des produits sans gluten, ce sont les émulsifiants. Ces derniers se sont avérés avoir une action positive sur les propriétés rhéologiques des pâtes en augmentant leur plasticité et améliorant leur machinabilité. En plus, leur rôle dans la distribution des constituants de la pâte et surtout celle des matières grasses, se reflète positivement sur la structure et la qualité du produit fini,

notamment la friabilité dans le cas des biscuits secs (Błaszczak *et al.*, 2004 ; Turabi *et al.*, 2008 ; Sarabhai *et al.*, 2017 ; Manley, 2011 ; Bueschelberger *et al.*, 2015 ; Orthoefer et Kim 2019).

Plusieurs travaux de la littérature ont été menés sur l'amélioration des produits sans gluten et, particulièrement, ceux à lever, en utilisant des améliorants et/ou des substituants de gluten. Cependant, la plupart de ces études se sont focalisées sur la formulation pour pains sans gluten et pâtes, alors que celles s'intéressant à la présentation sous forme de biscuit restent limitées. C'est dans cette optique que s'inscrit notre travail qui fait partie des préoccupations de recherche de l'équipe « Transformation et Elaboration des Produits Agro-alimentaires » (T.E.P.A.) et qui a pour objectif principal la diversification et l'amélioration de l'alimentation sans gluten pour cœliaques.

La tranche « bas âge » visée débute dès l'âge de sevrage et se poursuit tant qu'il y a besoin d'apports complémentaires à l'allaitement. L'idée est de proposer un équivalent de farine infantile de forme solide mais aussi délayable (bouillie) pouvant ainsi couvrir depuis l'âge de l'introduction de l'alimentation solide à la cuillère jusqu'au-delà de l'apparition de la dentition. L'aliment solide est appelé à présenter, en plus de ses apports nutritionnels recommandés, plus de commodités dans la préparation à la consommation. A ce produit visé, nous donnons le nom composé de « farine-biscuit sans gluten ».

Notre formulation s'est basée sur une complémentation céréales-légumes secs, utilisant le riz et le pois chiche. La faisabilité de fabrication de cette « farine infantile à plus de deux âges » est approchée à travers les divers volets suivants :

- situer l'effet des paramètres de cuisson (temps et température de cuisson) sur la qualité des farines-biscuits ;
- améliorer les propriétés rhéologiques des pâtes biscuitières par utilisation d'améliorants naturels comme les gommés alimentaires (xanthane et caroube) et d'un émulsifiant (lécithine de soja) pouvant contribuer également à l'amélioration de la qualité du produit fini selon sa forme d'utilisation ;
- suivre les propriétés rhéologiques des pâtes et la texture des farines-biscuits qui en résulte ;
- apprécier la microstructure des pâtes et des farines-biscuits sans gluten fabriquées;
- apprécier les caractéristiques rhéologiques des bouillies issues du produit solide obtenu.

Revue  
bibliographique

## Chapitre 1. Alimentation du jeune enfant

### 1.1. Lait maternel

Le lait maternel satisfait la totalité des besoins nutritionnels du nourrisson jusqu'à l'âge de 6 mois, Au-delà de cette période, il continue de couvrir la moitié ou plus de ses besoins pendant le second semestre de vie, et jusqu'à un tiers de ceux-ci pendant la deuxième année. Pour cela, l'OMS et l'UNICEF recommandent l'allaitement exclusif au sein pour les enfants jusqu'à l'âge de 6 mois. Le lait maternel favorise le développement sensoriel et cognitif, et protège le nourrisson contre les maladies infectieuses et chroniques (Briend, 2009 ; OMS/UNICEF, 2019).

### 1.2. Aliments de complément

A partir de l'âge de 6 mois, le lait maternel seul ne couvre plus la totalité des besoins énergétiques et nutritionnels, la maturation physiologique et la protection immunitaire pour assurer la croissance de l'enfant. C'est à cette période où la malnutrition et les retards de croissance apparaissent avec des conséquences qui persistent toute la vie. A cet âge, le jeune enfant doit donc, en complément du lait maternel, recevoir une alimentation adéquate, équilibrée en différents nutriments. Ainsi, la période qui s'étend de 6 à 24 mois est appelée période de l'alimentation de complément plutôt que période de sevrage pour bien souligner que l'allaitement doit être continué durant cette période, ou même au-delà (Dewey, 2005 ; FAO/OMS, 2006 ; Briend, 2009 ; Black *et al.*, 2017).

Les aliments de complément désignent tous les aliments liquides, en partie liquides ou solides. Pour les nourrissons de 6 à 9 mois, l'aliment doit être préparé à partir des produits réduits en petites particules de dimensions assez uniformes, ne nécessitant pas la mastication avant d'être avalé. Pour les enfants en bas âge, de 10 à 24 mois, il doit être préparé à partir des produits contenant généralement des particules d'une dimension destinée à encourager les enfants à mastiquer (Salle, 2009).

Ainsi, par leur texture fine et digeste et leur composition riche et complète, les farines infantiles dites de sevrage, peuvent répondre aux besoins nutritionnels du jeune enfant, si elles sont bien utilisées en complément du lait maternel et non en s'y substituant (Sanogo *et al.*, 1994).

Dans la plus part des pays en développement, particulièrement, en Afrique, les aliments de compléments donnés aux enfants sont généralement des bouillies traditionnelles préparées à

partir de farines simples ou composées provenant de céréales, de tubercules qui sont des aliments riches en glucides et pauvres en protéines. Ces aliments ne couvrent pas tous les besoins nutritionnels des enfants (Amoin *et al.*, 2015 ; Euphrasie *et al.*, 2019). Ce qui a fait donc l'objet de nombreux travaux et de recommandations de l'OMS, aboutissant à la fabrication de divers types de farines infantiles présumées avoir de bonne qualité nutritive et sanitaire (Salle, 2009).

### 1.3. Farines infantiles

#### 1.3.1. Définition

Diversément connus dans la littérature sous l'appellation de «farines de complément», «farines de sevrage» ou «céréales infantiles», la farine infantile est un aliment de complément présenté sous forme de poudre que l'on donne au nourrisson sous forme de bouillie, avec ou sans cuisson humide. Elle est introduite à partir de l'âge de six mois en complément du lait maternel. Elle doit être spécialement conçue pour couvrir leurs besoins nutritionnels en tenant compte des apports du lait maternel et de la fréquence journalière des repas (dans de nombreux contextes, les enfants reçoivent moins de trois bouillies par jour) (Mouquet *et al.*, 1998).

Selon les normes et lignes directrices du Codex *Alimentarius* CXS 74-1981, amendée en 2019 et CXG 08-1991- révisée en 2013, une farine infantile devrait être composée des ingrédients cités ci-dessous dans des proportions adéquates (Olive *et al.*, 2020) :

- Une ou plusieurs céréales ;
- Une ou plusieurs sources de protéines telles que des légumineuses, des graines oléo-protéagineuses et/ou du lait ;
- Une ou plusieurs sources de lipides, telles que les graines oléo-protéagineuses, oléagineuses ou de l'huile ;
- Du sel ;
- Des minéraux et des vitamines, apportées sous forme de complément minéral et vitaminique (CMV) ;
- Des ingrédients permettant d'améliorer les qualités organoleptiques comme le sucre ou un arôme naturel tel que la vanille.

D'après une analyse des expériences de production de farines infantiles en Afrique (Grangaud et Kellou, 1995), la plus ancienne est née en Algérie (1969), représentant une des plus grandes capacités de production. Il s'agit de la "Supéramine", qui est une farine précuite déshydratée, enrichie en protéine, équilibrée en acides aminés essentiels et enrichie en

vitamines et sels minéraux, sucre et aromatisée. Elle se compose de farines de blé dur (28 %), de pois chiche (38 %) et de lentille (18 %), de lait écrémé en poudre (10 %), de saccharose (5 %) et de 1 % d'additifs (vitamines A, D, B2, B6, PP et CaCO<sub>3</sub>).

Actuellement, les besoins en aliments infantiles sont couverts par l'importation avec apparition, sur le marché algérien, de farines infantiles sans gluten. Ces produits, faciles à préparer, contribuent à la diminution de la fréquence et de la gravité de la maladie cœliaque de l'enfant. Cependant leurs prix sont relativement élevés.

### 1.3.2. Types de farines infantiles

Deux types de farines infantiles peuvent être distinguées (Annik, 1996 ; Bruyeron, 1998) :

- Les farines dites "à cuire", qui nécessitent une cuisson plus ou moins prolongée par l'utilisateur, elles s'obtiennent généralement par des procédés ne modifiant pas de façon importante leurs principaux constituants (torréfaction/grillage, broyage et mélange de différentes matières premières).
- Les farines "instantanées", que l'on prépare sous forme de bouillies par simple mélange avec de l'eau portée à ébullition. Elles consistent en une base amylacée, produites à partir de céréales, tubercules ou légumineuses. Elles correspondent à des technologies de transformation plus complexes ; cuisson au four (type biscuit), séchage sur rouleau, cuisson extrusion. Elles acquièrent après réhydratation et sans cuisson une consistance élevée.

### 1.3.3. Qualité nutritionnelle

Une bouillie préparée à partir de farine infantile est un produit rassasiant, apportant de l'énergie, des protéines, des lipides et des micronutriments. Les matières premières choisies judicieusement et en proportions adéquates doivent apporter des protéines et des lipides en quantités suffisantes, et de qualité satisfaisante. Le plus souvent, il n'y a aucune difficulté à atteindre la teneur minimale en protéine, mais obtenir l'équilibre requis dans les apports en acides aminés essentiels implique de combiner différentes sources telles que céréales et légumineuses. A noter également, qu'il est extrêmement difficile, voire quasiment impossible, d'atteindre les densités en micronutriments recommandées en utilisant seulement des matières premières naturelles, d'où la nécessité d'avoir recours à l'incorporation d'un complément minéral et vitaminique (CMV) (Olive *et al.*, 2020).

La valeur nutritionnelle d'une farine infantile dépend de la densité énergétique (DE) de la bouillie, de sa composition en nutriments essentiels et de la biodisponibilité de ces nutriments. La DE est l'énergie exprimée en kcal contenue dans 100 g de bouillie. Elle dépend de la teneur en matière sèche de l'aliment et de sa valeur énergétique.

Lors de la préparation d'une bouillie, le critère déterminant dans le choix des proportions farine/eau, est sans doute sa consistance désirée et donc, sa viscosité. Or, dans de nombreuses sociétés, les mères prises par de multiples tâches, ne peuvent pas préparer de bouillies plus de deux fois par jour. Par ailleurs, les enfants ne peuvent pas ingérer plus de 30 à 40 ml de bouillies par kg de leur poids à chaque repas en raison de leur capacité stomacale réduite.

Pour augmenter l'ingéré énergétique des nourrissons, il semble donc être nécessaire de mettre en œuvre des traitements enzymatiques et/ou hydrothermiques permettant une hydrolyse partielle de l'amidon, responsable de l'épaississement des bouillies lors de la préparation. Ce qui permet de réduire à un niveau acceptable par les jeunes enfants leur viscosité lorsqu'elles sont préparées à des concentrations en matière sèche suffisantes (Mouquet *et al.*, 1998 ; Olive *et al.*, 2020).

En effet, pour qu'elles puissent compléter les apports du lait maternel lorsque leur fréquence de consommation est de deux fois par jour, les bouillies doivent avoir une densité énergétique moyenne d'environ 120 Kcal/100 ml. Cette densité est deux fois supérieure à la densité énergétique moyenne des bouillies traditionnelles. En outre, elles doivent avoir une consistance suffisamment fluide pour être bien acceptées par les enfants (Tchibindat et Treche, 1995 ; Treche, 1995a ; Laurent, 1997 ; Mouquet *et al.*, 1998).

Les besoins en nutriments essentiels des enfants doivent également être couverts par les farines en complément du lait maternel. La composition souhaitable en nutriments des farines doit être définie par rapport à leur contenu énergétique et être exprimée en gramme, milligramme ou microgramme pour 100 kcal. Elle dépend du niveau des besoins de l'enfant et des autres aliments ingérés. Des objectifs nutritionnels à atteindre dans les aliments de complément destinés aux nourrissons de six mois à deux ans, y compris les farines infantiles, ont pu être établis (Tableau 1) à partir de la synthèse des connaissances des besoins nutritionnels et d'hypothèses sur le niveau de consommation du lait maternel (Mouquet *et al.*, 1998 ; FAO/OMS, 2019)

**Tableau 1.** Composition essentielle d'aliments de complément à base de céréales destinées aux nourrissons en complément du lait maternel (Mouquet *et al.*, 1998 ; FAO/OMS, 2019).

<b>Teneurs minimales et/ou maximales pour 100 Kcal</b>	
<b>Apport énergétique.....&gt;80 Kcal</b>	<b>Minéraux</b>
<b>Protéines et acides aminés</b>	Sodium.....>74mg
Protéines brutes.....<5.5g	Calcium.....>80mg
Protéines digestibles.....>3g	Magnésium.....>19mg
Histidine.....>28mg	Fer.....>4mg
Isoleucine.....>67mg	Potassium.....>129mg
Leucine.....>181mg	Chlore.....>81mg
Lysine.....>120mg	Phosphore.....>114mg
Méthionine + cystine.....>66mg	Iode.....>5g
Phénylalanine + tyrosine .....>138mg	Cuivre.....>40g
Thréonine.....>103mg	Zinc.....>0,8mg
Tryptophane .....>18mg	Manganèse.....> 4g
Valine.....>101mg	Sélénium.....>1,1g
<b>Sucres ajouté.....&lt;5g</b>	<b>Vitamines</b>
<b>Lipides et acides gras essentiels</b>	Vitamine A.....60-180 µg ER
Lipides.....2.1-3.3g	Vitamine D.....1-3 µg
Acide linoléique.....300-1200mg	Vitamine C.....>2.3 mg
Acide linoléique.....>56mg	Vitamine B1.....>50µg
	Riboflavine > 70 g
	Acide folique.....>3 µg
	Acide pantothénique.....>200g
	Vitamine.....B12>0,03g
	Vitamine K1.....>3,3g
	Nicotinamide.....>1,1mg

ER : équivalent rétinol

## Chapitre 2. Technologie des biscuits

### 2.1. Définition

Le terme "biscuit" est dérivé du mot latin "biscoctus", qui signifie "cuit deux fois" (Gallagher, 2008 ; Manley, 2011a). On peut décrire un biscuit entant qu'une matrice complexe constituée de plusieurs cavités avec différentes tailles et formes, qui sont formées pendant la cuisson quand les gaz de levée et la vapeur d'eau sont libérés. Cependant, le développement du réseau glutineux dans les pâtes biscuitières est minime et indésirable (à l'exception de quelques "semi-sweet" biscuits qui peuvent avoir un système glutineux relativement développé). En fait, la texture des biscuits est attribuée en premier lieu à la gélatinisation de l'amidon et le sucre refroidi plutôt qu'à la structure protéine/amidon (Gallagher, 2004b).

### 2.2. Classification

Il n'existe pas de classification officielle des biscuits en raison de la très grande variété des productions et de la multiplicité des composants pouvant entrer dans les diverses fabrications (Gallagher, 2008).

Une classification peut être envisagée en se basant sur la consistance de la pâte avant cuisson (Feillet, 2000 ; Manley, 2011) :

- pâtes dures ou demi-dures : ont une teneur élevée en eau et relativement faible en matières grasses et en sucre. La pâte est ferme et extensible et les biscuits forment un groupe appelé semi-sucré ou dur sucré, type de biscuits secs, sucrés et salés : casse-croute, sablé, petits-beurre, etc. ;
- pâtes molles : contiennent beaucoup moins d'eau et des niveaux relativement élevés de matières grasses et de sucre et même d'œufs. La pâte est courte, ce qui signifie qu'elle présente un caractère extensible très faible. Il s'agit à la fois de biscuits secs, tels que boudoirs, langues de chat et d'articles moelleux tels que génoises, madeleines, cakes, macarons.

Ainsi, plusieurs facteurs peuvent influencer la qualité des biscuits tels que ; la qualité et le niveau des ingrédients utilisés, les conditions de fabrication telles que le pétrissage, le repos et la mise en forme de la pâte, et enfin la cuisson et le refroidissement des biscuits (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998b ; Manohar et Rao, 2002 ; Manley, 2011).

## 2.3. Rôle des principaux ingrédients

### 2.3.1. La farine

Malgré la diversité des produits rencontrés en biscuiterie, la farine de blé reste la matière première principale de ce secteur. Elle constitue un élément clé de la qualité des produits de biscuiterie. Il contribue fortement à la texture et à la forme des biscuits. La nature de ces effets diffère selon les biscuits liés à l'enrichissement en matière grasse et en sucre et à la manière dont la pâte a été préparée. C'est par exemple le cas des biscuits secs et des goûters, qui représentent la part la plus importante des références biscuitières, dont la farine représente plus de 60 Kg par 100 Kg de biscuit (Menard *et al.*, 1992 ; Tharrault, 1997 ; Feillet, 2000 ; Manley, 2011).

Certains facteurs intrinsèques à la farine comme les protéines ont une influence quantitativement et qualitativement importante sur la qualité du produit fini. Le rôle exercé par la teneur en protéines des farines sur leur qualité technologique est essentiellement fonction de la nature du produit fini (Mamat, 2018). D'une façon générale, les fabrications des pâtes à lever lente, fermentées biologiquement (pains et biscottes), exigent des farines à teneur en protéines toujours plus élevée que celles dont la levée rapide est provoquée par des adjuvants chimiques (articles de biscuiterie et de pâtisserie).

Pour une farine biscuitière, la teneur en protéines doit être comprise entre 7,5 et 10 %. A moins de 7,5 %, des problèmes de machinabilité de la pâte apparaissent, mais à 10% et plus, la pâte est trop élastique et se rétrécit beaucoup et les dimensions des biscuits sont difficiles à contrôler (Bartolucci et Launay, 2000 ; Feillet, 2000 ; Pedersen *et al.*, 2004 ; Manley, 2011 ; Davidson, 2016). En outre, l'augmentation de la teneur en protéines favorise la structuration du réseau de gluten formé pendant le pétrissage. Cependant, un réseau glutineux excessivement structuré bloque l'émission gazeuse. En conséquence, le biscuit produit est moins aéré et sa texture est compacte (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a). Néanmoins, dans le cas des formules de biscuits riches en gras et en sucre, des farines fortes peuvent être employées, car le corps de la pâte sera coupé par ces matières (Selselet-Attou, 1991 ; Menard *et al.*, 1992).

### 2.3.2. La matière grasse

En biscuiterie, les matières grasses utilisées sont généralement d'origine végétale (Stauffer, 1998 ; Feillet, 2000). De point de vue technologique, celles-ci permettent d'accomplir un nombre considérable de fonctions telles que :

- ✓ Plasticité ;

- ✓ Contribution structurale ;
- ✓ Incorporation et stabilisation d'air ;
- ✓ Transfert de chaleur ;
- ✓ Qualités organoleptiques.

Les facteurs déterminant la capacité d'une matière grasse particulières à accomplir une ou plusieurs de ces fonctions sont : la plasticité d'une matière grasse solide, le rapport entre la phase solide et liquide ou indice de gras solide (IGS) et sa stabilité à l'oxydation.

Les matières grasses (MG) utilisées dans la fabrication des biscuits sont généralement semi-solides à température ambiante, de sorte qu'elles se mélangent d'une façon homogène avec les autres ingrédients. La (MG) joue le rôle d'agent plastifiant, en particulier dans le cas des pâtes fermes à faible taux d'hydratation (biscuits secs), ce qui se traduit par une diminution de sa consistance sans qu'il soit nécessaire d'ajouter de l'eau supplémentaire qu'il faudra par la suite évaporer. En outre, Elle agit en tant que lubrifiant. Ainsi, en étant dispersée dans la pâte lors du pétrissage, la matière grasse enrobe la farine avant de pouvoir être hydratée en s'opposant à la formation d'un réseau continu de gluten, ce qui coupe le corps de la pâte donnant une pâte moins élastique, d'où vient le rôle "shortennig" (Menard *et al.*, 1992 ; Gallagher, 2008 ; Manley, 2011 ; Davidson, 2016 ; Mamat, 2018).

Par ailleurs, La capacité de la matière grasse de disperser les constituants de la pâte, due à son insolubilité dans l'eau, se traduit après cuisson par la friabilité du biscuit. Cette dernière constitue l'une des caractéristiques recherchées du produit fini. (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a).

La variation des propriétés de la graisse telles que son point de fusion et sa teneur en graisse solide a un effet profond sur sa forme physique (Mamat, 2018). En effet, chaque graisse possède sa plasticité particulière. La zone de fusion du corps gras est importante. Si, d'une part, la température du malaxage dépasse la zone de fusion de la MG, il y aura apparition de l'huile liquide, donnant une pâte huileuse qui n'aura pas les propriétés requises pour être machinée. D'autre part, une température au malaxage au-dessous de la zone de fusion laissera des particules de farine non recouvertes de gras (Menard *et al.*, 1992).

La matière grasse joue, également un rôle important dans l'incorporation et la stabilisation de l'air dans les pâtes biscuitières. Brooker (1993) ; Eliasson et Silverio (1997) ; Stauffer (1998) et Kocer *et al.* (2007) ont montré qu'il existe une relation directe entre le

rapport solide/liquide ou indice du gras solide (IGS) d'une matière grasse solide et la qualité des produits cuits.

Ainsi, au cours du processus à deux étapes de fabrication de biscuits, la matière grasse et le sucre sont d'abord mélangés ou écrémés pour incorporer de l'air. Ces bulles d'air sont les noyaux de propagation de gaz durant la cuisson au four, ce qui crée la structure intérieure du produit fini. En pratique, l'air se trouve dans l'huile liquide. Ainsi, si le IGS est très élevé il n'y a pas de volume d'huile suffisant pour permettre une aération parfaite. D'un autre côté, si le IGS est trop bas, l'air n'est pas bloqué, et il peut échapper avant que le pétrissage de la pâte soit terminé. En effet, il y a une zone des valeurs du IGS pour donner cette aération optimale de la matière grasse fouettée, et qui correspond à la zone plastique.

Dans le processus à une étape, où tous les ingrédients sont mélangés ensemble, l'air est attrapé dans la phase liquide plutôt que dans la phase lipidique, en formant une mousse d'air dans l'eau. En pratique, les cristaux de graisse forment, pendant le pétrissage, une interface graisse solide (cristalline)-eau et peuvent stabiliser un grand nombre de petites bulles d'air par adsorption sur leur surface. Pendant la cuisson au four, un grand nombre de ces cristaux fondent libérant ainsi suffisamment d'interface aux bulles d'air pour s'expanser sans rupture sous l'effet de la vapeur d'eau et du gaz carbonique produits, donnant ainsi un biscuit de volume élevé avec une structure fine.

De toutes les matières premières mises en œuvre, la matière grasse est celle qui a le coefficient de conductibilité thermique le plus élevé. En effet, lors de la cuisson des biscuits les matières grasses ont la propriété d'atteindre rapidement et sans altération des températures relativement élevées (230 à 280°C) par rapport à la température d'ébullition de l'eau. Il est donc facile de penser que la cuisson d'un article sera d'autant plus rapide et plus régulière que chaque particule solide de la pâte sera en contact intime avec la matière grasse (Menard *et al.*, 1992).

Sur le plan organoleptique, le corps gras communique au produit, lorsque celui-ci ne contient aucun parfum surajouté, sa saveur et son arôme.

### 2.3.3. Le sucre

Le sucre est un élément important dans la fabrication des biscuits. Il représente de 15 à 25 % dans la formule d'un biscuit sec, et plus de 25 % en pâtisserie industrielle (Feillet, 2000). Le saccharose, ajouté à l'état cristallin, est le plus employé. Il peut inhiber le développement du gluten pendant le pétrissage de la pâte en concurrençant la farine pour l'eau. Cette affinité pour l'eau provoque aussi le ramollissement de la pâte (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a ;

Gallagher, 2008). D'autre part, le sucre peut retarder la gélatinisation de l'amidon en stabilisant les régions amorphes de ce dernier et augmentant ainsi l'énergie nécessaire pour le gélatiniser (Davidson, 2016 ; Mamat, 2018).

Après cuisson, le saccharose agit en tant qu'agent durcissant en se cristallisant pendant le refroidissement du biscuit, ce qui fait du produit croustillant. En outre, le sucre joue un rôle important dans le développement de la saveur et la couleur du biscuit. Sa caramélisation à une température supérieure à 149 C donne la couleur recherchée et permet d'atteindre différentes nuances (Menard *et al.*, 1992 ; Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a ; Gallagher, 2008 ; Davidson, 2016).

Enfin, le sucre aide à retarder le rancissement de la matière grasse et la multiplication microbienne dans les biscuits. Ainsi, la haute teneur en sucre d'un biscuit favorise une pression osmotique élevée et diminue l'activité de l'eau, ce qui prolonge la durée de conservation (Menard *et al.*, 1992).

#### **2.3.4. L'eau**

L'eau est un ingrédient essentiel dans la formation de la pâte. Elle est considérée, comme un agent liant des autres ingrédients. Elle est nécessaire pour la solubilisation des autres ingrédients, pour l'hydratation des protéines et les carbohydrates et pour le développement du réseau glutineux. Elle a un rôle complexe, en déterminant l'état conformationnel des biopolymères et affecte la nature des interactions entre les différents constituants de la formule et contribue à la structuration de la pâte (Feillet, 2000).

Elle est également un facteur essentiel dans les comportements rhéologiques des pâtes. L'ajout d'eau à la formule réduit la viscosité et l'élasticité de la pâte et augmente son extensibilité. L'augmentation de la quantité d'eau produit également une réduction de la consistance et une augmentation de l'adhérence de la pâte. En revanche, si la proportion de l'eau est trop basse, la pâte devient fragile avec une formation marquée de croûte dû à la déshydratation rapide à la surface (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a).

En outre, la teneur en eau initiale des farines ne revêt pas la même importance selon la fabrication envisagée. Elle est importante en boulangerie et en biscotterie, puisqu'elle intervient dans le taux d'hydratation des pâtes, et donc dans leurs caractéristiques rhéologiques. En biscuiterie, la teneur en eau des farines n'exerce aucune influence sur la qualité de certaines fabrications, comme la gaufrette, où l'on utilise des suspensions pouvant atteindre jusqu'à 100 % d'hydratation (sur la base du poids de la farine). Elle apparaît au contraire, importante pour

certaines pâtes à biscuit faiblement hydratées, de type biscuit sec, où un écart de 1 % dans l'humidité de la farine pourrait entraîner des perturbations en fabrication (Colas, 1998 ; Manohar et Rao, 1999a).

### 2.3.5. Les agents levants

Les agents levants sont un groupe de sels principalement inorganiques qui, lorsqu'ils sont ajoutés à la pâte seuls ou en combinaison, réagissent pour produire des gaz qui forment les noyaux pour le développement de la texture d'un biscuit pendant la cuisson. Le mélange le plus utilisé est celui du bicarbonate d'ammonium et le bicarbonate de sodium (Manley, 2011 ; Davidson, 2016) :

Le bicarbonate d'ammonium est un agent levant extrêmement utile pour les biscuits, car il se décompose complètement lorsqu'il est chauffé, en gaz carbonique, gaz d'ammoniaque et eau et ne laissant ainsi aucun résidu dans le biscuit cuit. Le nom «Vol», sous lequel il est communément connu, dérive de «sel volatil» en raison de cette dissociation complète. La réaction est rapide aux alentours de 60°C, et donc l'expansion de la pâte a lieu lors des premières étapes de cuisson. Il est facilement soluble mais très alcalin donnant des pâtes plus molles qui nécessitent moins d'eau pour une consistance donnée.

Le bicarbonate de sodium, ou soda réagit, en présence d'humidité, avec tous les matériaux acides pour libérer du dioxyde de carbone, se décomposant en sel de sodium et eau. En l'absence d'un acidulant, lorsqu'il est chauffé, le bicarbonate libère une partie de son dioxyde de carbone et reste sous forme de carbonate de sodium. Comme de nombreux ingrédients de biscuits, y compris la farine, ont une réaction acide, il est souvent utile d'utiliser du bicarbonate de sodium comme moyen d'ajuster le pH de la pâte et donc le goût des biscuits résultants. Si le dioxyde de carbone libéré est requis comme agent levant, il est préférable de garder le soda à l'écart des autres ingrédients aussi longtemps que possible, par exemple en l'ajoutant à la dernière étape avec la farine.

Dans de nombreux cas, il s'est avéré satisfaisant et commode d'éliminer tous les acidulants dans les pâtes à biscuits et de n'utiliser que du Vol et du soda.

### 2.3.6. Le sel

Le sel est utilisé dans presque toutes les recettes pour ses propriétés d'amélioration de la saveur. Sa concentration la plus efficace est d'environ 1 à 1,5 % par rapport au poids de la farine, mais à un niveau supérieur à 2,5 %, le goût devient désagréable (Manley, 2011).

## 2.4. La pâte à biscuit

### 2.4.1. Caractéristiques générales

L'ingrédient de base de presque toutes les pâtes à biscuits est la farine, à laquelle s'ajoutent du sucre, de la matière grasse et éventuellement une grande variété d'autres ingrédients. Il existe essentiellement deux types de pâte à biscuits. La différence est déterminée par la quantité d'eau nécessaire pour la formation de la pâte. Lorsque la teneur en eau est relativement élevée et donc relativement faible en matières grasses, le mélange avec la farine entraîne la formation de gluten à partir des protéines hydratées. Le développement du réseau glutineux nécessite un travail mécanique (un pétrissage) et la pâte dure est donc, dite "développée", en référence à l'action mécanique. L'autre type de pâtes, qui varient considérablement dans leur formulation, se caractérise par un taux relativement élevé de matière grasse contre un faible taux d'eau, ce qui entrave la formation et le développement du réseau glutineux et coupe le corps de la pâte. Une pâte qui se détache facilement et qui a donc, une élasticité et une extensibilité minimales est dite "courte" (Menard *et al.*, 1992 ; Feillet, 2000 ; Manley, 1998).

La pâte dure ou développée est utilisée dans la fabrication des biscuits semi-sucrés, le plus souvent appelés "semi-sweet". Généralement, ces pâtes sont mélangées en une seule étape. Tous les ingrédients sont chargés dans le mélangeur et sont bien mélangés pour former une pâte cohérente. Cette procédure de mélange est appelée "all in one". Pour ce type de biscuits, un pétrissage de la pâte est nécessaire et tout le développement du réseau continu de gluten se fait dans le pétrin et le temps de pétrissage est relativement long (Manley, 1998).

En effet, la pâte est le produit intermédiaire entre la farine et le biscuit et de ses qualités dépend la réussite industrielle finale. Dans le but d'obtenir des pâtes biscuitières de bonne qualité, il est donc important de comprendre et de maîtriser toutes les étapes du procédé de fabrication, à savoir ; la formulation, le pétrissage, le laminage. Ainsi, de la machinabilité des pâtes biscuitières après pétrissage va dépendre la découpe et le convoyage jusqu'au système de cuisson (Assifaoui, 2006).

Au cours du pétrissage le mélange de la farine et les autres ingrédients subit un traitement mécanique fournissant l'énergie qui permet l'établissement de nombreuses interactions entre les constituants de la pâte. Il en résulte des variations de consistance qui modifient l'aptitude technologique des pâtes. Ainsi, un pétrissage excessif entraîne un ramollissement de la pâte, une augmentation de la longueur et la réduction du poids de biscuit. Cela est dû à une rupture dans les liaisons entre l'eau et les autres constituants, menant à une

augmentation dans l'eau libre (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998b ; Maache-Rezzoug *et al.*, 1998c ; Maache-Rezzoug *et al.*, 2002). La pâte est, ensuite laminée en plusieurs étapes et le réseau de gluten est aligné dans le sens de laminage. Ensuite, la pâte est laissée se détendre avant la découpe et la mise en forme (Pedersen *et al.*, 2004).

#### **2.4.2. Caractéristiques rhéologiques**

La consistance de la pâte est d'une grande importance. Elle couvre tous les aspects qui peuvent être ressentis dans une pâte le long de sa machinabilité, tels que la résistance à la déformation, la plasticité, l'élasticité et le caractère collant (Manley, 2011). En effet, l'analyse rhéologique constitue un outil important pour le contrôle et la conception des processus de fabrication (Manohar et Rao, 2002). Elle mesure la quantité de stress dans la pâte et indique comment la pâte se comportera dans un ensemble donné de conditions et décrit ses performances le long du processus de préparation (pétrissage, laminage et levée) et pendant la cuisson (Amjid *et al.*, 2013).

Il est courant de classer les techniques rhéologiques selon le type de contrainte imposée (compression, extension, cisaillement, torsion), ainsi que l'amplitude relative de la déformation imposée (petites ou grandes déformations) (Dobraszczyk et Morgenstern, 2003 ; Amjid *et al.*, 2013).

##### **2.4.2.1. Mesure de la texture**

La texture est une propriété sensorielle englobant de nombreux attributs du produit, qui sont basés sur des caractéristiques structurelles. Généralement, l'évaluation de la texture est basée sur l'appréciation des panels sensoriels. Cependant, l'utilisation d'un instrument tel qu'un analyseur du profil de la texture fournit un moyen rapide et efficace de mesure de la texture dans des conditions bien définies et contrôlées. L'analyse du profil de la texture (Texture Profile Analysis TPA) est une méthode simple pour la détermination des propriétés de rupture ou de fracture des systèmes utilisant une compression uniaxiale. Elle simule les propriétés sensorielles détectées par l'homme. Cette technique est basée sur le concept de déformation à grande échelle et est utilisée pour mesurer les caractéristiques mécaniques des aliments solides ou semi-solides. Dans ce test, un échantillon est comprimé/décomprimé deux fois. La courbe force/déformation est enregistrée et à partir de laquelle plusieurs paramètres texturaux peuvent être extraits, citons ; la dureté, la fragilité, adhésivité, élasticité, cohésivité (Kasapis et Bannikova, 2017).

### 2.4.2.2. Mesure des propriétés viscoélastiques

La caractérisation rhéologique des propriétés viscoélastiques comprend l'oscillation dynamique de petite déformation et la compression de grande déformation. En déformation à grande échelle, un cisaillement unidirectionnel continu est appliqué à l'échantillon, ce qui finira par endommager sa structure. En revanche, la déformation à petite échelle se déplace dans deux directions (bidirectionnelles) et n'applique qu'une faible contrainte à l'échantillon, préservant ainsi la structure du matériau. En effet, la nature non destructive du test permet d'effectuer plusieurs mesures en variant les paramètres de mesure tels que le temps, la température, la déformation ou la fréquence (Dobraszczyk, 2017 ; Kasapis et Bannikova, 2017).

La plupart des systèmes alimentaires, dont les pâtes céréaliers, présentent un comportement combiné de type liquide (visqueux) et de type solide (élastique), donnant lieu à la «viscoélasticité». La composante élastique est définie comme le module de stockage ou de conservation ( $G'$ ). La composante visqueuse correspond au module de perte ( $G''$ ). Cependant, la mesure de ces modules dynamique n'est valable que dans un domaine de linéarité où les valeurs ces paramètres sont indépendantes de l'amplitude de la déformation. En effet, un balayage de la contrainte (stress sweep) est préalablement effectué en gardant la fréquence constante. Dans la région de viscoélasticité, les amplitudes de contrainte et de déformation sont linéaires, et les modules  $G'$  et  $G''$  sont constants dans un intervalle de déformation (Kasapis et Bannikova, 2017 ; Sanz *et al.*, 2017)

Les paramètres dérivés, tels que  $\tan \delta$ , représentant l'angle de phase entre les ondes sinusoïdales de la contrainte appliquée et de la déformation mesurée, définie par la relation  $\tan \delta = G''/G'$ . Cette grandeur, appelée aussi tangente de perte, fournit des informations utiles sur le ratio de l'énergie perdue et sur la nature du système testé. Elle est un indicateur de l'organisation de la structure (interaction moléculaire) dans un matériau. Ainsi, un faible  $\tan \delta$  correspond à un matériau hautement structuré avec une prédominance du comportement élastique sur le comportement visqueux. Une valeur élevée de  $\tan \delta$  indique que l'échantillon est plus visqueux (Rao, 2014 ; Sanz *et al.*, 2017).

En outre, la nature du système étudié peut être décrite en fonction de la dépendance du module élastique ( $G'$ ) et du module visqueux ( $G''$ ) à la fréquence appliquée. Ainsi, trois types de système peuvent être distingués : des solutions macromoléculaires ( $G''$  est supérieur à  $G'$ , où les deux paramètres dépendent fortement de la fréquence), des gels forts ( $G'$  est beaucoup plus grand que  $G''$ , et  $G'$  est indépendant de la fréquence), et des gels faibles avec un comportement intermédiaire (Sanz *et al.*, 2017).

## 2.5. Cuisson des biscuits

La cuisson est un processus durant lequel se déroulent de multiples réactions biochimiques et physico-chimiques complexes : expansion de la pâte par production et dilatation thermique de gaz, dénaturation des protéines, gélatinisation partielle de l'amidon, évaporation de l'eau et formation de la couleur (Menard, 1992 ; Chevallier *et al.*, 1999 ; Chevallier *et al.*, 2002).

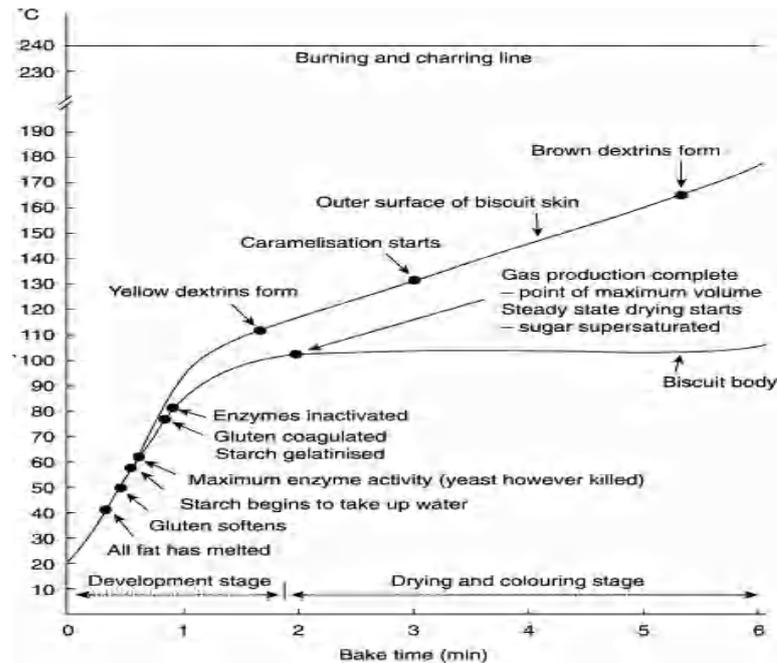
Les changements qui se produisent dans le biscuit ont été décrits comme dépendant étroitement de la température et de la durée de cuisson. Ainsi, selon le type de biscuit, le temps de cuisson peut varier de 2,5 à 15 minutes (Manley, 2011). Des températures de cuisson variant entre 180 et 220°C sont généralement utilisées (Davidson, 2016).

En effet, cinq principaux changements contribuant au développement de la structure et la texture du biscuit pourraient être distinguées. Bien que ces changements soient considérés comme étant séparés et séquentiels (Figure 1), il existe un chevauchement et une coïncidence considérables entre eux :

- Fonte de la matière grasse : la fusion de la matière grasse se produit en générale entre 20 et 40 °C. Elle dépend de son contenu en gras solide et son degré de saturation (Singh et Bhattacharya, 2005 ; Mamat, 2010 ; Manley, 2011). Cette phase est caractérisée par une diminution dans la viscosité de la pâte (Singh et Bhattacharya, 2005 ; Lagauna *et al.*, 2013).
- Expansion gazeuse : Les changements les plus importants se concentrent autour de la formation de bulles de gaz et de leur expansion. Ces gaz, constitués de CO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> et H<sub>2</sub>O, sont le produit, d'une part, de la décomposition chimique des agents levants qui a lieu à des températures allant de 45 à 60°C, d'autre part, de la transformation en vapeur de l'eau. L'expansion de ces bulles de gaz est due à l'augmentation de la température et la pression de la vapeur d'eau à l'intérieur (Chevallier, 2002 ; Lara *et al.*, 2011 ; Manley, 2011 ; Van der Sman, 2021).
- Gélatinisation de l'amidon et coagulation des protéines : Le taux de gélatinisation de l'amidon dépend de la température et de l'eau disponible dans le système. Les granules d'amidon ne sont pas complètement gélatinisés dans le biscuit, en raison de la quantité limitée d'eau. La température de gélatinisation varie selon la source et le type de l'amidon. Elle est, également influencée par la présence du sucre. Les molécules de sucre peuvent former des ponts entre les polysaccharides de la région amorphe des granules en les stabilisant et augmentant l'énergie nécessaire pour la gélatinisation, de sorte qu'elle est déplacée vers des températures plus élevées (Mamat, 2010 ; Mamat, 2018). Cette

température pourrait atteindre de 70 à 90°C (Mamat, 2010 ; Lagauna et *al.* 2013), voir 99°C (Manley, 2011). Les protéines sont dénaturées et coagulées à partir de 70°C (Lostie, 2002 ; Manley, 2011). Ainsi, l'action de l'amidon et des protéines se situe dans la même plage de température rendant la séparation de leurs effets difficiles. L'exemple de l'évolution de la viscosité de la pâte à biscuit en cours du traitement thermique le confirme (Lagauna et *al.*, 2013), contribuant à la prise de la structure du biscuit (Lostie, 2002 ; Lara et *al.*, 2011 ; Singh et Bhattacharya, 2005).

- Perte en masse : La perte en masse du biscuit est essentiellement due à l'évaporation de l'eau contenue initialement dans la pâte. L'humidité ne peut être perdue qu'à partir de la surface du produit, de sorte qu'une migration vers la surface par capillarité et diffusion doit se produire pour permettre au centre du biscuit de sécher. Ces deux phénomènes sont accélérés par les gradients de température. Un chauffage rapide de l'ensemble du produit à 100 °C est nécessaire pour qu'il ait évaporation de l'eau (Manley, 2011). L'élimination de l'eau du biscuit continue avec un taux de séchage accru qui atteint son maximum au début de la formation de la croûte. La vitesse de séchage diminue avec réduction de la teneur en humidité de la pâte qui atteint une rigidité mettant fin à son expansion (Lostie, 2002 ; Singh et Bhattacharya, 2005 ; Lara et *al.*, 2011).
- Coloration de la croûte : les changements de la couleur de surface sont principalement dus au brunissement enzymatique (réaction de Maillard) et la caramélisation des sucres. Les produits résultant des deux réactions dépendent de la composition des aliments, de la température, de l'activité de l'eau et du pH, et peuvent se produire simultanément. La réaction de Maillard a lieu lorsque des sucres réducteurs et des acides aminés, des protéines et/ou d'autres composés contenant de l'azote sont chauffés ensemble, tandis que la caramélisation décrit un groupe complexe de réactions qui se produisent lorsque les glucides, en particulier le saccharose et les sucres réducteurs, sont chauffés directement. L'importance du développement du brunissement n'est pas seulement liée aux aspects sensoriels mais également aux propriétés nutritionnelles. Par exemple, la réaction de Maillard altère le contenu et la biodisponibilité des acides aminés et des protéines, et est liée à la formation de composés nocifs tels que l'acrylamide et l'hydroxyméthylfurfural (HMF). Cependant, certains produits de réaction sont associés à des propriétés nutritionnelles positives telles que l'activité antioxydante (Purlis et Salvadori, 2009 ; Purlis, 2010 ; Soria et Villamiel, 2012 ; Purlis, 2014 ; Nguen et *al.*, 2016).



**Figure 1.** Réactions et changements se produisant dans le biscuit au cours de la cuisson (Manley, 2011).

## 2.6. Critères de qualité d'un biscuit

Dans les procédés industriels, dont font partie les industries de la biscuiterie, la productibilité des lignes dépend du respect des critères de qualité des produits fabriqués. Pour un biscuit, il s'agit de satisfaire à des contraintes dimensionnelles, de poids, de couleur, de goût et de texture. Cette dernière entre pour une part importante dans l'appréciation qualitative d'un biscuit sec par le consommateur. Elle est en outre un indicateur de la fraîcheur du produit. Des mesures simples comme les dimensions, la teneur en eau ou encore la masse volumique apparente (densité) peuvent, dans un premier temps renseigner de façon satisfaisante sur les propriétés texturales d'un biscuit sec. Ainsi, à un produit aéré correspond une texture qualifiée de "friable" (Tharrault, 1997).

En outre, les propriétés texturales des biscuits secs peuvent être directement caractérisées. Ainsi, lorsqu'une contrainte mécanique est appliquée selon une direction donnée, une déformation instantanée et irréversible peut provoquer une rupture partielle ou totale de l'échantillon. Plusieurs méthodes et types de sollicitation mécanique ont été employés. La pénétrométrie est l'une des méthodes mécaniques mettant en place une compression renouvelée, couplée éventuellement à un cisaillement, permet d'enregistrer des courbes force-déplacement à partir desquelles des paramètres de texture ont été calculés par détermination du nombre et de l'amplitude des pics (Maache-Rezzoug et al., 1998a ; Tharrault, 1997).

## Chapitre 3. Biscuits sans gluten

### 3.1. Farines sans gluten pouvant être utilisées

#### 3.1.1. La farine de riz

La farine de riz est l'une des farines de céréales les plus utilisées comme substitut de celle du blé dans la préparation de produits destinés aux personnes intolérantes au gluten. En raison de ses propriétés nutritionnelles uniques, en particulier l'hypoallergénicité de ces protéines et la plus grande digestibilité de son amidon, elle est considérée comme la plus appropriée pour la formulation de produits céréaliers infantiles (Gujral et Rosell 2004; Kadon et *al.*, 2008 ; Rosell et Marco, 2008 ; Bao et Bergman, 2018).

En se basant sur la taille des grains, le riz peut être classé en trois variétés : long, moyen et court. Le riz à grain long se caractérise par une teneur en amylose apparente intermédiaire (21-23 %) et une température de gélatinisation intermédiaire (69-3°C). Les variétés à grains moyens et courts ont une faible teneur en amylose apparente (15-20%) et des températures de gélatinisation relativement basses (63-68°C) (Wilkinson et Champagne, 2004).

L'amidon est le principal constituant de la farine de riz, avec environ 80 %. Il détermine les propriétés physiques et la fonctionnalité des grains de riz. Ces propriétés sont significativement influencées par la variété et le type de broyage des grains (Champagne, 2004 ; Rosell et Marco, 2008). D'une manière générale, les études attribuent les différences de qualité des produits élaborés avec de la farine de diverses variétés de riz aux différences de teneur en amylose. Ainsi, Les farines obtenues à partir de riz à grains courts ou moyens, à faible teneur en amylose et à basse température de gélatinisation, produisent des pains avec des volumes spécifiques plus élevés et une fermeté plus faible (De la Hera et *al.* 2013a). Ces variétés ont donné des biscuits de texture supérieure à celles du riz à grain long, présentant une texture excessivement sèche et sablonneuse (De la Hera et *al.* 2013b).

La méthode de broyage détermine la taille des particules de la farine de riz ainsi que le taux d'endommagement de l'amidon. Des farines de riz à granulométrie moyenne montrent de bonnes performances en boulangerie. En effet, des particules plus fines avec des niveaux élevés d'amidon endommagé ne conviennent pas, selon Rosell et Marco (2008), à la fabrication du pain, mais pourraient être utilisées dans la production de biscuits. Ainsi, De la Hera et *al.* (2013a) ont reporté que les farines les plus fines conduisent à la moins bonne rétention des gaz produits lors de la fermentation et donnent des pains de volume spécifique plus faible. En outre, De la Hera et *al.* (2013b) ont montré que les fractions de farine de riz plus fines produisent des pâtes à faible volume spécifique aux petites bulles uniformes, qui ont donné des biscuits avec

un indice de volume et de symétrie élevé et une faible fermeté. Par ailleurs, un taux élevé d'amidon endommagé résulte dans un faible volume spécifique de pain avec une structure de pores irréguliers (Wu et al 2019).

Les protéines constituent le second composant le plus abondant du riz usiné, à environ 7 %, teneur relativement faible par rapport à celle des autres grains céréaliers (Shih, 2004 ; Rosell et Marco, 2008). Ces protéines se composent de glutéline (80%), de globuline (12%), d'albumine (5%) et de prolamine (3%), qui se dissolvent respectivement dans l'alcali, le sel, l'eau et l'éthanol (Shih, 2004 ; Wani et al., 2012).

De point de vue nutritionnel, le riz est unique parmi les céréales du fait que sa protéine de stockage est principalement la glutéline, tandis que dans la plupart des autres céréales, il s'agit de la prolamine. Cela fait que la lysine, le premier acide aminé essentiel limitant dans les céréales, est le plus élevée dans le riz (Shih, 2004 ; Wilkinson et Champagne, 2004 ; Rosell et Marco, 2008). En outre, la faible teneur en prolamines est à l'origine de l'hypoallergénicité des protéines du riz.

De point de vue technologique, les prolamines sont responsables de la viscosité et de l'extensibilité dans la pâte. Leur faible teneur dans le riz, qui est de 2,5 à 3,5 % des protéines, contre 40 à 50 % dans le blé, leur rendent incapables de former avec les glutelines un réseau de gluten viscoélastique responsable de la rétention des gaz produits lors de la fermentation et de la cuisson (Gujral et Rosell 2004; Rosell et Marco, 2008).

### 3.1.1. La farine de pois chiche

Le pois chiche (*Cicer arietinum L.*) fait partie des graines de légumineuses les plus utilisées pour l'alimentation humaine qui sont les haricots, les lentilles, les pois et les fèves. Il constitue la deuxième culture de légumineuses la plus importante au monde, après le haricot sec (FAOSTAT, 2018). La principale caractéristique de ces graines est leur teneur élevée en protéines (20-40%). Ces protéines sont généralement riches en acides aminés indispensables et en particulier en lysine, mais elles sont relativement pauvres en acides aminés soufrés et en tryptophane. Leur combinaison avec les céréales, qui sont déficitaires en lysine, permet d'assurer un apport protéique de qualité (Asif et al., 2013 ; Sánchez-Chino et al., 2015 ; Rémond, 2016)

Beaucoup de légumineuses contiennent des facteurs antinutritionnels tels que les inhibiteurs de protéases, les lectines, les saponines, l'acide phytique, des alcaloïdes et des tanins. Présents en grande quantité, ces composés peuvent entraîner une réduction de la

digestion des aliments et de l'absorption des nutriments. Néanmoins, il faut noter que la plupart de ces facteurs antinutritionnels peuvent être inactivés par un traitement thermique. En plus, les graines décortiquées en sont plus pauvres que les graines entières (Asif et *al.*, 2013). Cependant, des doses modérées de certaines de ces facteurs antinutritionnels pourraient même avoir des effets bénéfiques pour la santé (prévention des maladies cardiovasculaire ou des cancers) (Sánchez-Chino et *al.*, 2015 ; Rémond, 2016).

En Algérie, le pois chiche occupe une place importante dans le domaine agricole. En termes de production, cette espèce occupe la deuxième place après la fève et la féverole (FAOSTAT, 2018). Généralement, le pois chiche contient des quantités relativement importantes de protéines et de lipides par rapport aux autres légumineuses contre des niveaux relativement faibles de facteurs antinutritionnels. Il constitue, également une source importante de vitamines du groupe B et de certains minéraux (Muzquiz et Wood, 2007; Wood and Grusak, 2007 ; Asif et *al.*, 2013).

Ainsi, la séparation technologique de ces protéines produit des fractions de composition en acides aminés très contrastées, ce qui permet d'envisager la recombinaison d'ingrédients protéiques de qualité optimisée (enrichis en acides aminés spécifiques, possédant un rôle fonctionnel particulier. Ces ingrédients pourraient être utilisés dans la formulation de produits alimentaires destinés à des populations ciblées, telles que les personnes âgées, les sportifs, ainsi que dans les produits sans gluten (Rémond, 2016).

En outre, Plusieurs études se sont intéressées à l'incorporation des farines de pois chiche à des formulations de base de divers produits de biscuiterie pour des fins nutritionnelles et technologiques (Gómez et *al.*, 2008 ; Kohajdová et *al.*, 2011 ; Yamsaengsung et *al.*, 2012 ; Gadallah, 2017 ; Sarabhai et *al.*, 2017 ; Sadigova et *al.*, 2018 ).

### **3.2. Améliorants alimentaires**

Dans la formulation des produits de boulangerie et de biscuiterie sans gluten, le remplacement du gluten au tant qu'une protéine essentielle conférant à la pâte ses propriétés viscoélastiques responsable de la rétention gazeuse et à la structure de beaucoup de produits, présente un défi technologique important. Ces dernières années il y a sensiblement eu plus de recherches sur les produits sans gluten comportant une approche diverse qui inclue l'utilisation des amidons, des hydrocolloïdes et d'autres protéines sans gluten, comme solutions de substitution au gluten. Ces ingrédients peuvent imiter les propriétés viscoélastiques du gluten

et améliorer la structure, le goût, l'acceptabilité et la durée de conservation des produits de boulangerie sans gluten (Gallagher, 2004a ; Gallagher, 2008, Gómez et Sciarini, 2015 ; Javaria *et al.*, 2016).

### 3.2.1. Les gommages

Les gommages sont des hydrocolloïdes de nature glucidique qui sont aujourd'hui largement utilisés dans divers secteurs, notamment dans des applications alimentaires pour donner de la texture et de l'apparence ainsi que pour améliorer la stabilité du produit. Suivant leur origine, les gommages peuvent être classées en gommages naturelles (d'origine végétale et microbienne) et gommages synthétiques. Les gommages d'origine végétales peuvent être extraites des arbres, des feuilles, des graines et des algues. Les gommages d'origine microbienne sont obtenues par synthèse de ces macromolécules par des souches sélectionnées de micro-organismes en conditions contrôlées dans des fermenteurs. Les gommages synthétiques sont obtenues par modification ou dérivation des substances naturelles par synthèse chimique. Sur la base de leur fonctionnalité dans un système alimentaire, les gommages peuvent être classés principalement en : gélifiantes et épaississantes (Tableau 2) (Abdel-Aal, 2009; Williams *et al.*, 2009 ; BeMiller, 2011 ; Li et Nie, 2016).

**Tableau 2.** Différentes origines et fonctions des principales gommages commercialisées (Abdel-Aal, 2009 ; Williams *et al.*, 2009).

Origines	Gommages	Fonctions
<b>Origine végétale</b> *Exsudats de plantes	Gomme arabe gomme ghatti gomme karaya	Epaississant Epaississant Epaississant
*Extrait de fruits *Extrait de graines *Extrait d'algues	Pectines Gomme guar Gomme caroube Agar Alginates Carraghénanes	Gélifiant Epaississant Epaississant Gélifiant Gélifiant Gélifiant
<b>Origine microbienne</b>	Xanthane	Epaississant
<b>Origine synthétique</b>	Dérivés de cellulose Pectines méthylés	Epaississant gélifiant

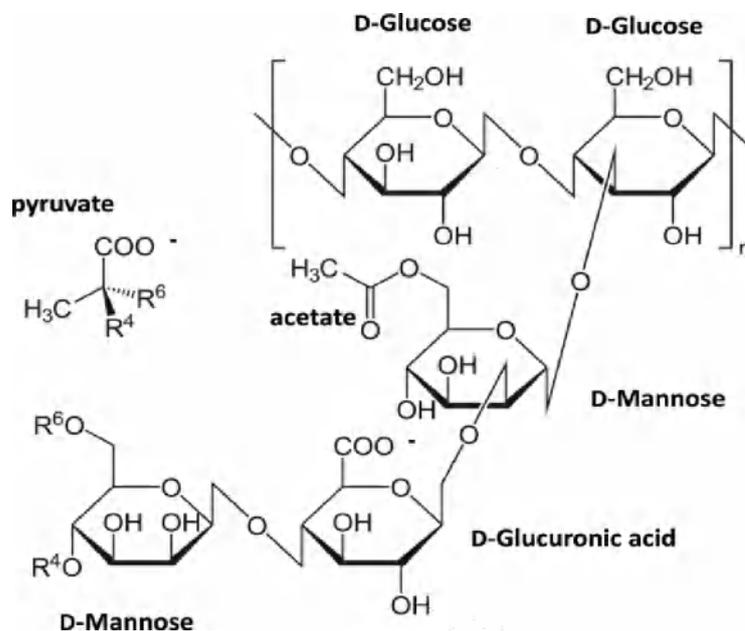
En boulangerie sans gluten, les formulations sont généralement élaborées à partir de farines et d'amidons autres que celle de blé. Les gommages sont incluses comme substitut de gluten

pour améliorer, à travers leurs fonctionnalités, les propriétés viscoélastiques des pâtes et texturales des produits finis augmentant leur acceptabilité (Gallagher, 2008 ; Abdel-Aal, 2009).

### 3.2.1.1. La gomme de xanthane

La gomme de xanthane est un hétéropolysaccharide extracellulaire, synthétisé par une bactérie *Xanthomonas campestris*. Ce polymère est commercialisé essentiellement sous forme d'une poudre obtenue par précipitation du polysaccharide contenu dans le moût de fermentation à l'aide d'un solvant organique polaire (Morris, 2006 ; Sworn, 2009).

La structure primaire de la gomme de xanthane consiste en une chaîne principale de cellulose, c'est-à-dire de monomères  $\beta$ -D-glucose liés entre eux par liaison O-glycosidique (1-4). Cette chaîne porte un branchement latéral triosidique tous les 2 glucoses. Ce branchement est constitué d'un  $\alpha$ -D-mannose lié à la chaîne principale par liaison osidique (1-3), d'un acide  $\beta$ -D-glucuronique lié au 1er mannose par liaison osidique (1-2) et d'un  $\beta$ -D-mannose lié à l'acide glucuronique par liaison osidique (1-4). Le premier mannose est le plus souvent acétylé en position 6 et le deuxième mannose peut être pyruvylé par liaison cétales en position 4 et 6 (Figure 2) (Simon et Cerles, 2000).



**Figure 2.** Structure primaire du xanthane (Petri, 2015).

En solution aqueuse, la gomme xanthane présente une structure ordonnée secondaire en double hélice à basse température. La gomme est soluble dans l'eau chaude ou froide et les

solutions présentent un écoulement hautement pseudoplastique. Sa viscosité a une excellente stabilité sur une large plage de pH et de température et le polysaccharide est résistant à la dégradation enzymatique (Sworn, 2009 ; Bemiller, 2019).

Dans cette conformation, les chaînes latérales des trisaccharides sont alignées avec le squelette et stabilisent la conformation globale par des interactions non covalentes, principalement des liaisons hydrogène. En solution, les chaînes latérales s'enroulent autour du squelette, protégeant ainsi les liaisons labiles (1-4) des attaques. Cette protection semble être responsable de l'excellente stabilité de la gomme dans des conditions défavorables (Sworn, 2009).

Les propriétés du xanthane qui le rendent stable et utile dans les systèmes alimentaires peuvent se résumer en (BeMiller, 2019) :

- Solubilité dans l'eau chaude et non chauffée ;
- Viscosité élevée de la solution à faible concentration ;
- Stabilité thermique unique de la viscosité en solution à plus de 100°C, même à faible pH ;
- Rhéologie de solution hautement pseudoplastique ;
- Excellente stabilité aux acides ;
- Stabilité dans les systèmes à haute teneur en sel (compatibilité avec de fortes concentrations de sel) ;
- Résistance à l'action des enzymes présentes dans les systèmes alimentaires.

Les solutions de gomme de xanthane subissent une transition conformationnelle pendant le chauffage qui est censée être associée au passage d'un état ordonné rigide à basse température à un état désordonné plus flexible à haute température. Ce changement conformationnel se traduit par un changement sigmoïde de la viscosité (Sworn, 2009).

D'après Abdel-Aal (2009), l'ajout de xanthane aux formules sans gluten a l'effet le plus prononcé sur les propriétés viscoélastiques des pâtes sans gluten par rapport aux autres gommes. En outre, le xanthane ajouté à des farines sans gluten permet de donner des courbes de farinographe similaires à celle du blé.

### 3.2.1.2. La gomme de caroube

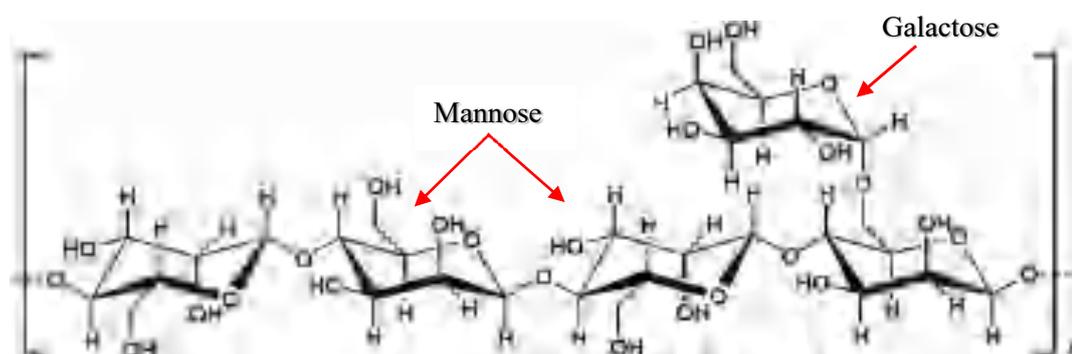
Le caroubier *Ceratonia siliqua L.* appartient à la famille des légumineuses (Fabacées). C'est une essence thermophile cultivée en climat méditerranéen, mais originaire de pays arabes. Il se retrouve dans la région méditerranéenne, principalement en Portugal, Espagne, Italie,

Grèce, et au Maroc. La gousse de caroube est principalement composée de deux éléments: la pulpe et les graines qui représentent respectivement, 90% et 10% du poids de la gousse (Dakia *et al.*, 2008).

Selon le FAOSTAT (2019), la production mondiale de la caroube en 2017 est estimée à 136 539 tonnes. La plus grande production est celle du Portugal avec 41909 tonnes, suivie par l'Italie (28910 tonnes) et la Maroc (21983 tonne). L'Algérie, étant parmi les dix principaux producteurs dans le monde, a connu une production de 4042 tonnes pour la même année contre 2600 tonnes pour l'Espagne et 847 tonnes pour la Tunisie.

La gomme de caroube est un polysaccharide de réserve, appelé galactomannane que l'on retrouve dans l'endosperme translucide qui représente 40 à 50 % du poids de la graine (Daas *et al.*, 2000). L'endosperme se compose généralement de ; 73% à 87 % de polysaccharide, 8 % à 14 % d'humidité, 3 % à 6 % de protéines, 1 % à 4 % de fibres, 0,8 % à 2,0 % de cendres et de 0,5 % à 1,0 % de lipides (Morris, 2006).

Les galactomannanes sont constitués d'une chaîne principale de résidus D-mannopyranoses liés en  $\beta$ -(1-4) sur laquelle se greffent des résidus D-galactopyranoses uniques grâce à une liaison de type  $\alpha$ -(1-6) (Figure 3) (Wielinga, 2009 ; Gillet *et al.*, 2014).



**Figure 3.** Structure de la gomme de caroube (barak et Mudgil, 2014 ; Zhu *et al.* 2019).

Le rapport mannose/galactose des galactomannanes et la distribution des résidus galactose le long de la chaîne de mannose sont spécifiques de l'espèce végétale. Ces deux éléments, ainsi que la longueur des chaînes, permettent une distinction entre les différents types de galactomannanes. En effet, les galactomannanes constituant la gomme de caroube possèdent, en moyenne, un M/G de 3.5 à 4. La gomme tara et celle de guar, deux autres gommes

commerciallement importantes possèdent un rapport moyen de 2.7 à 3 et 1.55 à 2, respectivement (Morris, 2006 ; Dakia *et al.*, 20010). Généralement, un rapport plus ou moins élevée en mannose-galactose (faible degré de substitution), comme c'est le cas de LBG, le galactomannane n'est que partiellement soluble dans l'eau, tandis qu'à des niveaux très élevés de substitution, les polymères sont entièrement soluble (Pollard et Fischer, 2006).

### 3.2.1.3. Interactions entre gommages

Plusieurs combinaisons binaires de gommages offrent la propriété de former des gels, à des concentrations bien inférieures à une utilisation de ces polysaccharides seuls. Il est, dès lors, économiquement intéressant d'y avoir recours comme agents co-gélifiants pour des applications alimentaires. Ces phénomènes de synergie conduisant à des changements de comportement rhéologique et de texture vont ainsi du gel très moelleux jusqu'à des gels très rigides. Notons que ces gels sont thermoréversibles (Gillet, 2014 ; Jo *et al.*, 2018).

Parmi les nombreux hydrocolloïdes couramment utilisés à l'échelle industrielle, le xanthane et les galactomannanes présentent un grand intérêt en raison de leurs propriétés de stabilisation et de texture. Lorsqu'ils sont mélangés, les deux polysaccharides sont bien connus pour interagir fortement en solution aqueuse. En conséquence, une forte augmentation de la viscosité ou même une formation de gel se produit, alors que chacun des deux polymères est incapable de gélifier seul. Une telle synergie est avantageuse pour les industriels et représente ainsi un champ de recherche important (Bresolin *et al.*, 1999; Casas *et al.*; 2000; Khouryieh *et al.*, 2006; Sandolo *et al.*, 2010; Koop *et al.*, 2012; Renou *et al.*, 2013; Grisel *et al.*, 2015; Takemasa et Nishinari, 2016 ; Jo *et al.*, 2018).

Le mélange de xanthane et de galactomannanes est l'un des systèmes gélifiants synergiques les plus anciens et les plus étudiés (Saha et Battacharya, 2010). Ainsi, la gomme de xanthane forme des gels thermoréversibles lorsqu'elle est mélangée à certains galactomannanes végétaux tels que la gomme de caroube, de guar ou la gomme tara. La capacité à former de tels gels dépend du niveau et de la distribution des chaînes latérales sur le squelette du galactomannane (Morris, 2006).

Il est généralement admis que le xanthane interagit avec les régions « lisses » non substituées de la chaîne principale des molécules de galactomannane. En effet, les galactomannanes avec moins de chaînes latérales de galactose et plus de régions non substituées réagissent plus fortement, expliquant, ainsi pourquoi les interactions synergiques sont plus

prononcées pour la gomme de caroube qui a un rapport mannose/galactose (M/G) d'environ 4 que pour la gomme de guar qui a un rapport M/G d'environ à 2. Les chaînes de xanthane et de polymannane s'associent après la transition bobine-hélice de xanthane. Ainsi, le chauffage des solutions de xanthane/guar au-dessus de 80°C entraîne une plus grande interaction synergique. Les mélanges de xanthane et de LBG nécessitent un chauffage à 90-95°C pour hydrater complètement le LBG et maximiser l'interaction synergique. Généralement, l'interaction synergique avec les galactomannanes est à son maximum dans l'eau déionisée à pH neutre et elle est réduite à des concentrations élevées de sel et à un pH bas. Les optima des ratios de gommes sont de 80:20 pour la gomme guar : xanthane et de 40:60, voire 50:50 pour celle de caroube : xanthane (Sworn, 2009 ; Saha et Battacharya, 2010).

### 3.2.2. Les émulsifiants

#### 3.2.2.1. Définition

Les émulsifiants appartiennent à un groupe de substances chimiques caractérisées par des propriétés amphiphiles, qui sont dues à la coexistence des fonctionnalités lipophile et hydrophile au sein d'une même molécule. Cela signifie que l'émulsifiant présente en même temps des affinités avec les substances polaires et non polaires (Bueschelberger et *al.*, 2015).

Le caractère important des émulsifiants est qu'ils agissent tant que tensioactifs réduisant les forces de tension superficielle à l'interface de deux phases normalement non miscibles en se dissolvant ou en se complexant avec les deux et d'obtenir une plus grande stabilité (Manley, 2011).

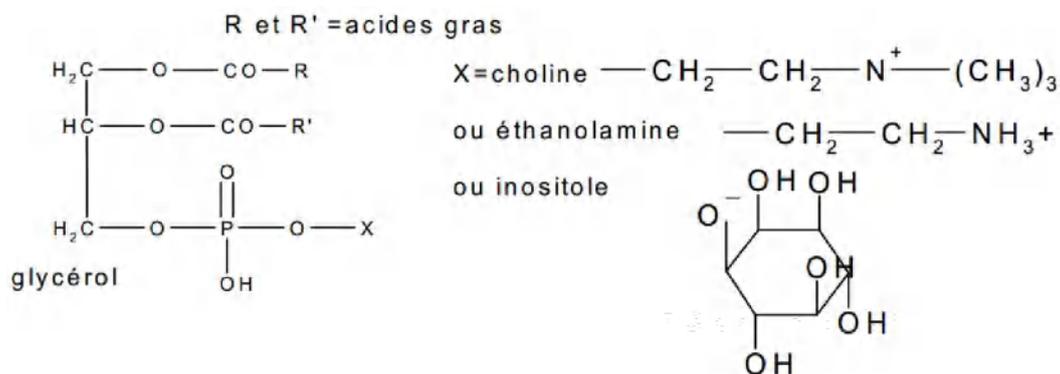
La plupart des émulsifiants sont des produits chimiques de synthèse. Les matières premières de base pour leur production sont les triglycérides. Le choix de la source d'acides gras pour un émulsifiant est un paramètre important, car les propriétés d'interphase de l'émulsifiant peuvent être contrôlées par la longueur de la chaîne lipophile et également par le nombre de double liaisons présentes dans les groupements d'acides gras (Bueschelberger et *al.*, 2015 ; Orthofer et Kim 2019). Parmi les émulsifiants synthétiques, nous citons : glycerol monostearate (GMS), diacetylated tartaric esters of monoglycerides (DATEM), sorbitan stearates (SS); sodium stearyl lactate (SSL), Diacetyl tartaric acid ester of monoglyceride (DATA ester).

Les lécithines sont des émulsifiants naturels formant des mélanges naturels de divers phospholipides contenant du glycérol et de l'acide phosphorique (phosphoglycérides). Elles sont présentes dans tous les tissus animaux et végétaux, mais se trouvent en quantités

importantes dans le jaune d'œuf (8-10%) et les graines de soja (2,5%) qui est la principale source des lécithines végétales (Manley, 2011). Elles sont dérivées de sn-glycéro-3phosphate qui constitue leur structure de base (Figure 4).

Si « R1 » et « R2 » sont des acides gras, nous parlons de diacyl-glycérophospholipides. S'il n'y a qu'un seul acide gras et que « R1 » ou « R2 » est un atome d'hydrogène, nous parlons alors de mono-acyl-glycérophospholipides. Les résidus acyle R1 et R2 peuvent différer considérablement (longueur de chaîne, degré de saturation), selon leur origine. De plus, dans les produits naturels, « R1 » et « R2 » sont rarement de la même nature chimique. L'acide gras attaché à C2 est généralement moins saturé que celui attaché à C1. Les différentes espèces de glycérophospholipides diffèrent par la nature de l'alcool « R3 », qui est estérifié avec le phosphate (exception : l'acide phosphatidique, où « R3 » est un atome d'hydrogène). Il peut prendre la forme d'un alcool aminé (choline, éthanolamine), d'un alcool polyvalent (inositol, glycérol) ou d'un acide hydroxyaminé (sérine) (Bergenstahl, 2008 ; Bueschelberger et *al.*, 2015).

Les formules générales des lécithines sont les suivantes :



**Figure 4.** Structure de base des lécithines (Denil et Lannoye, (2004).

### 3.2.2.2. Effets sur les constituants de la farine

La fonction des émulsifiants de favoriser la miscibilité des phases grasse et aqueuse est souvent d'importance secondaire dans les produits de boulangerie. La complexation de l'amidon, le renforcement des protéines et l'amélioration de la fonctionnalité d'une matière grasse peuvent être la fonction principale (Hasenhuettl, 2008 ; Manley, 2011 ; Bueschelberger et *al.*, 2015 ; Deffenbaugh, 2019 ; Orthoefer et Kim 2019) :

- **L'amidon** : certains émulsifiants présentent la propriété de se complexer avec la fraction amylose de l'amidon. Lors de la préparation de la pâte, seules de petites quantités d'émulsifiants sont liées à l'amidon. La liaison ne se produit que lorsque la température augmente jusqu'à une température proche de celle de gélatinisation. Cette complexation amidon/tensioactif stabilise le granule d'amidon en réduisant la tendance de l'amylose à diffuser hors du granule, affecte le gonflement de l'amidon et par conséquent, sa gélatinisation. Cette complexation entrave aussi la cristallisation de l'amidon, souvent appelée « rétrogradation » ralentissant, ainsi le processus de rassissement.

- **Les protéines** : avec les protéines de la farine, un autre type d'interaction peut être impliqué. Des changements dans les propriétés viscoélastiques du gluten peuvent avoir lieu en améliorant la tolérance de la pâte au cours de son pétrissage et sa machinabilité. Les parties lipophiles des tensioactifs interagissent avec les régions hydrophobes des protéines contribuant au dépliement ou à la dénaturation de la protéine. L'effet global est l'agrégation de la protéine de gluten et une augmentation de la résistance de la pâte. Ainsi, le résultat souhaité de l'interaction des protéines avec les émulsifiants est appelé renforcement de la pâte.

- **Les lipides** : toute une gamme d'émulsifiants peut être utilisée dans le shortening. Cependant, la sélection et l'ajout d'un émulsifiant ou un autre à une base de matière grasse peuvent modifier considérablement son application. Ainsi, l'ajout de lipides polaires à la farine augmente le volume du pain lors de la panification. L'amélioration est probablement basée sur l'effet des galactolipides et des phospholipides. Les émulsifiants peuvent interagir avec la phase aqueuse de la pâte, formant des structures lipide-eau associées avec les lipides polaires libres de la farine.

### 3.2.2.3. Application en biscuiterie

Dans le cas des biscuits, seules de faibles concentrations d'émulsifiants (<2 %) sont nécessaires, car ces additifs peuvent donner des saveurs indésirables et sont généralement limités par la législation alimentaire. En outre, de nombreuses recherches ont été menées sur les biscuits allégés dans le but de réduire les graisses dans l'alimentation pour des raisons de santé. Cependant, la simple réduction de la teneur en matières grasses de la pâte nécessite plus d'eau pour atteindre la consistance souhaitée et l'eau supplémentaire permet une plus grande hydratation des protéines de la farine et plus de formation de gluten. Ceci, à son tour, donne une pâte et un biscuit plus durs. Ainsi, avec des quantités et de types d'émulsifiants appropriés,

il était possible de réduire la teneur en matières grasses et d'avoir toujours des biscuits qui ont des qualités similaires aux produits d'origine (Manley, 2011).

Dans les pâtes à biscuits, un émulsifiant permet une répartition homogène de la phase grasse sur les ingrédients hydrophiles tels que la farine, le sucre, etc. La phase grasse est donc plus efficace si elle a tendance à se présenter sous forme de films ou de très petites gouttelettes plutôt que de globules (Bueschelberger *et al.*, 2015).

La lécithine est utilisée dans les formulations de biscuits à 0,25–1,0 % du poids de la farine. Elle produit en général une pâte "plus sèche" avec des niveaux d'humidité et de matière grasse équivalents. Cette pâte a une consistance plus machinable avec une réduction du temps de pétrissage et du développement donnant des biscuits plus tendres (Orthoefer et Kim, 2019).

En utilisant de la lécithine aux taux suggérés (0,25–1,0 %), il est possible de réduire la teneur en matières grasses d'une pâte jusqu'à 10 % et d'obtenir une pâte et un biscuit avec une qualité comparable (Manley, 2011).

Dans les produits sans gluten, la fonction de l'émulsifiant inclue la réduction de la tension superficielle pour aider à stabiliser les cellules d'air et améliorer la structure finale du produit. Des biscuits sans ou à faible teneur en matières grasses sont produits en utilisant des émulsifiants supplémentaires en conjonction avec des substituts à base d'amidon ou des hydrocolloïdes et des gommes pour plus de fonctionnalité. Ils ont tendance à avoir des propriétés semblables à celles des graisses grâce à leur effet de dispersion dans les matrices des aliments transformés (Orthoefer et Kim 2019)

Matériel  
et  
Méthodes

### Démarche expérimentale

L'objectif de notre travail est la formulation et l'élaboration d'un aliment de complément sans gluten équivalent de farine infantile sous forme de biscuit, pouvant être consommé sous forme solide ou délayé dans un liquide (bouillie), auquel nous donnons le nom composé de "farine-biscuit". Ce qui permet de couvrir les deux âges (nourrissons et enfants en bas âge) et contribuer à la diversification et l'amélioration de l'alimentation sans gluten pour des enfants cœliaques algériens.

La démarche expérimentale adoptée pour ce travail consiste, d'une part, à l'étude de l'aptitude technologique de farines sans gluten à donner ce type d'aliment "farine-biscuit", d'autre part, à l'étude des possibilités d'amélioration de la qualité et de l'acceptabilité de cet aliment par incorporation d'ingrédients naturels connus pour leurs potentiels améliorants (Figure 5).

L'étude expérimentale comprend les parties suivantes :

- **Première partie** : formulation selon des objectifs nutritionnels adaptés aux aliments de complément à base de céréales, destinés aux nourrissons et enfants en bas âge. Cette formulation est basée sur une complémentation céréales-légumes secs. L'aliment formulé est une farine infantile à base de riz-pois chiche, proposée sous forme de biscuit.

- **Deuxième partie** : étude de la faisabilité technologique selon un diagramme de fabrication adapté, qui consiste à l'étude de l'effet des paramètres (temps et température) de cuisson, étape clé dans le procédé de fabrication des farines-biscuits, et l'effet du taux d'hydratation des pâtes biscuitières sur la qualité des farines-biscuits fabriqués en utilisant la méthode des surfaces de réponse. Les paramètres évalués sont : l'humidité finale, le taux de gélatinisation de l'amidon, le volume spécifique et la teneur en facteurs antitrypsiques des farines-biscuits.

- **Troisième partie** : incorporation d'ingrédients fonctionnels naturels permettant l'amélioration des propriétés rhéologiques des pâtes et physiques des biscuits sans gluten pour se rapprocher le plus possible à celles du témoin de blé. Les améliorants utilisés sont : les gommés alimentaires de xanthane et de caroube et la lécithine de soja. Les paramètres de qualité étudiés sont ; le profil de texture des pâtes (dureté, élasticité, adhésivité et cohésivité) et leur viscoélasticité linéaire (modules de perte  $G''$  et celui de conservation  $G'$ ). Pour les biscuits, nous

avons envisagé l'étude des paramètres physiques, à savoir ; le volume spécifique, l'activité de l'eau et la texture (dureté).

Une évaluation sensorielle des farines-biscuits sans gluten avec et sans améliorants, ainsi qu'une caractérisation microscopique de leur structure interne et celle des pâtes, est également réalisée.

- **Quatrième partie** : étude de la forme délayée de notre aliment qui consiste à évaluer les propriétés rhéologiques des bouillies préparées à partir des différentes farines-biscuits fabriquées, avec comparaison à deux témoins. Il s'agit de l'étude des courbes d'écoulement de six bouillies, à savoir ; la bouillie préparée à partir de la farine-biscuit sans gluten et sans améliorant, celle préparée à partir de la farine-biscuit contenant uniquement du xanthane comme améliorant, celle avec une combinaison de gommes de xanthane-caroube, celle contenant de la lécithine de soja, celle du biscuit témoin de blé fabriqué et enfin, la bouillie sans gluten préparée à partir d'une farine infantile sans gluten de commerce.

Cette thèse est financée par le programme national exceptionnel (PNE) et par l'institut de l'INATAA. Université Frères Mentouri Constantine 1 (U.F.M.C.1).

Les résultats obtenus constituent le fruit d'une expérimentation réalisée au sein des institutions suivantes :

- L'équipe de recherche T.E.P.A. du laboratoire L.N.T.A. de L'I.N.A.T.A.A, U.F.M.C.1 ;
- L'institut de Recherche pour le Développement (IRD) de Montpellier, France ;
- L'institut d'Agrochimie et de Technologie Alimentaire (IATA-CSIC). Valence. Espagne.

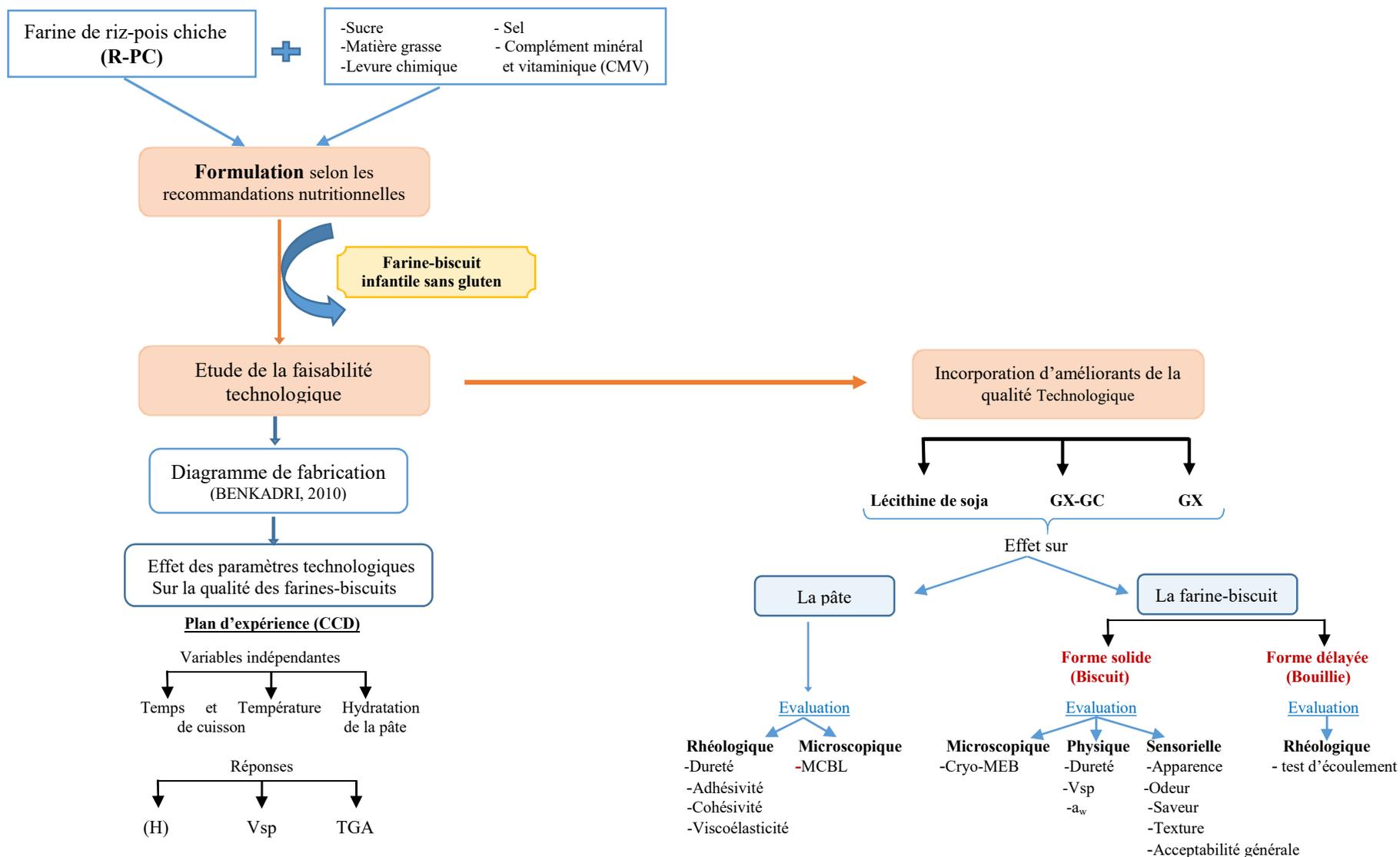


Figure 5. Démarche globale de l'étude.

## 1. Matières premières

Vu les contraintes de changement de lieux et de périodes de travail réalisé, les matières premières utilisées sont de différentes origines.

### 1.1. Farines de céréales et de légumes secs

Les farines de riz et de pois chiche utilisées dans l'étude de la faisabilité technologique de nos farines-biscuits sans améliorants sont obtenues par réduction de grains de riz blancs et moyens, achetés du commerce et de grains de pois chiche de variété algérienne « *Flip 90-13* ».

Les différents grains sont réduits au moyen d'un broyeur ultra-centrifuge (Retsch ZM 200) muni d'un tamis d'ouverture de maille de 250  $\mu\text{m}$ .

Les farines de riz et de pois chiche utilisées dans l'étude de l'effet de l'incorporation d'améliorants sont approvisionnées du commerce, dont l'origine est : (La Meta, S.A.U., Lleida, Spain) et (P B Foods LTD, Bradford, UK), respectivement, avec une granulométrie inférieure à 250  $\mu\text{m}$ . La farine utilisée dans la fabrication des farines-biscuits témoins est une farine de blé tendre, achetée du commerce.

### 1.2. Autres matières utilisées

Pour la fabrication des farines-biscuits sans améliorants, de la partie faisabilité technologique, sont aussi utilisés : sucre blanc cristallisé, matière grasse végétale (margarine), bicarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ), bicarbonate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ ), eau distillée et sel iodé. Des compléments minéral ( $\text{CaCO}_3$ ) et vitaminique (Premix\_Nutrifaso) sont incorporés.

Pour la fabrication des farines-biscuits avec améliorants, sont également utilisés : le sucre blanc cristallisé (DISEM, Spain), matière grasse végétale (Vandemoortele, Iberica ref 402666), bicarbonate de sodium (A. Martínez, Cheste, Spain), bicarbonate d'ammonium (VWR Prolabo Cemics, Leuven, Belgium), gomme de xanthane (Santioxane CX 911, Cargill, St-Germain-en-laye, France), gomme de caroube (Bio-Industrie Maroc S.A, Cargill Maroc), lécithine de soja, eau distillée et sel iodé. Les compléments minéral et vitaminique ne sont pas utilisés dans cette partie en raison de leur indisponibilité.

## 2. Caractérisation physico-chimique

### 2.1. Caractérisation des farines de bases sans gluten utilisées dans la fabrication

#### 2.1.1. Humidité

La teneur en eau des farines de riz et de pois chiche est déterminée par séchage d'une prise d'essai de  $3 \pm 0,001$  g dans une étuve avec circulation d'air (Memmert) à 105 °C, pendant 24 h. Les résultats sont exprimés en (%) et la teneur en eau est donnée par la formule suivante :

$$H = (P_0 - P_1) / P_0 \times 100$$

Où,

$P_0$  : la masse en g de la prise d'essai avant séchage ;

$P_1$  : la masse en g de la prise d'essai après séchage.

#### 2.1.2. Capacité d'absorption d'eau

La capacité d'absorption d'eau de la farine composite de riz-pois chiche (R-PC) avec et sans xanthane, ainsi que la farine témoin de blé, est déterminée par le Farinograph Brabender (Brabender, Duisberg, Germany) à 30 °C selon la méthode AACC 54-21 (AACC, 2000), en utilisant un bol de 300 g. La farine est maintenue dans le bol et de l'eau distillée est ajoutée de la burette pour donner une pâte d'une consistance de 500 Unité Brabender (UB).

#### 2.2.5. Cendres

La teneur en cendres des farines de riz et de pois chiche utilisées dans la fabrication est déterminée par calcination complète de la matière organique selon la norme AACC 08-01, en passant l'échantillon dans un four à 550°C (AACC, 1995). Après 4 h, un résidu gris clair est pesé. Le taux de cendres (C), exprimé en (%) de matière sèche, est donné par la formule suivante :

$$C = (100 P_1 / P_0) \times 100 / 100 - H$$

Où,

$P_0$  : masse de la prise d'essai (g) ;

$P_1$  : masse du résidu (g) ;

H : Teneur en eau de l'échantillon (%).

#### 2.2.3. Protéines totales

La teneur en protéine totales des farines de riz et de pois chiche est déterminée par la méthode de Kjeldhal telle qu'elle est décrite dans la norme NF V03-050 (AFNOR, 1970). Cette

méthode consiste à doser l'azote organique après minéralisation de l'échantillon. Le sulfate d'ammonium contenu dans la solution minéralisée libre, après alcalinisation, de l'ammoniac qui est entraîné par distillation à la vapeur, puis titré par une solution d'acide sulfurique à 0,04 N. La teneur en azote totale est ensuite convertie en teneur en protéines totales en utilisant le facteur 6,25. Les résultats sont exprimés en % (g par 100 g de matière sèche) et la teneur en protéines (P) est donnée par la formule suivante :

Où,

14 : masse en gramme d'un atome d'azote ;

N : Normalité de l'acide titrant (0.04) ;

D : Coefficient de dilution de l'échantillon ;

V : Volume en ml de l'acide sulfurique utilisé pour la titration ;

Pe : masse en gramme de la prise d'essai ;

H : Teneur en eau de l'échantillon (%).

#### 2.2.4. Lipides totaux

Les lipides des farines de de riz et pois chiche utilisées dans la fabrication sont extraits à l'éther de pétrole par le système HT Soxtec de Tecator, selon la méthode AOAC 2003.06. Le solvant est ensuite évaporé afin de déterminer la teneur en lipides par gravimétrie (AOAC, 2003). La teneur en lipides totaux (LT) exprimée en % (g pour 100 g de matière sèche) est donnée par la formule suivante :

$$LT = (100 P_1/P_0) \times 100/100-H$$

Où,

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

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

H : Teneur en eau de l'échantillon (%).

#### 2.2.6. Amidon total

Le dosage de l'amidon total dans les farines de base (de riz et de pois chiche) est réalisé selon la méthode enzymatique standard AOAC 996. 11. (AOAC, 2007), en utilisant le Kit (*total starch assay*, Megazyme International Ireland, Ltd., Bray, Ireland, 2014). Les échantillons à

traiter sont hydratés, puis l'amidon est hydrolysé en maltodextrines avec une  $\alpha$ -amylase thermostable à 95-100 °C. La température et le pH sont ajustés et les maltosaccharides sont hydrolysés en glucose avec une amyloglucosidase purifiée. En utilisant un réactif à base de glucose oxydase/peroxydase, la concentration en glucose de l'hydrolysat est déterminée par colorimétrie à 560 nm avec un facteur de conversion de 0,9.

### 2.2.8. Facteurs anti-trypsiques

L'activité anti-trypsique des farines de bases (farines de riz et de pois chiche) est déterminée par mesure de la trypsine réagissant avec le Benzoyl D L-Arginine p-Nitroanilide (BAPNA) selon la méthode AFNOR V18-202 (1997).

Une prise d'essai est mise en suspension dans de l'acide chlorhydrique (0,001 N). Des quantités croissantes de cette suspension sont mises en contact avec un excès de trypsine. La trypsine n'ayant pas réagi est dosée par son action sur le chlorhydrate de N  $\alpha$ -benzoyl D L-Arginine p-Nitroanilide, qui donne un composé (p-nitroaniline) de coloration jaune. Après blocage de la réaction par de l'acide acétique, l'intensité de la coloration est mesurée au spectrophotomètre à 410 nm. Les résultats sont exprimés en unité d'inhibiteurs de trypsine par gramme de matière sèche de l'échantillon (UIT/mg de MS).

## 2.3. Caractérisation des farines-biscuits après cuisson

### 2.3.1. Humidité finale

La teneur en eau finale des farines-biscuits après cuisson est déterminée par séchage de 3 g d'échantillon préalablement broyé, à 105 °C pendant 24h. Elle est calculée comme la différence de poids avant et après le séchage au four. Les résultats sont exprimée en % (g/100 g de produit brut)

### 2.3.2. Activité de l'eau

L'activité de l'eau ( $a_w$ ) des farines-biscuits préalablement broyé est déterminée dans deux répétitions pour chaque formule. Elle représente l'humidité relative (RH) de l'air en équilibre avec la partie extérieure de l'échantillon dans une chambre de mesure scellée (Aqua Lab série 3 TE, Decagon Devices, Pullman Washington, États-Unis). Cette mesure utilise une technique de point de rosée à 25°C.

### 2.3.3. Taux de gélatinisation de l'amidon

Le degré de gélatinisation de l'amidon est déterminé par une méthode enzymatique, basée sur l'évaluation de la fraction susceptible à l'hydrolyse de l'amyloglucosidase. Ainsi, le taux de gélatinisation est considéré comme étant le ratio de la fraction d'amidon endommagé et de l'amidon total (MOUQUET *et al.*, 2003).

En effet, l'amidon endommagé des farines-biscuits après cuisson est déterminé en utilisant le Kit (Starch Damage assay, Megazyme, 2014) selon la méthode enzymatique 76-13 (AACC, 2010).

Les granules de l'amidon endommagé sont hydratés et hydrolysés en maltosaccharides et dextrines  $\alpha$ -limites par un traitement minutieusement contrôlé avec de l' $\alpha$ -amylase fongique purifiée. Ce traitement est destiné à solubiliser quasi complètement les granules endommagés en épargnant au maximum les granules non endommagés. La réaction est stoppée par l'addition d'acide sulfurique dilué, et des aliquotes sont traitées avec de l'amyloglucosidase en excès pour obtenir une dégradation complète des dextrines limites issues de l'hydrolyse des granules endommagés en glucose. Le glucose est ensuite mesuré spécifiquement avec un mélange glucose oxydase/peroxydase. Les valeurs en amidon endommagé sont exprimées en pourcent de l'amidon total des farines de base.

### 2.3.4. Facteurs anti-trypsiques

L'activité anti-trypsique de prises d'essai, finement broyées, des farines-biscuits est déterminée par mesure de la trypsine réagissant avec le Benzoyl D L-Arginine p-Nitroanilide (BAPNA) selon la méthode AFNOR V18-202 (1997), tel que cité en [2.2.8](#).

Seul l'effet du temps de cuisson sur l'activité antitrypsique des farines-biscuits est étudié. La température et le taux d'hydratation de la pâte sont fixés à 200 °C et 23 %, respectivement.

Le pourcentage d'inhibiteurs de trypsine détruits pendant la cuisson est calculé à partir du rapport entre les UIT avant et après cuisson.

## 3. Formulation

La formulation de nos farines-biscuits sans gluten est basée sur une complémentation céréales-légumes secs utilisant le riz et le pois chiche, dont la formule de base est nommée (R-PC).

Du point de vue nutritionnel, la formule proposée est basée sur les avantages connus de la complémentation céréales-légumineuses. Elle permet essentiellement une amélioration quantitative et qualitative de la composition en protéines de l'aliment proposé.

En outre, la farine de riz a une couleur blanche et très peu de saveur. Tandis que la farine de pois chiche fournit une couleur jaune naturelle et une saveur caractéristique. Le mélange ainsi obtenu aura une couleur et une saveur améliorées sans besoin d'additifs.

Du côté technologique, les aspects à prendre en considération étaient essentiellement la faisabilité et l'acceptation des produits fabriqués par le consommateur. Ainsi, l'ajout de la farine de pois chiche, comme légumes secs riches en protéines, à la farine de riz exempte de gluten, laisserait espérer de meilleures propriétés rhéologiques des pâtes biscuitières sans gluten. Cela donnerait un produit d'une qualité relativement améliorée que celle à base de farine de riz seule.

Rappelant que notre produit proposé est un biscuit dans sa forme de consommation, ayant une composition d'une farine infantile. Selon Bruyeron (1998), la formulation des farines infantiles consiste à déterminer les proportions dans lesquelles les matières premières brutes ou semi-transformées disponibles doivent être mélangées pour répondre aux objectifs nutritionnels fixés. Pour cela, il est nécessaire de connaître la composition en nutriments des matières premières utilisables. Ainsi, des analyses sont nécessaires. A défaut, il est possible de se référer à des tables de composition des aliments (TCA).

En effet, les proportions des farines de riz et de pois chiche, ainsi que le reste des ingrédients utilisés en biscuiterie, sont estimées à l'aide d'un logiciel de formulation d'aliments composés de complément, dont les farines infantiles, appelé ALICOM. Ce dernier est développé au niveau de l'Institut de Recherche pour le Développement (IRD) de Montpellier, France. Il permet de déterminer, à partir d'une liste d'ingrédients disponibles dont on connaît la composition en nutriments et le prix, la composition du mélange le moins cher qui respecte des objectifs nutritionnels préalablement définis (Tableau 3). Ces derniers se basent sur des recommandations internationales concernant les aliments de complément destinés aux jeunes enfants.

**Tableau 3.** Comparaison des teneurs minimales et maximales fixées en nutriments et celles estimées par le logiciel (pour 100 kcal) pour la formule étudiée.

Nutriments	Teneurs fixées		Teneurs estimées (e)	e/f
	Minimale	Maximale	R-PC	
Protéines brutes (g)		5,50	3,49	
Sodium (mg)		85,00	74,00	
Vitamine A (µg éq.)		150,00	140,95	
Vitamine D (UI)		80,00	33,23	
Lipides (g)	2,60		2,60	100 %
Acide linoléique (mg)	60,00		85,56	143 %
Acide linoléique (mg)	400,00		524,39	131 %
Protéines digestibles	2,75		2,93	107 %
Histidine (mg)	34,00		78,49	231 %
Isoleucine (mg)	86,00		167,73	195 %
Leucine (mg)	197,00		224,29	114 %
Lysine (mg)	126,00		196,57	156 %
Méthionine+Cystine	71,00		84,47	119 %
Phénylalanine+Tyrosin	152,00		245,40	161 %
Thréonine (mg)	106,00		106,00	100 %
Tryptophane (mg)	21,00		25,33	121 %
Valine (mg)	114,00		152,53	134 %
Sodium (mg)	74,00		74,00	100 %
Calcium (mg)	60,00		60,00	100 %
Chlore (mg)	81,00		118,90	147 %
Phosphore (mg)	45,00		59,11	131 %
Cuivre (µg)	120,00		153,45	128 %
Magnésium (mg)	25,00		30,94	124 %
Iode (µg)	51,00		51,00	100 %
Zinc (µg)	2 270,00		2593,14	114 %
Manganèse (µg)	340,00		671,47	197 %
Sélénium (µg)	5,70		7,24	127 %
Vitamine A (µg éq.)	114,00		140,95	124 %
Vitamine D (UI)	25,00		33,23	133 %
Vitamine K1 (µg)	3,30		45,41	1376 %

Ainsi, la formule de farine infantile établie (Tableau 4) permettrait des apports suffisants en nutriments lorsque les quantités consommées assurent la couverture des besoins énergétiques des enfants.

**Tableau 4.** Formule utilisée dans la fabrication des farines-biscuits à base de farine de riz-pois chiche (R-PC). Quantités exprimées en %.

Ingrédients	Formule R-PC
Farine de riz	16.27
Farine de pois chiche	58.13
Matière grasse végétale	9.94
Sucre	13.48
Bicarbonate d'ammonium	0.69
Bicarbonate de sodium	0.34
Sel	0.56
CaCO <sub>3</sub>	0.35
Premix_Nutrifaso	0.23

#### 4. Etude de la faisabilité technologique de la formule

##### 4.1. Diagramme de fabrication des farines-biscuits

La fabrication des farines-biscuits est réalisée selon le diagramme adopté par Benkadri (2010) pour la farine-biscuit témoin à base de blé tendre et celle exempte de gluten (Figure 5). Ce diagramme est déduit du diagramme de référence d'un biscuit sec de commerce de type goûter, à pâte semi-dure, appelé "Casse-croûte". Ce type de biscuit est connu pour sa composition restreinte en sucre et en matière grasse, ainsi qu'une texture aérée lui permettant une bonne dissociation en milieu liquide.

##### 4.1.1. Préparation de la pâte

Pour la préparation des pâtes, les ingrédients sont introduits dans le pétrin dans un ordre précis (Figure 6). Le sucre, puis la matière grasse sont introduits en premier. Un volume d'eau distillée contenant le bicarbonate d'ammonium (NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>) et le sel est ensuite versé. La farine, préalablement mélangée avec le bicarbonate de sodium (NaHCO<sub>3</sub>) et éventuellement les améliorants (gomme de xanthane et/ou de caroube, ou lécithine de soja), est introduite en dernier.

##### 4.1.2. Pétrissage

L'ensemble des ingrédients sont mélangés et pétris dans un pétrin (Kenwood Ltd., UK), à une vitesse minimale de 60 rpm. Des essais préliminaires ont permis de fixer le temps de

pétrissage par appréciation de la plasticité de la pâte. Ainsi, l'optimum retenu est de 8 min donnant une pâte cohérente, non collante et d'une bonne malléabilité. La même durée de pétrissage est appliquée pour les autres pâtes sans gluten.

### 4.1.3. Repos

Après pétrissage, la pâte recouverte d'un papier film alimentaire, est mise au repos pendant 20 min, afin de faciliter le laminage et la mise en forme.

### 4.1.4. Laminage et mise en forme

Après repos, la pâte est laminée à une épaisseur de 4 mm, puis mise en forme à l'aide d'un emporte-pièce de forme rectangulaire

Dans l'étude de la faisabilité sans améliorants et par manque de laminatoire, le laminage est réalisé à l'aide d'un rouleau, en déposant la pâte entre deux plaques en verre ayant la même épaisseur (4 mm). La mise en forme est réalisée par un emporte-pièce de dimensions 2.2x4.4 cm.

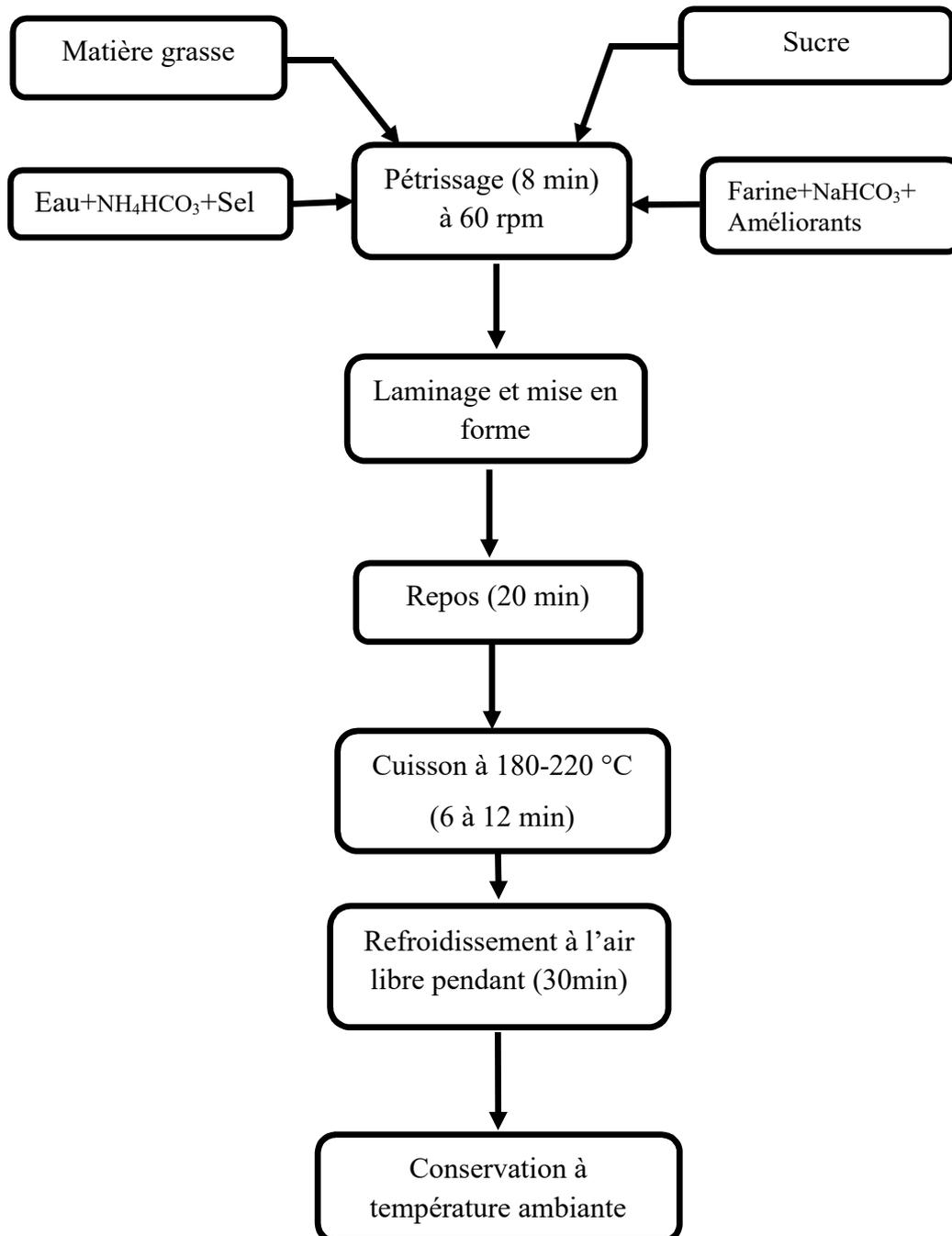
Dans l'étude de l'effet de l'incorporation d'améliorants, le laminage est réalisé à l'aide d'un laminatoire de laboratoire (Parber, Model LTT 5/5, Vizcaya, Spain). L'emporte-pièce est de dimensions 3.5x7 cm.

### 4.1.5. Cuisson

La cuisson est réalisée dans un four électrique (De Dietrich, Basingstoke, UK) à temps et température réglables (180-220 °C pendant 6-12 min).

### 4.1.6. Refroidissement

Les farines-biscuits sortant du four à des températures élevées sont refroidies à température ambiante pendant 30 min, pesés, puis mises dans des sacs en plastiques bien fermés et conservées pour des analyses ultérieurs (Figure 6).



**Figure 6.** Diagramme de fabrication des farines-biscuits (Benkadri, 2010).

## 4.2. Evaluation de la qualité rhéologiques des pâtes

### 4.2.1. Analyse du profil de la texture (APT)

L'évaluation des caractéristiques rhéologiques des pâtes sans gluten et celles de la pâte du témoin de blé, est réalisée par un Texturomètre TA-X.plus, équipé d'un Texture Exponent software (version 2.0.7.0. Stable Microsystems, Godalming, UK). La pâte est laminée à une épaisseur de 10 mm, ensuite coupée en disques de 35 mm de diamètre. Une sonde (prob) cylindrique en aluminium, de 75 mm de diamètre, est utilisée pour comprimer le pàton deux fois jusqu'à 30% de sa hauteur initiale, dans les conditions suivantes ; vitesse d'essai de 1 mm/s, temps entre les deux cycles de 5 sec, force de déclenchement de 15 g. La courbe du profil de texture (force en fonction du temps) est utilisée pour le calcul de tous les paramètres APT. La dureté (*Hardness*) est le pic de la force mesuré en N pendant le premier cycle de compression. L'adhérence (*Adhesiveness*) est la zone négative du premier cycle (N.s). La cohésivité (*Cohesiveness*) est le rapport entre la zone du 2<sup>ème</sup> cycle et la zone positive du 1<sup>er</sup> cycle et est sans dimension. L'élasticité (*Springiness*) est le rapport entre la longueur du 2<sup>ème</sup> pique à celle du 1<sup>er</sup> et est sans dimension. La masticabilité (*Chewiness*) est le produit de la dureté, de la cohésivité et de l'élasticité (N). Trois pâtes sont préparées de chaque formule et six mesures de la même pâte sont réalisées.

### 4.2.2. Propriétés viscoélastiques

Les propriétés viscoélastiques des pâtes sont mesurées au moyen d'un rhéomètre à contrainte contrôlée (AR-G2, TA-Instruments, Crawley, England), en utilisant un dispositif plateau-plateau dentés, de 40 mm de diamètre avec un entrefer (gap) de 1,5 mm.

Avant que les mesures ne soient prises, les échantillons sont laissés au repos entre les plaques pendant une durée d'équilibrage de 10 min. Les bords exposés des échantillons sont recouverts d'une huile de vaseline (Panreac, Espagne) pour empêcher le séchage des échantillons au cours des essais. Toutes les expériences sont réalisées à 25°C.

Un balayage de contrainte préalable à une fréquence de 1 Hz est effectué afin de fixer la valeur de la contrainte à appliquer à laquelle une réponse viscoélastique linéaire est garantie. . Une amplitude se situant entre 4 Pa et 10 P (varie selon la formule) est choisie pour effectuer les essais de balayage de fréquence de 0,01 à 10 Hz. Le module de conservation ( $G'$ ), le module de perte ( $G''$ ) et la tangente ( $\tan \delta = G''/G'$ ) sont enregistrés. Deux pâtes sont préparées de chaque formule et deux mesures de la même pâte sont réalisées.

### 4.3. Evaluation de la qualité des farines-biscuits

#### 4.3.1. Volume spécifique

La qualité des biscuits secs est généralement évaluée par leur densité qui constitue un des paramètres technologiques pouvant renseigner de façon satisfaisante sur les propriétés texturales d'un biscuit sec (Igrejas *et al.*, 2002 ; Manohar et Rao, 2002 ; Pedersen *et al.*, 2004 ; Fustier *et al.*, 2007). Ainsi, une densité faible correspond à un biscuit léger qui pourrait subir une prise de volume lors de la cuisson et donc un volume spécifique ( $V_{sp}$ ) élevé (Bartolucci, 1997).

L'appréciation du volume spécifique ( $V_{sp}$ ) de nos farines-biscuits est faite par deux méthodes. La première consiste en un déplacement de granules solides (AACC, 200). Un récipient de volume donné est rempli à ras avec des granules de "Semsem", puis vidé et son contenu est pesé. Le rapport volume/poids constitue le volume spécifique des granules de Semsem. Le biscuit, préalablement pesé, est placé dans le même récipient vide et le contenu en granules est versé dessus. Après arasement de la surface du récipient, la quantité de particules en excès est récupérée et pesée pour déduire le volume du biscuit. Ce dernier, rapporté à la masse du biscuit, constitue son volume spécifique exprimé en  $\text{cm}^3/\text{g}$ . Cette méthode est utilisée dans l'étude de la faisabilité sans améliorants.

L'autre méthode consiste à mesurer les dimensions (longueur, largeur et épaisseur) de cinq biscuits homogènes, sélectionnés dans chaque lot, en moyen d'un pied à coulisse digital (AACC, 2000). La mesure est effectuée sur trois points de chaque biscuit. Le  $V_{sp}$  du biscuit est le rapport entre son volume calculé et son poids, exprimés en  $\text{cm}^3/\text{g}$ . Cette méthode est utilisée dans l'étude de l'effet de l'incorporation d'améliorants.

#### 4.3.2. Texture

La texture des farines-biscuits est mesurée pour leur dureté en utilisant un Texturomètre TA-XT.plus, équipé d'un Texture Exponent software (version 2.0.7.0. Stable Microsystems, Godalming, UK). Chaque biscuit est positionné sur un plateau stationnaire et pénétré par le mouvement de compression d'une sonde de type Volodkevich. Les paramètres de l'analyse de la texture sont : vitesse d'essai à 1 mm/s, distance de pénétration à travers le biscuit à 4 mm et une force de déclenchement de 5 g. Les valeurs de force en fonction de la distance sont enregistrées et l'aire sous la courbe (représentant la dureté du biscuit) est calculé. Trois lots de chaque formule sont préparés et cinq biscuits sont mesurés sur trois points pour chaque lot.

### 4.3.3. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle est réalisée auprès d'un panel naïf âgé de 20 à 65 ans. L'analyse est réalisée dans un laboratoire sensoriel équipé de cabines individuelles (ISO 8589, 1988). Chaque consommateur a goûté un nombre défini de biscuits, présentés de manière monadique en une seule séance suivant un plan expérimental en bloc complet équilibré. Les biscuits sont codés avec des nombres aléatoires à trois chiffres. Les consommateurs ont évalué leur acceptabilité de l'apparence, de la couleur, de l'odeur, de la texture, du goût et de l'acceptation générale de chaque échantillon de biscuit sur une échelle hédonique de neuf points allant de «n'aime pas» à «aime extrêmement». L'acquisition et l'analyse des données sont effectuées par Compusense Cloud (Compusense Inc., Guelph, ON, Canada).

### 4.4. Etude de l'effet des paramètres technologiques sur la qualité des farines-biscuits

Pour étudier l'effet du temps et de la température de cuisson, ainsi que le taux d'hydratation de la pâte sur la qualité des farines-biscuits, nous avons utilisé un plan d'expérience composite centré (CCD) basé sur la méthodologie des surfaces de réponse, à l'aide du logiciel statistique commercial Minitab (v. 18).

La méthode des plans d'expérience est une technique d'organisation optimale des expériences qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles, de manière à obtenir un maximum d'informations en un minimum d'essais avec la meilleure précision possible. Par conséquent, le coût est minimisé, avec un maximum d'efficacité (Goupy et Creighton, 2013).

Les variables indépendantes choisies sont : le temps et la température de cuisson des farines-biscuits et le taux d'hydratation des pâtes.

Les réponses étudiées sont : la teneur en eau finale (H), le taux de gélatinisation de l'amidon (TGA) et le volume spécifique (Vsp) des farines-biscuits après cuisson.

Certains paramètres sont évalués pour certains points du plan d'expériences, à savoir ; la dureté de la pâte et la teneur en antitrypsiques des farines-biscuits après cuisson.

#### 4.4.1. Modèle mathématique

Le plan composite centré permet d'exprimer les résultats sous forme d'un modèle mathématique du second degré avec interactions d'ordre 2 :

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^3 b_i X_i + \sum_{i=1}^3 b_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j=1}^3 \sum_{j=1}^3 b_{ij} X_i X_j$$

Où ;

$Y$  : la réponse étudiée ;

$b_0$  : la constante du modèle qui exprime l'effet moyen général (dont la valeur est égale à la réponse au centre du domaine de l'étude) ;

$X_i$  : les formes codées des variables indépendantes explicatives ;

$b_i$  : les coefficients linéaires (l'effet principal de chaque variable) ;

$b_{ii}$  : les coefficients quadratiques (si l'une des variables donne un maximum ou un minimum dans le domaine expérimental) ;

$b_{ij}$  : le coefficient d'interaction (l'interaction entre les trois variables).

#### 4.4.2. Niveaux des variables

##### 4.4.2.1. Variables codées

Les niveaux codés des variables utilisées dans le plan composite centré (CCD) sont présentés dans le Tableau 5.

**Tableau 5.** Matrice d'expériences du plan composite centré à trois facteurs.

N°Exp	Variables codées		
	Tps (min)	T (°C)	THP
1	0	0	0
2	0	0	0
3	0	0	0
4	0	0	0
5	-1	-1	-1
6	-1	-1	+1
7	-1	+1	-1
8	-1	+1	+1
9	+1	-1	-1
10	+1	-1	+1
11	+1	+1	-1
12	+1	+1	+1
13	0	0	-1.414
14	0	0	+1.414
15	0	-1.414	0
16	0	+1.414	0
17	-1.414	0	0
18	+1.414	0	0

Tps : temps, T : température, THP : taux d'hydratation de la pâte.

A chaque variable codée ( $X_i$ ), sont attribués les niveaux suivants:  $-\alpha$ ,  $-1$ ,  $0$ ,  $+1$ ,  $+\alpha$

- $-1$  et  $+1$  ; points expérimentaux qui sont aux sommets du domaine de l'étude (points du cube) ;
- $0$  : points centraux qui sont au centre du domaine de l'étude ;
- $-\alpha$  et  $+\alpha$  : points en étoile qui sont sur les axes et sont, en général, tous situés à la même distance du centre du domaine d'étude. Ils représentent les valeurs extrêmes.

Pour que le plan soit orthogonal, la valeur de  $\alpha$  est fixée par le logiciel à 1,414.

En effet, dix-huit expériences sont réalisées, dont quatre points centraux permettant de vérifier la validité du modèle.

#### 4.4.2.2. Variables réelles

- Temps (Tps) et température de cuisson (T) : Cette dernière est fixée à un minimum de 180 °C et un maximum de 220 °C, températures généralement utilisées pour les biscuits secs à pâte dure ou semi-dure (Davidson, 2016). Le temps de cuisson des biscuits secs est assez court se rangeant, selon Manley (2011), entre 2,5 à 15 min. Ainsi, Le temps de cuisson de nos farines-biscuits est fixé, suite à des essais préliminaires et par appréciation de leur couleur, à un minimum de 6 min et un maximum de 12 min.

- Taux d'hydratation de la pâte biscuitière (THP) : Etant donné que les biscuits secs se caractérisent par une pâte dure ou semi-dure, nous sommes partis d'un minimum d'eau ajoutée permettant d'obtenir une pâte ferme, mais qui ne s'effrite pas au pétrissage. Le maximum est fixé à l'apparition du caractère collant de la pâte. En effet, les intervalles de variation du taux d'hydratation des pâtes biscuitières sont de 19 à 27 ml (Tableau 6).

**Tableau 6.** Relation entre les niveaux codés et les niveaux réels utilisés dans le plan d'expérience composite centré (CCD).

Variables	Niveaux				
	$-\alpha$	$-1$	$0$	$+1$	$+\alpha$
X1 : Temps de cuisson (min)	6	7	9	11	12
X2 : Température de cuisson (°C)	180	185	200	215	220
X3 : Taux d'hydratation de la pâte (%)	19	20	23	26	27

#### 4.4.3. Validation du modèle

L'adéquation des modèles de régression sont vérifiées en calculant les F de Fisher, les coefficients de corrélation  $R^2$  et ajusté. Le calcul du coefficient de détermination  $R^2$  permet de mesurer la qualité du modèle du plan d'expériences (Goupy et Creighton, 2006). Cette statistique est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées (corrigées de la moyenne) à la somme des carrés des réponses mesurées (corrigées de la moyenne).

L'effet des variables sur chaque réponse aux différents niveaux ; linéaire, quadratique et interactif est décrit en utilisant divers niveaux de signification.

En fin, trois graphiques de surfaces de réponses sont générés pour chaque réponse étudiée en fonction de deux variables tout en gardant la troisième variable au niveau central.

### 5. Etude de l'effet de l'incorporation d'améliorants

#### 5.1. Incorporation de la gomme de xanthane

##### 5.1.1. Caractérisation des farines utilisées dans la fabrication

Les farines de riz et de pois chiche, utilisées dans la fabrication des farines-biscuits, et dont les formules sont additionnées de la gomme de xanthane, sont caractérisées pour leur humidité et leur capacité d'absorption d'eau tel que décrit dans les sections [2.1.1.](#) et [2.1.2.](#), respectivement.

##### 5.1.2. Préparation des farines-biscuits

La formule utilisée est celle donnée dans le Tableau 4. Les quantités d'ingrédients utilisés sont exprimées pour 100 g de farine composite (R-PC), tel que donné par le Tableau 7. La gomme de xanthane est incorporée dans la farine composite R-PC à raison de 0,5 %, 1 % et 1,5 % (exprimé sur la base du poids de la farine). Sachant que les recommandations nutritionnelles de la norme du *Codex Alimentarius* CXS 74-1981 (FAO/OMS, 2019), visant les aliments transformés à base de céréales destinés à l'alimentation des nourrissons et des enfants en bas âge, fixent un maximum de 2 % de cette gomme (2g par 100g de produits à base de céréales sans gluten). La préparation est faite selon le diagramme présenté ci-dessus (figure 5.).

La cuisson est réalisée à 215 °C, pendant 12 min pour les farines-biscuits sans gluten et 13 min pour celles du témoin de blé.

**Tableau 7.** Formule sans gluten utilisée dans la fabrication des farines-biscuits à base de farine (R-PC) avec différents taux de xanthane et celle du témoin à base de farine de blé tendre. Quantités exprimées en % (g pour 100 g de farine composite).

Ingrédients (%)	Formule R-PC	Formule témoins Blé
Farine de blé tendre	/	100.00
Farine de riz	21.87	/
Farine de pois chiche	78.13	/
Matière grasse végétale	13.36	13.36
Sucre	18.12	18.12
Bicarbonate d'ammonium	0.93	0.93
Bicarbonate de sodium	0.46	0.46
Sel	0.75	0.75
Gomme de xanthan	0, 0.5, 1, 1.5	/
Eau	33.00	34.00

### 5.1.3. Evaluation de la qualité des pâtes

Les propriétés rhéologiques des pâtes contenant la gomme de xanthane sont évaluées à travers l'analyse du profil de la texture (APT), qui a permis de calculer les paramètres ; dureté (N), adhésivité (N.s), cohésivité, élasticité et la masticabilité (N), tel que décrit dans la section [4.2.1.](#)

En outre, les propriétés viscoélastiques sont évaluées à travers la mesure du module de conservation ( $G'$ ), le module de perte ( $G''$ ) et la tangente ( $\tan \delta = G''/G'$ ), tel que décrit dans la section [4.2.2.](#)

### 5.1.4. Evaluation de la qualité des farines-biscuits

La qualité des farines-biscuits est évaluée à travers la mesure de leurs : volume spécifique ( $V_{sp}$ ) selon la première méthode indiquée dans la section [4.2.2.](#), texture, taux d'humidité finale et leur activité de l'eau après cuisson.

Une évaluation sensorielle est effectuée tel que cité en [4.3.3.](#), auprès de 80 dégustateurs.

## 5.2. Incorporation d'une combinaison des gommages de xanthane et de caroube

### 5.2.1. Matières premières et préparation des farines-biscuits

Les matières premières utilisées dans la fabrication des farines-biscuits dans cette partie sont celles utilisées dans l'incorporation du xanthane. La formule utilisée (tableau 7), ainsi que le mode de préparation (figure 5) sont aussi les mêmes.

L'utilisation de la gomme de caroube en combinaison avec celle du xanthane a un objectif double, d'une part la valorisation d'une production locale de caroube et d'autre part, la substitution d'une partie de la gomme de xanthane importée et plus chère.

### 5.2.2. Plan d'expérience

Pour étudier l'effet de chacune des gommes de xanthane et de caroube ainsi que leur interaction sur les propriétés rhéologiques des pâtes et la qualité finale des farines-biscuits fabriquées, nous avons opté pour la méthodologie des surfaces de réponse. Ce type de plans d'expériences permet également d'optimiser les taux d'incorporation des deux gommes utilisées afin d'atteindre les réponses souhaitées.

Un plan d'expérience composite centré (CCD) à deux facteurs (taux d'incorporation de la gomme de xanthane et celui de la gomme de caroube) est utilisé. Les paramètres influençant la qualité rhéologique des pâtes (dureté, propriétés viscoélastiques  $G'$  et  $G''$ ) et la qualité finale des farines-biscuits (volume spécifique, dureté et activité de l'eau) sont pris comme réponses.

### 5.2.3. Modèle mathématique

Le modèle mathématique postulé pour ce plan est un modèle de second degré avec interactions d'ordre 2. Il permet de traduire la relation de cause à effet entre les facteurs retenus et les réponses étudiées. Il est représenté par l'équation suivante :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{11} X_1X_1 + b_{22} X_2X_2 + b_{12} X_1X_2$$

Où :

$Y$  : la réponse étudiée ;

$b_0$  : la constante du modèle ;

$X_1, X_2$  : les formes codées des variables explicatives ;

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

$b_{11}, b_{22}$  : les coefficients quadratiques (si l'une des deux variables donne un maximum ou un minimum dans le domaine expérimental) ;

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

#### 5.2.3.1. Niveaux des variables codées

Nous avons attribué pour chaque variable codée ( $X_i$ ) les niveaux suivants:  $-\alpha, -1, 0, +1, +\alpha$ , avec  $\alpha$  égale à 1,414.

Ce plan nécessite la réalisation de treize expériences représentant des combinaisons de cinq niveaux attribués à chacun des deux facteurs, dont cinq points centraux sont ajoutés pour appuyer ce plan d'expériences (tableau 8).

**Tableau 8.** Matrice d'expérience du plan composite centré à deux facteurs (gomme de xanthane GX et gomme de caroube GC).

Essais	Matrice	
	X <sub>1</sub> (GX)	X <sub>2</sub> (GC)
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

### 5.2.3.2. Niveaux des variables réelles

Les taux d'incorporation de la gomme de xanthane et de caroube sont choisis en respectant les recommandations nutritionnelles du *Codex CXS 74-1981* (FAO/OMS, 2019), visant les aliments transformés à base de céréales destinés à l'alimentation des nourrissons et des enfants en bas âge. Un maximum de 2 % (2g par 100g de produits à base de céréales sans gluten) est autorisé pour chacune, seules ou en combinaison.

En outre, la plupart des travaux de la littérature portant sur l'incorporation des gommes alimentaires dans des formules de biscuits sans gluten, utilisent de faibles concentrations (inférieur à 2%, exprimées sur la base du poids de la farine) (Gomez *et al.*, 2007 ; Turabi *et al.*, 2008 ; Turabi *et al.*, 2010 ; Kaur *et al.* 2015 ; Devisetti. *et al.*, 2015 ; Gadallah. 2017 ; Sarabhai *et al.*, 2017).

Ainsi, les bornes de l'intervalle de variation du taux d'incorporation de chacune des deux gommes sont choisies égales à un minimum de 0 et un maximum de 1% (sur la base du poids de la farine).

Les niveaux codés et réels des facteurs X1 et X2 sont présentés dans le tableau 9 :

**Tableau 9.** Relation entre les niveaux codés et les niveaux réels utilisés dans le plan d'expérience composite centré à deux niveaux, exprimés en % (g/100g de farine R-PC).

Variables	Niveaux				
	$-\alpha$	-1	0	+1	$+\alpha$
X1 : Gomme de xanthane (%)	0	0.85	0.5	0.85	1
X2 : Gomme de caroube (%)	0	0.85	0.5	0.85	1

#### 5.2.4. Validation du modèle

L'adéquation des modèles est vérifiée en utilisant la valeur F du modèle, le coefficient de détermination ( $R^2$ ) et le F du manque d'ajustement. Ce dernier traduit l'hypothèse que le modèle prédit est différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Ce test consiste donc, à estimer la significativité de l'écart entre ces deux modèles (Goupy et Creighton, 2006).

L'analyse de régression et l'analyse de variance (ANOVA) sont utilisées pour examiner la signification statistique des termes du modèle. Ainsi, l'effet des variables au niveau linéaire, quadratique et interactif sur les réponses est décrit en utilisant les différents niveaux de signification : 0,1% ( $p < 0,001$ ), 1% ( $p < 0,01$ ) et 5% ( $p < 0,05$ ).

Des graphiques de surface de réponse sont générés à l'aide du logiciel statistique Minitab (v. 18.1, USA)

#### 5.2.5. Optimisation des paramètres

L'optimisation des paramètres expérimentaux est faite par la fonction de désirabilité, qui est une technique d'optimisation numérique, multicritère et très utiles quand il faut trouver le meilleur compromis entre plusieurs réponses. Le facteur de désirabilité (D) varie de 0 à 1, où ; 0 présente le refus complet et 1 la satisfaction maximale (Goupy et Creighton, 2006).

Cette fonction permet de choisir les meilleurs points correspondant aux couples xanthane-caroube donnant le meilleur compromis entre les réponses étudiées. Elle donne pour chaque couple choisi le degré de désirabilité de chaque réponse étudiée, ainsi que la désirabilité composite.

Les valeurs optimales des variables de formulation (xanthane-caroube) sont obtenues après avoir attribué certaines contraintes en fonction des objectifs de chaque réponse. Ainsi, le  $V_{sp}$  est maintenu au maximum, alors que l'activité de l'eau ( $a_w$ ) est fixée au minimum. Tandis

que les propriétés viscoélastiques ( $G'$  et  $G''$ ), la dureté de la pâte et la dureté du biscuit varient dans des intervalles.

Pour confirmer les résultats d'optimisation obtenus par la méthodologie des surfaces de réponse et la fonction de désirabilité, nous avons procédé au test de cuisson des farines-biscuits pour vérifier les réponses obtenues.

### **5. 3. Incorporation de la lécithine de soja**

#### **5. 3. 1. Matière premières et préparation des farines-biscuits**

Les matières premières et le mode de préparation des farines biscuits sont les mêmes utilisés dans la section ([5.1.](#) et [5.2.](#)), sauf que l'améliorant utilisé est la lécithine de soja à la place des gommes.

Le taux d'incorporation de la lécithine de soja étudiés sont choisis en respectant les recommandations nutritionnelles du *Codex Alimentarius* CXS 74-1981 (FAO/OMS, 2019) visant les aliments transformés à base de céréales destinés à l'alimentation des nourrissons et des enfants en bas âge, qui en autorisent un maximum de 1,5 % (g par 100 g de produit fini).

Selon, la littérature, la lécithine commerciale utilisée en excès dans les formules à biscuits donne des saveurs désagréables. Les taux d'utilisation peuvent être exprimés, par rapport au poids de la farine, entre 0,25 et 1,0 % (Hasenhuettl, 2008 ; Manley, 2011).

Ainsi, nous avons choisis d'étudier deux taux d'incorporation de lécithine de soja qui sont : 0,5 % et 1 % (sur la base du poids de la farine).

#### **5. 3. 2. Evaluation de la qualité rhéologique des pâtes biscuitières**

L'évaluation des propriétés rhéologiques des pâtes biscuitières est faite à travers la mesure des paramètres texturales (APT) et viscoélastique ( $G'$  et  $G''$ ) tel que cité dans la section [4.2.](#)

#### **5. 3. 3. Evaluation de la qualité des farines-biscuits**

L'évaluation des paramètres physiques et texturaux des farines-biscuits est faite à travers la mesure du volume spécifique, de l'activité de l'eau et de la dureté.

## 6. Evaluation de la microstructure des pâtes et des farines-biscuits

### 6. 1. Structure microscopique des pâtes

La microstructure des pâtes sans gluten préparées est observée par Microscopie Confocale à Balayage Laser (MCBL) le jour même de la préparation. La technique permet la visualisation dynamique par le suivi de la fluorescence au cours du temps et la colocalisation des molécules par marquage multiple. Une unité de microscope confocale Nikon C1, montée sur un microscope Nikon Eclipse E800 (Nikon, Tokyo, Japon), est utilisée. Une ligne laser Argon à 488 nm est employée comme source de lumière pour exciter les deux fluorochromes la Rhodamine B (Fluka, Sigma-Aldrich, Missouri, Etats-Unis) et le rouge de Nile (Fluka, Sigma-Aldrich, Missouri, USA). Le premier colorant est solubilisé dans de l'eau distillée à 0,2% (p/v), il permet le marquage des protéines et des hydrates de carbone. Le second colorant, spécifique au marquage des lipides, est dissous dans du polyéthylène glycol 200 à 0,1 g/L. L'objectif au grossissement 60×/1.40NA/plan Apo VC Nikon est utilisé après ajout d'huile d'immersion.

Pour la visualisation des échantillons, une lame de microscopie est élaborée selon le protocole de Rodríguez-García *et al.* (2013), en utilisant deux lames de rasoir (lames à double tranchant recouvertes de platine de 0,1 mm d'épaisseur) collées sur un verre. Ainsi, 20 µl de l'échantillon sont placés dans la lame du microscope dans l'espace central des lames. Les solutions de Rhodamine B et de Rouge de Nil sont ajoutées, et un couvert de lame est soigneusement positionné pour exclure les poches d'air. Ce dernier, permet également la préservation de la structure native de l'échantillon lors de sa visualisation. Les observations sont effectuées 10 min après la diffusion des colorants dans l'échantillon. Les images sont observées et stockées avec une résolution de 1 024 × 1 024 pixels en utilisant le logiciel du microscope EZ-C1 version 3.40 (Nikon, Tokyo, Japon).

### 6. 2. Structure microscopique des farines-biscuits

La microstructure des farines-biscuits après cuisson est observée par Cryo-Microscopie Electronique à Balayage (Cryo-MEB), qui offre l'avantage de préserver les structures des matériaux hydratés (Ihiawakrim, 2019). Un Cryostage CT-1500C (Oxford Instruments Ltd., Witney, Royaume-Uni), couplé à un microscope électronique à balayage JSM-5410 (Jeol, Tokyo, Japon) est utilisé. L'échantillon est immergé dans de l'azote liquide à -210 °C, puis transféré rapidement dans le Cryostage à 1 kPa, où il est fracturé. La sublimation est réalisée à

-90 °C pendant 5 min. L'échantillon est par la suite trois fois enrobé d'or à 0,2 Pa, avec un courant d'ionisation de 2 mA. L'observation au cryomicroscope électronique à balayage est réalisée à une tension d'accélération de 15 kV, une distance de travail de 15 mm et une température  $\leq -130$  °C. Les échantillons sont prélevés au centre du biscuit.

### **7. Analyse sensorielle des farines-biscuits sans gluten avec les différents améliorants utilisés**

L'analyse sensorielle est réalisée auprès de 50 dégustateurs, tel que cité dans la section [4.3.3](#). Chaque dégustateur a goûté quatre biscuits correspondant aux ; témoin R-PC sans améliorants, R-PC + 1.5 % de xanthane, optimum R-PC + GX-GC et R-PC + 1 % lécithine.

### **8. Caractérisation rhéologique des bouillies préparées à partir des farines-biscuits**

Etant donné que notre produit consiste, dans sa composition, en une farine infantile et dans sa forme en un biscuit pouvant être consommé sous forme solide ou délayée (bouillie), il a été envisagé d'évaluer les propriétés rhéologiques des bouillies préparées. Pour cela, quatre bouillies préparées à partir des farines-biscuits sans gluten à base de R-PC sans et avec améliorants (gomme de xanthane, combinaison de gommes de xanthane-caroube et lécithine de soja) sont caractérisées. Les résultats obtenus sont comparés à ceux des bouillies préparées à partir de notre témoin de blé fabriqué et celui d'une farine infantile sans gluten achetée du commerce (à base de riz, appelée "Vigor").

Pour la préparation des bouillies, la quantité en g des farines-biscuits et en ml d'eau distillée sont calculées de façon à avoir une densité énergétique de l'ordre de 120 Kcal/100 g de bouillie (Trèche, 1995 ; Mouquet *et al.*, 2006 ; FAO/OMS, 2019). Connaissant la teneur en eau des farines-biscuits, une quantité de 30 g de matière sèche est délayée dans 75 ml d'eau distillée à 75°C, température de préparation des bouillies de céréales (Mouquet *et al.*, 2003 ; Van Hoan, 2008 ; Van Hoan *et al.*, 2010).

La bouillie est laissée refroidir jusqu'à 45 °C pour être mesurée. Cette température correspond aux conditions de consommations des bouillies par les enfants (Mouquet et Trèche, 2001 ; Mouquet *et al.*, 2003 ; Mouquet *et al.*, 2006 ; Van Hoan *et al.*, 2010).

La caractérisation est faite à l'aide d'un rhéomètre à contrainte contrôlée (AR-G2, TA-Instruments, Crawley, England), en utilisant un plateau-plateau dentée de 40 mm de diamètre

avec un entrefer (gap) de 1,5 mm. Les échantillons sont entourés d'un anneau en plastique pour empêcher leur débordement au cours des essais.

Avant que les mesures ne soient prises, les échantillons sont laissés au repos entre les plaques pendant une durée d'équilibrage de 10 min. La température de mesure est maintenue à 45 °C grâce à une enceinte thermostatée.

Les courbes donnant l'évolution de la viscosité apparente  $\mu$  (Pa.s) en fonction du taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  ( $\text{sec}^{-1}$ ) sont enregistrées.

### **9. Analyse statistique des résultats**

Dans ce travail, les résultats sont présentés sous forme de moyenne  $\pm$  écart type.

La comparaison entre plusieurs moyennes est effectuée par l'analyse de la variance (ANOVA) à un facteur. Le test de Tukey/kramer ou de Fisher sont utilisés pour la comparaison entre les groupes individuels de moyennes.

Les analyses statistiques ont été effectuées par STATGRAPHICS Plus 5.1 (Statistical Graphics Corporation, Inc., Rockville, MD, USA) et Minitab (v. 18, USA).

Dans cette étude, le niveau de significativité est fixé à 0,05.

# Résultats et discussion

## 1. Faisabilité technologique de la formule

### 1.1. Composition biochimiques des farines

L'humidité et les teneurs moyennes des principaux constituants des farines utilisées dans la fabrication des farines-biscuits sans gluten, exprimées en pourcent de la matière sèche, sont présentées dans le Tableau 10.

**Tableau 10.** Composition globale des différentes farines de base utilisées dans la fabrication des farines-biscuits (en % de la masse sèche).

Farines	Humidité (%)	Protéines (%)	Lipides (%)	Cendres (%)	Amidon (%)
Riz	12,27 ± 0,12	7,84 ± 0,00	/	0,52 ± 0,04	73,81 ± 9,28
Pois Chiche	10,24 ± 0,34	22,03 ± 0,93	4,53 ± 0,08	2,98 ± 0,03	28,25 ± 1,81

La farine de riz présente un taux d'humidité de 12,27%, conforme aux normes du *Codex Alimentarius* (FAO, 1996) et de la FAO/OMS (2007) qui en fixent une limite maximale de 15 %, ainsi que celle donnée par Souci *et al.* (1994) qui est de 12,5 %.

La teneur en humidité (10,24) de la farine de pois chiche est nettement inférieure à celle fixée par le *Codex Alimentarius* (FAO, 1996) et FAO/OMS (2007) qui est de 14 %. Cette teneur concorde avec celle donnée par Cuq et Leynaud-Rouaud (1992) qui est de 10 %.

La connaissance de la teneur en eau des farines est déterminante pour leur bonne conservation en raison de leur hygroscopicité, où il est nécessaire de l'abaisser jusqu'à 14 %, 12 % voire 7 % selon les utilisations (Colas, 1998). En outre, plus la teneur en eau de la farine est faible, plus il est possible de l'hydrater au pétrissage pour arriver à une consistance optimale de la pâte (Grandvoinet et Pratx, 1994).

Les protéines de riz représentent une teneur de 7,84 % correspondant à celles données par Souci *et al.* (1994) et Mohtadji-Lamballais (1998) qui sont respectivement 7,63 et 7,5 % (ms).

La farine de pois chiche présente un taux de protéines de 22,03 % correspondant à celui donné par Cuq et Leynaud-Rouaud (1992) qui est de l'ordre de 22,22 % et se situant dans

l'intervalle de 13,7-27,2 % donné par Calet (1992) et de 12,4-30,6 % donné par Gueguen et Lemarie (1996).

La teneur en lipides de la farine de pois chiche (4,53 %) est du même ordre que celle citée par Cuq et Leynaud-Rouaud (1929) qui est de 5,56 %.

La teneur en cendres (0,52 %) de la farine de riz est proche de celle donnée par Souci *et al.* (1994) qui est 0,63 %.

La farine de pois chiche contient 2,98 % de cendres, teneur inférieure à celle citée par Cuq et Leynaud-Rouaud (1992) qui est de 4,44 %.

La teneur en amidon de la farine de riz (73,81 %) est relativement inférieure à celles donnée par Champagne (2004) et Rosell et Marco (2008) qui sont 77,6 % et 80 %, respectivement.

L'amidon de la farine de pois chiche est estimé à 28,25 %, qui se range bien dans l'intervalle 38,2-58 % donné par Wang et Daun (2004) et Petitot (2009).

## **1.2. Etude de l'effet des paramètres technologiques sur la qualité des farines-biscuits**

### **1.2.1. Résultats des points expérimentaux pour les réponses étudiées**

Les valeurs expérimentales des paramètres physiques et biochimiques des farines-biscuits en fonction des variables indépendantes sont présentées dans le tableau 11.

La mesure des réponses étudiées pour les différentes combinaisons des variables indépendantes, données par le plan d'expérience composite centré (CCD), montre que la teneur en eau finale (H) des farines-biscuits varie de 4,96 % à 20,77 %. Ces taux sont issus de pâtes hydratées à 20 % et à 26 %, respectivement et cuites à 215 °C pendant 11 min et à 185 °C pendant 7 min, respectivement.

Le taux de gélatinisation de l'amidon (TGA) des farines-biscuits varie de 22,58 % à 49,64 %. Ces taux correspondent à des taux d'hydratation de pâtes de 26 % et à 27 %, respectivement. Ces pâtes sont cuites à 185 °C pendant 7 min et à 200 °C pendant 9 min, respectivement.

**Tableau 11.** Matrice expérimentale donnant les valeurs de réponses pour les paramètres étudiés en fonction des variables indépendantes.

N°Exp	Variables réels			Paramètres des farines-biscuits		
	Tps (min)	T (°C)	THP (%)	H (%)	TGA (%)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)
1	7	185	20	16,39	22,74	2,61
2	7	185	26	20,77	22,58	2,77
3	7	215	20	15,29	27,10	2,76
4	7	215	26	18,23	29,22	2,99
5	11	185	20	11,09	24,20	2,73
6	11	185	26	13,89	35,37	2,95
7	11	215	20	4,96	24,80	2,74
8	11	215	26	7,43	42,78	3,05
9	9	200	19	8,86	25,55	1,93
10	9	200	27	16,54	49,64	2,18
11	9	180	23	12,67	27,76	3,00
12	9	220	23	9,66	32,02	3,01
13	6	200	23	17,17	27,45	2,84
14	12	200	23	7,64	36,33	3,11
15	9	200	23	10,07	34,46	2,10
16	9	200	23	8,96	34,12	2,49
17	9	200	23	11,59	32,53	2,22
18	9	200	23	11,89	32,22	2,23

Tps : Temps de cuisson, T : température de cuisson, THP : Taux d'hydratation de la pâte, H : Teneur en eau finale, TGA : Taux de gélatinisation de l'amidon, Vsp : Volume spécifique.

Le volume spécifique (Vsp) des farines-biscuits varie de 1,93 cm<sup>3</sup>/g à 3,11 cm<sup>3</sup>/g. Ces volumes sont le résultat d'une hydratation de pâtes de 19 % et à 23 %, cuites à 200 °C pendant 9 min et à 200 °C pendant 12 min, respectivement.

### 1.2.2. Validation du plan d'expérience

Avant de passer à l'exploitation de ces résultats donnés par un plan composite centré à trois facteurs et à cinq niveaux, nous devons d'abord tester la validité de ce plan.

Le tableau 12 donne un résumé de l'analyse des variances pour les réponses concernant la teneur en eau finale (H), le taux de gélatinisation (TGA) et le volume spécifique (Vsp) des farines-biscuits après cuisson. Ce test statistique montre que le F de Fisher est très grand et nettement significatif ( $p < 0,001$ ) pour tous les modèles des trois réponses étudiées. Cela implique que les modèles étaient suffisamment précis et adaptés pour étudier la corrélation réelle des réponses avec les variables indépendantes choisies et pour prédire les réponses.

La variance F pour le manque d'ajustement est non significatif ( $p > 0,05$ ) pour la teneur en eau et le Vsp des farines-biscuits, ce qui signifie que le manque d'ajustement est négligeable devant la variance de l'erreur expérimentale pour ces deux réponses, vérifiant ainsi, le bon ajustement de ces deux modèles. Tandis que, pour le TGA il est avéré significatif au seuil de 5 %. Un modèle avec un manque d'ajustement significatif est d'autant plus fréquent que la quantité de données incluses dans l'analyse est grande (Sabanis *et al.*, 2009). Cependant, il pourrait toujours être utilisé, tant que son F de Fisher est significatif et son  $R^2$  est satisfaisant (Kittisuban *et al.*, 2014).

Les valeurs de  $R^2$  obtenues, montrent que le modèle peut expliquer 95.45 %, 88.27 % et 95.47 % des variations totales de la réponse pour la teneur en eau, le TGA et le Vsp des farines-biscuits, respectivement. Les  $R^2$  ajusté sont de 90.34 %, 75.08 % et 90.37 %, respectivement pour les mêmes réponses. Cela signifie que le modèle choisi est représentatif du système et confirme la forte corrélation existant entre les réponses étudiées et les facteurs choisis.

**Tableau 12.** Valeurs des coefficients de vérification du model pour les réponses étudiées.

	H %	TGA %	Vsp (cm <sup>2</sup> /g)
<b>ANOVA</b>			
F du Model	18,67***	6,7**	18,72***
F du manque d'ajustement	0,92 <sup>NS</sup>	15,34*	0,18 <sup>NS</sup>
$R^2$ %	95,45	88,27	95,47
$R^2$ % ajst	90,34	75,08	90,37

F: Variance de Fisher-Snedecor

NS : Non significatif, \* significatif à  $p < 0.05$ , \*\* significatif à  $p < 0.01$ , \*\*\* significatif à  $p < 0.001$

### 1.2.3. Effet du temps, de la température de cuisson et du taux d'hydratation de la pâte sur la qualité des farines-biscuits

L'analyse de la régression a permis d'estimer les coefficients des effets des variables indépendantes sur les différentes réponses au niveau linéaire, quadratique et d'interaction. La significativité des différents effets est analysée à différents niveaux (0.001, 0.01 et 0.05). Les résultats sont présentés dans le tableau 13.

**Tableau 13.** Coefficients estimés par l'analyse de la régression pour les trois réponses mesurées

	H %	TGA %	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)
Constante	10,48***	34,32***	2,2739***
Tps	-3,90***	3,17*	0,0602
T	-1,71**	2,09*	0,0412
THP	1,95**	5,43**	0,1061*
Tps*Tps	1,12*	-2,20	0,3367***
T*T	0,50	-3,20*	0,3517***
THP*THP	1,27*	0,66	-0,1234*
Tps*T	-1,12*	-0,37	-0,0325
Tps*THP	-0,26	3,40*	0,0175
T*THP	-0,22	1,14	0,02

H : Teneur en eau finale, TGA : Taux de gélatinisation de l'amidon, Vsp : Volume spécifique  
 Tps : Temps de cuisson, T : température de cuisson, THP : taux d'hydratation de la pâte  
 \*Significatif à p<0,05, \*\* significatif à p<0,01, \*\*\* significatif à p<0,001

Ces résultats montrent que les effets linéaires des variables affectent de manière significative la plupart des paramètres de la pâte et des farines-biscuits. Les termes d'interaction entre les trois variables étudiées ont montré un effet négatif significatif (p<0.05) entre le temps et la température de cuisson sur la teneur en eau finale des farines-biscuits et positif entre le temps de cuisson et le taux d'hydratation de la pâte sur le taux de gélatinisation de l'amidon. Aucun effet d'interaction n'a été enregistré pour le volume spécifique des farines-biscuits. Un effet quadratique significatif positif (p<0.001) du temps et de la température de cuisson est noté sur le Vsp des farines-biscuits contre un effet négatif du THP.

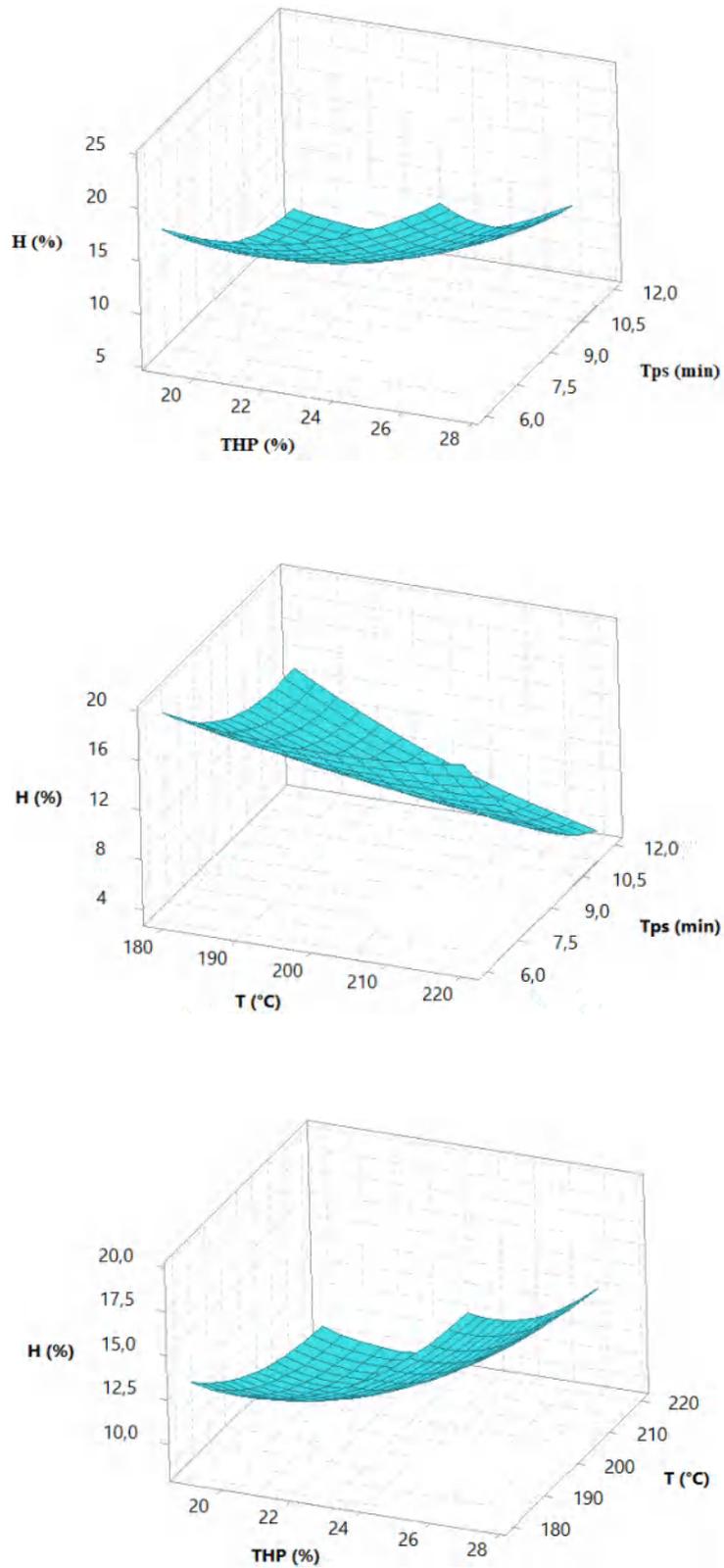
### 1.2.3.1. Effet sur la teneur en eau finale

Comme le montre le tableau 14, la teneur en eau finale des farines-biscuits est significativement affectée par les trois variables étudiés, avec un effet plus marquant noté pour le temps de cuisson ( $p < 0,001$ ). Cela pourrait s'expliquer par le fait que l'évaporation de l'eau contenue dans la farine-biscuit a lieu à environ 100 °C (Manley, 2011) et donc c'est le temps de séjours du produit dans le four qui joue le plus sur l'élimination de la quantité de cette eau. Les mêmes constatations ont été faites par Teshome *et al.* (2017) lors d'une étude sur l'optimisation du temps et de la température de cuisson pour la production d'un biscuit sans gluten. Ils ont trouvé que le temps de cuisson avait plus d'effet sur l'augmentation de la perte d'eau des biscuits lors de la cuisson, ce qui a conduit à l'augmentation de leur dureté. Farris et Piergiovanni (2008) ont également rapporté que le temps et la température de cuisson d'un biscuit à base d'amarante affectaient négativement sa teneur en humidité. Saric *et al.* 2014 ont également montré que l'augmentation du temps et de la température de cuisson d'un biscuit sans gluten a réduit sa teneur en humidité de 10 à 5,2 %.

Les diagrammes des surfaces de réponse (Figure 7) montrent que la teneur en eau finale des farines-biscuits diminue significativement lorsque le temps et la température de cuisson augmentent. Cela est dû à la perte d'eau par évaporation au cours de la cuisson. Par contre, une augmentation est constatée lorsque le taux d'hydratation de la pâte augmente, et ce d'autant plus que le temps et la température de cuisson diminuent. Ce qui se traduit par une teneur plus élevée de l'humidité finale des farines-biscuits.

La teneur en eau finale est un facteur qui influence fortement la croissance microbienne. Elle doit être suffisamment basse pour permettre une bonne conservation des farines-biscuits.

En outre, la texture et les propriétés mécaniques des biscuits sont considérablement influencées par leur teneur en humidité (Tharrault, 1997). Ainsi, une teneur élevée résulte en un ramollissement du biscuit qui perd son caractère croustillant (Jakubczyk *et al.*, 2008, Manley, 2011).



**Figure 7.** Surfaces de réponse montrant l'effet du temps (Tps), de la température (T) de cuisson et le taux d'hydratation de la pâte (THP) sur l'humidité finale (H%) des farines-biscuits.

### 1.2.3.2. Effet sur le taux de gélatinisation de l'amidon TGA

La gélatinisation est un effet important de la cuisson sur les produits riches en amidon, augmentant ainsi sa digestibilité (Van Hoan *et al.*, 2010).

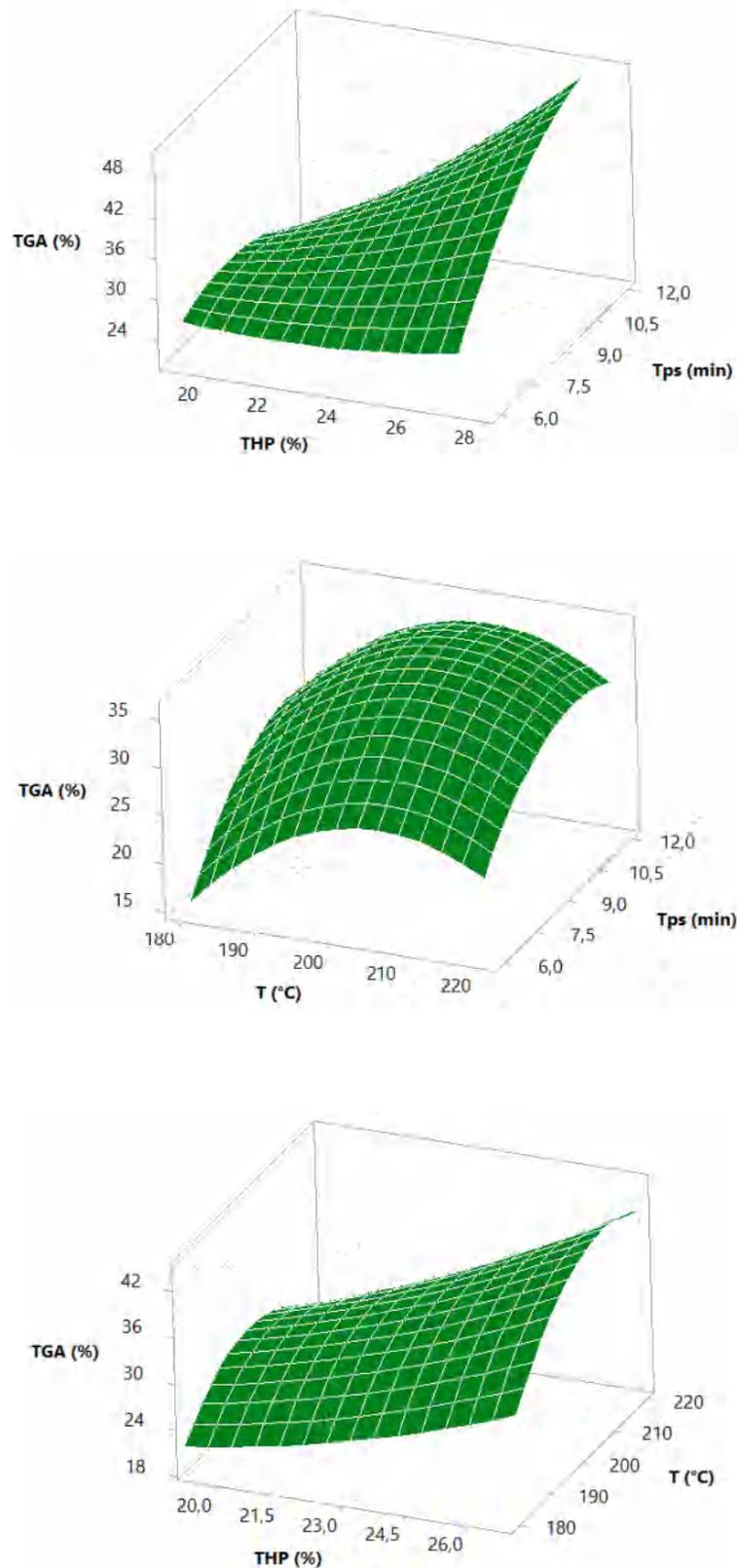
Le taux de gélatinisation de l'amidon (TGA) correspond au pourcentage de la teneur en amidon gélatinisé (susceptible à l'hydrolyse par l'amyloglucosidase) sur la teneur en amidon total (Mouquet *et al.*, 2003 ; Van Hoan *Et al.*, 2010).

D'après les résultats de l'analyse de la régression pour les trois réponses mesurées (tableau 13), nous constatons que les variations dans les paramètres étudiés affectent significativement le taux de gélatinisation de l'amidon des farines-biscuits au cours de la cuisson. Le taux d'hydratation de la pâte a plus d'effet ( $p < 0,01$ ) que les deux autres paramètres (temps et températures de cuisson).

La température de la gélatinisation de l'amidon se situant généralement entre 52°C et 95°C (Fustier, 2007 ; Mamat, 2018) est largement dépassée par le traitement thermique appliqué (180 à 220 °C). Le temps de cuisson, allant jusqu'à 12 min, est également suffisant. Ainsi, le facteur déterminant dans ce cas serait la quantité d'eau disponible, qui est proportionnelle au taux de gélatinisation de l'amidon.

Dans le cas des pâtes à biscuits représentant un milieu peu hydraté (taux d'hydratation < 20% base humide), les granules d'amidon sont peu altérés et donc, partiellement gélatinisés. En outre, la présence de sucre dans la formule du biscuit contribue à la limitation de la disponibilité de l'eau dans la pâte (Feuillet, 2000 ; Manley, 2011). Ceci influencerait négativement le taux de gélatinisation de l'amidon (Mamat *et al.*, 2010). Parallèlement, l'interaction des sucres avec les chaînes d'amidon réduit la mobilité moléculaire du domaine amorphe, augmentant ainsi l'énergie nécessaire pour la gélatinisation de l'amidon (Mamat, 2018).

Les diagrammes des surfaces de réponse (Figure 8) illustrent l'effet des paramètres étudiés (temps et température de cuisson et taux d'hydratation de la pâte) sur le taux de gélatinisation de l'amidon des farines-biscuits au cours de la cuisson. Nous constatons que l'augmentation du taux d'hydratation de la pâte (THP) et du temps de cuisson a permis la gélatinisation de presque la moitié (50 %) de l'amidon contenu dans les farines-biscuits.



**Figure 8.** Surfaces de réponse montrant l'effet du temps (Tps), de la température (T) de cuisson et le taux d'hydratation de la pâte (THP) sur le taux de gélatinisation (TGA) de l'amidon des farines-biscuits.

### 1.2.3.3. Effet sur le volume spécifique (Vsp)

L'évolution du volume spécifique des farines-biscuits est illustrée par les diagrammes des surfaces de réponse de la figure 9.

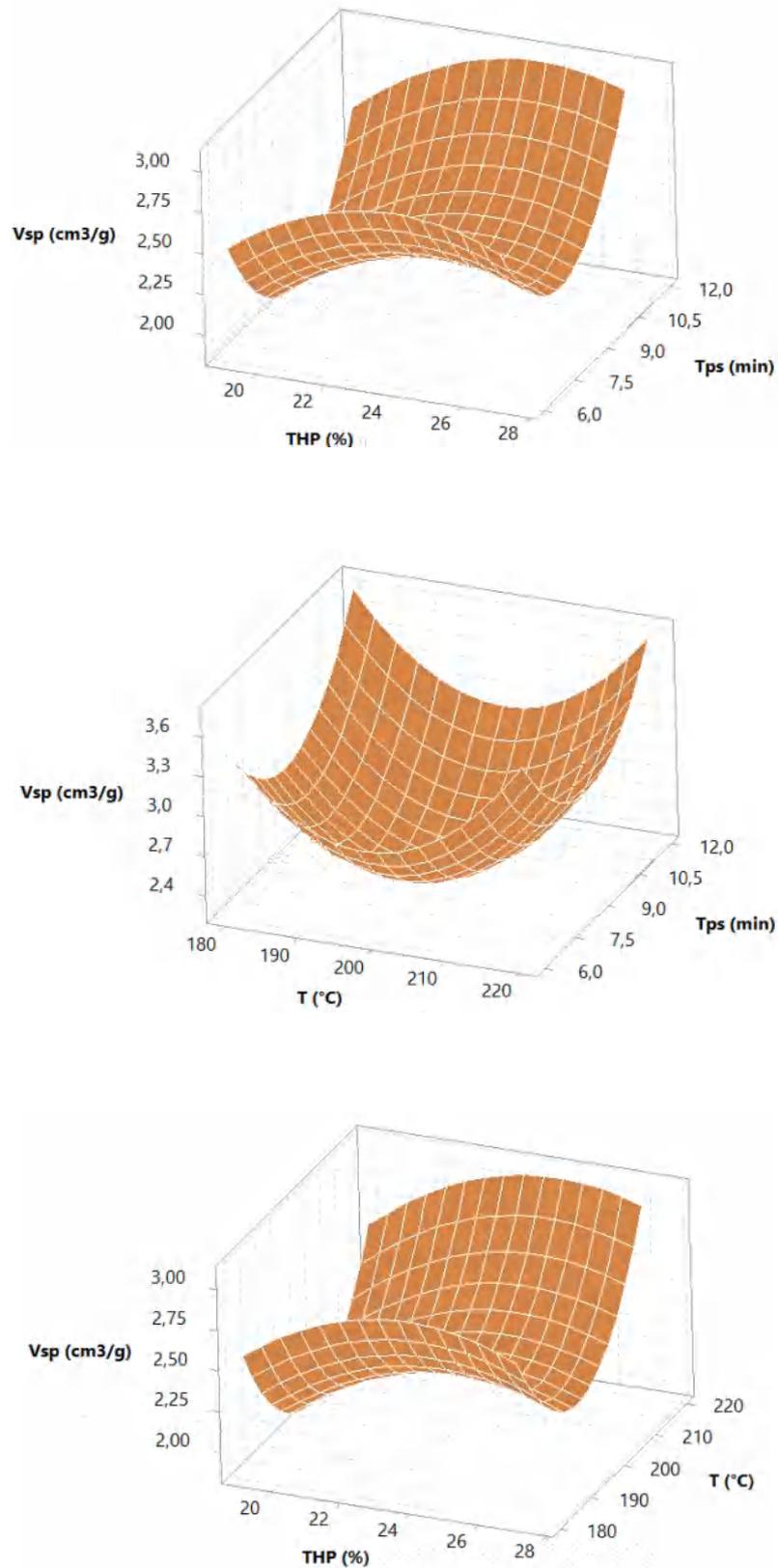
L'influence des variables étudiées sur le volume spécifique des farines-biscuits est caractérisée par un effet quadratique positif ( $p < 0,001$ ) du temps et de la température de cuisson et négatif ( $p < 0,05$ ) du taux d'hydratation de la pâte.

L'augmentation de ce volume serait due à la formation, lors de la cuisson, de cavités de différentes tailles et formes, au fur et à mesure que les gaz issus des agents levant et de la vapeur d'eau sont libérés. Ces cavités sont formées par l'expansion des poches d'air incorporés dans la pâte lors du pétrissage (Fustier *et al.*, 2008 ; Gallagher, 2008 ; Dobraszczyk, 2017).

Selon Manley (2011), Le développement de la structure dépend d'une augmentation contrôlée et continue de l'expansion gazeuse. Il est nécessaire d'atteindre une quantité considérable d'expansion avant que la structure soit figée, empêchant une expansion supplémentaire. Ce qui pourrait expliquer les Vsp relativement élevés des farines-biscuits à des temps et températures plus bas.

La fixation de la structure est une combinaison de la gélatinisation de la matrice amidon/protéine et du durcissement dû à la perte d'humidité. Quand la production de gaz s'achève, le volume du biscuit atteint son max et le séchage commence (Mamat, 2010 ; Manley, 2011). Ainsi, les diagrammes de la figure 8 montrent que le maximum de Vsp est atteint à des temps et températures de cuisson élevés. Cela pourrait être dû à la vaporisation accélérée et donc perte d'eau importante des farines-biscuits conduisant à une réduction dans leur poids et par conséquent, une augmentation dans leur volume spécifique.

Les plus faibles Vsp enregistrés sont ceux correspondant aux plus faibles taux d'hydratation des pâtes. Cela pourrait s'expliquer par le fait que ces dernières deviennent plus rigides présentant une viscosité élevée qui s'opposerait à la levée sous l'effet de la poussée gazeuse (Chevallier *et al.*, 1999). Ainsi Manohar et Rao (2002) ont montré que plus la pâte est dure et plus les biscuits obtenus sont denses. D'autre part, les faibles Vsp notés à des taux d'hydratation plus élevés pourraient s'expliquer par un affaissement des biscuits en raison de la dilution des composants de la farine, ce qui se traduit par une diminution de la viscosité de la pâte et donc une faible rétention gazeuse (Balla *et al.*, 1999).



**Figure 9.** Surfaces de réponse montrant l'effet du temps (Tps), de la température (T) de cuisson et le taux d'hydratation de la pâte (THP) sur le volume spécifique (Vsp) des farines-biscuits.

#### 1.2.3.4. Effet du temps de cuisson sur l'activité antitrypsique des farines-biscuits

Les résultats des teneurs en facteurs antitrypsiques contenus dans les farines de base (de riz et de pois chiche) et les farines biscuits sont présentés dans le tableau 14. Seules les activités antitrypsiques des biscuits cuits à des temps 6, 9 et 12min sont mesurées.

**Tableau 14.** Effet du temps de cuisson sur l'activité antitrypsique des farines-biscuits.

Echantillon	Teneur en antitrypsiques (UIT/mg)	Réduction (%)
Farine de riz	1,75±1,08	
Farine de pois chiche	9,04±0,43	
Farine-biscuit cuite pd 6 min	1,11±0,89	89,7
Farine-biscuit cuite à pd min	0,88±0,04	91,9
Farine-biscuit cuite pd 12 min	0,50±0,40	95,4

UIT : Unité d'inhibiteurs de trypsine.

Pd : Pendant.

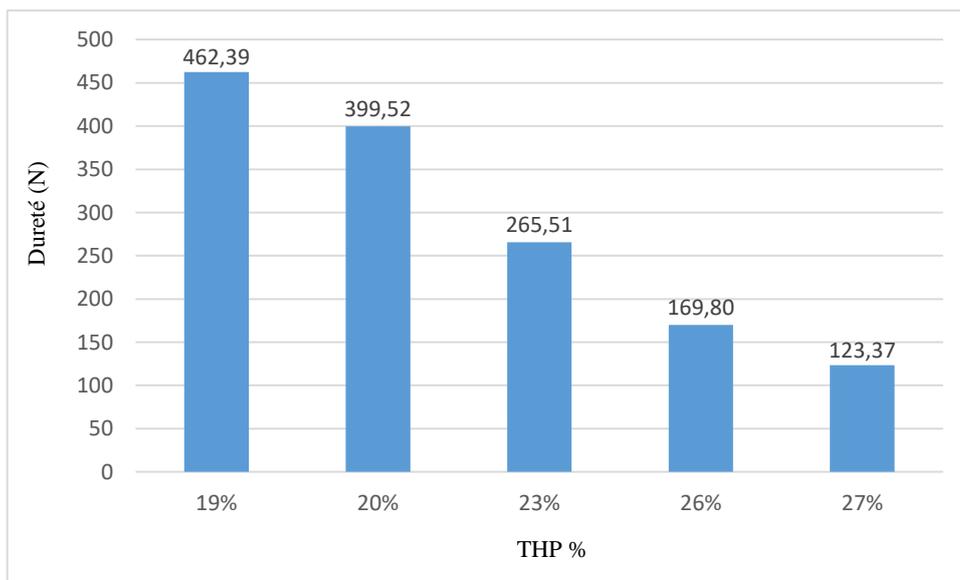
A partir du tableau, nous constatons que la farine de riz présente une faible teneur en facteurs antitrypsiques, qui est de 1,75 TUI/g (ms). Tandis que, la farine de pois chiche en présente une teneur nettement plus importante qui est de l'ordre de et 9 TUI/g (ms). La température élevée (200°C) atteinte au cours de la cuisson est à l'origine de la destruction importante des facteurs antitrypsiques, thermolabiles. Ainsi, la teneur initiale du mélange de farines de riz et de pois chiche, estimée à environ 11 TUI/g (ms), est réduite à environ 1 TUI/g (ms) au bout de 6 min de cuisson. Cette réduction atteint 0,5 TUI/g (ms) après 12 min de cuisson, ce qui correspond à une destruction de 95 % de la teneur initiale.

Mouquet *et al.* (2003), et avec la même méthode d'analyse, ont trouvé une réduction dans l'activité antitrypsique de 52 à 85 % pour des farines infantiles à base de riz et soja subissant une cuisson extrusion à une température de 180°C à la sortie de l'extrudeur. Van Hoan *et al.* (2010) ont également rapporté que le traitement de cuisson-extrusion à une température de 160 à 170°C, mesurée en sortie de filière, entraîne une réduction importante de 92 à 97% des facteurs antitrypsiques dans des mélanges à base de maïs, sorgho et riz additionnés de farine de soja.

#### 1.2.4. Effet du taux d'hydratation de la pâte sur sa dureté

Les résultats de l'évolution de la dureté de la pâte en fonction du taux d'hydratation sont illustrés dans la figure 10.

Nous constatons que l'ajout de l'eau dans la formule à biscuit engendre une diminution dans la consistance de la pâte et donc dans sa résistance à la force appliquée. Ainsi, l'augmentation de 1 % dans le taux d'hydratation de la pâte entraîne une réduction jusqu'à 62,87 N dans sa dureté. Du point de vue rhéologique, l'eau agit comme plastifiant dans la pâte en favorisant la mobilité des chaînes macromoléculaires, entraînant une diminution de la viscosité (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a). Par ailleurs, l'ajout de l'eau est nécessaire pour améliorer la machinabilité de la pâte, en particulier dans les formules de biscuit à faible taux de matière grasse (Gallagher, 2008).



**Figure 10.** Effet du taux d'hydratation de la pâte (THP) sur sa dureté.

Manohar et Rao (1999a) ont rapporté qu'une variation de 1 % dans la teneur en eau (g ajouté à 100 g de farine) affecte significativement les caractéristiques texturales de la pâte à biscuit. Ils ont enregistré une diminution de 815 N à 536 N dans la dureté, lorsque la teneur en eau de la pâte est augmentée de 14% à 17% et la pâte devient plus cohésive.

## 2. Effet de l'incorporation de la gomme de xanthane

### 2. 1. Humidité et capacité d'absorption d'eau des farines utilisées dans la fabrication

La capacité d'absorption d'eau (CAE) représente la capacité d'un produit à s'associer à l'eau dans des conditions où l'eau est limitée. L'absorption d'eau au Farinographe est principalement influencée par les propriétés des composants principaux de la farine: le gluten et l'amidon. La CAE de la farine composite de riz-pois chiche (R-PC), avec et sans xanthane, et de la farine témoin de blé tendre témoin (TB) est présenté dans le tableau 15.

**Tableau 15.** Capacité d'Absorption d'Eau (CAE) des farines utilisées dans la fabrication (%).

Farines	CAE (%)
TB	55,03±0,15a
R-PC	47,73±0,25b
R-PC + 0,5 % GX	51,57±0,06c
R-PC + 1 % GX	53,93±0,40d
R-PC + 1,5 % GX	56,27±0,25 <sup>e</sup>

<sup>a-e</sup> Les moyens sans lettre commune diffèrent significativement selon le test Fisher ( $p < 0,05$ ).

TB : Témoin de blé tendre, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane.

Les résultats obtenus montrent que la CAE de la farine témoin de blé tendre est de 55%, qui est dans l'intervalle de 51-59% donné par Pedersen *et al.* (2004), correspondant à une farine biscuitière de blé tendre de différents cultivars, et proche de celle (56,4 %) donnée par Manohar et Rao (1999a). La farine composite R-PC présente une CAE de 47,73%, inférieur à celle de la farine de blé. L'addition de la de gomme xanthane à la farine R-PC augmente significativement sa CAE pour atteindre 56,27% pour un taux de 1,5% de xanthane.

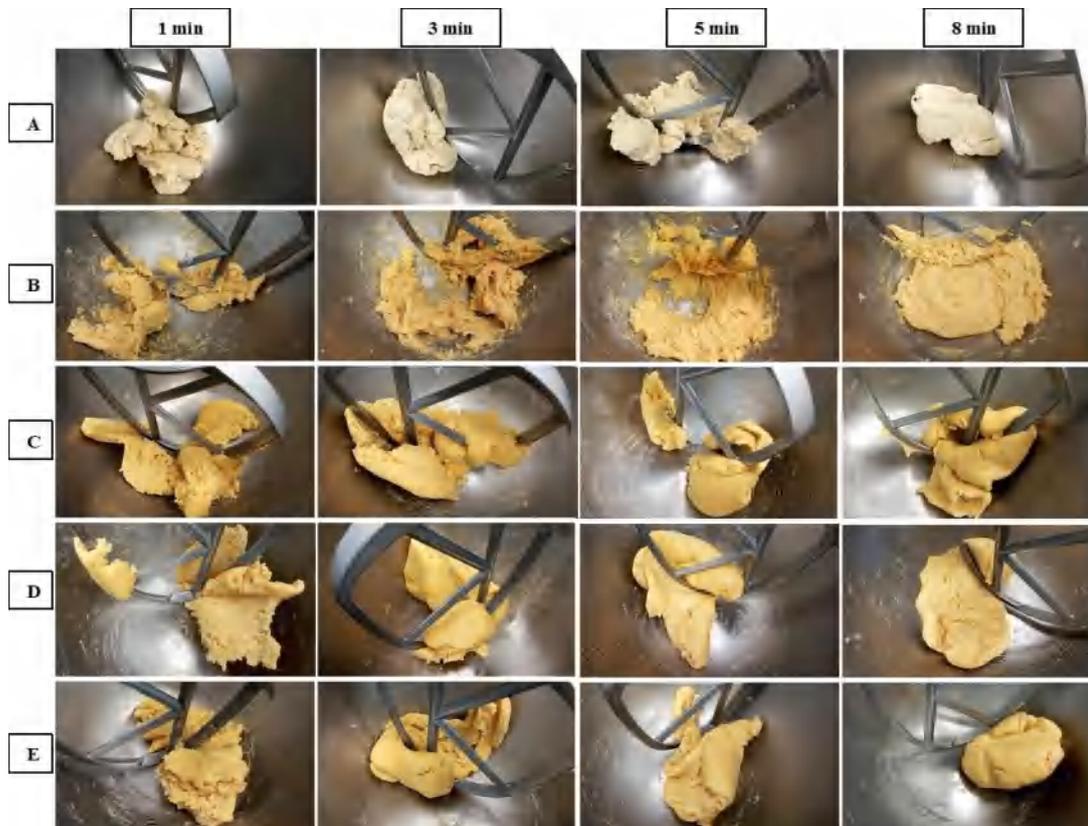
Une observation similaire a été faite par Devisetti *et al.* (2015) et Kaur *et al.* (2015) lors de l'ajout d'hydrocolloïdes et de gommes à la farine de millet et à la farine de sarrasin, respectivement, pour la fabrication de biscuits sans gluten. L'augmentation de la CAE pourrait être due à la présence de groupes hydroxyles dans la structure hydrocolloïdale du xanthane, qui permet de retenir une plus grande quantité d'eau par liaison hydrogène (Rosell *et al.*, 2001).

## 2. 2. Propriétés rhéologiques des pâtes

### 2. 2. 1. Comportement rhéologiques et machinabilité

Les biscuits secs se caractérisent par une pâte dure ou semi dure. Ainsi, La consistance de la pâte est d'une importance considérable dans l'industrie biscuitière en influençant la machinabilité de la pâte et la qualité du biscuit (Manley, 1998 ; Mohtedji-Lambalais, 1989 ; Feillet, 2000). En effet, une pâte trop ferme ou trop molle, ne se traitera pas d'une manière satisfaisante sur l'équipement approprié de formation de la pâte et ne donnera pas un produit satisfaisant (Launay et Bartolucci, 1997 ; Manohar et Rao, 2002 ; Assifaoui *et al.*, 2006).

Des observations subjectives (Figure 11) ont montré que la pâte fabriquée avec la farine témoin de blé tendre (TB) présentait un comportement satisfaisant lors du pétrissage et de la mise en forme: elle était souple et facile à travailler. Cependant, la pâte faite avec de la farine de riz-pois chiche (R-PC) était trop collante et difficile à pétrir, à laminer et à mettre en forme, ce qui rend l'application industrielle de la farine R-PC non viable. L'addition de la gomme de xanthane (GX) a visiblement amélioré les propriétés de machinabilité de la pâte, en particulier pendant le processus de pétrissage.



**Figure 11.** Apparence des pâtes à différents temps (1, 3, 5 et 8 min) de pétrissage : A: TB, B: R-PC, C: R-PC+0.5 % GX, D: R-PC+1 % GX et E: R-PC+1.5 % GX.

### 2. 2. 2. Analyse du profil de la texture

L'analyse du profil de texture (APT) est réalisée dans le but d'évaluer objectivement l'effet de l'addition de la gomme de xanthane sur la pâte de la formule R-PC. Les paramètres APT, à savoir ; la dureté, l'adhésivité, l'élasticité, la cohésivité et la masticabilité sont indiqués dans le tableau 16.

**Tableau 16.** Paramètres de texture des pâtes sans gluten comparés à celles du témoin de blé.

Formules	Dureté (N)	Adhésivité (N.s)	Elasticité	Cohésivité	Masticabilité (N)
TB	9,46±1,18a	-1,45±0,51a	0,69±0,06a	0,59±0,04a	3,86±0,89a
R-PC	11,08±1,81b	-8,56±2,90b	0,93±0,12b	0,62±0,11b	6,35±1,48cd
R-PC + 0,5 % GX	19,90±2,19c	-4,54±1,93c	0,66±0,15ae	0,43±0,06c	5,77±1,82c
R-PC + 1 % XG	24,82±1,48d	-3,97±1,25ce	0,59±0,08d	0,46±0,04ce	6,85±1,53d
R-PC + 1,5 % XG	28,87±2,45e	-3,19±0,92e	0,61±0,10e	0,50±0,03 <sup>e</sup>	8,79±1,81 <sup>e</sup>

<sup>a-e</sup> Les moyens sans lettre commune diffèrent significativement selon le test Fisher ( $p < 0,05$ ).

TB : Témoin de blé tendre, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane.

Les résultats obtenus montrent que la pâte de la formule R-PC présente des valeurs significativement ( $p < 0,05$ ) plus élevées de tous les paramètres de texture que celle de la formule témoin de blé TB. Ce qui explique les différences observées dans le comportement de machinabilité observé précédemment (Figure 11).

La force de compression augmente significativement avec le niveau du xanthane ajouté, ce qui reflète la plus grande dureté des pâtes contenant la gomme de xanthane par rapport à celle de la pâte R-PC et la pâte TB. Devisetti *et al.* (2015) ont démontré que la plus grande dureté était trouvée dans une pâte contenant du xanthane, comparativement aux autres hydrocolloïdes, ajoutés à la farine de millet pour la préparation de biscuits sans gluten. Banerjee *et al.* (2014) ont également étudié l'effet des gommes sur les propriétés rhéologiques de la pâte à biscuit de sorgho. Ils ont rapporté la même observation, concluant que l'augmentation de la dureté de la pâte pourrait être due au fait que les polymères de gommes à longues chaînes se lient à une quantité importante d'eau et présentent un degré élevé de viscosité en solution.

L'incorporation de xanthane réduit les différences entre la pâte de R-PC et celle de TB en ce qui concerne l'adhésivité et l'élasticité. La principale différence entre la pâte de R-PC et celle de TB réside dans l'adhésivité (collant), qui est significativement plus élevée dans la pâte à base de R-PC (8,6 Ns) que dans celle de TB (1,4 Ns). Etant donné qu'un haut degré

d'adhérence de la pâte crée des problèmes de machinabilité, il est donc le moins recherché possible. En effet, l'incorporation du xanthane dans la formule R-PC réduit progressivement l'adhérence de la pâte, où nous avons noté que la plus faible adhérence (3,19 N) est celle obtenue avec le taux du xanthane le plus élevé (1,5%).

L'élasticité (springiness) est significativement plus élevée pour la pâte à base de R-PC que pour celle du TB (0,93 contre 0,69, respectivement). L'incorporation du xanthane réduit également la différence entre les deux formules, bien que des différences mineures significatives ont été trouvées entre les niveaux de xanthane.

La cohésion qui est un paramètre lié à l'intégrité structurelle de la pâte est réduite après addition de la gomme de xanthane à la formule de R-PC. L'effet maximal se manifeste aux niveaux les plus bas de xanthane.

Une augmentation dans la masticabilité des pâtes sans gluten de 6,3 à 8,8 N est notée, et qui pourrait être expliqué par l'augmentation de leur dureté.

En résumé, l'incorporation de xanthane dans la formule R-PC a significativement augmenté la dureté et réduit de façon significative l'adhésivité, l'élasticité et la cohésion. Ces changements de texture confèrent des propriétés de manipulation appropriées à la pâte à base de R-PC.

### 2.2. 3. Propriétés viscoélastique

Les valeurs des  $G'$  (module de conservation) et  $G''$  (module de perte), et la tangente  $\delta$  à la fréquence de 1 Hz sont indiquées dans le tableau 17.

**Tableau 17.** Valeurs des paramètres rhéologiques ( $G'$ ,  $G''$  et  $\tan \delta$ ) des pâtes à 1 Hz.

Formules	$G'$ (Pa)	$G''$ (Pa)	$\tan \delta$
TB	77370±1679a	27490±1200a	0,355±0,009a
R-PC	97785±9426b	34973±3815a	0,357±0,006a
R-PC + 0,5 % GX	128200±7155c	45215±5639c	0,353±0,036a
R-PC + 1 % XG	169125±6430d	63350±1936d	0,375±0,018a
R-PC + 1,5 % XG	179175±14429d	66580±12457d	0,370±0,044a

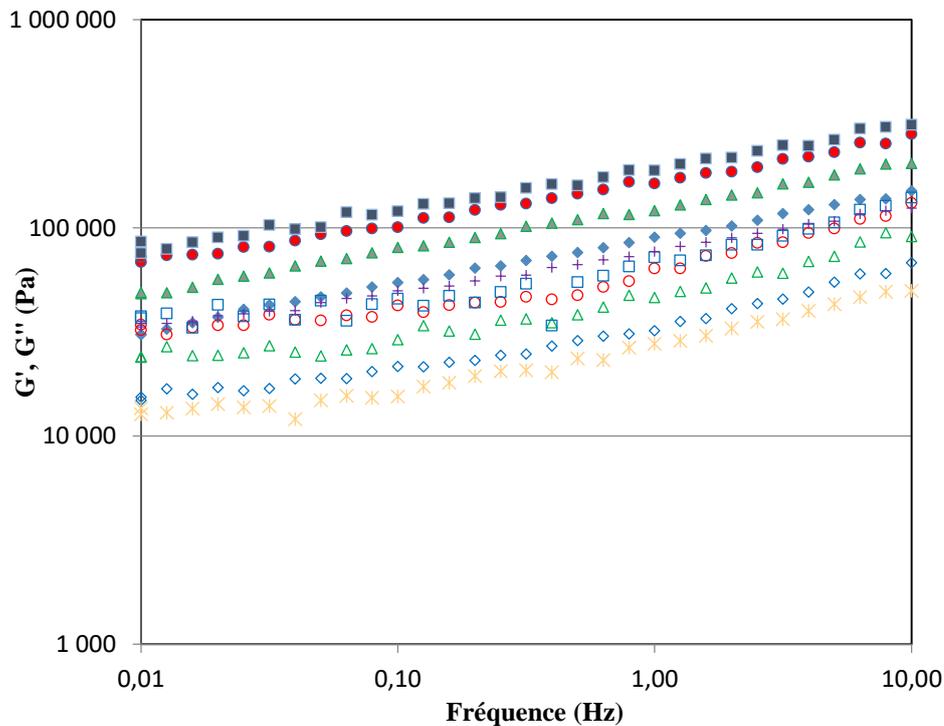
<sup>a-e</sup> Les moyens sans lettre commune diffèrent significativement selon le test Fisher ( $p < 0.05$ ).

TB : Témoin de blé tendre, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane.

La pâte témoin de blé TB présente les plus faibles valeurs de  $G'$  et  $G''$ . L'incorporation de la gomme de xanthane (GX) dans la formule R-CP augmente significativement les valeurs des modules  $G'$  et  $G''$ . Cependant, la tangente ( $\tan \delta$ ) n'est pas significativement affectée.

Les balayages de fréquence de la pâte sans gluten R-PC contenant différents niveaux de xanthane, comparée à celles de la pâte témoin de blé (TB) sont présentés dans la figure 12.

La zone de plateau des spectres mécaniques est visualisée dans la gamme de fréquences étudiée; les valeurs de  $G'$  étaient supérieures à  $G''$  et modérément dépendantes de la fréquence. Ainsi, toutes les pâtes présentent un comportement rhéologique de gels faibles (Sanz *et al.*, 2017).



**Figure 12.** Evolution des  $G'$  (module de conservation) et  $G''$  (module de perte), en fonction de la fréquence, des différentes pâtes préparées (carrée : R-PC+1,5 % GX, rond: R-PC+1 % GX, triangle: R-PC+0,5 % GX, étoile : R-PC et signe plus: TB).

## 2. 3. Evaluation de la qualité des farines-biscuits

### 2. 3. 1. Humidité finale et activité de l'eau

La détermination de la teneur en eau finale et l'activité de l'eau ( $a_w$ ) des produits alimentaires est d'un grand intérêt, non seulement pour prédire leur durée de conservation, mais aussi pour comprendre leurs attributs de texture, en particulier la croustillance. (Hough *et al.* 2001 ; Heidenreich *et al.* 2004 ; Jakubczyk *et al.* 2008; Castro-Prada *et al.* 2009; Arimi *et al.* 2010).

La relation entre le croustillant et l'activité de l'eau ( $a_w$ ) dans les aliments à faible teneur en eau a été largement étudiée. Un ramollissement et un manque de croustillance peuvent être observés lorsque l' $a_w$  dépasse les valeurs critiques. Jakubczyk *et al.* (2008) ont rapporté que l'augmentation dans l' $a_w$  au-dessus de 0,32 entraînait un ramollissement et une forte diminution du module de déformabilité et de la contrainte de rupture du pain croustillant. Arimi *et al.* (2010) ont trouvé que l' $a_w$  critique d'un biscuit variait entre 0,51 et 0,59. Par ailleurs, l'activité de l'eau ( $a_w$ ) représente la disponibilité de l'eau pour les réactions de dégradation (Mathlouthi, 2001).

L'humidité et l' $a_w$  des différentes farines-biscuits sont indiquées dans le tableau 18, duquel nous constatons que la teneur en humidité et l' $a_w$  des farines-biscuits préparées à partir de R-CP sont significativement ( $p < 0,05$ ) inférieurs à celles obtenues à partir du TB. Cependant, une augmentation significative ( $p < 0,05$ ) est enregistrée quand la GX est incorporée.

Une tendance similaire a été rapportée par Kaur *et al.* (2015) dans les biscuits au sarrasin, où l'addition de diverses gommages a significativement augmenté leur teneur en humidité. Ces auteurs ont constaté que, parmi toutes les gommages incorporées, celle de xanthane a donné des biscuits avec une rétention d'eau maximale.

Il est à noter que les farines-biscuits incorporées de 1% de GX présentent l'humidité et l' $a_w$  les plus proches à celles de la farine de blé. Tandis que, à 1,5% de xanthane, le niveau d'humidité et de l' $a_w$  est devenu significativement plus élevé, où la valeur maximale de l' $a_w$  enregistrée est de 0,59. Cette valeur reste inférieure au seuil de 0,70 voire 0,60 pour lequel aucun développement microbologique ne pourrait avoir lieu (Cauvain et young, 2009 ; Cervenka *et al.*, 2006).

**Tableau 18.** Teneur en humidité (%) et activité de l'eau ( $a_w$ ) des farines-biscuits après cuisson.

Formules	Humidité (%)	$a_w$
TB	7,97±0,74ad	0,54±0,003a
R-PC	5,38±0,49b	0,42±0,006b
R-PC + 0,5 % GX	7,26±0,23c	0,52±0,010c
R-PC + 1 % GX	7,77±0,14ac	0,55±0,001a
R-PC + 1,5 % GX	8,93±0,38e	0,59±0,014e

<sup>a-e</sup> Les moyens sans lettre commune diffèrent significativement selon le test Fisher ( $p < 0,05$ ).

TB : Témoin de blé tendre, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane.

### 2.3. 2. Caractéristiques physiques et texturales

Les propriétés physiques des différentes farines-biscuits étudiées sont présentées dans le tableau 19.

**Tableau 19.** Caractéristiques physiques et texturales des farines-biscuits.

	Poids (g)	Epaisseur (cm)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	Dureté (N)
TB	11,79±0,29a	1,30±0,06a	2,42±0,08a	157,02±10,87a
R-PC	10,57±0,14b	0,74±0,03b	1,72±0,10b	334,44±39,17b
R-PC + 0,5 % GX	11,13±0,35c	0,84±0,02c	1,86±0,06c	240,06±32,80c
R-PC + 1 % GX	11,30±0,14c	0,91±0,02d	1,87±0,05c	210,71±26,56d
R-PC + 1,5 % GX	11,93±0,23a	1,04±0,03 <sup>e</sup>	1,96±0,07e	121,58±12,99 <sup>e</sup>

Vsp: volume spécifique des biscuits.

<sup>a-e</sup> Les moyens sans lettre commune diffèrent significativement selon le test Fisher ( $p < 0,05$ ).

TB : Témoin de blé tendre, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane.

Des différences significatives sont notées entre les farines-biscuits sans gluten à base de R-PC et celles du témoin de blé TB. Les farines-biscuits R-PC présentent un poids, une épaisseur et un Vsp significativement plus faibles et une dureté significativement plus grande. L'incorporation de xanthane a eu un effet très positif réduisant les différences trouvées entre les deux systèmes.

Lorsque le taux de xanthane augmente, une augmentation du poids des farines-biscuits R-PC peut être observée. Aucune différence significative n'a été trouvée entre le poids de la

farine-biscuit témoin TB et celui de R-PC à 1,5% GX. Une constatation similaire a été rapportée par Kaur *et al.* (2015) où l'ajout de gommés à la farine de sarrasin a entraîné une augmentation significative du poids des biscuits. Le poids plus élevé pourrait être associé à l'augmentation de la capacité d'absorption d'eau de la pâte en présence de la GX, ce qui augmente la rétention d'eau pendant la cuisson et, par conséquent, la teneur en humidité finale et le poids des farines-biscuits.

Le fait que la farine composite R-PC initiale retienne moins d'eau au cours de son hydratation pourrait également expliquer pourquoi le poids de la farine-biscuit est plus faible que celui de la farine-biscuit témoin de blé.

L'épaisseur de la farine-biscuit R-PC augmente significativement ( $p < 0,05$ ) avec le taux d'incorporation de la GX de 0,74 cm à 1,04 cm au taux de 1,5% de la GX, se rapprochant le plus de celle de la farine-biscuit témoin TB (1,3 cm).

Le plus grand volume spécifique ( $V_{sp}$ ) des farines-biscuits additionnées de GX par rapport à la farine-biscuit R-PC pourrait s'expliquer par le fait que la gomme de xanthane augmente la viscosité de la pâte, permettant de ralentir la vitesse de diffusion des gaz et donc leur rétention lors des premières étapes de cuisson (Rosell *et al.*, 2001 ; Gómez *et al.*, 2007; Shittu *et al.*, 2009). Ces résultats concordent avec celles de Devisetti *et al.* (2015) qui ont trouvé que les biscuits contenant de la gomme de xanthane GX présentaient l'épaisseur la plus élevée par rapport à ceux contenant d'autres hydrocolloïdes et gommés utilisés dans une formule de biscuit à base de millet. Turabi (2008) a également rapporté les mêmes constatations, où les formules de biscuits contenant de la GX ont montré une porosité et volume de biscuit plus élevés que celles avec les autres gommés utilisés.

De plus, l'addition de xanthane à la formule R-PC conduit à une diminution significative ( $p < 0,05$ ) de la dureté des biscuits. Des tendances similaires ont été notées par Kaur *et al.* (2015) lorsque diverses gommés ont été incorporées dans des biscuits de sarrasin.

Cependant, il est intéressant de noter que les pâtes plus dures (tableau 16) ne donnent pas forcément des farines-biscuits plus durs; au contraire, une corrélation négative a été observée entre les deux paramètres. L'addition de 1,5 % de xanthane donne la pâte la plus dure et la texture de farine-biscuit la plus tendre avec la force de rupture la plus basse.

L'effet attendrissant de la gomme de xanthane sur la texture des farines-biscuits R-PC pourrait être associé à une plus grande rétention d'humidité de la gomme et à une plus grande rétention de bulles pendant la cuisson de la pâte associée à une plus grande viscosité de la pâte.

#### 2.4. Evaluation sensorielle

Un test d'acceptabilité par le consommateur a été effectué pour évaluer l'effet de l'incorporation de la gomme de xanthane GX sur la farine-biscuit sans gluten R-PC. Les résultats sont présentés dans le tableau 20.

**Tableau 20.** Acceptabilité sensorielle des biscuits.

	Acceptabilité générale	Appearance	Odeur	Texture	Saveur
R-PC	5,12a	6,24ab	5,63a	4,93a	5,10a
R- PC 0.5 % XG	4,67a	5,91b	5,58a	4,00b	4,55b
R- PC 1 % XG	4,91a	6,27a	5,70a	4,69ab	4,84ab
R- PC 1.5 % XG	4,82a	6,16ab	5,81a	4,67ab	4,82ab

a-e Les moyens sans lettre commune diffèrent significativement selon le test Fisher ( $p < 0.05$ ).

TB : Témoin de blé tendre, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane.

Nous constatons qu'en général, aucune différence significative dans les scores d'acceptabilité n'a été trouvée entre les biscuits. Ainsi, les différences observées dans les mesures instrumentales, par exemple, la plus grande dureté de la farine-biscuit R-PC et la tendreté de celles additionnée de 1 % et 1,5 % de GX, n'affectent pas les scores hédoniques. L'effet de la GX dépendait de la concentration, étant les meilleurs résultats trouvés pour des concentrations supérieures à 0,5%.

A partir des résultats sensoriels, on peut conclure que l'incorporation de la gomme de xanthane n'affecte pas significativement l'acceptabilité sensorielle. Il n'y a pas d'amélioration, mais il n'y a pas non plus d'effet négatif sur les scores d'acceptabilité associés à l'utilisation de la GX. Considérant l'effet positif de GX sur les propriétés technologiques de la pâte sans gluten R-PC, son utilisation est validée.

### 3. Effet de l'incorporation d'une combinaison des gommes de xanthane et de caroube

#### 3.1. Résultats des points du plan d'expérience pour l'ensemble des réponses étudiées

Les résultats expérimentaux pour les paramètres rhéologiques des pâtes et physiques des farines-biscuits sont présentés dans le tableau 21.

Les différentes formules de pâtes étudiées selon le taux de gommes incorporé ont montré une dureté variant de 21,50 N à 38,76 N et des G' et G'' variant de 190300 Pa à 253050 Pa et de 66773 N à 88695 N, respectivement. Les farines-biscuits correspondantes ont un intervalle de dureté allant de 57,65 N à 98,95 N, des Vsp de 1,76 cm<sup>3</sup>/g à 1,95 cm<sup>3</sup>/g. l'activité de l'eau varie entre 0,520 et 0,580.

**Tableau 21.** Matrice expérimentale donnant les valeurs de réponses pour les paramètres rhéologiques des pâtes et physiques des farines-biscuits.

N°Exp	Variables réelles		Paramètres des pâtes			Paramètres des farines-biscuits		
	GX (%)	GC (%)	Dureté (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Dureté (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>
1	0,15	0,15	21,50	195300	69970	91,31	1,81	0,520
2	0,85	0,15	32,84	234825	84580	62,73	1,91	0,580
3	0,15	0,85	29,96	214967	76977	93,62	1,80	0,530
4	0,85	0,85	38,76	251550	92210	69,29	1,95	0,550
5	0,00	0,50	24,56	190300	66773	98,95	1,76	0,500
6	1,00	0,50	41,56	245875	90973	57,65	1,94	0,574
7	0,50	0,00	26,57	204156	71978	78,89	1,87	0,543
8	0,50	1,00	34,74	240050	88400	86,44	1,87	0,530
9	0,50	0,50	31,73	243050	85215	74,64	1,84	0,545
10	0,50	0,50	31,84	241650	85750	74,66	1,84	0,556
11	0,50	0,50	32,75	240967	86540	75,49	1,83	0,544
12	0,50	0,50	29,90	253050	88695	78,26	1,85	0,554
13	0,50	0,50	32,77	231500	85570	75,29	1,84	0,553

### 3.2. Validation du plan d'expérience

Avant de passer à l'exploitation des résultats du plan central composite à deux facteurs et à cinq niveaux, nous devons d'abord tester sa validité.

Le tableau 22 donne un résumé de l'analyse de la variance pour nos réponses concernant les propriétés rhéologique des pâtes (Dureté, G' et G'') et celles des farines-biscuits (dureté, Vsp et a<sub>w</sub>). Ce test statistique montre que le F de Fisher est très grand et nettement significatif (p<0,001) pour tous les modèles des réponses étudiées. La variance F pour le manque d'ajustement est non significative (p>0,05), ce qui signifie que le manque d'ajustement est négligeable devant la variance de l'erreur expérimentale pour toutes les réponses étudiée, vérifiant ainsi le bon ajustement de nos modèles.

**Tableau 22.** Valeurs des coefficients de vérification du model pour les réponses étudiées

	Paramètres des pâtes			Paramètres des faines-Biscuits		
	Dureté (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Dureté (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>
<b>ANOVA</b>						
F du Model	43,94***	24,64***	48,54***	144,11***	179,75***	22,09***
F du manque d'ajustement	1,29 <sup>NS</sup>	0,34 <sup>NS</sup>	2,66 <sup>NS</sup>	1,08 <sup>NS</sup>	0,79 <sup>NS</sup>	2,38 <sup>NS</sup>
R <sup>2</sup> %	96,91	94,62	97,20	99,04	99,23	94,04
R <sup>2</sup> % ajusté	94,71	90,78	95,19	98,35	98,68	89,78

F: variance de Fisher-Snedecor, NS: Non significatif

D'autre part, le calcul du coefficient de détermination R<sup>2</sup> permet de mesurer la qualité du modèle du plan d'expériences (Goupy et Creighton, 2006). Cette statistique est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées à la somme des carrés des réponses mesurées.

Les valeurs observées de R<sup>2</sup> dans le tableau 22, montrent que le modèle peut expliquer 96.91 %, 94.62, 97.20 %, 94.04 %, 99.23 % et 94.04 % des variations totales de la réponse pour la dureté, le G' et G'' des pâtes et la dureté, le volume spécifique et l'activité de l'eau des farines-biscuits respectivement. Avec des R<sup>2</sup> ajusté de 94.71 %, 90.78 %, 95.19 %, 98.35 %, 98.68 % et 89.78 % pour les mêmes réponses, respectivement. Cela veut dire que le modèle choisi est

représentatif du système et confirme aussi la forte corrélation existant entre les réponses étudiées et les facteurs choisis.

L'analyse de la régression a permis d'estimer les coefficients des effets des variables indépendantes sur les différentes réponses au niveau linéaire, quadratique et d'interaction. La significativité des différents effets a été analysée à différents niveaux (0,001, 0,01 et 0,05). Les résultats sont présentés dans le tableau 23.

**Tableau 23.** Coefficients estimés par l'analyse de la régression pour les réponses mesurées

	Paramètres pâte			Paramètres Biscuit		
	Dureté (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Dureté (N)	V <sub>sp</sub> (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>
Constante	31,799***	242043***	86354***	75,665***	1,84126***	0,5503***
GX	5,522***	19338***	8008***	-13,915***	0,06187***	0,02298***
GC	3,242***	10894**	4733***	2,442**	0,00292	-0,00472*
XG <sup>2</sup>	0,358	-10962**	-3390**	1,008	0,00464	-0,00463
GC <sup>2</sup>	-0,845	-8954**	-2732**	3,19**	0,01679***	-0,00488*
GX GC	-0,637	-735	156	1,06	0,01432**	-0,01006*

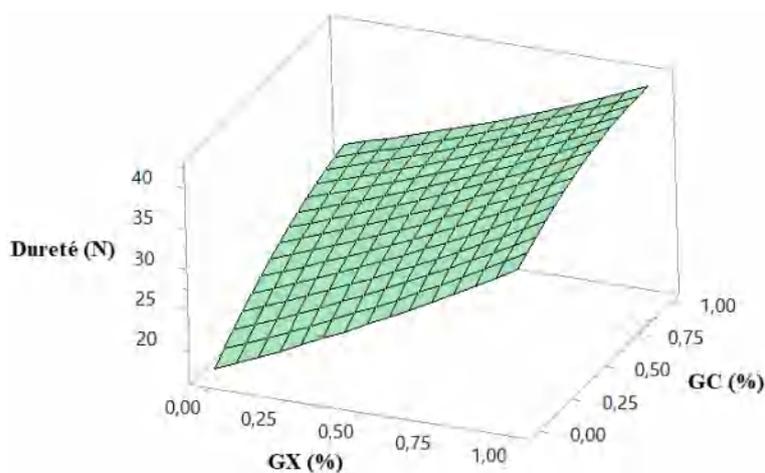
\*Significatif à p<0,05, \*\* significatif à p<0,01, \*\*\* significatif à p<0,001  
 GX : Gomme de xanthane, GC : Gomme de caroube, V<sub>sp</sub> : Volume spécifique.

Nous constatons que les variables étudiées montrent des effets linéaires significatifs sur la plupart des paramètres de la pâte et des farines-biscuits, où l'effet de la gomme de xanthane GX est révélé plus prononcé que celui de la gomme de caroube GC. Les termes d'interaction entre les deux gommes ont montré un effet positif significatif (p<0,01) sur le volume spécifique des biscuits et un effet négatif (p<0,05) sur l'activité de l'eau. Cependant, l'effet interactif des gommes n'affecte pas significativement les paramètres rhéologiques de la pâte. Un effet quadratique négatif est noté principalement sur les paramètres viscoélastiques de la pâte G' et G'' (p<0,01) pour les deux gommes. La gomme de caroube a significativement affecté tous les paramètres physiques des farines-biscuits au terme quadratique. Cependant, aucun effet quadratique n'a été enregistré pour la gomme de xanthane.

### 3.3.1. Effet des gommés sur les propriétés rhéologiques des pâtes

#### 3.3.1.1. Dureté

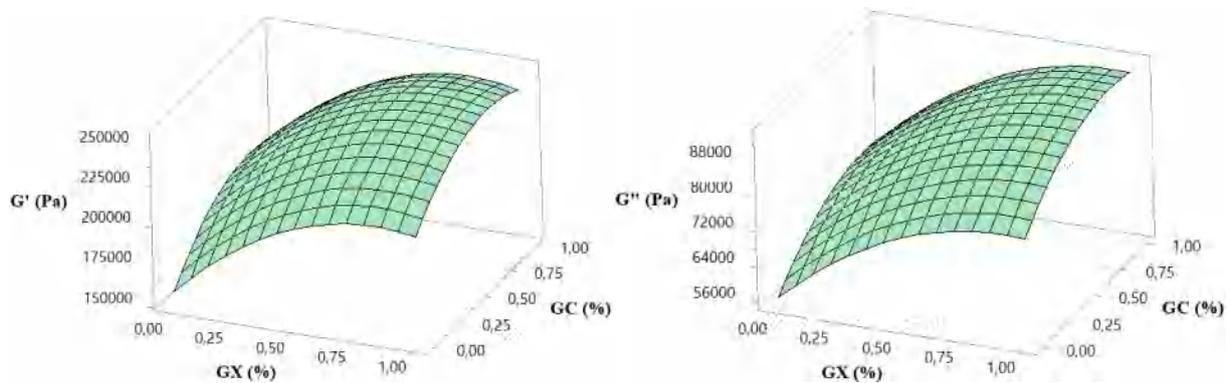
La dureté constitue la résistance à la force nécessaire pour comprimer le matériau jusqu'à un certain niveau. Les résultats de l'analyse de régression obtenus (Tableau 23) montrent que les deux gommés ont un effet linéaire positif significatif sur la dureté des pâtes ( $P < 0,0001$ ), avec un effet relativement plus prononcé de la gomme de xanthane. Plusieurs études menées sur l'effet des hydrocolloïdes, dont les gommés alimentaires, sur les propriétés rhéologiques des pâtes à biscuits sans gluten. Elles ont révélé que la plus grande dureté a été trouvée pour les pâtes additionnées de xanthane par rapport aux autres gommés (Devisett *et al.*, 2015 ; Lazaridou *et al.*, 2007 ; Sciarini *et al.* 2010 ; Banerjee *et al.* 2014). Ces différences dans l'ampleur de l'influence de ces hydrocolloïdes sur les propriétés rhéologiques des pâtes sans gluten semblent être liées à la structure moléculaire et à la conformation de la chaîne du polysaccharide qui détermine les associations physiques intermoléculaires de la chaîne polymérique (Lazaridou et Biliaderis, 2009). L'augmentation de la dureté de la pâte avec le taux d'incorporation de la gomme de xanthane et de caroube (Figure 13) pourrait être due à la forte capacité de rétention d'eau des polymères à longues chaînes de gommés, ce qui entraîne une réduction de la disponibilité d'eau pour l'hydratation (Devisett *et al.*, 2015).



**Figure 13.** Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur la dureté des pâtes biscuitières.

### 3.3.1.2. Propriétés viscoélastiques

Le module élastique  $G'$  et visqueux  $G''$  sont significativement ( $p < 0.01$ ,  $P < 0,001$ ) affectés par les deux gommes (Tableau 23). Un effet quadratique négatif est également enregistré pour les deux gommes, indiquant que l'effet de chacune atteint un maximum, et explique la courbure des surfaces obtenues (Figure 14).



**Figure 14.** Surfaces de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur les paramètres viscoélastique des pâtes (module de conservation  $G'$  et module de perte  $G''$ ).

L'effet des deux gommes a été constaté tout au long du processus de préparation des pâtes sans gluten. Une nette amélioration des propriétés mécaniques de manipulation de la pâte pour les différentes formules testées. Lazaridou et Biliaderis (2009), Shittu *et al.* (2009) ont également noté une amélioration des propriétés viscoélastiques de pâtes sans gluten additionnées de gommes alimentaires dont le xanthane.

Un effet nettement dominant de la gomme de xanthane est noté (Tableau 23). Ces résultats s'accordent avec ceux trouvés par Lazaridou *et al.* (2007), qui montrent que l'ajout de gommes à une formule à base de riz augmente le module élastique  $G'$  de la pâte, ainsi que sa résistance à la déformation. Ils ont également rapporté que la gomme de xanthane a plus d'influence que les autres gommes utilisées. Les mêmes constatations ont été notées par Turabi *et al.* (2008) et Sabanis et Tzia (2011) après ajout de gommes à une formule de biscuit sans gluten à base de farine de riz et amidon de maïs. Ils ont trouvé que les valeurs les plus élevées

de la viscosité et de l'index de consistance sont celles correspondants à des pâtes contenant de la gomme de xanthane.

La dominance de l'effet de la gomme de xanthane sur les propriétés viscoélastiques de la pâte, pourrait être due à la conformation rigide et ordonnée des chaînes du polymère (Lazaridou et Biliaderis, 2009)

Les valeurs de  $G'$  et  $G''$  à 1 Hz (Tableau 21), ont montré que pour toutes les formules des pâtes sans gluten, le module élastique  $G'$  est supérieur au module visqueux  $G''$  suggérant la prédominance du comportement de type élastique solide par rapport au comportement visqueux.

Au terme d'interaction, aucun effet significatif des gommes combinées n'a été enregistré sur les propriétés rhéologiques des pâtes. Ainsi, l'augmentation de la viscosité et de la résistance des pâtes pourrait être due à la somme des effets des deux gommes (BeMiller, 2008).

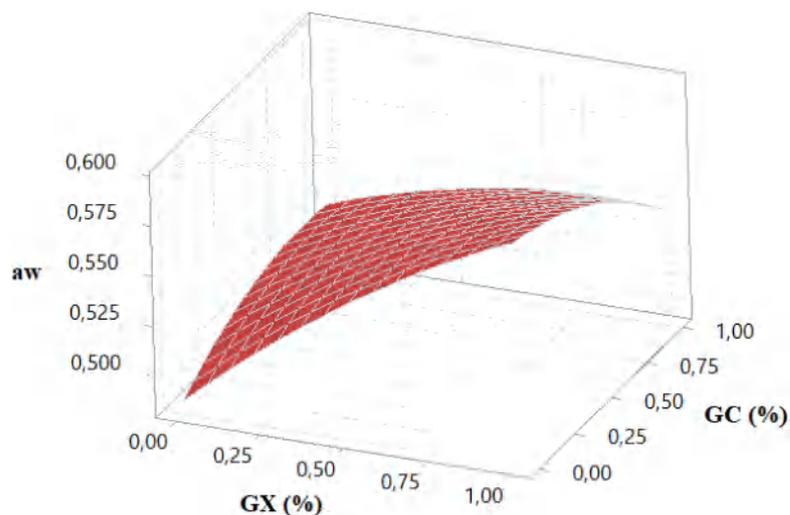
### **3.3.2. Effet des gommes sur les propriétés physiques et texturales des farines-biscuits**

#### **3.3.2.1. Activité de l'eau**

La détermination de l'activité de l'eau ( $a_w$ ) des produits alimentaires présente un grand intérêt. Il renseigne sur la disponibilité de l'eau pour les réactions de dégradation et permet ainsi de prévoir leur durée de conservation.

Les résultats de l'analyse de la régression (Tableau 23) ont révélé un effet positif significatif ( $P < 0,001$ ) de la gomme de xanthane sur l'activité de l'eau des farines-biscuits. Cependant, un effet négatif significatif ( $P < 0,05$ ) de la gomme de caroube est noté.

L'évolution de l'activité de l'eau ( $a_w$ ) finale des farines-biscuits sans gluten en fonction des taux de xanthane et de la gomme de caroube est illustré par figure 15.



**Figure 15.** Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur l'activité de l'eau  $a_w$ , des farines-biscuits.

A partir de la surface de réponse obtenue, nous pouvons constater une augmentation dans l' $a_w$  des farines-biscuits avec le taux de xanthane. Ce qui se traduit par une tendreté de ces derniers qui est due à la capacité de rétention d'eau de la gomme incorporée. Cependant, à des taux élevés de caroube, nous remarquons un déclin dans l'évolution de l' $a_w$  après un maximum atteint correspondant à l'effet quadratique de cette gomme. La différence dans l'effet des deux gommes sur l' $a_w$  des farines-biscuits pourrait s'expliquer par leurs affinités différentes pour l'eau, ce qui semble être négativement corrélé à la texture des farines-biscuits (Tableau 23).

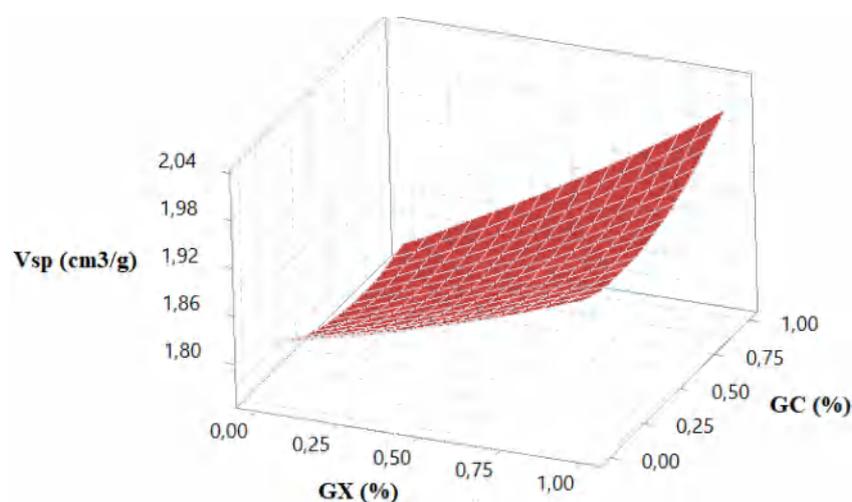
La combinaison des deux gommes exerce un effet d'interaction significativement ( $P < 0,05$ ) négatif sur l'activité de l'eau ( $a_w$ ) des farines-biscuits, notamment à des taux élevés de la gomme de caroube où cette  $a_w$  décroît. Cela pourrait être dû à la formation d'un gel par réticulation des chaînes de polymères formant un réseau tridimensionnel qui piège ou immobilise l'eau (Saha et Bhattacharya, 2010). Dans le même contexte, Matuda *et al.* (2008) ont montré que la combinaison des gommes de xanthane et de guar dans une pâte à pain congelée entraînait une réduction importante dans la quantité d'eau congelable.

### 3.3.2.2. Volumes spécifique

L'analyse de la régression (Tableau 23) a révélé un effet significatif ( $P < 0,001$ ) des deux gommes de xanthane et de caroube aux termes linéaire et quadratique, respectivement sur le volume spécifiques ( $V_{sp}$ ) des farines-biscuits.

A partir de la surface de réponse tracée (Figure 16), nous pouvons constater que les faibles Vsp enregistrés sont ceux correspondants aux plus faibles taux d'incorporation de la gomme de xanthane. L'augmentation du taux de xanthane améliore significativement le volume spécifique des farines-biscuits. Tandis que la gomme de caroube ne montre pas d'effet linéaire significatif. L'augmentation du Vsp des biscuits pourrait être due à la viscosité élevée de la pâte induite par les gommages (Sciarini *et al.*, 2010 ; Turabi *et al.*, 2008 ; Gómez *et al.*, 2007), permettant de retarder la diffusion des gaz et piéger les bulles d'air dans la structure de la pâte, augmentant ainsi son expansion au début de la cuisson (Preichardt *et al.*, 20011 ; Shibata *et al.*, 2011).

L'effet dominant du xanthane sur le Vsp des farines-biscuits a été également noté par plusieurs auteurs (Kaur *et al.* 2015 ; Devisetti *et al.*, 2015 ; Turabi *et al.*, 2008) lors de l'étude de l'effet des hydrocolloïdes et des gommages sur la qualité des biscuits sans gluten. Ils ont rapporté que les biscuits ayant les Vsp les plus élevés sont ceux contenant de la gomme de xanthane.



**Figure 16.** Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur le volume spécifique Vsp des farines-biscuits.

Un effet d'interaction significatif ( $P < 0,01$ ) est constaté lorsque le taux d'incorporation des deux gommages augmente (Figure 16). L'augmentation du Vsp pourrait s'expliquer par l'interaction synergique connue entre la gomme de xanthane et celle de la caroube impliquant

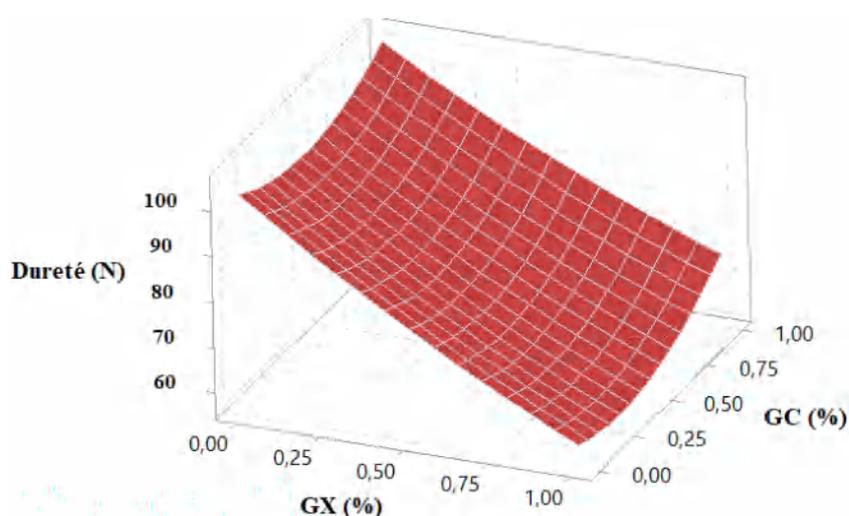
la formation de gel thermoréversible en créant un réseau tridimensionnel viscoélastique, qui pourrait être responsable de la rétention de gaz pendant la cuisson (BeMiller, 2008).

Selon Saha et Bhattacharya (2010), les gommés de xanthane et de caroube sont connues par leur propriété épaississante. Par contre, aucune de ces gommés ne possède la propriété de se gélifier séparément quelques soient les conditions. Cependant, leur combinaison permet de former un gel ferme à une température de 90-95 °C. Les mêmes auteurs ont également rapporté que l'interaction de la GX avec les galactomannanes dépend du rapport dans le mélange, le pH et l'environnement ionique, et la meilleure synergie est obtenue lorsque les ratios de gommés sont de 80/20 pour la gomme de guar/xanthane, 70/30 pour le konjac/xanthan, et 50/50 pour la gomme de caroube/xanthan.

### 3.3.2.3. Dureté

Le coefficient d'estimation de la dureté des farines-biscuits (Tableau 23) montre qu'au niveau linéaire, la gomme de xanthane a un effet significativement négatif ( $P < 0,0001$ ), alors que la gomme de caroube agit positivement sur ce paramètre ( $P < 0,001$ ).

La surface de réponse de la figure 17 montre que lorsque le taux de xanthane augmente, la dureté des farines-biscuits diminue. Une augmentation relativement modérée est notée avec le niveau de la gomme de caroube.



**Figure 17.** Surface de réponse montrant l'effet de la gomme de xanthane GX et celle de caroube GC sur la dureté des farines-biscuits.

Kaur *et al* (2015) ont également signalé que l'addition de xanthane à une formule de biscuit sans gluten à base de sarrasin diminue significativement sa dureté. La variation dans l'affinité avec l'eau de ces gommages incorporés pourrait être due à une structure chimique différente et à leur interaction avec le reste des ingrédients (Gomez *et al.*, 2007).

Par ailleurs, il semble avoir une corrélation négative entre la dureté de la pâte et celle de la farine-biscuit dans le cas d'incorporation du xanthane, contrairement à la gomme de caroube où une corrélation positive est notée entre les deux paramètres. Les mêmes constatations ont été rapportées par Benkadri *et al.* (2018) lorsque le taux d'incorporation de xanthane est augmenté dans la même formule de farine-biscuit. Kaur *et al.* (2015) ont également montré les mêmes tendances pour une formule de biscuit sans gluten à base de sarrasin incorporé de différentes gommages. Ils ont noté que l'addition du xanthane résulte dans le maximum de rétention d'eau et par conséquent, une nette diminution dans la force de déformation des biscuits. L'effet attendrissant de la gomme de xanthane sur la texture des farines-biscuits pourrait être associé à sa plus grande rétention d'eau.

Cependant, Au niveau interactif, aucun effet d'interaction sur la texture des farines-biscuits n'est observé entre les deux gommages.

### 3.3.2. Optimisation

La technique d'optimisation numérique a été utilisée pour trouver des solutions correspondant aux couples GX-GC donnant le meilleur compromis entre les réponses étudiées. Les objectifs souhaités pour chaque facteur et réponse ont été choisis. Les réponses obtenues après chaque essai ont été analysées pour visualiser l'effet interactif des paramètres sur les propriétés rhéologiques des pâtes et texturales des farines-biscuits. Ainsi, le degré de désirabilité pour chaque réponse étudiée et la désirabilité composite sont donnés.

Une formule optimale a été choisie parmi celles suggérées par le logiciel d'optimisation, ayant un taux de xanthane et de caroube de 0.75 % chacune. Cette formule présente le meilleur score de désirabilité composite (0.86). Les réponses correspondants prédites en terme de dureté de la pâte et de ces propriétés viscoélastiques ( $G'$  et  $G''$ ), ainsi que le volume spécifique, l'activité de l'eau et la dureté des farines-biscuits sont présentées dans le tableau 24.

Des essais de confirmations ont été réalisés pour comparer les valeurs mesurées avec celles prédites par le logiciel et les résultats sont présentés dans le même tableau.

**Tableau 24.** Valeurs prédites et mesurées des paramètres rhéologiques et physiques de l'optimum de pâtes et de farines-biscuits sélectionnés, comparés à celles des témoins avec et sans gluten.

	Variables		Paramètres des pâtes			Paramètres des farines-biscuits			
	GX (%)	GC (%)	Dureté (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Dureté (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>	D
Valeurs prédites	0,75	0,75	37,43	253095	92380	70,18	1,90	0,553	0,86
Valeurs mesurées	0,75	0,75	39,44 ±0,59	253450 ±1768	90430 ±3168	71,38 ±8,95	1,89 ±0,05	0,552 ±0,002	
Formule R-PC			20,43 ±1,16	139800 ±4949,7	48550 ±3068,8	110,77 ±6,86	1,68 ±0,008	0,448 ±0,003	
Formule TB			13,61 ±0,53	95455 ±1450	32670 ±2079	50,93 ±2,70	2,35 ±0,006	0,550 ±0,004	

Vsp : Volume spécifique, D : Désirabilité, R-PC : Riz-Pois chiche, TB : Témoin de Blé.

Les résultats de confirmation montrent que les valeurs mesurées de l'ensemble des paramètres rhéologiques des pâtes et physiques des farines-biscuits sont proches des valeurs prédites par le modèle mathématique sans avoir de différences significatives ( $P < 0,05$ ).

Les résultats des paramètres mesurés pour la formule sans gluten optimale à base de R-PC ont été comparés à ceux de la formule sans gluten témoin et celle de témoin de blé. Les paramètres rhéologiques de la pâte (Dureté, G' et G'') de la formule optimale sont nettement supérieurs à ceux de la formule sans gluten témoin et celle à base de blé. Cela traduit l'effet des gommages sur l'augmentation de la viscosité et la dureté des pâtes.

En revanche, l'ajout des deux gommages en combinaison a diminué la dureté des farines-biscuits de 110,77 N à 71,38 N pour se rapprocher à 50,93 N de celle de la farine-biscuit témoin de blé. Une amélioration dans le volume spécifique de 1,89 cm<sup>3</sup>/g est enregistrée contre 1,68 cm<sup>3</sup>/g de la farine-biscuit témoin sans gluten, mais qui demeure inférieur à celui du témoin de blé (2,35 cm<sup>3</sup>/g). Cependant, une augmentation dans l'activité de l'eau finale des farines-biscuits sans gluten de 0,448 à 0,552 est notée, qui est de même ordre de grandeur (0,550) de celle du témoin de blé.

#### 4. Utilisation de la lécithine de soja

##### 4.1. Propriétés rhéologiques des pâtes

Les propriétés rhéologiques des pâtes dont les formules sont additionnées de la lécithine de soja sont présentées dans le tableau 25. Deux niveaux d'incorporation (0,5 % et 1 %) sont étudiés en comparaison avec les formules témoins avec et sans gluten qui sont la formule à base de blé tendre et celle à base de riz-pois chiche R-PC. Nous avons préféré aussi que l'effet d'incorporation de cet améliorant soit comparé à celui des deux autres améliorants qui sont la gomme de xanthane et celle de caroube. En effet, nous avons choisi le taux d'incorporation optimale du mélange xanthane-caroube qui est 0,75-0,75 % et son équivalent en xanthane seul qui est 1,5 %.

**Tableau 25.** Paramètres rhéologiques des pâtes additionnées de lécithine, comparé à celles des témoins avec et sans gluten et à celles additionnées de gommages.

Formules	Dureté (N)	Adhésivité	G'	G''
TB	13,61±0,53a	-0,70±0,11a	95455,00 ±1449,57a	32670,00 ±2078,89a
R-PC	20,45±1,18b	-8,62±1,62b	139800,00 ±4949,75b	48550,00 ±3068,84b
0,5% lécithine	29,05±1,34 c	-7,38±1,39c	148430,00 ±5157,18c	54260,00 ±3436,25c
1% lécithine	26,73±1,33 d	-4,66±1,52d	152050,00 ±9545,94c	56125,00 ±3853,73c
0,75-0,75% GX-GC	37,08±1,92e	-3,12±0,72e	253450,00 ±1767,77 <sup>e</sup>	90430,00 ±3167,84 <sup>e</sup>
1,5% GX	37,13±1,34e	-2,09±0,48f	245950,00 ±8838,83 <sup>e</sup>	88055,00 ±2991,06 <sup>e</sup>

TB : Témoin de blé, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane, GC : Gomme de caroube.

Nous remarquons que l'ajout de 0,5 % de lécithine a significativement augmenté la dureté de la pâte à base de riz-pois chiche (R-PC) en diminuant son caractère collant. A 1 % de lécithine, la dureté est significativement réduite par rapport à 0,5 % tout en restant supérieur à la formule témoin sans gluten. Ceci pourrait être dû au fait que l'utilisation de petites quantités d'émulsifiant améliore la répartition de la phase grasse sur les ingrédients hydrophiles tels que la farine, le sucre, etc., ce qui permet d'augmenter la plasticité de la pâte et réduire sa dureté

(Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a ; Hasenhuettl, 2008 ; Manley, 2011). Manohar et Rao (1999b) ont rapporté les mêmes constatations après ajout d'émulsifiants dont la lécithine de soja dans une formule à biscuit. Ils ont noté une réduction significative de la consistance et de la dureté de pâte qui devient plus cohésive. Une diminution significative du collant de la pâte est également notée, reflétant l'effet lubrifiant de la lécithine.

En comparaison avec les formules additionnées des gommages de xanthane et de caroube, nous constatons que ces dernières présentent des pâtes plus fermes, mais moins collantes. L'ensemble des pâtes sans gluten avec et sans améliorants montrent une dureté et une adhésivité supérieur à celles de la pâte témoin à base de blé tendre.

Concernant les propriétés viscoélastiques de ces pâtes, nous remarquons que le module de conservation ( $G''$ ) et le module de perte ( $G'$ ) augmentent avec l'ajout de la lécithine, tout en demeurant inférieurs à ceux enregistrés après ajout des deux gommages de xanthane et de caroube. Par ailleurs, le module  $G'$ , dit aussi élastique, est supérieur au module visqueux  $G''$  pour toutes les formules, ce qui indique que toutes les pâtes, y compris celle avec gluten ont plus de caractère élastique que visqueux. Les mêmes constatations ont été faites par Sarabhai *et al.* (2017) pour des pâtes à biscuits sans gluten additionnées de différents émulsifiants.

#### 4.2. Propriétés physiques et texturales des farines-biscuits

Les propriétés physiques des farines-biscuits contenant de la lécithine de soja et celles contenant des gommages de xanthane et de caroube, ainsi que les témoins avec et sans gluten sont présentées dans le tableau 26.

**Tableau 26.** Paramètres physiques des farines- biscuits contenant de la lécithine, comparé à celles des témoins avec et sans gluten et à celles contenant les gommages.

Formules	Dureté (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>
TB	50,87±2,75a	2,35±0,06a	0,55 ±0,004a
R-PC	111,70±8,80b	1,73±0,09b	0,47±0,012b
0,5% lécithine	84,43±10,24c	1,87±0,04c	0,43±0,004c
1% lécithine	75,08±6,95d	1,94±0,09d	0,42 ±0,008c
0.75-0.75% XG-LBG	75,39±19,46d	1,91±0,01d	0,55 ±0,002a
1.5%XG	42,72±3,73e	1,97±0,05e	0,60 ±0,003d

TB : Témoin de blé, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane, GC : Gomme de caroube.

Les résultats obtenus montrent une réduction dans la dureté des farines-biscuits de 111,70 à 84,43 N après incorporation de 0,5 % de lécithine. La dureté diminue d'avantage avec l'augmentation du taux de lécithine où elle atteint 75,08 N à 1 % de lécithine. Cette valeur est similaire à celle enregistrée pour la formule contenant une combinaison de gommes de xanthane et de caroube qui est de 75,39 N. Ce comportement concorde bien avec les résultats obtenu par Sarabhai *et al.* (2017) lors d'une étude de l'effet des émulsifiants sur la qualité des biscuits. Ils ont rapporté que l'amélioration la plus importante observée a été une diminution significative de la résistance à la rupture (dureté) des biscuits.

Selon Manley (2011), un émulsifiant permet de mélanger plus facilement une matière grasse dans la pâte à biscuits et cet effet donne également la possibilité d'utiliser moins de matière grasse pour obtenir des propriétés texturales de biscuit similaires. Ainsi, La contribution d'un émulsifiant, avec la matière grasse, de disperser les constituants de la pâte, due à leur insolubilité dans l'eau, se traduit après cuisson par la friabilité du biscuit. Cette dernière constitue l'une des caractéristiques recherchées du produit fini. Après cuisson les propriétés organoleptiques désirées pour ces produits se caractérisent par une texture moins dure avec une tendance à se fondre dans la bouche (Maache-Rezzoug *et al.*, 1998a ; Gallagher, 2008).

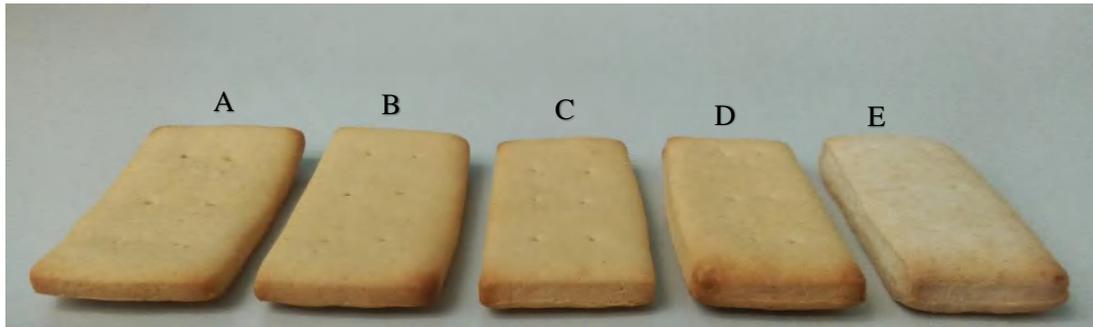
Les résultats du tableau 26 révèlent une augmentation significative du volume spécifique ( $V_{sp}$ ) des farines-biscuits de 1,73 cm<sup>3</sup>/g jusqu'à 1,87 et 1,94 cm<sup>3</sup>/g après ajout de 0,5 et 1 % de lécithine, respectivement. Cela est dû au fait que la lécithine, tant qu'émulsifiant, favorise la stabilisation des bulles d'air formées pendant le pétrissage, leur permettant de s'expanser sans rupture sous l'effet de la vapeur d'eau et du gaz carbonique produits, donnant ainsi au biscuit sa structure alvéolaire et donc un volume élevé avec une structure fine (Brooker, 1993 ; Eliasson et Silverio, 1997 ; Stauffer, 1998 ; Kocer, 2007).

Nous constatons aussi que la formule à 1 % de lécithine et celle contenant une combinaison de gommes de xanthane et de caroube (GX-GC) ne présentent aucune différence significative dans le  $V_{sp}$  des farines-biscuits.

Concernant l'activité de l'eau ( $a_w$ ) finale des farines-biscuits, l'incorporation de la lécithine l'a considérablement réduit. En plus, aucune différence significative n'est enregistrée entre les deux taux de lécithine étudiés.

### 5. Evaluation sensorielle des farines-biscuits préparées avec les différents améliorants

Les farines-biscuits sans gluten à base : de riz-pois chiche (R-PC), R-PC incorporée de 1% de la lécithine de soja (R-PC+Lec), de 1,5% de xanthane (R-PC+GX), de 0,75%-0,75% de gommages de xanthane-caroube (R-PC+GX-GC), ainsi que la farine-biscuit témoin à base de blé tendre (TB), utilisées pour cette évaluation et celles qui suivent sont présentées dans la figure 18.



**Figure 18.** Farines-biscuits : R-PC (A), R-PC+Lec (B), R-PC+GX-GC (C), R-PC+GX (D), TB (E).

Ces farines-biscuits sont évaluées pour leur acceptabilité générale, apparence, odeur, texture et saveur en utilisant une échelle hédonique à 9 points. Les résultats sont présentés dans le tableau 27.

**Table 27.** Acceptabilité sensorielle des farines-biscuits.

	Acceptabilité générale	Apparence	Odeur	Texture	Saveur
R-PC	5,45a	6,33a	5,84a	5,49a	5,20a
R- PC + GX	4,61b	6,04a	5,80a	4,16b	4,61b
R- PC + GX-GC	4,63b	6,12a	5,94a	4,10b	4,67b
R- PC + Lec	5,80a	6,49a	6,06a	6,76c	5,43a

R-PC ; Riz-Pois chiche, GX : Gomme de xanthane, GC : Gomme de caroube, Lec : Lécithine de soja.  
a-c Les moyens sans lettre commune diffèrent significativement selon le test Fisher ( $p < 0,05$ ).

Selon les résultats de l'analyse sensorielle, aucune différence significative dans les scores de l'apparence et de l'odeur n'a été trouvée entre les quatre formules de farines-biscuits testées. En termes de texture, les plus faibles scores ont été attribués aux farines-biscuits additionnées de GX et de celles contenant une combinaison GX-GC. Cependant, la texture des farines-biscuits incorporées de lécithine de soja est évaluée meilleure par les panelistes. Les

mêmes constatations ont été rapportées par Manohar et Rao (1999b), où les scores sensoriels les plus élevés ont été enregistrés pour les biscuits incorporés de différents émulsifiants. Cette amélioration pourrait être due à la friabilité que confère l'utilisation de la lécithine.

Les faibles scores enregistrés pour les deux formules incorporées de gommes pourraient être dus à la perte du caractère croustillant des farines-biscuits traduisant l'effet attendrissant des gommes qui a été noté aussi suite à la mesure instrumentales de la dureté.

Par ailleurs, aucun changement dans la saveur des farines-biscuits n'a été enregistré après ajout de la lécithine de soja à la formule sans gluten à base de R-PC. Cependant l'ajout de gommes a apparemment communiqué un goût fade, influençant négativement les scores sensoriels de ces formules. L'acceptabilité générale des farines-biscuits est en effet, influencée par celle de la texture ( $r = 0,70$ ) et de la saveur ( $r = 0,74$ ).

## 6. Caractérisation de la microstructure des pâtes et des farines-biscuits

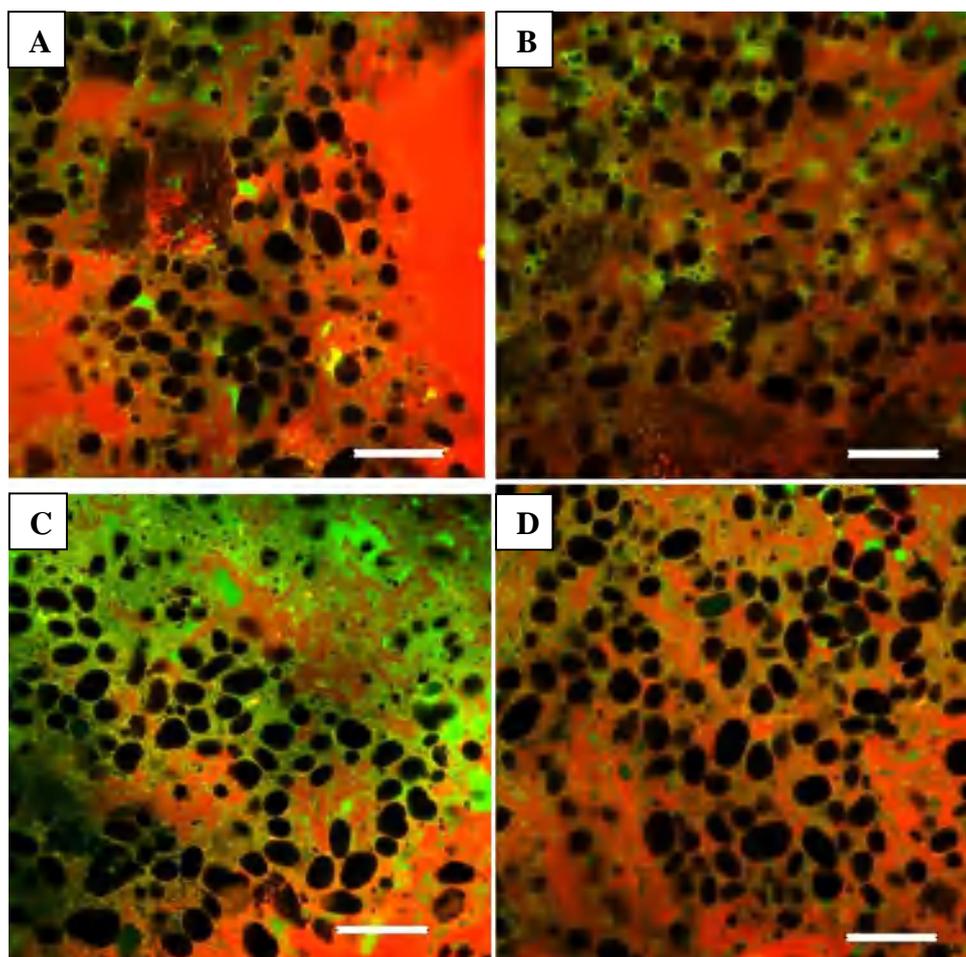
### 6. 1. Microstructure des pâtes

La Microscopie Confocale à Balayage Laser (MCBL) est un outil très utile pour étudier la distribution des différents ingrédients dans la pâte, car c'est une technique basée sur la coloration différentielle.

La figure 18 montre des images de pâtes colorées avec de la rhodamine B et du rouge Nil. Les composants des pâtes sont identifiés comme suit: protéines et hydrates de carbone dispersés en rouge, matière grasse en vert et granules d'amidon en noir.

A partir des micrographies, les pâtes sont observées sous la forme d'une matrice continue constituée principalement de protéines de farine et de glucides colorées en rouge où des granules d'amidon, en noir, sont incorporés et la matière grasse, en vert, est située autour des granules d'amidon. Cette description est en accord avec Chevallier *et al.* (2000), qui présentaient la structure de la pâte sous la forme d'une suspension de protéines, d'associations amidon-protéine et de granules d'amidon isolés dans une phase liquide continue basée sur une émulsion de lipides dans une solution de sucre.

La pâte témoin sans gluten (Figure 19, A) présente un aspect non homogène, où nous observons une matière grasse verte, séparée de la phase continue rouge. Lorsque la gomme de xanthane est ajoutée (Figure 19, B), de grandes zones en rouge correspondant à la gomme de xanthane peuvent être observées. Ces zones séparent le reste des composants ; donc les



**Figure 19.** Microscopie confocale à balayage laser (CLSM). Images de pâtes colorées à la Rhodamine B et au Nil Rouge (protéines et hydrates de carbone en rouge, graisse en vert et amidon en noir). A, B, C et D correspondent respectivement aux témoins sans gluten R-PC, R-PC+GX, R-PC+Lec et R-PC+GX-GC.

différents composants des pâtes ne sont pas correctement mélangés ni distribués de manière homogène.

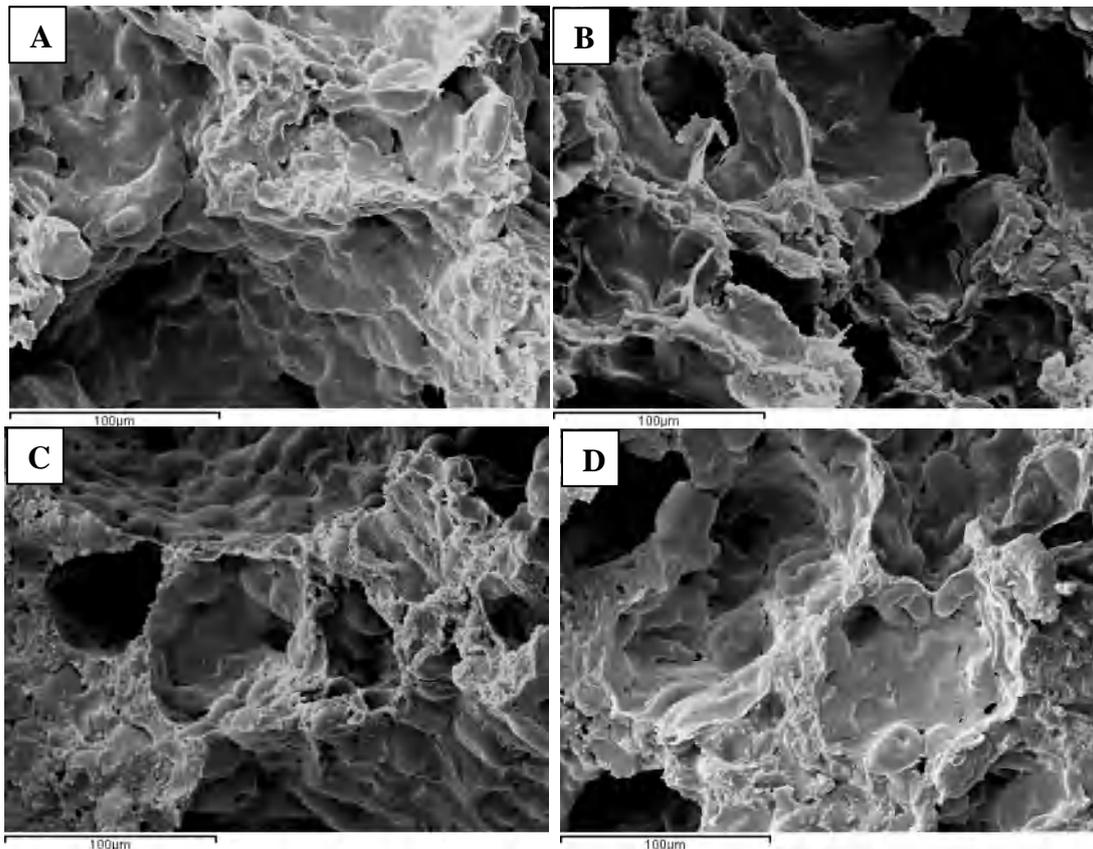
Dans les échantillons contenant de la lécithine de soja (Figure 19, C), la matière grasse est mieux répartie dans la matrice et la pâte présente une structure plus homogène, reflétant l'effet émulsifiant de la lécithine.

Dans la figure 19, D présentant l'échantillon contenant de la combinaison de gommes de xanthane et de caroube (GX-GC), l'aspect de la pâte est aussi homogène que celui de l'échantillon contenant la lécithine.

## 6. 2. Microstructure des farines-biscuits

La figure 20 montre les micrographes de la Cryo-Microscopie Electronique à Balayage (Cryo-MEB) de la partie interne des farines-biscuits. Dans tous les biscuits, les granules

d'amidon sont partiellement gélatinisés en raison de la faible teneur en eau dans les formules et de la compétition entre les protéines, le sucre, les gommés et l'amidon (Chevallier *et al.*, 2002 ; Pareyt et Delcour 2008 ; Manley, 2011). Ces granules sont immergés dans une matrice continue formée principalement de protéines dénaturées. Pendant la cuisson, la matière grasse fond et recouvre la surface, créant un aspect lisse.



**Figure 20.** Micrographes Cryo-MEB de la partie interne des farines-biscuits. A, B, C et D correspondent respectivement aux témoins sans gluten R-PC, R-PC+GX, R-PC+Lec et R-PC+GX-GC.

Une étude microscopique menée par Flint *et al.* (1970) a montré que dans les biscuits à pâte courte, aucun réseau protéique continu n'était présent; la structure consistait en un mélange de protéine et d'amidon, et la matière grasse forme de grandes masses interconnectées entre les masses d'amidon-protéine. Cependant, les biscuits semblaient être des systèmes plus continus que les pâtes en raison de la fonte des matières grasses. Des résultats similaires ont été observés par Doescher *et al.* (1987) pour des micrographies électroniques à balayage sur des pâtes et des biscuits après cuisson.

Dans les échantillons de xanthane, la surface n'est pas correctement revêtue, la matrice

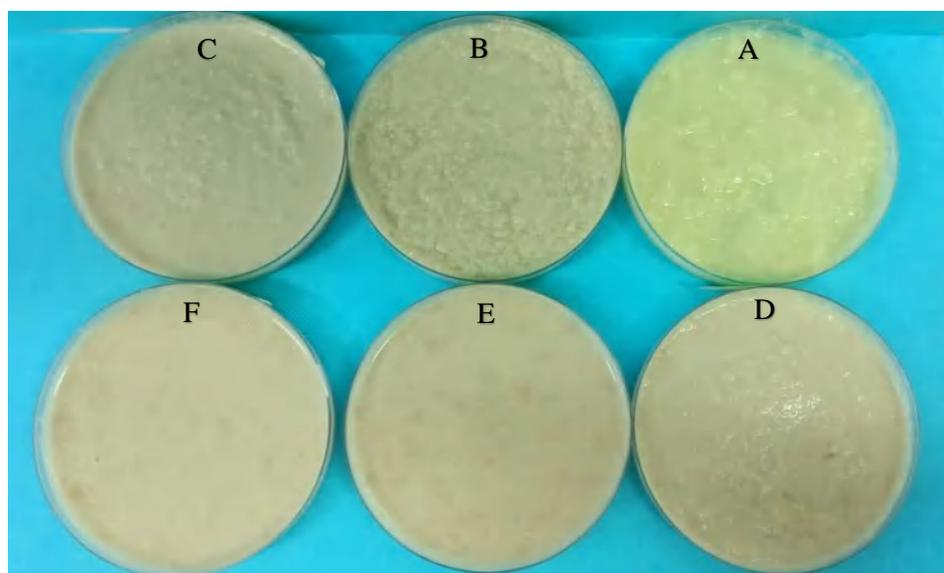
de biscuit est plus irrégulière et les granules d'amidon ne sont pas complètement enrobés. Des structures détachées sont observées sur la surface de la matrice (figure 20, B).

Lorsque la lécithine est utilisée dans la formulation, la matrice semble être plus enrobée d'une couche de matière grasse, avec une surface lisse et les granules d'amidon sont bien intégrés dans la matrice (figure 20, C).

Dans les échantillons XG + LBG, la matrice est très similaire aux biscuits à la lécithine, avec un aspect lisse (figure 20, D).

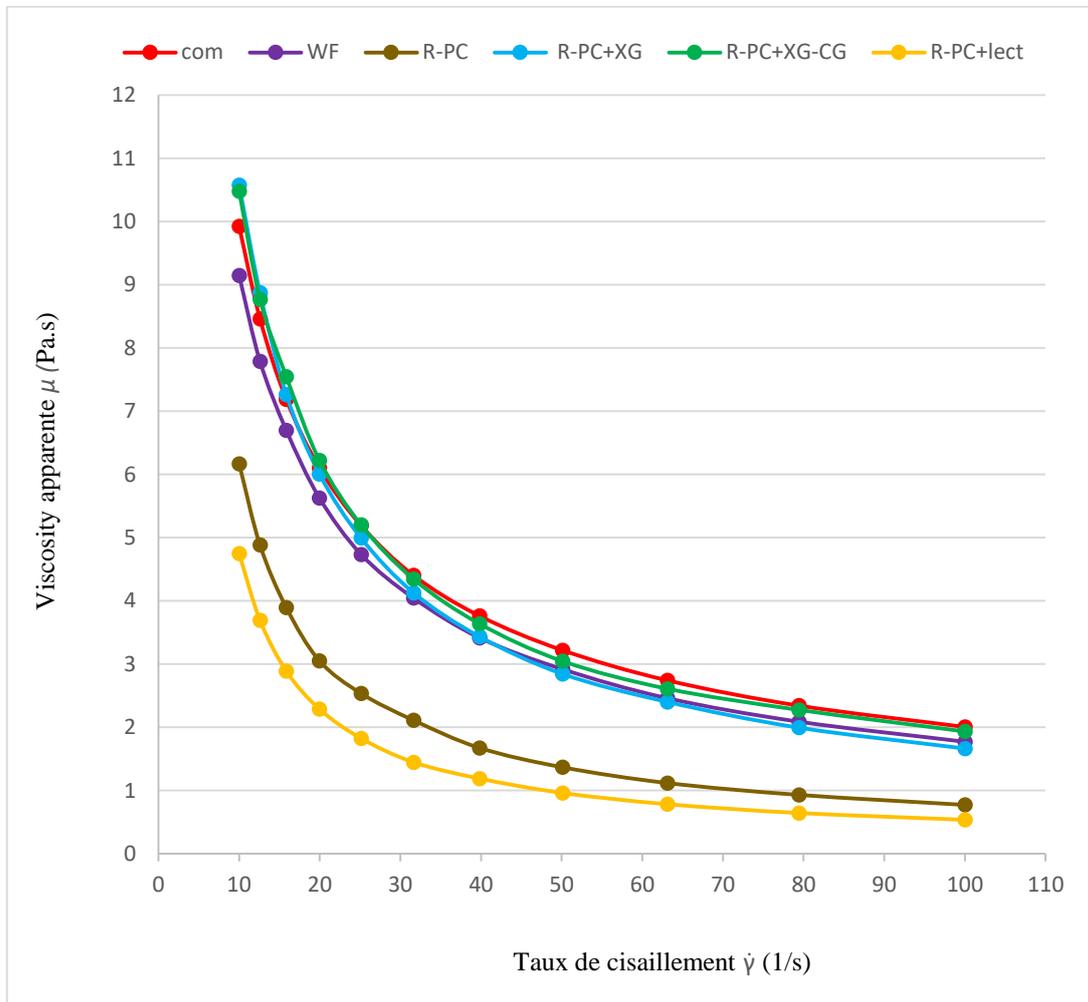
### 7. Caractéristiques rhéologiques des bouillies préparées à partir des farines-biscuits avec les différents améliorants

Les bouillies préparées à partir des farines-biscuits sans gluten avec et sans améliorants (témoin sans gluten à base de riz-pois chiche (R-PC), R-PC incorporée de 1% de la lécithine de soja (R-PC+Lec), de 1,5% de xanthane (R-PC+GX), de 0,75%-0,75% de gommes de xanthane-caroube (R-PC+GX-GC)), celles de la farine-biscuit témoin de blé (TB) et la farine infantile sans gluten témoin du commerce (TC) sont présentées dans la figure 21.



**Figure 21.** Bouillies préparées à partir des farines-biscuits : TB (B), R-PC+GX (C), R-PC+GX-GC (D), R-PC+Lec (E) et R-PC (F), et de la farine infantile sans gluten (TC) (A).

La caractérisation rhéologique de ces bouillies a permis de tracer des courbes donnant l'évolution de la viscosité apparente ( $\mu$ ) en fonction de la vitesse ou taux de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) et qui sont présentées dans la figure 22.



**Figure 22.** Courbes de viscosité apparente ( $\mu$ ) en fonction de la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ), à 45 °C pour les différentes bouillies : témoin sans gluten R-PC, R-PC+1,5% GX, R-PC+ GX-GC et R-PC+Lec, témoin de blé TB et la farine infantile sans gluten du commerce (TC).

L'intervalle du taux de cisaillement de mesure pris en considération dans notre cas varie entre 10 et 100 s<sup>-1</sup>. Il correspond à la plage des taux de cisaillement dans la bouche d'un être humain lorsqu'il consomme des liquides dont la viscosité varie de 0,1 à 100 Pa.s (Mouquet et Trèche, 2001).

Dans l'intervalle du taux de cisaillement étudié, l'ensemble des bouillies montrent un comportement non Newtonien pseudoplastique, dont la viscosité diminue avec le taux de cisaillement.

Les données de viscosité en fonction du taux de cisaillement ont été bien ajustées à la loi de puissance, dont la formule est :

$$\mu = k \dot{\gamma}^{n-1}$$

Où,

$\mu$ : Viscosité apparente (Pa.s);

K: Indice de consistance (Pa.s);

$\dot{\gamma}$ : Taux de cisaillement (1/s);

n: Indice d'écoulement.

Les valeurs du coefficient de consistance (K), de l'indice d'écoulement (n) et du coefficient de détermination ( $R^2$ ) des différentes bouillies sont présentées dans le tableau 28.

**Table 28.** Coefficients de consistance (K), indice d'écoulement (n) et  $R^2$  des bouillies.

Bouillies	Indices de consistance K (Pa.s)	Indice d'écoulement n	$R^2$
TC	49,12	0,30	0,9997
TB	47,82	0,28	0,9999
R-PC	46,99	0,10	0,9987
R-PC+GX	61,36	0,20	0,9993
R-PC+GX-GC	57,61	0,26	0,9955
R-PC+Lec	39,83	0,05	0,9979

TC : Témoin du commerce, TB : témoin de blé, R-PC : Riz-pois chiche, GX : Gomme de xanthane, GC : Gomme de caroube, Lec : Lécithine de soja.

Les coefficients de détermination obtenus sont supérieurs à 0,99 pour toutes les bouillies, indiquant le bon ajustement entre le modèle et les résultats expérimentaux.

L'indice d'écoulement (n) de l'ensemble des bouillies étudiées est inférieur à 1, confirmant ainsi leur comportement rhéofluidifiant, qui se traduit par une diminution drastique de la viscosité apparente lorsque le taux de cisaillement augmente (Figure 21). Ce phénomène rhéofluidifiant, s'explique généralement par le fait que, sous aucun stress, les macromolécules d'amidon et des autres constituants sont liées entre eux par des liaisons de faible énergie, augmentant ainsi la viscosité apparente de la bouillie. La contrainte de cisaillement appliquée

par le viscosimètre dynamise le système, ce qui rompt ces interactions et sépare les chaînes qui offrent une résistance au cisaillement, entraînant une diminution dans la viscosité apparente jusqu'à déstructuration complète des réseaux d'interactions existant entre les différentes macromolécules de la matrice de la bouillie (Rao, 2014).

La comparaison des constantes de consistance  $K$  a révélé que la bouillie sans gluten et sans améliorants (R-PC) est moins épaisse que celle du témoin de blé (TB) et celle du commerce (TC). L'ajout des gommes de xanthane et de caroube a significativement augmenté l'indice de consistance des bouillies sans gluten, alors que la lécithine l'a nettement diminué. Cette variabilité dans la consistance des différentes bouillies est en concordance avec celle notée pour leur viscosité (figure 21). L'augmentation de la consistance et de la viscosité des bouillies additionnées des gommes de xanthane et de caroube est due à leur pouvoir épaississant bien connu.

D'autre part, la plus faible consistance et viscosité enregistrée après ajout de la lécithine de soja pourrait être expliquée par les propriétés hydrophobes de cette dernière empêchant l'absorption d'eau et le gonflement des granules d'amidon lors de la préparation de la bouillie. En outre, des liaisons entre les émulsifiants et l'amidon peuvent avoir lieu à des températures proches de celle de gélatinisation. Elle se fait principalement avec l'amylose stabilisant le granule et retardant la pénétration de l'eau et le gonflement de l'amidon (Manley, 2011 ; Orthoefer et Kim 2019). Cette faible consistance/viscosité permet d'augmenter la concentration en matière sèche et donc la densité énergétique de la bouillie tout en gardant une fluidité suffisante (Trèche, 1996).

Mouquet et Trèche (2001) dans une étude de la viscosité de bouillies destinées aux jeunes enfants, préparées avec de la farine de riz, de maïs et de manioc, ont proposé un maximum d'acceptabilité de 3 Pa.s à un taux de cisaillement de  $83 \text{ s}^{-1}$  et une température de  $45 \text{ }^\circ\text{C}$ . Ce qui correspond selon les mêmes auteurs aux conditions dans lesquelles les nourrissons perçoivent la consistance de la bouillie. Ainsi, les valeurs de la viscosité obtenues pour l'ensemble des bouillies préparées à partir de nos farines biscuits et même celle du commerce, pour ce taux de cisaillement ( $83 \text{ s}^{-1}$ ), se rangent bien dans cette plage. Ces résultats concordent avec ceux rapportés par Mouquet *et al.* (2006) et Van Hoan *et al.* (2008) pour des bouillies destinées aux jeunes enfants, préparées avec des farines de riz, de maïs et de millet et additionnées de gomme de caroube comme épaississant, et qui sont mesurées dans les mêmes conditions.

# Conclusion

### Conclusion

L'objectif principal de ce travail était de contribuer à la diversification et l'amélioration de l'alimentation sans gluten en Algérie. Le produit proposé est une farine infantile à base de riz-pois chiche, pouvant être consommé sous une forme solide (biscuit) ou délayée (bouillie), auquel a été donné le nom composé "farine-biscuits sans gluten".

Les résultats de la composition biochimique des farines de base de riz et de pois chiche sont utilisés dans la formulation de la farine-biscuit. Ainsi, une formule répondant aux objectifs nutritionnels a été obtenue.

La faisabilité technologique de notre formule sans gluten à donner ce type d'aliment a été vérifiée. Les résultats du plan d'expérience ont montré que le temps de cuisson a plus d'effet sur l'humidité finale des farines-biscuits que les autres paramètres technologiques. Cependant, le taux de gélatinisation de l'amidon et le volume spécifique ont été significativement plus affectés par le taux d'hydratation de la pâte. La dureté de la pâte est significativement réduite avec le niveau d'eau ajouté. Le temps de cuisson des farines-biscuits appliqué (6 à 12 min) a permis de réduire jusqu'à 95 % de la teneur initiale en facteurs antitrypsiques.

Dans le but de surmonter les problèmes rencontrés au cours du processus de préparation des pâtes sans gluten et d'améliorer la qualité des farines-biscuits après cuisson, des gommés alimentaires naturelles (de xanthane et de caroube) et de la lécithine de soja ont été incorporées.

L'incorporation de la gomme de xanthane (GX) à raison de 0,5 %, 1 % et 1,5 % a significativement augmenté la capacité d'absorption d'eau (CAE) de la farine composite sans gluten R-PC et réduit les différences entre la pâte sans gluten R-CP et celle du témoin de blé (TB), notamment pour le caractère collant. Cependant, la dureté et les valeurs des modules de conservation  $G''$  et de perte  $G'$  ont été significativement augmentées. La GX a significativement amélioré le  $V_{sp}$  des farines-biscuits, leur teneur en eau et leur  $a_w$ , ce qui s'est traduit par une réduction significative dans leur dureté. Les résultats de l'évaluation sensorielle ont montré que l'incorporation de xanthane n'a pas affecté l'acceptabilité sensorielle des farines-biscuits auprès des dégustateurs.

L'incorporation de la combinaison des gommes de xanthane et de caroube (GX-GC) dans la formule sans gluten a significativement affecté les paramètres rhéologiques (dureté,  $G'$  et  $G''$ ) de la pâte et physiques (dureté,  $V_{sp}$  et  $a_w$ ) des farines-biscuits. La gomme de xanthane s'est avéré avoir un effet plus prononcé que celui de la gomme de caroube. Les termes d'interaction entre les deux gommes ont montré un effet positif significatif sur le volume spécifique des farines-biscuits et négatif sur l'activité de l'eau. Cependant, l'effet interactif de ces gommes n'a pas significativement affecté les paramètres rhéologiques de la pâte. Un optimum des niveaux d'incorporation des deux gommes a été obtenu à 0,75 % (sur la base de la farine) chacune.

L'incorporation de la lécithine de soja, a significativement augmenté les valeurs des paramètres rhéologiques (dureté,  $G'$  et  $G''$ ) de la pâte sans gluten en réduisant son adhésivité. Le volume spécifique des farines-biscuits a été nettement amélioré, tout en restant inférieur à celui du témoin de blé. Cependant, leur activité de l'eau et leur dureté ont été significativement réduites.

La microstructure de la pâte sans gluten additionnée de la lécithine de soja et celle contenant une combinaison de GX-GC est apparue plus homogène avec une meilleure répartition de la matière grasse par rapport à celle incorporée de xanthane seul. L'ajout de la lécithine a amélioré l'aspect de la structure interne des farines-biscuits, et augmenté l'intégration des granules d'amidon. Une matrice très similaire a été observée pour les farines-biscuits contenant une combinaison de GX-GC. Cependant, l'incorporation du xanthane seul a donné une matrice irrégulière n'étant pas correctement revêtue et des granules d'amidon pas complètement enrobées.

L'évaluation sensorielle des farines-biscuits sans gluten avec et sans améliorants n'a révélé aucune différence significative dans l'apparence et l'odeur entre les formules testées. Aucun changement dans la saveur n'a été enregistré après ajout de la lécithine de soja. Cependant l'ajout de gommes l'a négativement influencé. En terme de texture, celle des farines-biscuits incorporées de la lécithine de soja a été évaluée meilleure. L'acceptabilité générale des farines-biscuits est en effet, influencée par celle de la texture et de la saveur en faveur de la formule contenant de la lécithine de soja.

Les bouillies préparées à partir des farines-biscuits sans gluten avec et sans améliorants ont montré un comportement non newtonien rhéofluidifiant. La bouille sans

gluten et sans améliorants est moins épaisse que celle préparée à partir de la farine-biscuit témoin de blé (TB) et celle de la farine infantile témoin du commerce (TC). L'ajout des gommés de xanthane et de caroube a significativement augmenté la viscosité et l'indice de consistance des bouillies sans gluten, alors que la lécithine l'a nettement diminué. L'ensemble de ces bouillies ont montré des viscosités inférieures au maximum d'acceptabilité pour les bouillies destinées aux jeunes enfants.

A la lumière des résultats technologiques, microscopiques et sensoriels obtenus, la formule incorporée de la lécithine de soja pourrait être classée comme meilleur, suivie de celle incorporée d'une combinaison de GX-GC par rapport à celle additionnée de xanthane seul.

En terme de perspectives, ces résultats mériteraient d'être poursuivis et approfondis par :

- L'étude d'autres formules à base d'autres céréales sans gluten et d'autres légumineuses disponible en Algérie ;
- L'étude de l'effet de l'incorporation d'autres améliorants naturelles ;
- L'étude et l'optimisation d'autres paramètres de fabrication tels que le pétrissage.

# Références bibliographiques

**Références bibliographies**

- AACC. (1995). *Approved methods of the American Association of Cereal Chemists*. 9th ed. St. Paul, Minnesota, USA.
- AACC. (2000). *Approved methods of the American Association of Cereal Chemists*. 10th ed. St. Paul, Minnesota, USA.
- AACC. (2010). *Approved methods of the American Association of Cereal Chemists*. 11th ed. St. Paul, Minnesota, USA.
- Abdel-Aal, E.S.M. (2009). Functionality of Starches and Hydrocolloids in Gluten-Free Foods. In Gallagher, E., *Gluten-free food science and technology*, (pp. 200-224).
- Agence Française de Normalisation-AFNOR. (1970). Directives générales pour le dosage de l'azote avec minéralisation selon la méthode Kjeldahl (produits agricoles alimentaires). Standard NF V 03-050.
- Agence Française de Normalisation-AFNOR. (1997). Dosage des inhibiteurs trypsiques. Norme XP V18-202.
- Aly, M. M., Seleem, H. A. (2015). Gluten-free flat bread and biscuits production by cassava, extruded soy protein and pumpkin powder. *Food and Nutrition Sciences*, 6(07), 660.
- Amjid, M.R., Shehzad, A., Hussain, S., Shabbir, M.A., Khan, M.R., & Shoaib, M. (2013). A comprehensive review on wheat flour dough rheology. *Pakistan Journal of Food Sciences*, 23(2), 105-123.
- Amin, A.K.K.A., Agbo, E.A., Dago, A.G., Gbogouri, AG., Brou, D. K., Dago, G. (2015). Comparaison des caractéristiques nutritionnelles et rhéologiques des bouillies infantiles préparées par les techniques de germination et de fermentation. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 9(2), 944-953.
- Anton, A.A., Artfield, S.D. (2008). Hydrocolloids in gluten free breads. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 59(1), 11–23.
- AOAC. (2003). Crude fat in feeds, cereal grains, and forages. Randall/soxtec/hexanes extraction submersion method. *Journal of AOAC International*, 86, 888-899.
- AOAC. (2007). *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*. 18<sup>th</sup> ed. Gaithersburg, MD.
- Arimi, J.M., Duggan, E., O'Sullivan, M., Lyng, J.G., O'Riordan, E.D. (2010). Effect of water activity on the crispiness of a biscuit (Crackerbread): Mechanical and acoustic evaluation. *Food Research International*, 43: 1650-1655.
- Asif, M., Rooney, I.W., Ali, R., Riaz, M.N. (2013). Application and opportunities of pulses in food system: A Review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 53, 1168-1179.
- Asif, M., Rooney, L.W., Ali, R., Riaz, M.N. (2013). Application and opportunities of pulses in food system: A review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 53(11), 1168-1179.

- Assifaoui, A., Champion, D., Chiotelli, E. Verel, A. (2006). Characterization of water mobility in biscuit dough using a low-field H NMR technique. *Carbohydrate Polymers*, 64, 197-204.
- Balla, A., Blecker, C., Oumarou, M., Paquot, M. Et Deroanne, C. (1999). Mise au point de pains composites à base de mélanges de farines de sorgho-blé et analyse texturale. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* 3(2), 69-77.
- Banerjee, C., Singh, R., Jha, A., Mitra, J. (2014). Effect of inulin on textural and sensory characteristics of sorghum based high fibre biscuits using response surface methodology. *Journal of Food Science and Technology*, 51(10), 2762–2768.
- Bao, J., Bergman, C.J. (2018). Rice flour and starch functionality. In *Starch in food*. Woodhead Publishing, (pp. 373-419).
- Barak, S., Mudgil, D. (2014). Locust bean gum: Processing, properties and food applications: A review. *International journal of biological macromolecules*, 66, 74-80.
- Bartolucci, J. C. (1997). Comportement rhéologique des pâtes et qualité des farines de blés tendres français en panification et en biscuiterie Thèse de doctorat en Sciences biologiques et fondamentales appliquées. Ecole nationale supérieure des industries agricoles et alimentaires. Massy, France. 300 p.
- Bartolucci, J.C., Launay, B. (2000). Stress relaxation of wheat flour doughs following bubble inflation or lubricated squeezing flow and its relation to wheat flour quality. In *Wheat Structure, Biochemistry and Functionality*. Editors: Schofield, J.D. The Royal Society of Chemistry, Cambridge. (pp. 323-331).
- BeMiller, J. N. (2019). 11-Xanthan. *Carbohydrate chemistry for food scientists*. Third Edition. Elsevier, WP: AACC International Press, pp. 261-269.
- BeMiller, J.N. (2011). Pasting, paste, and gel properties of starch-hydrocolloid combinations. *Carbohydrate polymers*, 86(2), 386-423.
- 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 alimentaires, INATAA, Université des Frères Mentouri, Constantine, 161p.
- Benkadri, S. (2010). Contribution à la diversification de l'alimentation pour enfants cœliaques: fabrication de farines-biscuits sans gluten. Mémoire pour l'obtention du diplôme de magister en science alimentaire. Université des Frères Mentouri, Constantine1. 106 p.
- Benkadri, S., Salvador, A., Zidoune, M. N., Sanz, T. (2018). Gluten-free biscuits based on composite rice-chickpea flour and xanthan gum. *Food Sci Technol Int*, 24(7), 607-616.
- Bergenstahl, B. (2008). Physicochemical Aspects of an Emulsifier Functionality. In *Food emulsifiers and their applications* (pp. 173-194). Springer, New York, NY.
- Bergenstahl, B. (2008). Physicochemical Aspects of an Emulsifier Functionality. In *Food emulsifiers and their applications* (pp. 173-194). Springer, New York, NY.

- BLACK, R.E., MAKRIDES, M., ONG, K.K. (2017). Complementary Feeding: Building the Foundations for a Healthy Life: 87th Nestlé Nutrition Institute Workshop, Singapore, May 2016. Karger Medical and Scientific Publishers.
- Błaszczak, W., Fornal, J., Ramy, A. (2004). Effect of emulsifiers addition on dough properties, baking quality and microstructure of biscuits. *Polish journal of food and nutrition sciences*, 13(4), 343-348.
- 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.
- Bresolin, T.M.B., Milas, M., Rinaudo, M., Reicher, F., Ganter, J.L.M.S. (1999). Role of galactomannan composition on the binary gel formation with xanthan. *International Journal of Biological Macromolecules*, 26(4), 225-231.
- Briend, A. (2009). L'alimentation de complément : recommandations actuelles. *Revue générale. Med Trop*, 69: 298-302.
- Brooker, B.R. (1993). The stabilization of air in cake batters - the role of fat. *Food structure*, 12, 285-296.
- Bruyeron, O. (1998). Quelle technologie retenir : Bulletin du réseau Technologie et partenariat en Agroalimentaire TPA. N° 15, 17-22.
- Bueschelberger, H.G., Tirok, S., Stoffels, I., Schoeppe, A. (2015). Lecithins. In V. Norn, *Emulsifiers in food technology* (pp. 21-60). John Wiley & Sons, Ltd.
- Caio, G., Volta, U., Sapone, A., Leffler, D. A., De Giorgio, R., Catassi, C., Fasano, A. (2019). Celiac disease: A comprehensive current. *BMC medicine*, 17(1), 1-20.
- Calet, C. (1992). Les légumes secs, Apport protidique. *Cah. Nut. Diét.* 2, 99-108.
- Casas, J.A., Mohedano, A.F., García-Ochoa, F. (2000). Viscosity of guar gum and xanthan/guar gum mixture solutions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80(12), 1722-1727.
- Castro-Prada, E.M., Primo-Martin, C., Meinders, M.B.J., Hamer, R.J., Vliet, T.V. (2009). Relationship between water activity, deformation speed, and crispness characterization. *Journal of Texture Studies*, 40, 127-156.
- Cauvain, S.P., Young, L.S. (2009). Bakery food manufacture and quality: water control and effects. John Wiley & Sons.
- Cervenka, L., Brozkova, I., Vytrasova, J. (2006). Effects of the principal ingredients of biscuits upon water activity. *Journal of Food and Nutrition Research*, 45(1), 39-43.
- Champagne, E.T. (2004). The rice grain and its gross composition. In *Rice: chemistry and technology* (pp. 76-107). American Association of Cereal Chemists.

- Champagne, E.T., Wood, D.F., Juliano, B.O., Bechtel, D.B. (2004). The rice grain and its gross composition. In *Rice chemistry and technology*. 3rd edition. St. Paul, Minn. (USA): American Association of Cereal Chemists, (pp. 77-107).
- Chevallier, S., Colonna, P., Buleon, A., Della Valle, G. (2000). Physicochemical behaviors of sugars, lipids and gluten in short dough and biscuit. *J. Agric. Food Chem*, 48, 1322-1326.
- Chevallier, S., Colonna, P., Della Valle, G., Lourdin, D. (1999). Structural modifications of biscuit dough during baking-Role of ingredients. INRA. Paris. *Les Colloques*, 91, 191-197
- Chevallier, S., Della Valle, G., Colonna, P., Broyart, B., Trystram, G. (2002). Structural and chemical modifications of short dough during baking. *Journal of Cereal Science*, 35, 1-10.
- Colas, A. (1998). Définition de la qualité des farines pour les différentes utilisations. In Les industries de première transformation des céréales. Editeurs : Godon, B., Willm, C. Lavoisier Tec et Doc/Apria. Paris : (pp. 579-589). 679 p.
- Colas, A. (1998). Définition de la qualité des farines pour les différentes utilisations. In Godon B., Willm C. *Les industries de première transformation des céréales* (579-589). Lavoisier. Tec et Doc/Apria. Paris. 679 p.
- Cuq, J. L., Leynaud-Rouaud, C. (1992). Les graines de légumineuse. In Dupin, H., Cuq, J. L., Malewiak, M. I., Leynaudrouaud, C. *Alimentati on et nutrition humaine* (941-961). ESF. Paris. 1533 p.
- Dakia, P.A., Blecker, C., Robert, C., Wathelet, B., Paquot, M. (2008). Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid or water dehulling pre-treatment. *Food Hydrocolloids*, 22(5), 807-818.
- Dakia, P.A., Wathelet, B., Paquot, M. (2010). Influence de la teneur en galactose sur les interactions moléculaires et sur les propriétés physico-chimiques des galactomannanes en solution. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ*, 14(1), 213-223.
- Davidson, I. (2016). Biscuit baking technology: processing and engineering manual. Academic press. Second edition. Elsevier. 333p.
- De la Hera, E., Martinez, M., Gómez, M. (2013a). Influence of flour particle size on quality of gluten-free rice bread. *LWT-Food Science and Technology*, 54(1), 199-206.
- De la Hera, E., Martinez, M., Oliete, B., Gómez, M. (2013b). Influence of flour particle size on quality of gluten-free rice cakes. *Food and Bioprocess Technology*, 6(9), 2280-2288.
- Deffenbaugh, L. B. (2019). Emulsifier-carbohydrate interactions. In *Food Emulsifiers and Their Applications* (pp. 65-100). Springer, Cham.
- Demirkesen, I., Mert, B., Sumnu, G., Sahin, S. (2010). Rheological properties of gluten-free bread formulations. *Journal of food Engineering*, 96(2), 295-303.
- Denil, M., Lannoye, P. (2004). Guide des additifs alimentaires: les précautions à prendre. 2ème édition. Frison-Roche. 163 p.

- Devisetti, R., Ravi, R. Bhattacharya, S. (2015). Effect of hydrocolloids on quality of proso millet cookie. *Food and Bioprocess Technology*, 8: 2298–2308.
- Dewey, K. G. (2005). Complementary Feeding. In B. Caballero, L. Allen, A. Prentice (Edit), *Encyclopedia of Human Nutrition* (pp 465-471). 2nd edition, Volume I. Elsevier academic press.
- Dobraszczyk, B.J. (2017). Dough rheology and breadmaking. Peer review: Teig rheologie/backeigenschaften. *Cereal Technology*, 4-19.
- Dobraszczyk, B.J., Morgenstern, M. P. (2003). Rheology and the breadmaking process. *Journal of cereal Science*, 38(3), 229-245.
- Eliasson, A.C., Silverio, J. (1997). Fat in baking. In Friberg, S. E., Larsson, K. *Food emulsions* (3rd ed.). New York: Marcel Dekker.
- Elli L., Branchi F., Tomba C., Villalta D., Norsa L., Ferretti F., Roncoroni L., Bardella M. T. (2015). Diagnosis of gluten related disorders: Celiac disease, wheat allergy and nonceliac gluten sensitivity. *World Journal of Gastroenterology*, 21, 7110–7119.
- Euphrasie, L.S., Brice, G.J., Appolinaire, K.K., Albarin, G.G., Kouakou, B. (2019). Formulations de Farines Composées Dont l'une à Base de Riz (*Oryza Sativa*) et L'autre à Base de Maïs (*Zea Mays*) Pour Enfants en âge de Sevrage. *European Scientific Journal*, 15 (33), 100-116.
- FAO. (1996). *Codex Alimentarius* : Céréales, légumes secs, légumineuses, produits dérivés e protéines végétales. FAO. Vol 7. 2ème édition. Rome. 164 p.
- FAO/OMS (2006). *Codex Alimentarius* : programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires. Rapport de la vingt-septième session du comité du codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime. FAO/OMS. ALINORM 06/29/26. 105 p.
- FAO/OMS (2019). *Codex Alimentarius*. CXS 74-1981 : Norme pour les aliments transformés à base de céréales destinés aux nourrissons et enfants en bas âge. 9p.
- FAO/OMS. (2007). *Codex Alimentarius*: Céréales, légumes secs, légumineuses et matières protéiques végétales. Food and Agriculture Organization and World Health Organization. 1ère édition. Rome. 128 p.
- FAOSTAT, (2018). Database of Food and Agricultural Organization, Rome, Italy. Available from: <http://www.faostat.fao.org>. Accessed September 25, 2020.
- FAOSTAT, (2019). Database of Food and Agricultural Organization, Rome, Italy. Available from: <http://www.faostat.fao.org>. Accessed June 11, 2021.
- Farris, S., Piergiovanni, L. (2008). Effects of ingredients and process conditions on 'Amaretti'cookies characteristics. *International journal of food science & technology*, 43(8), 1395-1403.
- Feillet P. (2000). Le grain de blé, composition et utilisation. Institut national de la recherche agronomique, INRA, Paris, 308 p.

- Flint, F. O., Moss, R., Wade, P. (1970). A comparative study of the microstructure of different types of biscuits and their doughs. *Food Trade Rev*, 40(4), 32.
- Fustier, P., Castaigne, F., Turgeon, S. L., Biliaderis, C. G. (2007). Semi-sweet biscuit making potential of soft wheat flour patent, middle-cut and clear mill streams made with native and reconstituted flours. *Journal of Cereal Science*, 46(2), 119-131.
- Gadallah, M.G. (2017). Rheological, Organoleptical and quality characteristics of gluten-free rice cakes formulated with sorghum and germinated chickpea flours. *Food and Nutrition Sciences*, 8(5), 535–550.
- Gallagher, E. (2008). Formulation and nutritional aspects of gluten-free cereal products and infant foods. In *Gluten-free cereal products and beverages*, pp. 321-346.
- Gallagher, E., Gormley, T.R., Arendt, E.K. (2004a). Recent advances in the formulation of glutenfree cereal-based products. *Trends in food Science & Technology*, 15, 143-152.
- Gallagher, E., McCarthy, D., Gormley, T.R., Arendt, E.K. (2004b). Improving the quality of gluten-free products. Research report No.67. Teagasc - The agricultural and food development authority, Dublin.
- Garnier-Lengliné, H., Cerf-Bensussan, N., Ruemmele, F. M. (2015). Celiac disease in children. *Clinics and research in hepatology and gastroenterology*, 39(5), 544-551.
- Gillet, S., Blecker, C. b., Aguedo, M., Laurent, P., Paquot, M., Richel, A. (2014). Impact of purification and fractionation process on the chemical structure and physical properties of locust bean gum. *Carbohydrate polymers*, 108, 159-168.
- Gobbetti, M., Pontonio, E., Filannino, P., Rizzello, C. G., De Angelis, M., Di Cagno, R. (2018). How to improve the gluten-free diet: The state of the art from a food science perspective. *Food Research International*, 110, 22-32.
- Gómez, M., Oliete, B., Rosell, C.M., Pando, V., Fernández, E. (2008). Studies on cake quality made of wheat–chickpea flour blends. *LWT-Food Science and Technology*, 41(9), 1701-1709.
- Gomez, M., Ronda, F., Coballera, P.A., Blanco, C.A., Rosell, C.M. (2007). Functionality of different hydrocolloids on the quality and shelf-life of yellow layer cakes. *Food Hydrocolloids*, 21(2), 167e173.
- Gómez, M., S. Sciarini, L. (2015). Gluten-Free Bakery Products and Pasta. In Arranz, E, Fernández-Bañares, F, Rosell, CM, Rodrigo, L, Peña, AS, (eds). *Advances in the Understanding of Gluten related Pathology and the Evolution of Gluten-Free Foods*, Barcelona, Spain: OmniaScience, (pp. 565-604).
- Goupy, J., Creighton, L. (2013). Introduction aux plans d'expériences: avec applications. 3e édition. Dunod, Paris, 324 p.
- Goupy, J., Creighton, L. (2006). Introduction aux plans d'expériences. Donud. 336p.
- Grandvoinet, P., Prats, B. (1994). Farines et mixes. In Guinet, R., Godon, B. *La panification française* (100-131). Lavoisier Tec et Doc. Paris.

- Grangaud, J. P., Kellou, M. K. (1995). Production et Commercialisation d'une farine de sevrage : l'expérience algérienne. In L'alimentation de complément du jeune enfant. Editeurs : Trèche, S., Benoist, B., Benbouzid, D., Delpeuch, F., actes d'un atelier OMS/ORSTOM inter-pays, du 20 au 24 novembre 1994, à l'université Senghor, Alexandrie (Egypte), (pp. 155-160).
- Grisel, M., Aguni, Y., Renou, F., Malhiac, C. (2015). Impact of fine structure of galactomannans on their interactions with xanthan: Two co-existing mechanisms to explain the synergy. *Food Hydrocolloids*, 51, 449-458.
- Guenguen, J., Lemarie, J. (1996). Composition, structure, et propriétés physicochimiques de légumineuses et d'oléagineux. In Godon, B. *Les protéines végétales* (80-110). Lavoisier Tec et Doc. Paris. 666 p.
- Gujral, H.S., Rosell, C.M. (2004). Improvement of the breadmaking quality of rice flour by glucose oxidase. *Food research international*, 37(1), 75-81.
- Gularte, M.A., de la Hera, E., Gomez, M., Rosell, C.M. (2012). Effect of different fibers on batter and gluten-free layer cake properties. *Food Science and Technology*, 48, 209–214.
- Hasenhuettl, G L. (2008). Emulsifier-carbohydate interactions. In *Food emulsifiers and their applications* (pp. 63-88). Springer, New York, NY.
- Heidenreich, S., Jaros, D., Rohm, H., Ziems, A. (2004). Relationship between water activity and crispness of extruded rice crisps. *Journal of Texture Studies*, 35, 621-633.
- Hough, G, Bueraz, M.D.P., Chirife, J., Moro. O. (2001). Sensory texture of commercial biscuits as a function of water activity. *Journal of Texture Studies*, 32, 57–4.
- Igrejas, G., Guedes-Pinto, H., Carnide, V., Clement, J., Branlard, G. (2002). Genetical, biochemical and technological parameters associated with biscuit quality. II. Prediction using storage proteins and quality characteristics in a soft wheat population. *Journal of Cereal Science*, 36(2), 187-197.
- ISO. (1988). Sensory Analysis: General Guidance for Design of Test Rooms. Standard No. 8589. Geneva, Switzerland.
- Jakubczyk, E., Marzec, A. Lewicki, P.P. (2008). Relationship between water activity of crisp bread and its mechanical properties and structure. *Polish Journal of Food and Nutrition sciences*, 58(1), 45-51.
- Javaria, S., Marwat, S.K., Raza, S., Hameed, A., Waseem, K. (2016). Formulation of gluten-free baked products for coeliac patients: a review of contemporary methodologies and quality improving factors. *American-Eurasian J. Agric. & Environ. Sci*, 16(4), 826-835.
- Jnawali, P., Kumar, V., Tanwar, B. (2016). Celiac disease: Overview and considerations for development of gluten-free foods. *Food Science and Human Wellness*, 5(4), 169-176.
- Jo, W., Bak, J.H., Yoo, B. (2018). Rheological characterizations of concentrated binary gum mixtures with xanthan gum and galactomannans. *International journal of biological macromolecules*, 114, 263-269.

- Kadan, R.S., Bryant, R.J., Miller, J.A. (2008). Effects of milling on functional properties of rice flour. *Journal of food science*, 73(4), E151-E154.
- Kasapis, S., Bannikova, A. (2017). Rheology and food microstructure. In *Advances in food rheology and its applications* (pp. 7-46). Woodhead Publishing.
- Kaur, M., Sandhu, K. S., Arora, A., Sharma, A. (2015). Gluten free biscuits prepared from buckwheat flour by incorporation of various gums: Physicochemical and sensory properties. *LWT-Food Science and Technology*, 62(1), 628-632.
- Khouryieh, H.A., Herald, T.J., Aramouni, F., Alavi, S. (2006). Influence of mixing temperature on xanthan conformation and interaction of xanthan–guar gum in dilute aqueous solutions. *Food Research International*, 39(9), 964-973.
- Kittisuban, P., Ritthiruangdej, P., Suphantharika, M. (2014). Optimization of hydroxypropylmethylcellulose, yeast  $\beta$ -glucan, and whey protein levels based on physical properties of gluten-free rice bread using response surface methodology. *LWT-Food Science and Technology*, 57(2), 738-748.
- Kocer, D., Hicsasmaz, Z, Bayindirli, A., Katnas, S. (2007). Bubble and pore formation of the high–ratio cake formulation with polydextrose as a sugar-and fat-replacer. *Journal of Food Engineering*, 78, 953-964.
- Kocer, D., Hicsasmaz, Z, Bayindirli, A., Katnas, S. (2007). Bubble and pore formation of the high–ratio cake formulation with polydextrose as a sugar–and fat–replacer. *Journal of Food Engineering*, 78, 953-964.
- Kohajdová, Z., Karovičová, J., Magala, M. (2011). Utilisation of chickpea flour for crackers production. *Acta Chimica Slovaca*, 4(2), 98-107.
- Koop, H.S., Da-Lozzo, E.J., de Freitas, R.A., Franco, C.R., Mitchell, D.A., Silveira, J.L. (2012). Rheological characterization of a xanthan–galactomannan hydrogel loaded with lipophilic substances. *Journal of pharmaceutical sciences*, 101(7), 2457-2467.
- Laguna, L., Vallons, K.J., Jurgens, A., Sanz, T. (2013). Understanding the effect of sugar and sugar replacement in short dough biscuits. *Food and Bioprocess Technology*, 6(11), 3143-3154.
- Lara, E., Cortés, P., Briones, V., Perez, M. (2011). Structural and physical modifications of corn biscuits during baking process. *LWT-Food Science and Technology*, 44(3), 622-630.
- Launay, B., Bartolucci, J. C. (1997). Comportement rhéologique des pâtes et des produits finis : les pâtes de farine de blé. In Godon, B., Loisel, W. *Guide pratique d'analyses dans les industries des céréales* (122-174). Lavoisier. Tec et Doc/Apria. Paris. 819 p.
- Laurent, F. (1997). Comment préparer la bouillie ? (deuxième partie). *Développement et Santé*, n°127.
- Lazaridou, A., Biliaderis, C.G. (2009). Gluten-Free Doughs: Rheological Properties, Testing Procedures-Methods and Potential Problems. In Gallagher, E., (Ed). *Gluten-Free Food Science and Technology* (pp. 52–82), Wiley-Blackwell: Chichester, UK.

- 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(3), 1033-1047.
- Leonard, M. M., Sapone, A., Catassi, C., Fasano, A. (2017). Celiac disease and nonceliac gluten sensitivity: A review. *Jama*, 318(7), 647-656.
- Li, J.M., Nie, S.P. (2016). The functional and nutritional aspects of hydrocolloids in foods. *Food Hydrocolloids*, 53, 46-61.
- Lostie, M., Peczalski, R., Andrieu, J., Laurent, M. (2002). Study of sponge cake batter baking process. Part I: Experimental data. *Journal of Food Engineering*, 51(2), 131-137.
- Maache-Rezzoug Z., Allaf K., Bouvier J.M. et Tayeb J. (1998c). Relation entre caractéristiques physiques et propriétés rhéologiques de la farine et de la pâte. *Sciences des aliments*, 18, 267-281.
- Maache-Rezzoug, Z. (1998a). Effect of Principal Ingredients on Rheological Behavior of Biscuit Dough and on Quality of Biscuits. *Journal of Food Engineering*, 35, 23-42.
- Maache-Rezzoug, Z., Bouvier, J.M., Patras, C, Allaf K. (1998b). Study of mixing in connection with the rheological properties of biscuit dough and dimensional characteristics of biscuits. *Journal of Food Engineering*, 35, 43-56.
- Mamat, H., & Hill, S. E. (2018). Structural and functional properties of major ingredients of biscuit. *International food research journal*, 25(2), 462-471.
- Mamat, H., Hardan, M.O.A., Hill, S.E. (2010). Physicochemical properties of commercial semi-sweet biscuit. *Food Chemistry*, 121(4), 1029-1038.
- Manley, D. (1998). Biscuit, Cookie, and Cracker Manufacturing Manuals-Manual 2: Biscuit doughs. Woodhead Publishing Limited. Cambridge. 66 p.
- Manley, D. (2011). Manley's Technology of Biscuits, Crackers and Cookies. Fourth edition. Woodhead Publishing. 588 p.
- Manley, D. (2011a). Setting the scene: A history and the position of biscuits. In Manley's Technology of Biscuits, Crackers and Cookies. Woodhead Publishing. (pp. 1-9).
- Manohar, S., Rao, P.H. (1999a). Effects of water on the rheological characteristics of biscuit dough and quality of biscuits. *Eur. Food Res. Technol*, 209, 281-285.
- Manoharr, S., Rao, P.H. (2002). Interrelationship between rheological characteristics of dough and quality of biscuits; use of elastic recovery of dough to predict biscuit quality. *Food Research International*, 35, 807-813.
- Marco, C., Rosell, M.C. (2008). Breadmaking performance of protein enriched, gluten free breads. *European Food Research and Technology*, 227, 1205-1213.
- Mathlouthi, M. (2001). Water content water activity water structure on the stability of foodstuffs. *Food Control*, 12, 4094-17.

- 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.
- Matuda, T.G.; Chevallier, S.; de Alcântara Pessôa Filho, P.; LeBail, A.; Tadini, C.C (2008). Impact of guar and xanthan gums on proofing and calorimetric parameters of frozen bread dough. *J. Cereal Sci.*, 48, 741-746.
- Menard, G., Emond, S., Segin, R., Bolduc, R., Boudreau, A., Marcoux, D. Painchaud, M., Poirier, D. (1992). La biscuiterie industrielle. In *Le blé : éléments fondamentaux et transformation*. Editeurs : BOUDREAU A., MENARD, G. Les presses de l'université Laval. Sainte-Foy. Canada. (pp. 287-348).
- Mohtadji-Lamballais, C. (1989). *Les aliments*. Editions Maloine. Paris. 203 p.
- Mohtadji-Lamballais, C. (1989). *Les aliments*. Editions Maloine. Paris. 203 p.
- Mollakhalili Meybodi, N., Mohammadifar, M.A. Feizollahi, E. (2015). Gluten-free bread quality: A review of the improving factors. *Journal of Food Quality and Hazards Control*, 2, 81–85.
- Morris, V.J. (2006). Bacterial Polysaccharides. In Stephen, A.M., Phillips, G.O., Williams, P.A., Eds., *Polysaccharides and Their Applications* (pp. 413–454). 2nd ed., Boca Raton, FL, USA, CRC Press.
- Mouquet, C., Greffeuille, V., Trèche, S. (2006). Characterization of the consistency of gruels consumed by infants in developing countries: assessment of the Bostwick consistometer and comparison with viscosity measurements and sensory perception. *International journal of food sciences and nutrition*, 57(7-8), 459-469.
- Mouquet, C., Salvignol, B., Van Hoan, N., Monvois, J., Trèche, S. (2003). Ability of a “very low-cost extruder” to produce instant infant flours at a small scale in Vietnam. *Food Chemistry*, 82(2), 249-255.
- Mouquet, C., Trèche, S. (2001). Viscosity of gruels for infants: a comparison of measurement procedures. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 52(5), 389-400.
- Mouquet, C., Bruyeron O., Trèche, S. (1998). Caractéristiques d'une bonne farine infantile : Bulletin du réseau Technologie et partenariat en Agroalimentaire TPA. N° 15, 8-11.
- Nammakuna, N., Suwansri, S., Thanasukan, P., Ratanatriwong, P. (2009). Effects of hydrocolloids on quality of rice crackers made with mixed-flour blend. *Asian Journal of Food and Agro-Industry*, 2(4), 780–787.
- Nguyen, V. H. (2008). Conditions d'utilisation d'un «cuiser-extrudeur à très faible coût» pour la production de farines infantiles au Vietnam. Thèse de doctorat en nutrition et sciences des aliments. Université Montpellier 2. 215p.
- Olive, F., Mouquet, R.C., Fioroni, N., Bichard, A., Boulle-Martinaud, N., Kaboré, C., . . . Ndiaye, N. (2020). La filière des farines infantiles produites localement dans six pays sahéliens: Burkina Faso, Mali, Mauritanie, Niger, Sénégal, Tchad: rapport de l'étude "La

filère des farines infantiles produites localement dans 6 pays sahéliens" réalisée de juillet 2019 à janvier 2020. 164 p.

- OMS/UNICEF, (2019). Orientations de mise en œuvre : protection, encouragement et soutien de l'allaitement dans les établissements assurant des services de maternité et de soins aux nouveau-nés – Révision de l'Initiative Hôpitaux amis des bébés [Implementation guidance: protecting, promoting and supporting breastfeeding in facilities providing maternity and newborn services – the revised Baby-friendly Hospital Initiative 2018]. Genève : Organisation mondiale de la Santé et le Fonds des Nations Unies pour l'enfance (UNICEF). Licence : CC BY-NC-SA 3.0 IGO.
- Orthofer, F., Kim, D. (2019). Applications of emulsifiers in baked foods. In *Food Emulsifiers and Their Applications*. Springer, Cham. (pp. 299-321).
- Pareyt, B., Delcour, J. A. (2008). The role of wheat flour constituents, sugar, and fat in low moisture cereal based products: a review on sugar-snap cookies. *Critical reviews in food science and nutrition*, 48(9), 824-839.
- Pedersen, L., Kaack, K., Bergsoe, M. N. And Adler-Nissen, J. (2004). Rheological properties of biscuit dough from different cultivars, and relationship to baking characteristic. *Journal of Cereal Science*, 39: 37-46.
- Petri, D. F. (2015). Xanthan gum: A versatile biopolymer for biomedical and technological applications. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(23).
- Pollard, M.A., Fischer, P. (2006). Partial aqueous solubility of low-galactose-content galactomannans—What is the quantitative basis?. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 11(2-3), 184-190.
- Rao, M.A. (2014). *Rheology of fluid, semisolid, and solid foods: principles and applications*. Springer Science & Business Media. 461p.
- Remond, D. (2016). La diversité de composition des graines de légumineuses disponibles, au bénéfice de la nutrition humaine et animale. In 1. *Rencontres Francophones sur les Légumineuses (RFL1)* (p. np).
- Renou, F., Petibon, O., Malhiac, C., Grisel, M. (2013). Effect of xanthan structure on its interaction with locust bean gum: Toward prediction of rheological properties. *Food Hydrocolloids*, 32(2), 331-340.
- Rodríguez-García, J., Laguna, L., Puig, A., Salvador, A., Hernando, I. (2013). Effect of fat replacement by inulin on textural and structural properties of short dough biscuits. *Food and Bioprocess Technology*, 6(10), 2739-2750.
- Rosell, C.M., Marco, C. (2008). Rice. In Arendt, E., Dal Bello, F. (Eds.), *Gluten-Free Cereal Products and beverages* (pp. 81-100), Elsevier, Oxford,.
- Rosell, C.M., Rojas, J.A., De Barber, C. (2001). Influence of hydrocolloids on dough rheology and bread quality. *Food Hydrocolloids*, 15(1): 75-81.
- 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).

- Sabanis, D., Lebesi, D., Tzia, C. (2009). Development of fibre-enriched gluten-free bread: a response surface methodology study. *International journal of food sciences and nutrition*, 60(4), 174-190.
- Sabanis, D., Tzia, C. (2011). Effect of hydrocolloids on selected properties of gluten-free dough and bread. *Food Sci Technol Int*, 17(4), 279-291.
- Sadigova, M.K., Buhovets, V.A., Belova, M.V., Rysmuhambetova, G.E. (2018). Technology solutions in case of using chickpea flour in industrial bakery. Scientific Study & Research. *Chemistry & Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry*, 19(2), 169-180.
- Saha, D., Bhattacharya, S. (2010). Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: A critical review. *Journal of Food Science and Technology*, 47(6), 587–597.
- Salle, B., Bourre, M.S., Durand, S., Dupont, M. M.C., Lapillonne, A. (2009). Alimentation du nouveau-né et du nourrisson. *Bulletin de l'Académie nationale de médecine*, 193(2), 431-446.
- Sánchez-Chino X., Jiménez-Martínez C., Dávila-Ortiz G., Álvarez-González I., Madrigal-Bujaidar E. (2015). Nutrient and nonnutrient components of legumes, and its chemopreventive activity: A Review. *Nutrition and Cancer*, 0, 1-10.
- Sánchez-Chino, X., Jiménez-Martínez, C., Dávila-Ortiz, G., Álvarez-González, I., Madrigal-Bujaidar, E. (2015). Nutrient and nonnutrient components of legumes, and its chemopreventive activity: A review. *Nutrition and cancer*, 67(3), 401-410.
- Sandolo, C., Bulone, D., Mangione, M.R., Margheritelli, S., Di Meo, C., Alhaique, F., ..., Coviello, T. (2010). Synergistic interaction of Locust Bean Gum and Xanthan investigated by rheology and light scattering. *Carbohydrate Polymers*, 82(3), 733-741.
- Sanogo, M., Branderhorst, E., Laurent, F., Trèche, S. (1994). La production artisanale de farines infantiles. Expériences et Procédés. Gret, Paris, France : 11p.
- Sanz, T., Salvador, A., Hernández, M.J. (2017). Creep–recovery and oscillatory rheology of flour-based systems. In *Advances in Food Rheology and Its Applications* (pp. 277-295). Woodhead Publishing.
- Sarabhai, S., Sudha, M. L., Prabhasankar, P. (2017). Rheological characterization and biscuit making potential of gluten free flours. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(3), 1449-1461.
- Šarić, B. M., Nedeljković, N. M., Šimurina, O. D., Pestorić, M. V., Kos, J. J., Mandić, A. I., ... Mišan, A. Č. (2014). The influence of baking time and temperature on characteristics of gluten free cookies enriched with blueberry pomace. *Food and Feed research*, 41(1), 39-46.
- Sciarini, L. S., Ribotta, P. D., León, A. E., Pérez, G. T. (2010). Effect of hydrocolloids on gluten-free batter properties and bread quality. *International Journal of Food Science & Technology*, 45(11), 2306-2312.

- Selselet-Attou, G. (1991). Technologie des céréales et produits dérivés. Institut de Technologie Agricole-Mostaganem. Document à l'usage des étudiants, option : Technologie Agro-Alimentaire. 147p.
- Shibata, M., Sugiyama, J., Tsai, C. L., Tsuta, M., Fujita, K., Kokawa, M., Araki, T. (2011). Evaluation of viscoelastic properties and air-bubble structure of bread containing gelatinized rice. *Procedia Food Science*, 1, 563-567.
- Shih, F.F. (2004). Rice Proteins. In *Rice chemistry and technology*. 3rd edition. St. Paul, Minn. (USA): American Association of Cereal Chemists, (pp. 143-162).
- Shittu, T. A., Aminu, R. A., Abulude, E. O. (2009). Functional effects of xanthan gum on composite cassava-wheat dough and bread. *Food Hydrocolloids*, 23(8), 2254-2260.
- Simon, J.L., Cerles, B. (2000). Gomme xanthane. Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés, 6, J6670-1.
- Singh, A.P., Bhattacharya, M. (2005). Development of dynamic modulus and cell opening of dough during baking. *Journal of Texture Studies*, 36(1), 44-67.
- Singh, A.P., Bhattacharya, M. (2005). Development of dynamic modulus and cell opening of dough during baking. *Journal of Texture Studies*, 36(1), 44-67.
- Singh, P., Arora, A., Strand, T.A., Leffler, D.A., Catassi, C., Green, P.H., Makharia, G.K. (2018). Global prevalence of celiac disease: systematic review and meta-analysis. *Clinical gastroenterology and hepatology*, 16(6), 823-836.
- Souci, S. W., Fachmann, W., Kraut, H. (1994). La composition des aliments: Tableaux des valeurs nutritives. Medpharm Scientific publishers. 5ème édition. Stuttgart. Germany. 1091 p.
- Stauffer, C.E. (1998). Fats and oils in bakery products. *Cereal Foods World*, 43 (3), 120-126.
- Sworn, G.(2009). Xanthan gum. In Handbook of hydrocolloids (pp. 186-203). Woodhead Publishing.
- Takemasa, M., Nishinari, K. (2016). Solution structure of molecular associations investigated using NMR for polysaccharides: xanthan/galactomannan mixtures. *The Journal of Physical Chemistry B*, 120(12), 3027-3037.
- Tchibindat, F., Treche, S. (1995). Vitafort : une farine infantile de haute densite energetique au congo. In L'alimentation de complément du jeune enfant. Editeurs : Trèche, S., Benoist, B., Benbouzid, D., Delpuch, F., actes d'un atelier OMS/ORSTOM inter-pays, du 20 au 24 novembre 1994, à l'université Senghor, Alexandrie (Egypte). (pp. 177-188).
- Teshome, E., Tola, Y. B., Mohammed, A. (2017). Optimization of baking temperature, time and thickness for production of gluten free biscuits from Keyetena Teff (*Eragrostis tef*) variety. *Journal of Food Processing Technology*, 8(5), 1-8.
- Tharrault, J.F. (1997). Qualité biscuitière des farines de blé tendre: des blés biscuitiers pour une bonne maîtrise de la texture des biscuits. In Guide pratique d'analyse dans les

- industries des céréales. Editeurs : GODON, B., LOISEL, W. Lavoisier. Tec. et doc. Paris, pp. 623-634. 819 p.
- Trèche, S. (1996). Influence de la densité énergétique et la viscosité des bouillies sur l'ingéré énergétique des nourrissons. *Cahiers santé*, 6, 237-243.
- Treche, S., (1995) : Techniques pour augmenter la densité énergétique des bouillies. In L'alimentation de complément du jeune enfant. Editeurs : Trèche, S., Benoist, B., Benbouzid, D., Delpeuch, F., actes d'un atelier OMS/ORSTOM inter-pays, du 20 au 24 novembre 1994, à l'université Senghor, Alexandrie (Egypte), (pp. 123-146).
- Turabi, E., Sumnu, G. Sahin, S. (2010). Quantitative analysis of macro and micro-structure of gluten-free rice cakes containing different types of gums baked in different ovens. *Food Hydrocolloids*, 24: 755-762.
- Turabi, E., Sumnu, G., Sahin, S. (2008). Rheological properties and quality of rice cakes formulated with different gums and an emulsifier blend. *Food Hydrocolloids*, 22, 305-312.
- Van der Sman, R.G.M. (2021). Thermodynamic description of the chemical leavening in biscuits. *Current Research in Food Science*, 4, 191-199.
- Van Hoan, N., Mouquet-Rivier, C., Trèche, S. (2010). Effects of starch, lipid and moisture contents on extrusion behavior and extrudate characteristics of rice-based blends prepared with a very-low-cost extruder. *Journal of food process engineering*, 33(3), 519-539.
- Wang, N., Daun, J. K. (2004). The chemical composition and nutritive value of Canadian pulses. Canadian grain commission. 85 p.
- Wani, A.A., Singh, P., Shah, M.A., Schweiggert-Weisz, U., Gul, K., Wani, I.A. (2012). Rice starch diversity: Effects on structural, morphological, thermal, and physicochemical properties-A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 11(5), 417-436.
- Wielinga, W. C. (2009). Galactomannans. In *Handbook of hydrocolloids* (pp. 228-251). Woodhead Publishing.
- Wilkinson, H.C., Champagne, E.T. (2004). Value-added rice products. In *Rice chemistry and technology*. 3rd edition. St. Paul, Minn. (USA): American Association of Cereal Chemists, (pp, 473-493).
- Williams, P.A., Phillips, G.O. (2000). Introduction to food hydrocolloids. In G.O. Phillips, P.A. Williams (Eds.), *Handbook of hydrocolloids* (pp. 1-19). New York, NY: CRC Press.
- Wu, T., Wang, L., Li, Y., Qian, H., Liu, L., Tong, L., ..., Zhou, S. (2019). Effect of milling methods on the properties of rice flour and gluten-free rice bread. *Lwt*, 108, 137-144.
- Yamsaengsung, R., Berghofer, E., Schoenlechner, R. (2012). Physical properties and sensory acceptability of cookies made from chickpea addition to white wheat or whole wheat flour compared to gluten-free amaranth or buckwheat flour. *International journal of food science & technology*, 47(10), 2221-2227.

Zhu, B. J., Zayed, M. Z., Zhu, H. X., Zhao, J., Li, S. P. (2019). Functional polysaccharides of carob fruit: A review. *Chinese medicine*, 14(1), 1-10.

# Production scientifique



# Gluten-free biscuits based on composite rice–chickpea flour and xanthan gum

Soulef Benkadri<sup>1,2</sup>, Ana Salvador<sup>2</sup>, Mohammed N Zidoune<sup>1</sup> and Teresa Sanz<sup>2</sup>

## Abstract

A gluten-free biscuit for celiac children based on composite rice–chickpea flour was developed. Xanthan gum was used to overcome the handling difficulties associated with the absence of gluten in the rice–chickpea flour. The effect of different levels of xanthan gum incorporation (0.5, 1, and 1.5% of flour) on the texture and rheological properties of the dough and on the texture, dimensions, moisture, water activity ( $a_w$ ), and sensory acceptability of the biscuit was studied. The incorporation of xanthan gum into rice–chickpea flour significantly affected the textural and linear viscoelastic properties of the dough, as well as the texture, weight, moisture,  $a_w$ , and dimensions of the biscuits. Increasing the xanthan gum level increases the hardness and elasticity of the dough, and decreases its springiness, cohesiveness, and adhesiveness. The addition of xanthan gum resulted in a significant improvement in the thickness and specific volume of biscuits. Xanthan gum water holding capacity increases the moisture content and the  $a_w$  of the baked biscuits and reduces biscuit hardness. In terms of sensory acceptability, xanthan gum slightly reduces rice–chickpea flour biscuit acceptability, but the differences were not significant. Consequently, using xanthan gum to achieve the proper technological properties of dough required for the industrial production of gluten-free rice–chickpea flour biscuits is a viable alternative.

## Keywords

Celiac children, biscuit, xanthan, rheology, texture

Date received: 6 March 2018; accepted: 30 April 2018

## INTRODUCTION

Celiac disease is an autoimmune enteropathy triggered by the ingestion of the gluten proteins of wheat, barley, and rye in genetically predisposed individuals. It can occur in children as well as in adults, resulting in the atrophy of the mucosa of the small intestine, seriously impaired intestinal absorption, and can even lead to severe malnutrition. The only available treatment is a strict adherence to a lifelong gluten-free diet (Catassi and Fasano, 2008; Garnier-Lengliné et al., 2015; Husby et al., 2012; Lerner, 2010; Niewinsky, 2008). However, this is not easy since wheat is one of the main

components of a daily diet all over the world, as well as the basic ingredient of most baked foods.

Rice flour is extensively used as a substitute for wheat flour (WF) in the preparation of gluten-free products intended for people with celiac disease, due to its hypoallergenic properties and large amount of easily digestible carbohydrates (Demirkesen et al., 2010; Rosell and Marco, 2008). However, rice flour has a weak nutritional composition, including low

<sup>1</sup>Laboratory of Nutrition and Food Technology (LNTA), Institute of Nutrition, Food and Agro-food Technology (I.N.A.T.A.A.), University Brothers Mentouri Constantine 1, Constantine, Algeria  
<sup>2</sup>Institute of Agrochemistry and Food Technology (IATA/CSIC), Valencia, Spain

### Corresponding author:

Soulef Benkadri, Institute of Nutrition, Food and Agro-food Technology (I.N.A.T.A.A.), University Brothers Mentouri Constantine1, Route Ain El Bey, Constantine 25000, Algeria.  
Email: soulef.benkadri@umc.edu.dz

protein, sodium, fat, and fiber content. One strategy to improve the nutritional quality is by supplementing the gluten-free flours with legumes. Cereal–legume combinations would greatly improve the overall nutritional quality of gluten-free final products and would provide a better essential amino acid balance, helping to combat malnutrition, especially for celiac children.

Chickpea (*Cicer arietinum*) is reported as being the most commonly consumed and the third most widely produced leguminous plant in the world, after soybean and bean (FAOSTAT, 2014). It contains relatively large amounts of proteins and lipids compared to other leguminous plants and is an important source of B-group vitamins and certain minerals and relatively low levels of antinutritional factors (Muzquiz and Wood, 2007; Wood and Grusak, 2007). In addition, chickpea flour imparts a natural yellow color and a characteristic flavor; rice flour, on the other hand, is white and has very little flavor, but when it is mixed with chickpea flour, the flavor of the final food can be increased without the need for flavor and color additives. Chickpea, pea, lentil, and bean flours have been evaluated in gluten-free cakes (Gularte et al., 2011). Chickpea flour has also been used in the formulation of biscuits based on rice, potato, and corn flours (Ergin and Herken, 2012). More recently, some studies have proposed germinated chickpea flour to supplement rice and sorghum flours in the formulation of gluten-free cakes (Gadallah, 2017). Sarabhai et al. (2017) have also studied the potential use of gluten-free flours based on amaranth and chickpea in the biscuit-making process. Apart from the lower nutritional quality, another limitation of gluten-free flours is their poor functional properties, since they are unable to form the viscoelastic dough necessary to ensure a satisfactory machinability and to hold gas expansion during the proofing of leavened bread-like products (Rosell and Marco, 2008). Hydrocolloids have been employed to overcome the technological limitation of gluten-free flours. Hydrocolloids or gums possess thickening and gelling properties which permit the formation of similar structures to those in the gluten network, which mimic the viscoelastic properties. Hydrocolloids improve the structure, sensory attributes, and shelf life of gluten-free products (Anton and Artfield, 2008; Mollakhalili Meybodi et al., 2015; Moore et al., 2006; Saha and Bhattacharya, 2010).

Certain studies investigated the effect of hydrocolloids or gums on the rheological properties and the quality of biscuits or cakes made from different gluten-free flours. Turabi et al. (2008, 2010) used xanthan gum (XG), guar gum, locust bean gum, and k-carrageenan in the formulation of rice cakes. Gularte et al. (2012) studied the effect of the incorporation of guar gum with other fibers on the properties of rice layer cake. Moreover, XG was incorporated with other hydrocolloids, such

as carboxymethylcellulose (CMC) and hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), into a rice crackers formula (Nammakuna et al., 2009). Devisetti et al. (2015) proposed proso millet flour with added gum acacia, guar, XG, HPMC, and CMC to formulate a gluten-free cookie. Other research was reported into the use of composite gluten-free flours, such as rice–cassava flour, with incorporated XG in flat bread and biscuit production (Aly Mona and Seleem Hinar, 2015) and rice–sorghum–chickpea flour with added XG in gluten-free cakes (Gadallah, 2017). Sarabhai et al. (2017) have studied the biscuit-making potential of amaranth-puffed chickpea composite flour with added gum arabic, carrageenan, and HPMC.

XG has excellent rheological properties that can be exploited when formulating food products. At low concentrations, it forms viscous solutions that are unaffected by changes in temperature, pH, or salt concentration, exhibiting a high degree of viscosity in comparison with other polysaccharide solutions. This property makes it a very effective thickener and stabilizer, helping in the retention of gas and the increase in the specific volume of bakery products (BeMiller, 2008; Preichardt et al., 2011). Lazaridou et al. (2007) studied the rheological behavior of gluten-free dough based on rice flour containing different hydrocolloids added at 10 and 20 g kg<sup>-1</sup> (rice flour basis). They found that xanthan had the most pronounced effect on the viscoelastic properties, yielding strengthened doughs. They also found that the addition of xanthan resulted in a farinograph curve typical of WF doughs. Kaur et al. (2015) investigated the effect of different gums on the physicochemical and sensory properties of gluten-free biscuits based on buckwheat flour. Of the gums, they reported that the addition of xanthan led to a significant improvement in the quality of biscuits, which was found quite comparable to those prepared by WF. The aim of the present research was twofold: to formulate a gluten-free infant's biscuit from composite rice–chickpea flour (R–CPF) and to study the effect of the incorporation of XG on the rheological properties of dough and the final biscuit quality compared with WF.

## MATERIALS AND METHODS

### Ingredients

The ingredients used to produce the biscuits were soft WF (La Meta, S.A.U., Lleida, Spain), rice flour (La Meta, S.A.U., Lleida, Spain), chickpea flour (P B FOODS Ltd, Bradford, UK), sugar (DISEM, Spain), salt, sodium bicarbonate (A. Martínez, Cheste, Spain), ammonium hydrogen carbonate (VWR Prolabo Chemicals, Leuven, Belgium), water, vegetable-based shortening (Vandemoortele, Iberica ref 402666), and XG (Satiaxane CX 911, Cargill, St-Germain-en-laye,

France). The different moisture contents of the flours, measured gravimetrically by drying in a 105 °C oven, were 13.09% (WF) 11.08% (rice flour), and 10.80% (chickpea flour).

### Biscuit preparation

The basic biscuit formulation is given in Table 1. For the preparation of the dough, the ingredients were placed into the bowl in a specific order. Sugar and fat were introduced first. A volume of distilled water containing ammonium bicarbonate and salt was then added; the level of water was chosen to produce doughs that could be kneaded and sheeted without sticking or crumbling. Flour, previously mixed with sodium bicarbonate and XG, was added last. All of the ingredients were mixed together at once for 8 min in a mixer (Kenwood Ltd, UK) at low speed (60 r min<sup>-1</sup>) until well textured, slightly firm dough was obtained. After kneading, the dough was rested in a plastic container at room temperature for 20 min. Then, it was sheeted to a thickness of 4 mm with a sheeting machine (Parber, Model LTT 5/5, Vizcaya, Spain) and cut into a rectangular shape of 3.5 cm × 7 cm; immediately afterward, it was baked in an oven (De Dietrich, Basingstoke, UK) at 215 °C for 12 min (13 min for the wheat control biscuit). After baking, the biscuits were cooled for 30 min at room temperature, packed in sealed bags, and stored at room temperature before further analysis.

### The farinograph water absorption capacity (WAC) of flours

The WAC of R-CPF with different levels of XG and control WF was determined by Farinograph

**Table 1.** Ingredients of biscuits based on rice-chickpea flour (R-CPF) and wheat flour (WF) with varying xanthan gum levels, expressed in g kg<sup>-1</sup> (flour weight basis)

Ingredients	R-CPF formula	WF control formula
Chick pea flour	78.13	–
Rice flour	21.87	–
Wheat flour (WF)	–	100.00
Hydrogenate vegetable fat	13.36	13.36
Sugar	18.12	18.12
Ammonium bicarbonate	0.93	0.93
Sodium bicarbonate	0.46	0.46
Salt	0.75	0.75
Xanthan gum	0, 0.5, 1, 1.5	–
Water	33.00	34.00

(Brabender, Duisburg, Germany) at 30 °C, using a 300 g bowl, following the AACC (1995) method. The flour was kept in the bowl and water was added from the burette during mixing to give a dough consistency of 500 Brabender Units. All of the experiments were carried out in triplicate and expressed as the mean value.

### Dough measurements

**Texture profile analysis (TPA).** The effect of XG on the characteristics of gluten-free rice-chickpea based dough was evaluated using a TA-XT.plus texture analyzer equipped with Texture Exponent software (version 2.0.7.0. Stable Microsystems, Godalming, UK). First, the dough was sheeted to a thickness of 10 mm using the same sheeting machine mentioned previously and cut with a circular shape cutter of 3.5 cm diameter. A 75 mm diameter cylinder aluminum probe was used to compress the dough twice to 30% of the initial height under the following conditions: test speed 1 mm s<sup>-1</sup>, time between the two cycles 5 s, trigger force 15 g. The texture profile curve (force versus time) was used for the calculation of all the TPA parameters. Hardness is the peak force measured in Newton during the first compression cycle (i.e. first bite). Adhesiveness is the negative area of the first cycle (N s). Cohesiveness is the ratio between the positive area of the second and first cycles and is dimensionless. Springiness is the ratio between the time difference of the second and first cycles and is dimensionless. Chewiness is the product of hardness, cohesiveness, and springiness (N). Three batches of each dough formulation were prepared and six replicates were measured from each batch.

**Linear viscoelastic properties.** The viscoelastic properties of dough were measured by means of a controlled stress rheometer (AR-G2, TA-Instruments, Crawley, England), using a 40 mm diameter serrated plate-plate with 1.5 mm gap. Before the measurements were taken, the samples were left to rest between the plates for a 10 min equilibration time. The exposed edges of the samples were covered by a vaseline oil (Panreac, Spain) to prevent sample drying during testing, and all of the experiments were performed at 25 °C. The applied strain was selected to guarantee the existence of a linear viscoelastic response according to a previous stress sweep carried out at a frequency of 1 Hz. A stress amplitude of 4 Pa was chosen for carrying out the frequency sweep tests from 0.01 to 10 Hz. The storage modulus ( $G'$ ), loss modulus ( $G''$ ) and ( $\tan \delta = G''/G'$ ) were recorded. Two different batches for each formulation were employed and each test was conducted twice.

## Biscuit evaluation

**Physical characteristics.** The physical evaluation of biscuits was carried out through setting their weight, length, width, and thickness. Five homogenous biscuits, selected from each batch, were weighed after cooling for 30 min at room temperature, using a semianalytical balance. Biscuit dimensions (length, width, and thickness) were measured by a digital caliper. Then, the specific volumes were calculated (thickness  $\times$  width  $\times$  length/weight) and expressed as  $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ .

**Moisture content and water activity.** The moisture content of biscuits was determined in three replicates of each formulation. Three grams of each sample, previously milled in a grinder, was transferred to weighed dishes and placed in an oven at  $105^\circ\text{C}$  for 24 h. The moisture content was calculated as the difference in weight before and after oven-drying expressed as  $\text{g kg}^{-1}$ .

The water activity ( $a_w$ ) was determined in two milled biscuit replicates of each formulation as the relative humidity of the air in equilibrium with the outer part of the samples in a sealed measuring chamber using a chilled-mirror dew point technique at  $25^\circ\text{C}$  (Aqua Lab Series 3 TE, Decagon Devices, Pullman Washington, U.S.A.).

**Biscuit texture.** The hardness of biscuits was measured using the texture analyzer mentioned previously. Each biscuit was positioned on a stationary platen and a biting action was provided by the compressive movement of a Volodkevich bite upper jaw probe. The texture analyzer settings were as follows: test speed at  $1 \text{ mms}^{-1}$ , distance of biting through biscuit at 4 mm, and a trigger force of 5 g. Values of force versus distance were recorded, and the area under the curve (representing the hardness of the biscuit) was calculated. Three batches of each biscuit formulation were prepared and five biscuits were measured from each batch.

## Sensorial analysis

The sensory analysis was carried out using 80 consumers aged between 20 and 65 years old. The analysis was performed in a sensory laboratory equipped with individual booths (ISO 8589, 1988). Each consumer tasted four biscuits corresponding to four levels of XG incorporation (0, 0.5, 1, and 1.5%) presented monadically at a single session following a balanced complete block experimental design. The biscuits were coded with random three-digit numbers. The consumers rated their acceptability of appearance, color, odor, texture, taste, and overall acceptance of each biscuit sample on a nine-point hedonic scale ranging from

“dislike extremely” to “like extremely.” Data acquisition and analysis was performed by Compusense Cloud (Compusense Inc., Guelph, ON, Canada).

## Statistical analysis

The data obtained were statistically treated by means of a one-way ANOVA, while the means were compared by Fisher's least significant difference test at a significance level of 0.05. These analyses were performed using STATGRAPHICS Plus 5.1 (Statistical Graphics Corporation, Inc., Rockville, MD, USA).

## RESULTS AND DISCUSSION

### The farinograph WAC of flours

WAC represents the ability of a product to associate with water under conditions where water is limited. Farinograph water absorption is mainly influenced by the properties of flour's main components: gluten and starch. The farinograph WAC of the composite R-CPF and the control soft WF is presented in Table 2. The WAC of WF was 55%, which is within the interval of 51–59% provided by Pedersen et al. (2004) corresponding to biscuit soft WF from different cultivars. The WAC of the R-CPF was lower (47.73%) than WF. The addition of XG to R-CPF significantly increases its WAC until it reaches 56.27% at a XG addition of 1.5%. A similar observation has been made by Devisetti et al. (2015) and Kaur et al. (2015) when adding hydrocolloids and gums to proso millet flour for the purposes of preparing cookies and buckwheat flour when making biscuits, respectively. The increase in WAC may be due to the presence of hydroxyl groups in the hydrocolloid structure that aids in the retention of a greater quantity of water through hydrogen bonding (Rosell et al., 2001).

**Table 2.** Farinograph water absorption capacity (WAC) of flours

Flours	WAC (%)
WF	55.03 $\pm$ 0.15a
R-CPF	47.73 $\pm$ 0.25b
R-CPF 0.5% XG	51.57 $\pm$ 0.06c
R-CPF 1% XG	53.93 $\pm$ 0.40d
R-CPF 1.5% XG	56.27 $\pm$ 0.25e

R-CPF: rice-chickpea flour; WF: wheat flour; XG: xanthan gum. Means without a common letter (a–e) differ significantly according to Fisher's test ( $p < 0.05$ ).

**Rheological properties of doughs**

*Dough handling properties.* The rheological characteristics of dough are critical as they affect its handling and processing as well as the quality of the final products. Dough that is too firm or too soft will not process satisfactorily on the dough-forming equipment and will not yield a satisfactory product (Wade, 1988).

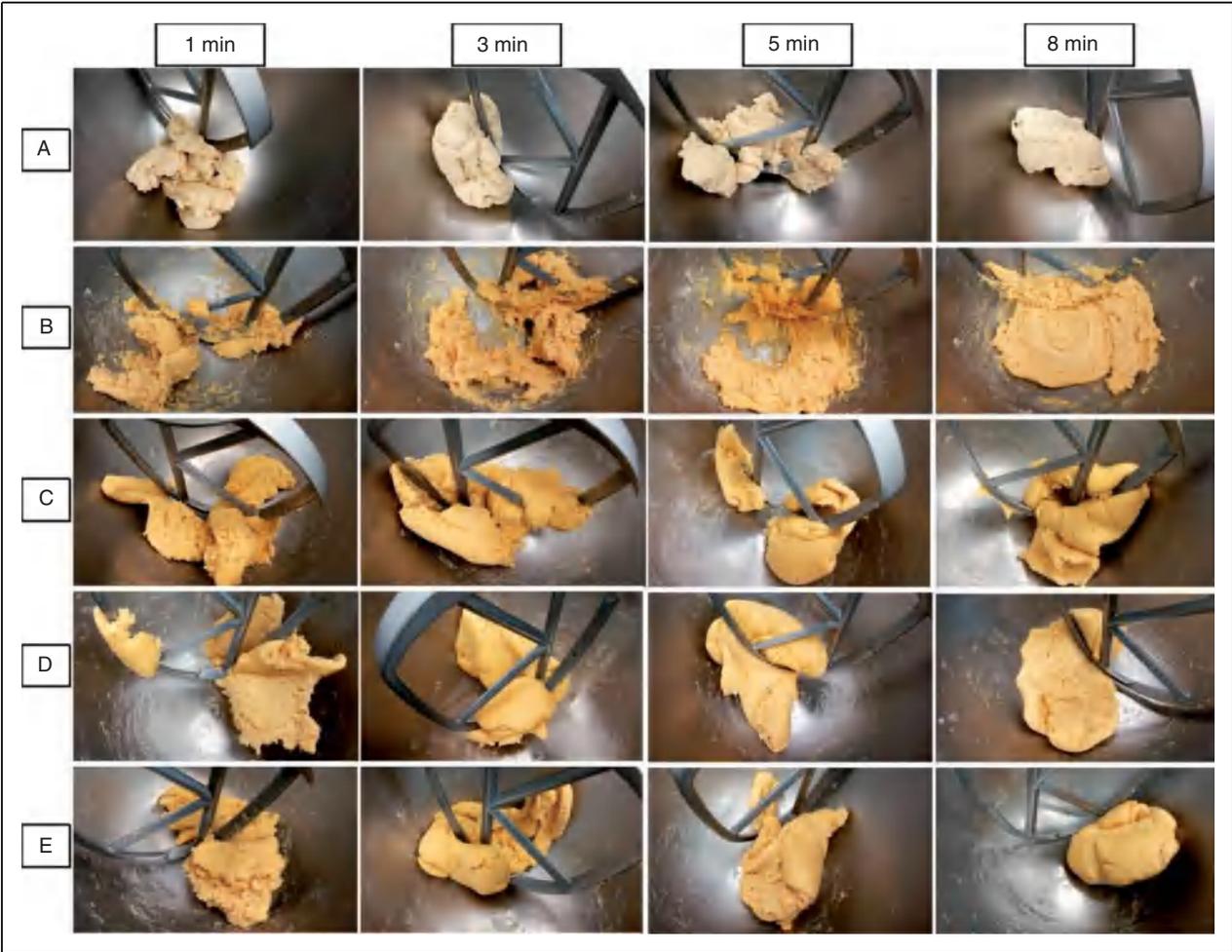
Subjective observations showed that the dough made with WF exhibited satisfactory behavior during kneading and shaping: it was soft and easy to sheet. On the other hand, dough made with R-CPF was too sticky and difficult to knead, sheet, and shape, which makes the industrial application of R-CPF unviable. The addition of XG visibly improves the handling properties of the dough, especially during the kneading procedure. Increasing the level of XG raises the degree of dough plasticity (see Figure 1).

*Texture analysis of biscuit doughs.* TPA was carried out for the purposes of objectively evaluating the effect

of XG addition on the R-CPF dough. The TPA parameters, hardness, adhesiveness, springiness, cohesiveness, and chewiness, are shown in Table 3.

R-CPF showed significantly ( $p < 0.05$ ) higher values of all the texture parameters than WF, explaining the differences observed in the handling behavior.

The incorporation of XG reduces the differences between R-CPF and WF with regard to the parameters of adhesiveness, springiness, and cohesiveness. As far as texture parameters are concerned, the main difference between R-CPF and WF is found in adhesiveness, which was significantly higher in R-CPF (8.6 N s) than in WF (1.4 N s). Since a high degree of adhesiveness in the dough creates machining and handling problems, as little as possible is therefore sought. The incorporation of XG to R-CPF progressively reduces adhesiveness and the weakest adhesion (3.19 N s) was found at the highest XG concentration studied (1.5%). Springiness, which refers to the elastic properties of the dough and its ability to spring back, was also



**Figure 1.** Appearance of doughs in different time (1, 3, 5, and 8 min) of kneading. (a) WF, (b) R-CPF, (c) R-CPF 0.5% XG, (d) R-CPF 1% XG, and (e) 1.5% XG.

**Table 3.** Texture parameters of the doughs

Flours	Hardness (N)	Adhesiveness (N s)	Springiness	Cohesiveness	Chewiness (N)
WF	9.46 ± 1.18a	-1.45 ± 0.51a	0.69 ± 0.06a	0.59 ± 0.04a	3.86 ± 0.89a
R-CPF	11.08 ± 1.81b	-8.56 ± 2.90b	0.93 ± 0.12b	0.62 ± 0.11b	6.35 ± 1.48cd
R-CPF 0.5% XG	19.90 ± 2.19c	-4.54 ± 1.93c	0.66 ± 0.15ae	0.43 ± 0.06c	5.77 ± 1.82c
R-CPF 1% XG	24.82 ± 1.48d	-3.97 ± 1.25ce	0.59 ± 0.08d	0.46 ± 0.04ce	6.85 ± 1.53d
R-CPF 1.5% XG	28.87 ± 2.45e	-3.19 ± 0.92e	0.61 ± 0.10e	0.50 ± 0.03 <sup>e</sup>	8.79 ± 1.81e

R-CPF: rice-chickpea flour; WF: wheat flour; XG: xanthan gum.

Means in the same column without a common letter (a-e) differ significantly according to Fisher's test ( $p < 0.05$ ).

significantly higher for R-CPF dough than for WF dough (0.93 versus 0.69, respectively). The incorporation of XG also reduces springiness and the effect was not dependent on XG concentration; although significant, minor differences were found among XG levels. Cohesiveness is a parameter related to the structural integrity of the product. XG also reduced the cohesiveness of the R-CPF, the maximum effect being found at the lowest XG levels.

On the other hand, the compression force increased in line with the XG level, which is reflected by the greater hardness of the XG formulas when compared to R-CPF and WF doughs. Devisetti et al. (2015) demonstrated that the greatest hardness was found in a dough with added XG, as compared to the other hydrocolloids, in proso millet flour for preparing cookies. Banerjee et al. (2014) also studied the effect of gums on the rheological properties of sorghum biscuit dough. They reported the same finding, concluding that the increase in the hardness of the dough could be due to the fact that gum long-chain polymers bind a significant amount of water and exhibit a high degree of solution viscosity.

In the presence of XG, chewiness values varied from 6.3 to 8.8 N and were significantly higher than in the WF dough (3.9 N).

To sum up, incorporating XG into the R-CPF significantly increased hardness and significantly reduced springiness, adhesiveness, and cohesiveness. These textural changes confer suitable handling properties on the R-CPF dough supplemented with XG.

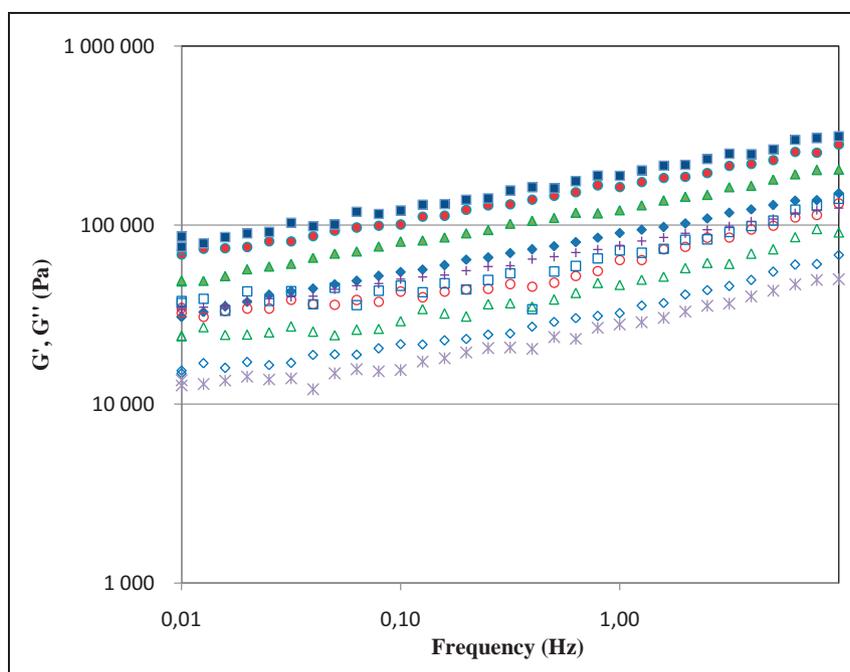
**The viscoelastic properties of doughs.** The frequency sweeps of the gluten-free R-CPF dough containing different levels of XG in comparison to the control WF dough are shown in Figure 2. The values of  $G'$ ,  $G''$ , and  $\tan \delta$  at 1 Hz are shown in Table 4. A rheological behavior of soft gels was found in every dough. The plateau area of the mechanical spectra was visualized in the frequency range studied; the values of  $G'$  were higher than  $G''$  and mildly dependent on the frequency. The WF dough exhibited the lowest values of  $G'$  and  $G''$ . The incorporation of XG into the R-CPF

significantly increased the values of the  $G'$  and  $G''$ ; the more the XG concentration rose, the greater the increase. However, XG incorporation did not increase viscoelasticity ( $\tan \delta$ ); although a mild decrease in viscoelasticity was found, it was not significant.

### Biscuit evaluation

**Moisture content and water activity of biscuits.** Determining the water content and the water activity ( $a_w$ ) of food products is of great interest, not only for the purposes of predicting their shelf life, but also for understanding their textural attributes, especially crispness (Arimi et al., 2010; Castro-Prada et al., 2009; Heidenreich et al., 2004; Hough et al., 2001; Jakubczyk et al., 2008). The relationship between crispness and  $a_w$  in low moisture foods has been extensively studied. Both softening and a lack of crispness may be observed when the  $a_w$  exceeds critical values. Jakubczyk et al. (2008) reported that increasing the  $a_w$  above 0.32 caused softening and a sharp decrease in the deformability modulus and fracture stress of crisp bread. Arimi et al. (2010) have found that the critical  $a_w$  of a cracker bread biscuit ranged between 0.51 and 0.59. Also, the  $a_w$  accounts for the availability of water for degradation reactions (Mathlouthi, 2001).

The moisture and  $a_w$  of the different biscuits are shown in Table 5. Both the moisture content and  $a_w$  of the biscuits prepared from R-CPF were significantly ( $p < 0.05$ ) lower than those made from WF. However, both moisture and  $a_w$  significantly increased ( $p < 0.05$ ) when XG was incorporated. A similar finding was reported by Kaur et al. (2015) in buckwheat biscuits; the addition of various gums significantly increased their moisture content and, of the gums, xanthan incorporation led to biscuits with maximum retention. At 1% of XG, the moisture and  $a_w$  did not differ significantly in comparison to WF. At 1.5%, the level of moisture and  $a_w$  became significantly higher than when using WF. During baking in the oven, the presence of XG increased water retention, so the final moisture and  $a_w$  in the final biscuit rose.



**Figure 2.**  $G'$  (closed symbols) and  $G''$  (open symbols) as a function of frequency for the different prepared dough's (square: R-CPF 1.5% XG, circle: R-CPF 1% XG, triangle: R-CPF 0.5% XG, diamond: R-CPF and plus sign: WF).

**Table 4.** Values of the rheological parameters ( $G'$ ,  $G''$ , and  $\tan \delta$ ) of biscuit doughs at 1 Hz

Flours	$G'$ (Pa)	$G''$ (Pa)	$\tan \delta$
WF	77370 ± 1679a	27490 ± 1200a	0.355 ± 0.009a
R-CPF	97785 ± 9426b	34973 ± 3815a	0.357 ± 0.006a
R-CPF 5 g kg <sup>-1</sup> XG	128200 ± 7155c	45215 ± 5639c	0.353 ± 0.036a
R-CPF 10 g kg <sup>-1</sup> XG	169125 ± 6430d	63350 ± 1936d	0.375 ± 0.018a
R-CPF 15 g kg <sup>-1</sup> XG	179175 ± 14429d	66580 ± 12457d	0.370 ± 0.044a

R-CPF: rice-chickpea flour; WF: wheat flour; XG: xanthan gum.

Means in the same column without a common letter differ (a-e) significantly according to Fisher's test ( $p < 0.05$ ).

However, despite the increase in  $a_w$  when XG was added, the highest value reached (1.5% XG) was 0.59, which is below the threshold of 0.6 for which no microbiological development takes place (Cervenka et al., 2006).

**Physical characteristics.** The physical properties of the different biscuits under study are shown in Table 6. Significant differences were found between the WF and R-CPF biscuits. In comparison to WF, R-CPF has significantly lower weight, thickness, and  $V_{sp}$  and significantly greater hardness. The incorporation of XG had a very positive effect and reduced the differences found between the two systems. As the percentage of XG rises, an increase in the weight of the R-CPF biscuits may be seen. No significant difference was found between the weight of the control WF biscuit and

**Table 5.** Moisture (%) and water activity ( $a_w$ ) of biscuits

Biscuits	Moisture (%)	$a_w$
WF	79.7 ± 0.74ad	0.54 ± 0.003a
R-CPF	53.8 ± 0.49b	0.42 ± 0.006b
R-CPF 0.5% XG	72.6 ± 0.23c	0.52 ± 0.010c
R-CPF 1% XG	77.7 ± 0.14ac	0.55 ± 0.001a
R-CPF 1.5% XG	89.3 ± 0.38e	0.59 ± 0.014e

R-CPF: rice-chickpea flour; WF: wheat flour; XG: xanthan gum.

Means in the same column without a common letter (a-e) differ significantly according to Fisher's test ( $p < 0.05$ ).

that of the R-CPF biscuit at 1.5% XG. A similar finding has been reported by Kaur et al. (2015), when the addition of gums to buckwheat flour resulted in a significant increase in the weight of the biscuits.

**Table 6.** Physical and textural characteristics of biscuits

	Weight (g)	Thickness (cm)	Vsp (cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	Hardness (N)
WF	11.79 ± 0.29a	1.30 ± 0.06a	2.42 ± 0.08a	157.02 ± 10.87a
R-CPF	10.57 ± 0.14b	0.74 ± 0.03b	1.72 ± 0.10b	334.44 ± 39.17b
R-CPF 0.5% XG	11.13 ± 0.35c	0.84 ± 0.02c	1.86 ± 0.06c	240.06 ± 32.80c
R-CPF 1% XG	11.30 ± 0.14c	0.91 ± 0.02d	1.87 ± 0.05c	210.71 ± 26.56d
R-CPF 1.5% XG	11.93 ± 0.23a	1.04 ± 0.03e	1.96 ± 0.07e	121.58 ± 12.99e

R-CPF: rice-chickpea flour; Vsp: specific volume of biscuit; WF: wheat flour; XG: xanthan gum.

Means in the same column without a common letter (a–e) differ significantly according to Fisher's test ( $p < 0.05$ ).

The greater biscuit weight could be associated with the rise in the WAC of dough in the presence of XG, which increases moisture retention during baking and, consequently, the final moisture content and weight of the biscuits.

The fact that the R-CPF retains less moisture could also explain why end biscuit is not as thick as that made with WF. The thickness of the R-CPF significantly increased ( $p < 0.05$ ) along with the level of XG incorporation, from 0.74 to 1.04 cm at 1.5% XG, which is the closest to the control WF biscuit (1.3 cm) (Table 6). The greater specific volume (Vsp) of the samples with added XG compared with the R-CPF biscuit could be explained by the fact that XG could have increased dough viscosity, and hence conferring greater stability to the composite dough during baking (Shittu et al., 2009). These results are supported by Devisetti et al. (2015) who found that samples containing XG exhibited the highest thickness when compared to other hydrocolloids and gums in a proso millet cookie formula. Furthermore, the addition of gums to R-CPF led to a significant decrease ( $p < 0.05$ ) in the hardness of the biscuits (Table 6). Similar trends were obtained by Kaur et al. (2015) when various gums were incorporated into buckwheat biscuits. It is of interest to observe that harder doughs (Table 3) do not necessarily form harder biscuits; on the contrary, a negative correlation has been observed between both parameters. The addition of 1.5% XG gives the hardest dough and the softest biscuit texture with the lowest breaking force. The softening effect of XG on the R-CPF biscuit texture might be associated with the greater moisture retention of the gum during baking and with the more significant bubble retention during dough baking associated with the greater dough elasticity.

**Sensory acceptability.** A consumer acceptability test was carried out to evaluate the effect of XG incorporation on the R-CPF biscuit. Results show that, in general, no significant differences in the acceptability scores were found among the biscuits (Table 7). Therefore, the observed differences found in the instrumental measurements, for example, the greater hardness of

**Table 7.** Consumer acceptability of the biscuit samples

	Overall acceptability	Appearance	Odor	Texture	Taste
R-CPF	5.12a	6.24ab	5.63a	4.93a	5.10a
R-CPF 0.5% XG	4.67a	5.91b	5.58a	4.00b	4.55b
R-CPF 1% XG	4.91a	6.27a	5.70a	4.69ab	4.84ab
R-CPF 1.5% XG	4.82a	6.16ab	5.81a	4.67ab	4.82ab

R-CPF: rice-chickpea flour; XG: xanthan gum.

Means in the same column without a common letter (a and b) differ significantly according to Fisher's test ( $p < 0.05$ ).

the R-CPF and the softness of the R-CPF biscuits at 1 and 1.5% XG, do not affect the hedonic scores. The effect of XG was dependent on concentration, being the best results found for concentrations higher than 0.5%. From the sensory results, it can be concluded that XG incorporation does not affect significantly the sensory acceptability. There is no improvement, but nor is there a negative effect, on the acceptability scores associated with the use of XG. Considering the positive effect of XG on the R-CPF dough's technological properties, its use is validated.

## CONCLUSION

R-CPF doughs were highly cohesive, viscous, and adhesive, which makes any industrial application of the R-CPF difficult. The incorporation of XG into R-CPF significantly improves the dough's textural properties, increasing the possible potential use of R-CPF at an industrial level. The incorporation of XG was also positive in terms of the biscuits' physical characteristics. The existing differences between WF and R-CPF in terms of biscuit weight, thickness, Vsp, and hardness were significantly reduced by the incorporation of XG. Although in terms of sensory acceptability, the highest score was found for the R-CPF biscuit, the sensory scores when using XG were not

significantly different when used at 1 and 1.5%, implying that XG use is a viable alternative to achieve both the proper technological properties required for the industrial production of the dough and obtaining biscuits with moisture,  $a_w$ , dimensions, and textural properties similar to those of WF.

## ACKNOWLEDGEMENTS

Authors would like to thank the Ministry of Higher Education and Scientific Research of Algeria for the scholarship granted to the author Soulef Benkadri to carry out this work. Authors are also grateful for the assistance of Mike Bennett for the English language editing.

## DECLARATION OF CONFLICTING INTERESTS

The author(s) declared no potential conflicts of interest with respect to the research, authorship, and/or publication of this article.

## FUNDING

The author(s) received no financial support for the research, authorship, and/or publication of this article.

## REFERENCES

- AACC. (1995). *Approved Methods of the American Association of Cereal Chemists*. 9th ed. St. Paul, Minnesota, USA.
- Aly Mona MA and Seleem Hinar A. (2015). Gluten-free flat bread and biscuits production by cassava, extruded soy protein and pumpkin powder. *Food and Nutrition Sciences* 6: 660–674.
- Anton AA and Artfield SD. (2008). Hydrocolloids in gluten free breads. *International Journal of Food Science and Nutrition* 59(1): 11–23.
- Arimi JM, Duggan E, O'Sullivan M, Lyng JG and O'Riordan ED. (2010). Effect of water activity on the crispiness of a biscuit (Crackerbread): Mechanical and acoustic evaluation. *Food Research International* 43: 1650–1655.
- Banerjee C, Singh R, Jha A and Mitra J. (2014). Effect of inulin on textural and sensory characteristics of sorghum based high fibre biscuits using response surface methodology. *Journal of Food Science and Technology* 51(10): 2762–2768.
- BeMiller JN. (2008). Hydrocolloids. In: Arendt EK and Dal Bello F (eds) *Gluten-Free Cereal Products and Beverages*. London: Elsevier Applied Science, pp. 203–215.
- Castro-Prada EM, Primo-Martín C, Meinders MJB, Hamer RJ and Vliet TV. (2009). Relationship between water activity, deformation speed, and crispness characterization. *Journal of Texture Studies* 40: 127–156.
- Catassi C and Fasano A. (2008). Celiac disease. In: Arendt EK and Dal Bello F (eds) *Gluten-Free Cereal Products and Beverages*. London: Elsevier Applied Science, pp. 1–27.
- Cervenka L, Brozkova I and Vytrasova J. (2006). Effects of the principal ingredients of biscuits upon water activity. *Journal of Food and Nutrition Research* 45(1): 39–43.
- Demirkesen I, Mert B, Sumnu G and Sahin S. (2010). Rheological properties of gluten-free bread formulations. *Journal of Food Engineering* 96: 295–303.
- Devisetti R, Ravi R and Bhattacharya S. (2015). Effect of hydrocolloids on quality of proso millet cookie. *Food and Bioprocess Technology* 8: 2298–2308.
- Ergin A and Herken EN. (2012). Use of various flours in gluten-free biscuits. *Journal of Food, Agriculture & Environment* 10(1): 128–131.
- FAOSTAT. (2014). Food and agriculture data, crops. Available at: <http://www.fao.org/faostat/fr/#data/QC> (accessed 20 November 2017).
- Gadallah MG. (2017). Rheological, organoleptical and quality characteristics of gluten-free rice cakes formulated with sorghum and germinated chickpea flours. *Food and Nutrition Sciences* 8: 535–550.
- Garnier-Lengliné H, Cerf-Bensussan N and Ruettemle FM. (2015). Celiac disease in children. *Clinics and Research in Hepatology and Gastroenterology* 39: 544–551.
- Gularte MA, de la Hera E, Gómez M and Rosell CM. (2012). Effect of different fibers on batter and gluten-free layer cake properties. *Food Science and Technology* 48: 209–214.
- Gularte MA, Gómez M and Rosell CM. (2011). Impact of legume flours on quality and in vitro digestibility of starch and protein from gluten-free cakes. *Food and Bioprocess Technology* 5(8): 3142–3150.
- Heidenreich S, Jaros D, Rohm H and Ziem A. (2004). Relationship between water activity and crispness of extruded rice crisps. *Journal of Texture Studies* 35: 621–633.
- Hough G, Bueraz MDP, Chirife J and Moro O. (2001). Sensory texture of commercial biscuits as a function of water activity. *Journal of Texture Studies* 32: 57–74.
- Husby S, Koletzko S, Korponay-Szabo IR, Mearin ML, Phillips A, Shamir R, et al. (2012). European Society for Pediatric Gastroenterology, Hepatology, and Nutrition guidelines for the diagnosis of celiac disease. *Journal of Pediatric Gastroenterology and Nutrition* 54: 136–60.
- ISO. (1988). *Sensory Analysis: General Guidance for Design of Test Rooms*. Standard No. 8589. Geneva, Switzerland.
- Jakubczyk E, Marzec A and Lewicki PP. (2008). Relationship between water activity of crisp bread and its mechanical properties and structure. *Polish Journal of Food and Nutrition sciences* 58(1): 45–51.
- Kaur M, Sandhu KS, AmitPal A and Sharma A. (2015). Gluten free biscuits prepared from buckwheat flour by incorporation of various gums: Physicochemical and sensory properties. *LWT – Food Science and Technology* 62: 628–632.
- Lazaridou A, Duta D, Papageorgiou M, Belc N and Biliaderis CG. (2007). Effects of hydrocolloids on dough rheology and bread quality parameters in gluten-free formulations. *Journal of Food Engineering* 79: 1033–1047.
- Lerner A. (2010). New therapeutic strategies for celiac disease. *Autoimmunity Reviews* 9: 144–147.
- Mathlouthi M. (2001). Water content water activity water structure on the stability of foodstuffs. *Food Control* 12: 409–417.
- Mollakhalili Meybodi N, Mohammadifar MA and Feizollahi E. (2015). Gluten-free bread quality: A review of the

- improving factors. *Journal of Food Quality and Hazards Control* 2: 81–85.
- Moore MM, Heinbockel M, Dockery P, Ulmer HE and Arendt EK. (2006). Network formation in gluten-free bread with application of transglutaminase. *Cereal Chemistry* 83: 28–36.
- Muzquiz M and Wood JA. (2007). Antinutritional factors. In: Yadav SS, Redden B, Chen W and Sharma B (eds) *Chickpea Breeding and Management*. Wallingford: CAB International, pp. 143–166.
- Nammakuna N, Suwansri S, Thanasukan P and Ratanatriwong P. (2009). Effects of hydrocolloids on quality of rice crackers made with mixed-flour blend. *Asian Journal of Food and Agro-Industry* 2(4): 780–787.
- Niewinsky MM. (2008). Advances in celiac disease and gluten-free diet. *Journal of the American Dietetic Association* 108(4): 661–672.
- Pedersen L, Kaack K, Bergsøe MN and Adler-Nissen J. (2004). Rheological properties of biscuit dough from different cultivars, and relationship to baking characteristics. *Journal of Cereal Science* 39: 37–46.
- Preichardt LD, Vendruscolo CT, Gularte MA and Moreira AS. (2011). The role of xanthan gum in the quality of gluten free cakes: Improved bakery products for coeliac patients. *International Journal of Food Science and Technology* 46: 2591–2597.
- Rosell CM and Marco C. (2008). Rice. In: Arendt EK and Dal Bello F (eds) *Gluten-Free Cereal Products and Beverages*. London: Elsevier Applied Science, pp. 81–100.
- Rosell CM, Rojas JA and Benedito de Barber C. (2001). Influence of hydrocolloids on dough rheology and bread quality. *Food Hydrocolloids* 15(1): 75–81.
- Saha D and Bhattacharya S. (2010). Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: A critical review. *Journal of Food Science and Technology* 47(6): 587–597.
- Sarabhai S, Sudha ML and Prabhasankar P. (2017). Rheological characterization and biscuit making potential of gluten free flours. *Journal of Food Measurement* 11: 1449–1461.
- Shittu TA, Aminu RA and Abulude EO. (2009). Functional effects of xanthan gum on composite cassava-wheat dough and bread. *Food Hydrocolloids* 23: 2254–2260.
- Turabi E, Sumnu G and Sahin S. (2008). Rheological properties and quality of rice cakes formulated with different gums and an emulsifier blend. *Food Hydrocolloids* 22: 305–312.
- Turabi E, Sumnu G and Sahin S. (2010). Quantitative analysis of macro and micro-structure of gluten-free rice cakes containing different types of gums baked in different ovens. *Food Hydrocolloids* 24: 755–762.
- Wade P. (1988). *Biscuit, Cookies and Crackers: The Principles of the Craft*. London: Elsevier Applied Science.
- Wood JA and Grusak MA. (2007). Nutritional value of chickpea. In: Yadav SS, Redden RJ, Chen W and Sharma B (eds) *Chickpea Breeding and Management*. Wallingford: CAB International, pp. 101–142.

## Article

# Optimization of Xanthan and Locust Bean Gum in a Gluten-Free Infant Biscuit Based on Rice-Chickpea Flour Using Response Surface Methodology

Soulef Benkadri <sup>1,2</sup>, Ana Salvador <sup>2,\*</sup> , Teresa Sanz <sup>2</sup> and Mohammed Nasreddine Zidoune <sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-alimentaires (I.N.A.T.A-A.), Route Ain El bey, 25000 Constantine, Algeria; soulef.benkadri@umc.edu.dz (S.B.); zidounem@yahoo.fr (M.N.Z.)

<sup>2</sup> Instituto de Agroquímica y Tecnología de Alimentos (IATA-CSIC), Avda. Agustín Escardino, 7, 46980 Paterna, Valencia, Spain; tesanz@iata.csic.es

\* Correspondence: asalvador@iata.csic.es

**Abstract:** Incorporation of xanthan gum and locust bean gum in rice flour supplemented by chickpea flour was used to obtain a good quality of nutritionally enriched biscuit for celiac children. Response surface methodology (RSM) was applied to optimize the levels of xanthan and locust bean gum added to the composite gluten-free flour. Analysis was based on the rheological (hardness and viscoelastic) characteristics of the dough and specific volume, water activity, and hardness of the biscuit. The results revealed that the regression and variance analysis coefficients related to the rheological and physical properties of dough and biscuit under the influence of independent variables were sufficient for an adequate and well-fitted response surface model. Linear terms of variables significantly affect most of the dough and biscuit parameters, where the xanthan gum effect was found to be more pronounced than locust bean gum. Interaction terms showed a significant positive effect on the specific volume of the biscuits and a negative effect on the water activity. However, the interactive effect of gums did not significantly affect the rheological parameters of the dough. Optimized conditions were developed to maximize the specific volume of biscuit and minimize water activity and biscuit hardness, while keeping hardness and viscoelastic properties of the dough in range. Predicted responses were found satisfactory for both rheological and physical characteristics of dough and biscuit.

**Keywords:** celiac children; gluten-free biscuit; xanthan gum; locust bean gum; RSM; rice chick-pea flour



**Citation:** Benkadri, S.; Salvador, A.; Sanz, T.; Nasreddine Zidoune, M. Optimization of Xanthan and Locust Bean Gum in a Gluten-Free Infant Biscuit Based on Rice-Chickpea Flour Using Response Surface Methodology. *Foods* **2021**, *10*, 12. <https://dx.doi.org/10.3390/foods10010012>

Received: 23 November 2020

Accepted: 21 December 2020

Published: 23 December 2020

**Publisher's Note:** MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



**Copyright:** © 2020 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

## 1. Introduction

Gluten-free cereals-based formulations are often low in nutrients, such as proteins, minerals, and other elements and display poor rheological properties of dough which make processing difficult and results in less desirable final product quality compared to wheat-based products.

The use of composite flours for gluten-free products is a recent development for economic and nutritional reasons, especially in developing countries, such as in North Africa, where wheat is the basic ingredient of most baked foods.

Field bean, dry pea, chickpea, and lentil in combination with rice or corn flours have been employed to substitute wheat flour in bread and pasta [1–9]. This substitution improves the nutritional properties of gluten-free products enhancing the health status of celiac patients with the additional advantage of using locally available legumes.

Hydrocolloids or gums have been widely used to improve the technological quality of leavened baked goods made from ingredients other than wheat flour. Whether natural (xanthan, carageenan, acacia, guar, tragacanth, and arabic gum) or synthetic

(Hydroxypropylmethylcellulose-HPMC and carboxymethylcellulose-CMC), hydrocolloids' ability to mimic the viscoelastic properties of gluten to improve dough handling and to improve the overall quality of finished baked products has been investigated [10–18].

In many cases, an individual hydrocolloid cannot provide the required functionality and a combination of two is required. When two hydrocolloids are mixed, their interactions profoundly affect food structural formation and consequently its texture, stability, and functionalities [16]. The use of such combinations was found in foods such as bakery and cereal products, where xanthan can act as a gelling agent in synergism with other gums. These gels are interesting because gelation of the mixtures occurs under conditions in which the individual components alone do not gel [19].

Xanthan gum (XG) is one of the most commonly used hydrocolloids in food products. XG is an anionic heteropolysaccharide of high molecular weight secreted by the bacterium *Xanthomonas campestris*. It consists of repeating units of D-glucose, linked to form the b-1,4-D-glucan cellulosic backbone. [20–22]. At low concentrations XG forms viscous solutions and its rheological behavior is very stable in a wide range of pH and temperature [23]. XG is a very effective thickener during dough preparation and stabilizer, helping in the retention of gas and the increase in the specific volume of bakery products [12,24–31].

The effect of binary gum mixtures in the quality of different food systems has been studied. Ahlborn et al. [32] reported that a formulation of rice bread containing XG and hydroxypropylmethylcellulose created a bi-continuous matrix with starch fragments, similar to gluten. Furthermore, XG is well known to yield a strong interaction with galactomannans, leading to useful thermo-reversible gels. Köksel [33] reported that XG–guar gum blend improved gluten-free cake quality with increasing specific volume as well as decreasing weight loss and crumb hardness values. In a study on gluten-free rice cakes, Sumnu et al. [34] reported that XG–guar gum blend was effective to retard cake staling.

Several authors have suggested models for gelation which differ in the details of the mode of intermolecular binding that is considered to occur. Certain studies [22,35] confirmed that intermolecular binding occurs between the denatured xanthan helix and the galactomannan.

The tendency for galactomannans to gel synergistically with XG seems to be sensitive to the mannose to galactose (MG) ratio of the galactomannan. Locust bean gum (LBG) (also known as carob gum) with MG 3.5 and tara gum (MG 2.7) form strong gels, whereas guar gum (MG 1.55) yields weaker gels [22].

LBG is a galactomannan extracted from the seed endosperm of the carob tree plant botanically known as *Ceratonia siliqua* L. It is very abundant in the Mediterranean region since ancient times and is currently produced in many Mediterranean countries such as Algeria. The most significant property of LBG is its ability to hydrate in hot water to give a viscous solution. It is generally less viscous than the galactomannan guar and tara gum. Its biodegradability, low toxicity, and low cost contribute to its increasing utilization in various fields [36].

The main objective of this research was to study the effect of XG and locust bean gum and their interaction on the rheological properties of gluten-free biscuit dough and in the final quality of biscuits made from rice–chickpea composite flour (R–CPF). Response surface methodology (RSM) was applied to determine the optimum levels of gum incorporation. The analysis was based on the rheological (Texture Profile Analysis-TPA and viscoelastic) characteristics of the dough and specific volume, water activity, and hardness of the biscuit.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Ingredients

The ingredients used to produce the biscuits were soft wheat flour (La Meta, S.A.U., Lleida, Spain), rice flour (La Meta, S.A.U., Lleida, Spain), chickpea flour (P B FOODS Ltd., Bradford, UK), sugar (DISEM, Torrente, Spain), salt, baking powder including: sodium bicarbonate (A. Martínez, Cheste, Spain) and ammonium hydrogen carbonate (VWR Prolabo Chemicals, Leuven, Belgium), water, vegetable-based shortening (Vande-

moortele, Iberica ref 402666, Barcelona, Spain), xanthan gum (XG) (Satiaxane CX 911, Cargill, St-Germain-en-laye, France), and locust bean gum (LBG) (Bio-Industrie Maroc S.A, de Cargill Maroc, Casablanca, Maroc).

## 2.2. Experimental Plan

Response surface methodology was employed. It consists in designing experiments, selecting variables' levels in experimental runs, fitting mathematical models, and finally selecting variables' levels by optimizing the response. A central composite design (CCD) was used to design the experiments comprising of two independent variables (XG and LBG). A total of 13 combinations were generated (Table 1) and the experiments at the center point were repeated five times to calculate the repeatability of the method [37]. The parameters that influence dough and biscuit quality were taken as responses.

**Table 1.** Experimental design matrix for rice–chickpea composite flour (R–CPF) biscuit manufacture.

Expt N°	Real Variables		Dough Parameters			Biscuit Parameters		
	XG (%)	LBG (%)	Hardness (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Hardness (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>
1	0.15	0.15	21.50	195,300	69,970	91.31	1.81	0.520
2	0.85	0.15	32.84	234,825	84,580	62.73	1.91	0.580
3	0.15	0.85	29.96	214,967	76,977	93.62	1.80	0.530
4	0.85	0.85	38.76	251,550	92,210	69.29	1.95	0.550
5	0.00	0.50	24.56	190,300	66,773	98.95	1.76	0.500
6	1.00	0.50	41.56	245,875	90,973	57.65	1.94	0.574
7	0.50	0.00	26.57	204,156	71,978	78.89	1.87	0.543
8	0.50	1.00	34.74	240,050	88,400	86.44	1.87	0.530
9	0.50	0.50	31.73	243,050	85,215	74.64	1.84	0.545
10	0.50	0.50	31.84	241,650	85,750	74.66	1.84	0.556
11	0.50	0.50	32.75	240,967	86,540	75.49	1.83	0.544
12	0.50	0.50	29.90	253,050	88,695	78.26	1.85	0.554
13	0.50	0.50	32.77	231,500	85,570	75.29	1.84	0.553

XG: xanthan gum; LBG: locust bean gum; G': elastic modulus; G'': viscous modulus; Vsp: specific volume; a<sub>w</sub>: water activity).

## 2.3. Biscuit Preparation

The basic biscuit formulation is given in Table 2. The dough and biscuit was prepared following the methodology previously used by Benkadri et al. [24].

**Table 2.** Ingredients of biscuits based on rice-chickpea composite flour (R–CPF) and wheat flour (WF) with varying xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG) gum levels, expressed in (%) (composite-flour weight basis).

Ingredients	R-CP Formula	WF Control Formula
Chickpea flour	78.13	/
Rice flour	21.87	/
Wheat flour (WF)	/	100.00
Hydrogenate vegetable fat	13.36	13.36
Sugar	18.12	18.12
Ammonium bicarbonate	0.93	0.93
Sodium bicarbonate	0.46	0.46
Salt	0.75	0.75
Xanthan gum (XG)	0.15–1.00	/
Locust bean gum (LBG)	0.15–1.00	/
Water	33.00 *	34.00 *

\* Difference in the level of water addition in R-CPF and WF control formulation depended on the water absorption capacity of the flours of the two formulas (Benkadri et al., 2018).

## 2.4. Dough Measurements

### 2.4.1. Hardness

A TA-XT.plus texture analyzer was used and the measurement conditions were the same used in Benkadri et al. [24]. Hardness is the maximum peak force from the force curve obtained (N).

### 2.4.2. Linear Viscoelastic Properties

A controlled stress rheometer (AR-G2, TA-Instruments, Crawley, UK) was used following the methodology previously used by Benkadri et al. [24]. Frequency sweep tests from 0.01 to 10 Hz at a stress wave amplitude of 4 Pa (inside the linear region) were carried out. The storage modulus ( $G'$ ), loss modulus ( $G''$ ), and  $\tan \delta = G''/G'$  were recorded.

## 2.5. Biscuit Evaluation

### 2.5.1. Water Activity

The water activity ( $a_w$ ) was determined following the methodology previously used by Benkadri et al. [24].

### 2.5.2. Specific Volume

The specific volumes were calculated as (thickness\*width\*length/weight) and expressed as  $\text{cm}^3/\text{g}$  following the methodology previously used by Benkadri et al. [24].

### 2.5.3. Hardness

Hardness of biscuits was measured following the methodology previously used by Benkadri et al. [24]. The Volodkevich bite upper jaw probe (VB) used simulates the action of an incisor tooth biting through food. The area under the curve (representing the hardness of the biscuit, in N.mm) was calculated.

## 2.6. Data Analysis

The statistical software package (Minitab 8.1, 2017) was used to construct the experimental design and analyze the data. The experimental data obtained from the design were analyzed using the second order polynomial model given below:

$$Y = b_0 + b_1XG + b_2LBG + b_{11} XG XG + b_{22} LBG LBG + b_{12} XG LBG \quad (1)$$

where  $Y$  = response,  $XG$ ,  $LBG$  = independent variables, and  $b_0$ ,  $b_1$ ,  $b_2$ ,  $b_{11}$ ,  $b_{22}$ ,  $b_{12}$  = regression coefficients.

Adequacy of the model was determined using coefficient of determination ( $R^2$ ), F-value, and lack of fit. The effect of variables at linear, quadratic, and interactive levels on the response was described using various levels of significance. Response surface graphs were generated.

The optimization of the experimental parameters was done by the desirability function, which is a multicriteria numerical optimization technique which is very useful when it is necessary to find the best compromise between several responses.

Optimum values of the formulation variables were obtained after assigning certain constraints depending on the goals for each variable and response. Thus,  $V_{sp}$  was kept maximum while  $a_w$  was kept minimum. Dough hardness, the viscoelastic properties ( $G'$  and  $G''$ ), and biscuit hardness were kept in range.

## 3. Results and Discussion

### 3.1. Diagnostic Checking of the Models

Response surface analysis was performed to study the experimental data. The statistical significance of the model terms was examined with analysis of variance (ANOVA). The F-value was found significant for all models, implying that the models were accurate enough to predict the responses. Moreover, the F-values of the lack-of-fit test for all the

models were insignificant, thus indicating that the experiments were carried out with adequate precision.  $R^2$  values for all the models were more than 0.94, which further validated the adequacy of models. All the models were statistically adequate and were used for studying the influence of processing variables on the various responses (Table 3).

**Table 3.** Analysis of variance (ANOVA) of the second order polynomial models for different properties of gluten-free doughs and biscuits containing xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG).

	Dough Parameters			Biscuit Parameters		
	Hardness (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Hardness (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>
Model (F-value)	43.94	24.64	48.54	144.11	179.75	22.09
Lack-of-fit (F-value)	1.29	0.34	2.66	1.08	0.79	2.38
R <sup>2</sup> %	96.91	94.62	97.20	99.04	99.23	94.04
R <sup>2</sup> % adj	94.71	90.78	95.19	98.35	98.68	89.78

### 3.2. Effect of Xanthan Gum (XG) and Locust Bean Gum (LBG) on Rice-Chickpea Composite Flour (R-CPF) Dough and Biscuit Properties

The results of regression analysis, depicted in Table 4, showed that the effects of processing variables on the dough and biscuit parameters were more significant at linear level than on quadratic level. Xanthan gum effect was found to be more pronounced than locust bean gum. Interaction between the gums showed a significant positive effect on the specific volume of the biscuits and a negative effect on the water activity. However, the interactive effect did not affect significantly the rheological parameters of the dough.

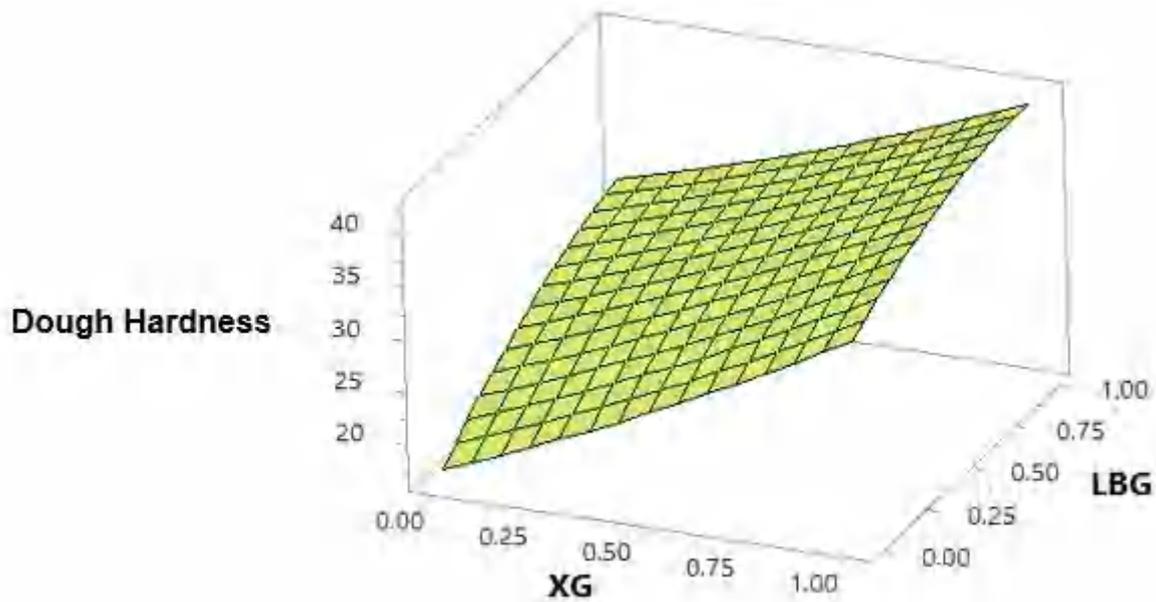
**Table 4.** Regression coefficients of the second order polynomial models and significant terms for different properties of gluten-free doughs and biscuits containing xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG).

Terms	Dough Parameters			Biscuit Parameters		
	Hardness (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Hardness (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>
Intercept	31.799 ***	242,043 ***	86,354 ***	75.665 ***	1.841 ***	0.550 ***
XG	5.522 ***	19,338 ***	8008 ***	−13.915 ***	0.062 ***	0.023 ***
LBG	3.242 ***	10,894 **	4733 ***	2.442 **	0.003	−0.005 *
XG <sup>2</sup>	0.358	−10,962 **	−3390 **	1.008	0.005	−0.005
LBG <sup>2</sup>	−0.845	−8954 **	−2732 **	3.190 **	0.017 ***	−0.005 *
XG LBG	−0.637	−735	156	1.060	0.014 **	−0.010 *

\* Significant at  $p < 0.05$ , \*\* significant at  $p < 0.01$ , \*\*\* significant at  $p < 0.001$ .

### 3.3. Dough Hardness

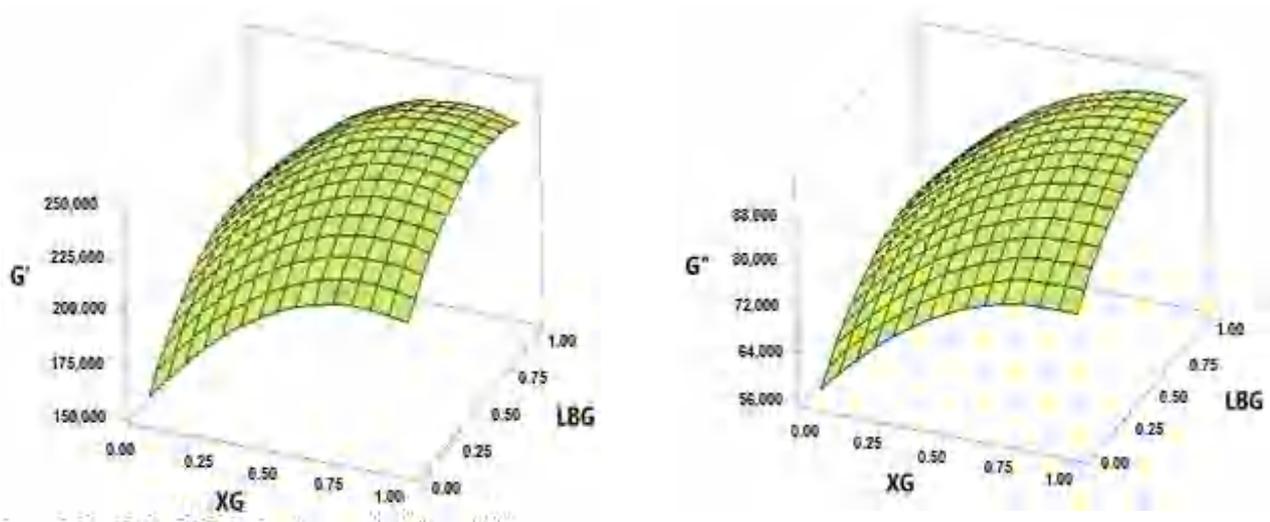
Hardness refers to the force required to compress the material up to a certain level. The coefficient of estimation of biscuit hardness showed that both gums had a significant ( $p < 0.001$ ) linear effect on the hardness of dough, with the effect of XG being the more pronounced (Table 4). Several authors have studied the effect of different hydrocolloids on the rheological properties of dough in different gluten-free formulas. They reported that the greatest hardness was found in dough with added XG, as compared to the other hydrocolloids [25,27,30,38]. These differences in the magnitude of influence of hydrocolloids on the rheological properties of gluten-free doughs seem to be related to the molecular structure and chain conformation of the polysaccharide that determine the physical intermolecular associations of the polymeric chain [39]. It could also be seen (Figure 1) that dough hardness increases with increase in the level of XG and LBG. The increase in the hardness of the dough could be due to the high water-binding capacity of gum long-chain polymers, which leads to scarcity of water for hydration [25].



**Figure 1.** Response surface showing the effect of xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG) on dough hardness.

### 3.4. Linear Viscoelasticity

The viscoelasticity of gluten-free dough formulations was examined by linear oscillatory measurements. Elastic or storage ( $G'$ ) and viscous or loss ( $G''$ ) modulus are significantly ( $p < 0.01$ ,  $p < 0.001$ ) affected by XG and LBG addition. The increase of gum concentration leads to increase of both modulus ( $G'$  and  $G''$ ) (Figure 2), with the effect of XG being the more pronounced (Table 4). These results are in accordance with the findings of Lazaridou et al. [27], who showed that addition of hydrocolloids to a rice-based dough resulted in a rise of elastic modulus ( $G'$ ) as well as an increase in the resistance to deformation. They also reported that XG had a higher influence than the other gums used. The same trends have been reported by Turabi et al. [31] and Sabanis et al. [29] when several hydrocolloids were added to gluten-free formulations based on rice flour and corn starch—rice flour, respectively. They found that the highest apparent viscosity and consistency index values were obtained for doughs containing xanthan gum.



**Figure 2.** Response surface showing the effect of xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG) on linear viscoelastic properties ( $G'$  and  $G''$ ) of the dough.

Compared to LBG supplementation, the highest elasticity of dough formulation supplemented by XG was associated with the weak gel properties and high viscosity values at low shear rates of aqueous xanthan gum dispersions due to its rigid and ordered chain conformation [39].

The values of  $G'$  and  $G''$  at 1 Hz (Table 4) showed that for all gluten-free dough formulations, the elastic modulus ( $G'$ ) was greater than the viscous modulus ( $G''$ ) suggesting the predominance of the solid elastic-like behavior versus the viscous one.

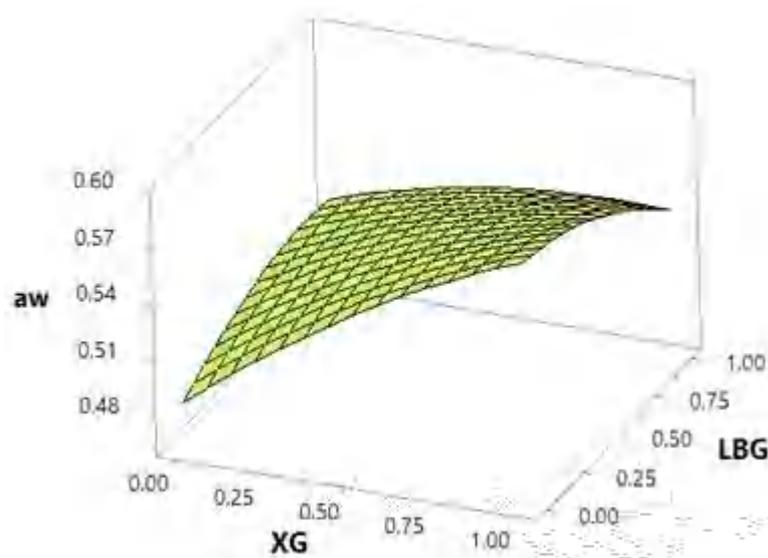
At the interaction level, no significant effect of combined XG and LBG was exhibited on the rheological properties of doughs. Thus, an increase in the viscosity and strength of doughs could be due to the sum of their individual effects [23].

However, it was noticed throughout the gluten-free dough preparation process, that addition of gums brought a marked improvement in the mechanical handling properties of the dough for the different formulas tested. Lazaridou and Biliaderis [39] reported that supplementing of gluten-free formulations with hydrocolloids revealed an improvement in the viscoelastic properties of gluten-free doughs. Shittu et al. [12] have also reported that XG significantly increased the resistance of a composite dough to deformation.

### 3.5. Water Activity

Determining the water activity ( $a_w$ ) of food products is of great interest. It shows the availability of water for degradation reactions and thus helps predict their shelf life.

The results of regression analysis (Table 4) showed a positive effect of XG on the biscuit water activity, whereas a negative effect was exerted by LBG, with the effect of XG being more pronounced. Figure 3 confirmed that with the increase in the level of XG,  $a_w$  of the biscuit was significantly increased. The difference in the effect of each gum on the  $a_w$  of biscuits could be explained by their different affinities for water, which seems to correlate with the texture of the biscuits. It can be seen (Table 4) that higher  $a_w$  corresponds to softer biscuits.



**Figure 3.** Response surface showing the effect of xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG) on the water activity ( $a_w$ ) of biscuits.

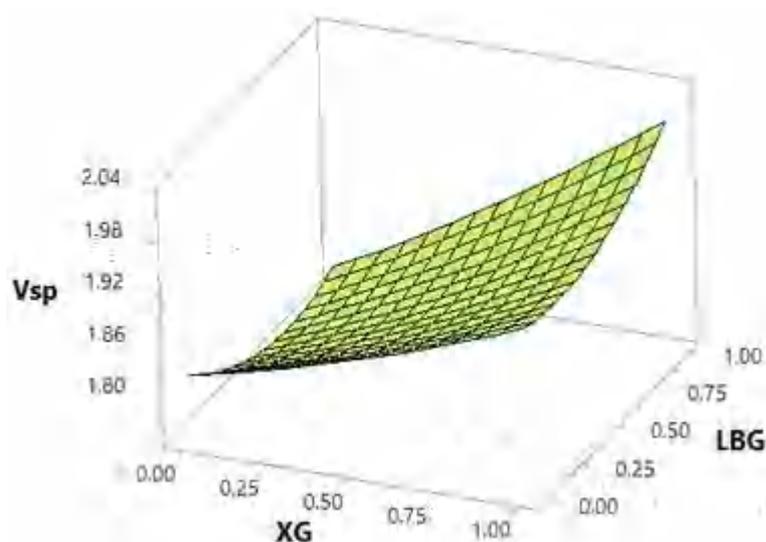
Interaction between the gums showed a significant ( $p < 0.05$ ) negative effect on the  $a_w$  of the biscuits. It could be due to the gel formation involving the association or cross-linking of the polymer chains to form a three-dimensional network that traps or immobilizes the water within it to form a rigid structure [19]. XG addition and its combination with guar gum in frozen bread dough reduced the freezable water amount and consequently the fusion enthalpy. Matuda et al. [40] showed that the combination of XG with guar gum

in frozen bread dough resulted in higher reduction in the freezable water amount and consequently the fusion enthalpy during the frozen storage period.

### 3.6. Biscuit Specific Volume ( $V_{sp}$ )

Specific volume is one of the most important visual characteristics of cereal bakery products, strongly influencing consumers' choice. Hence, it is a key parameter looked at when evaluating quality [20].

The results of regression analysis depicted in Table 4 confirmed that a significant ( $p < 0.001$ ) effect was found with both XG and LBG level, at linear and quadratic terms, on specific volume ( $V_{sp}$ ) of biscuit with an increase in this parameter when the level of XG and LBG increase (Figure 4). Increase in  $V_{sp}$  of biscuits could be due to the high viscosity of the dough provided by the gums [30,31,41]. This viscosity arises predominantly from physical entanglement of conformationally disordered "random coils" when the concentration of the polymer is increased [19]. Consequently, the higher initial viscosity slows the rate of gas diffusion and favors the entrapment of air bubbles in the dough structure, thus allowing for improved retention at the early stage of baking [28,42]. It was also seen that the effect of Xanthan on  $V_{sp}$  of biscuits was more pronounced than that of LBG. Similar trends were obtained by Kaur et al. [26], Devisetti et al. [25], and Turabi et al. [31] when various hydrocolloids and gums were incorporated into buckwheat biscuits, proso millet cookies, and rice cakes, respectively. They indicated that the highest  $V_{sp}$  formulation was the one containing XG.

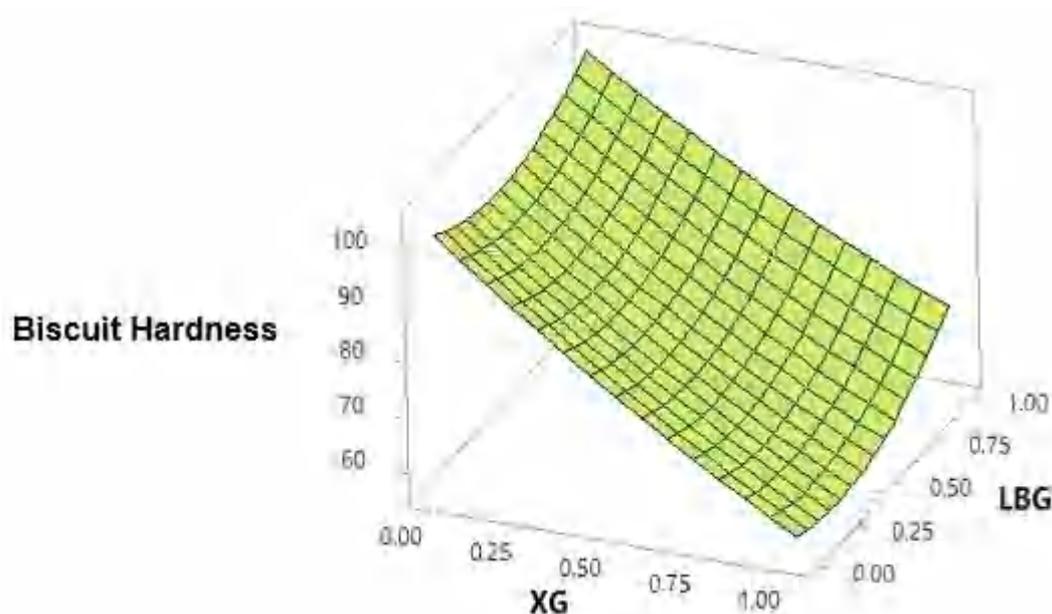


**Figure 4.** Response surface showing the effect of xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG) on the specific volume ( $V_{sp}$ ) of biscuits.

At the interaction level, a significant ( $p < 0.01$ ) effect of combined XG and LBG on the  $V_{sp}$  of biscuits was observed (Table 4). The increase in the  $V_{sp}$  could be explained by their synergistic interaction involving thermoreversible gel formation, forming a viscoelastic three-dimensional network, which could be responsible for gas holding during baking [23]. According to Saha and Bhattacharya [19], solutions of XG or locust bean gum by themselves will not gel under any condition, but the combination will form firm gels. XG and polymannan chains associate following the xanthan coil-helix transition. Mixtures of XG and LBG require heating to about 95 °C to form a gel. For LBG the galactose deficient regions are involved in the association. They also reported that the interaction of XG with galactomannans is dependent on the ratio of the mixture, pH, and ionic environment, and the best synergism is obtained when gum ratios are 80/20 for guar gum/xanthan gum, 70/30 for konjac/xanthan, and 50/50 for LBG/xanthan gum.

### 3.7. Biscuit Hardness

The coefficient of estimation of biscuit hardness (Table 4) showed that the level of XG and LBG had a significant effect especially at the linear level. XG had a negative effect on biscuit hardness, while LBG had a positive effect. In addition, biscuit hardness decreases as level of xanthan increases (Figure 5). These results are in accordance with the previous finding of Kaur et al. [26] where XG was incorporated into buckwheat biscuits. On the other hand, addition of LBG led to the contrary effect, and a significant increase ( $p < 0.05$ ) in the hardness of the biscuits was observed as the level of LBG increased. Similarly to LBG, Sudha et al. [43] reported an increase in hardness with increase in the level of guar gum.



**Figure 5.** Response surface showing the effect of xanthan gum (XG) and locust bean gum (LBG) on biscuit hardness.

A negative correlation was observed between dough and biscuit hardness in the case of XG. On the contrary, LBG showed a positive correlation between both parameters. The softening effect of XG on the R-CPF biscuit texture might be associated with the greater moisture retention of the gum. A similar finding was reported by Benkadri et al. [24], when xanthan incorporation level was increased in the same biscuit formula. Kaur et al. [26] also showed similar trends for buckwheat biscuits incorporating various gums. They reported that addition of xanthan gum resulted in biscuits with maximum moisture retention and led to a decrease in the fracture strength of the biscuits. At the interaction level, no significant effect of combined XG and LBG was observed.

### 3.8. Optimization of Variables

The numerical optimization finds solutions corresponding to XG-LBG pairs that give the best compromise between the responses studied. It gives for each couple chosen the degree of desirability of each response studied, as well as the composite desirability.

An optimal formulation was chosen from the solutions suggested by the optimization software, having a XG and LBG level of 0.75% each. This formula has the higher desirability score (0.86) (Table 5).

**Table 5.** Predicted and measured values of the rheological and physical parameters of the optimum selected formula compared to control (R-CPF and WF) formulas (% flour weight-based).

	Variables		Dough Parameters			Biscuit Parameters			D
	XG (%)	LBG (%)	Hardness (N)	G' (Pa)	G'' (Pa)	Hardness (N)	Vsp (cm <sup>3</sup> /g)	a <sub>w</sub>	
Predicted values	0.75	0.75	37.43	253,095	92,380	70.18	1.90	0.553	0.86
Measured values	0.75	0.75	39.44 (±0.59)	253,450 (±1768)	90,430 (±3168)	71.38 (±8.95)	1.89 (±0.05)	0.552 (±0.002)	
R-CP Formula			20.43 (±1.16)	139,800 (±4950)	48,550 (±3069)	110.77 (±6.86)	1.68 (±0.008)	0.448 (±0.003)	
WF Formula			13.61 (±0.53)	95,455 (±1450)	32,670 (±2079)	50.93 (±2.70)	2.35 (±0.006)	0.550 (±0.004)	

Vsp: specific volume, D: desirability, R-CP: rice-chickpea, WF: wheat flour.

A confirmative test for verification of the model was carried out using optimum levels of independent variables (0.75% for each XG and LBG gum). The confirmatory results (Table 5) show that the measured values of all the rheological parameters of the dough and physical parameters of the biscuit are close to the values predicted by the mathematical model without significant differences ( $P < 0.05$ ) among them.

The results of the parameters measured for the optimal gluten-free formula based on R-CP were compared to those of the control gluten-free formula (R-CP) and wheat control (WF). The rheological parameters of the optimal gluten-free formula (hardness,  $G'$  and  $G''$ ) were found to be significantly higher than those of the two control formulas.

Addition of the XG-LBG blend decreased the hardness of the biscuit from 110.77 N to 71.38 N, but the hardness remained greater than that of the control wheat biscuit (50.93 N). An improvement in the specific volume of 1.89 cm<sup>3</sup>/g was recorded against 1.68 cm<sup>3</sup>/g of the gluten-free control biscuit, but remained lower than that of the wheat control biscuit (2.35 cm<sup>3</sup>/g). However, an increase in the final water activity of the biscuits from 0.448 to 0.552 was noted after the addition of the gum blend, reflecting their water-holding capacity.

#### 4. Conclusions

Response surface methodology was used to optimize the incorporation levels of xanthan (XG) and locust bean gum (LBG) for preparation of gluten-free biscuits based on rice-chickpea flour. All statistical terms (coefficient of determination  $R^2$ , F-value and lack-of-fit test) revealed the statistical adequacy of the model. Regression analysis of the second order model revealed that linear terms of variables were more significant than quadratic terms on both dough and biscuit parameters, with the xanthan gum effect found to be more pronounced than LBG. Both xanthan and LBG exerted a positive effect on the rheological parameters of dough. XG showed a positive effect on the water activity of biscuits, which seems to correlate with the decrease in their hardness, exhibiting a softer texture. However, a negative effect on the water activity was exerted by LBG, leading to an increase in the hardness of the biscuits. Interaction terms showed a significant positive effect on the specific volume of the biscuits and a negative effect on the water activity, which could be explained by the synergistic effect between XG and LBG allowing the formation of a network of gels during cooking, mimicking the role of gluten in gas retention. However, the interactive effect of gums did not significantly affect the rheological parameters of the dough. Optimized conditions were developed to maximize the specific volume of biscuit and minimize water activity and biscuit hardness, while keeping hardness and viscoelastic properties of the dough in range. Optimum values for the formulation parameters, obtained via numerical optimization technique were founded 0.75% (based on composite flour weight) for xanthan and LBG. Therefore, predicted responses were found satisfactory for both rheological and physical characteristics of dough and biscuit.

**Author Contributions:** Conceptualization, A.S. and T.S.; methodology, A.S., T.S. and S.B.; formal analysis, S.B.; investigation, A.S., T.S. and S.B.; Visualization, M.N.Z.; writing: original draft preparation, S.B.; writing: revision and editing, A.S., T.S. and S.B. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

**Funding:** This research was funded by the Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique. Université des frères MENTOURI- Constantine for financial support to author S. Benkradi (Programme de formation résidentielle à l'étranger (PNE)).

**Institutional Review Board Statement:** Not applicable.

**Informed Consent Statement:** Not applicable.

**Data Availability Statement:** Data Availability Statements in section "MDPI Research Data Policies" at <https://www.mdpi.com/ethics>.

**Conflicts of Interest:** The authors declare that there are no conflict of interest.

## References

- Benatallah, L.; Zidoune, M.N.; Michon, C. 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.* **2012**, *4*, 474–481.
- Bouasla, A.; Wójtowicz, A.; Zidoune, M.N.; Olech, M.; Nowak, R.; Mitrus, M.; Oniszczyk, A. Gluten-Free Precooked Rice-Yellow Pea Pasta: Effect of Extrusion-Cooking Conditions on Phenolic Acids Composition, Selected Properties and Microstructure. *J. Food Sci.* **2016**, *81*, C1070–C1079. [[CrossRef](#)]
- Bouasla, A.; Wójtowicz, A.; Juško, S.; Zidoune, M.N. Energy Consumption and Process Efficiency as Affected by Extrusion-Cooking Conditions and Recipe Formulation during the Production of Gluten-Free Rice-Legumes Products. *Agric. Eng.* **2017**, *21*, 39–46. [[CrossRef](#)]
- Bouasla, A.; Wójtowicz, A.; Zidoune, M.N. Gluten-free precooked rice pasta enriched with legumes flours: Physical properties, texture, sensory attributes and microstructure. *Lwt* **2017**, *75*, 569–577. [[CrossRef](#)]
- Bourekoua, H.; Benatallah, L.; Zidoune, M.N.; Rosell, C.M. Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *Lwt* **2016**, *73*, 342–350. [[CrossRef](#)]
- Bourekoua, H.; Różyło, R.; Benatallah, L.; Wójtowicz, A.; Łysiak, G.; Zidoune, M.N.; Sujak, A. Characteristics of gluten-free bread: Quality improvement by the addition of starches/hydrocolloids and their combinations using a definitive screening design. *Eur. Food Res. Technol.* **2017**, *244*, 345–354. [[CrossRef](#)]
- Dib, A.; Kasprzak, K.; Wójtowicz, A.; Benatallah, L.; Waksmundzka-Hajnos, M.; Zidoune, M.N.; Oniszczyk, T.; Karakuła-Juchnowicz, H.; Oniszczyk, A. The effect of pomegranate seed powder addition on radical scavenging activity determined by TLC–DPPH test and selected properties of gluten-free pasta. *J. Liq. Chromatogr. Relat. Technol.* **2018**, *41*, 364–372. [[CrossRef](#)]
- Dib, A.; Wójtowicz, A.; Benatallah, L.; Zidoune, M.N.; Mitrus, M.; Sujak, A.; Yiping, C. Optimization of rice-field bean gluten-free pasta improved by the addition of hydrothermally treated rice flour. *Ital. J. Food Sci.* **2018**, *30*, 226–248.
- Fetouhi, A.; Benatallah, L.; Nawrocka, A.; Szymanska-Chargot, M.; Bouasla, A.; Tomczynska-Mleko, M.; Zidoune, M.N.; Sujak, A. Investigation of viscoelastic behaviour of rice-field bean gluten-free dough using the biophysical characterization of proteins and starch: A FT-IR study. *J. Food Sci. Technol.* **2019**, *56*, 1316–1327. [[CrossRef](#)]
- Anton, A.A.; Artfield, S.D. Hydrocolloids in gluten-free breads: A review. *Int. J. Food Sci. Nutr.* **2008**, *59*, 11–23. [[CrossRef](#)]
- Nammakuna, N.; Suwansri, S.; Thanasukan, P.; Ratanatriwong, P. Effects of hydrocolloids on quality of rice crackers made with mixed-flour blend. *Asian J. Food Agro-Ind.* **2009**, *2*, 780–787.
- Shittu, T.A.; Aminu, R.A.; Abulude, E.O. Functional effects of xanthan gum on composite cassava-wheat dough and bread. *Food Hydrocoll.* **2009**, *23*, 2254–2260. [[CrossRef](#)]
- Gularte, M.A.; de la Hera, E.; Gómez, M.; Rosell, C.M. Effect of different fibers on batter and gluten-free layer cake properties. *Lwt Food Sci. Technol.* **2012**, *48*, 209–214. [[CrossRef](#)]
- Gómez, M.; Sciarini, L.S. Gluten-Free Bakery Products and Pasta. *OmniaSci. Monogr.* **2015**, 565–604. [[CrossRef](#)]
- Meybodi, N.M.; Mohammadifar, M.A.; Feizollahi, E. Gluten-Free Bread Quality: A Review of the Improving Factors. *J. Food Qual. Hazards Control* **2015**, *2*, 81–85.
- Gao, Z.; Fang, Y.; Cao, Y.; Liao, H.; Nishinari, K.; Phillips, G.O. Hydrocolloid-food component interactions. *Food Hydrocoll.* **2017**, *68*, 149–156. [[CrossRef](#)]
- Numfon, R. Effects of different hydrocolloids on properties of gluten-free bread based on small broken rice berry flour. *Food Sci. Technol. Int.* **2017**, *23*, 310–317. [[CrossRef](#)]
- Sarabhai, S.; Sudha, M.L.; Prabhasankar, P. Rheological characterization and biscuit making potential of gluten free flours. *J. Food Meas. Charact.* **2017**, *11*, 1449–1461. [[CrossRef](#)]
- Saha, D.; Bhattacharya, S. Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: A critical review. *J. Food Sci. Technol.* **2010**, *47*, 587–597. [[CrossRef](#)]

20. Hager, A.-S.; Arendt, E.K. 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.* **2013**, *32*, 195–203. [[CrossRef](#)]
21. Kohajdová, Z.; Karovičová, J. Application of hydrocolloids as baking improvers. *Chem. Pap.* **2009**, *63*. [[CrossRef](#)]
22. Morris, V.J. Bacterial Polysaccharides. In *Polysaccharides and Their Applications*, 2nd ed.; Stephen, A.M., Phillips, G.O., Williams, P.A., Eds.; CRC Press: Boca Raton, FL, USA, 2006; pp. 413–454.
23. BeMiller, J.N. Hydrocolloids. In *Gluten-Free Cereal Products and Beverages*, 1st ed.; Arendt, E.K., Dal Bello, F., Eds.; Elsevier Applied Science: London, UK, 2008; pp. 203–215.
24. Benkadri, S.; Salvador, A.; Zidoune, M.N.; Sanz, T. Gluten-free biscuits based on composite rice-chickpea flour and xanthan gum. *Food Sci. Technol. Int.* **2018**, *24*, 607–616. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
25. Devisetti, R.; Ravi, R.; Bhattacharya, S. Effect of Hydrocolloids on Quality of Proso Millet Cookie. *Food Bioprocess Technol.* **2015**, *8*, 2298–2308. [[CrossRef](#)]
26. Kaur, M.; Sandhu, K.S.; Arora, A.; Sharma, A. Gluten free biscuits prepared from buckwheat flour by incorporation of various gums: Physicochemical and sensory properties. *Lwt Food Sci. Technol.* **2015**, *62*, 628–632. [[CrossRef](#)]
27. Lazaridou, A.; Duta, D.; Papageorgiou, M.; Belc, N.; Biliaderis, C.G. Effects of hydrocolloids on dough rheology and bread quality parameters in gluten-free formulations. *J. Food Eng.* **2007**, *79*, 1033–1047. [[CrossRef](#)]
28. Reichardt, L.D.; Vendruscolo, C.T.; Gularte, M.A.; Moreira, A.d.S. The role of xanthan gum in the quality of gluten free cakes: Improved bakery products for coeliac patients. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2011**, *46*, 2591–2597. [[CrossRef](#)]
29. Sabanis, D.; Tzia, C. Effect of hydrocolloids on selected properties of gluten-free dough and bread. *Food Sci. Technol. Int.* **2011**, *17*, 279–291. [[CrossRef](#)]
30. Sciarini, L.S.; Ribotta, P.D.; León, A.E.; Pérez, G.T. Effect of hydrocolloids on gluten-free batter properties and bread quality. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2010**, *45*, 2306–2312. [[CrossRef](#)]
31. Turabi, E.; Sumnu, G.; Sahin, S. Rheological properties and quality of rice cakes formulated with different gums and an emulsifier blend. *Food Hydrocoll.* **2008**, *22*, 305–312. [[CrossRef](#)]
32. Ahlborn, G.J.; Pike, O.A.; Hendrix, S.B.; Hess, W.M.; Huber, C.S. Sensory, Mechanical, and Microscopic Evaluation of Staling in Low-Protein and Gluten-Free Breads. *Cereal Chem. J.* **2005**, *82*, 328–335. [[CrossRef](#)]
33. Filiz Köksel, H. *Effects of Xanthan and Guar Gums on Quality and Staling of Gluten Free Cakes Baked in Microwave-Infrared Combination Oven*; Middle East Technical University: Ankara, Turkey, 2009.
34. Sumnu, G.; Köksel, F.; Sahin, S.; Basman, A.; Meda, V. The effects of xanthan and guar gums on staling of gluten-free rice cakes baked in different ovens. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2010**, *45*, 87–93. [[CrossRef](#)]
35. Higiro, J.; Herald, T.J.; Alavi, S. Rheological study of xanthan and locust bean gum interaction in dilute solution. *Food Res. Int.* **2006**, *39*, 165–175. [[CrossRef](#)]
36. Barak, S.; Mudgil, D. Locust bean gum: Processing, properties and food applications—a review. *Int. J. Biol. Macromol.* **2014**, *66*, 74–80. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
37. Montgomery, D.C. *Design and Analysis of Experiments*, 5th ed.; Wiley: New York, NY, USA, 2001; p. 699.
38. Banerjee, C.; Singh, R.; Jha, A.; Mitra, J. Effect of inulin on textural and sensory characteristics of sorghum based high fibre biscuits using response surface methodology. *J. Food Sci. Technol.* **2014**, *51*, 2762–2768. [[CrossRef](#)]
39. Lazaridou, A.; Biliaderis, C.G. Gluten-Free Doughs: Rheological Properties, Testing Procedures—Methods and Potential Problems. In *Gluten-Free Food Science and Technology*; Gallagher, E., Ed.; Wiley-Blackwell: Chichester, UK, 2009; pp. 52–82.
40. Matuda, T.G.; Chevallier, S.; de Alcântara Pessôa Filho, P.; LeBail, A.; Tadini, C.C. Impact of guar and xanthan gums on proofing and calorimetric parameters of frozen bread dough. *J. Cereal Sci.* **2008**, *48*, 741–746. [[CrossRef](#)]
41. Gómez, M.; Ronda, F.; Caballero, P.A.; Blanco, C.A.; Rosell, C.M. Functionality of different hydrocolloids on the quality and shelf-life of yellow layer cakes. *Food Hydrocoll.* **2007**, *21*, 167–173. [[CrossRef](#)]
42. Shibata, M.; Sugiyama, J.; Tsai, C.L.; Tsuta, M.; Fujita, K.; Kokawa, M.; Araki, T. Evaluation of viscoelastic properties and air-bubble structure of bread containing gelatinized rice. *Procedia Food Sci.* **2011**, *1*, 563–567. [[CrossRef](#)]
43. Sudha, M.L.; Srivastava, A.K.; Vetrmani, R.; Leelavathi, K. Fat replacement in soft dough biscuits: Its implications on dough rheology and biscuit quality. *J. Food Eng.* **2007**, *80*, 922–930. [[CrossRef](#)]

## ملخص

الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو المساهمة في تنويع وتحسين النظام الغذائي الخالي من الغلوتين للأطفال المصابين بمرض السيلياك في الجزائر. وذلك من خلال صياغة واعداد طحين اطفال يعتمد على الارز والحمص، حيث يمكن استهلاكه على شكل بسكويت او عصيدة والذي أطلقنا عليه الاسم المركب "بسكويت-طحين".

تم عمل صياغة هذه التركيبة بحيث تلبى الأهداف التغذوية للأغذية التكميلية الموجهة للأطفال والتي تعتمد على الحبوب. كما تم إجراء دراسة تأثير وقت ودرجة حرارة الطهي في الفرن بالإضافة الى نسبة الماء في العجين على البسكويت-طحين وذلك باستعمال منهجية مساحات الاستجابة. بهدف ايجاد حلول لل صعوبات التي واجهتنا اثناء اعداد العجين الخالي من الغلوتين وكذلك تحسين جودة البسكويت-طحين بعد طهيته، تم ادخال علكتي الأكرنتان والخروب بالإضافة الى ليسيثين الصويا كمحسنات في التركيبة. تم كذلك تقييم الجودة الريولوجية، التكنولوجية والحسية للبسكويت-طحين. كما اجري توصيف مجهري لهذا الاخير وكذلك للعجين. وتم ايضا تقييم الخصائص الانسيابية للعصيدة المحضرة من البسكويت-طحين عن طريق اختبار التدفق.

تم التحقق من الجدوى التكنولوجية لهذه الصياغة الخالية من الغلوتين لإعطاء هذا النوع من الغذاء. حيث وجد ان وقت الطهي له تأثير أكبر على الرطوبة النهائية للبسكويت-طحين أكثر من العوامل الاخرى. اما نسبة جلتنة النشاء والحجم النوعي للبسكويت-طحين فقد اظهرا أكثر تأثرا بنسبة الماء في العجين. اما صلابة العجين فتقل بشكل كبير مع زيادة نسبة رطوبته. هذا وقد مكن وقت الطهي المطبق (6-12د) من التخلص مما يصل الى 95% من العوامل المضادة للترسيب. من جهة اخرى، ادت إضافة الأكرنتان الى التركيبة الخالية من الغلوتين بنسبة 0.5%؛ 1% و 1.5% إلى زيادة كبيرة في قدرة امتصاص الماء للدقيق المركب (ارز-حمص)، كما ادت الى زيادة لزوجة العجين وصلابته، مما قلل من التصاقه. اضافة الى تسجيل زيادة ملحوظة في الحجم النوعي للبسكويت-طحين ونشاطه المائي وانخفاض محسوس في صلابته. اظهر ادخال مزيج علكتي الأكرنتان-خروب تأثيرا تفاعليا ايجابيا وهامًا على الحجم النوعي للبسكويت-طحين وسلبيا على نشاطه المائي. حيث مكنت منهجية مساحات الاستجابة من ايجاد مستوى أمثل لكل من علكة الأكرنتان والخروب عند 75% (على اساس وزن الدقيق) لكل منهما. ادت إضافة ليسيثين الصويا الى زيادة تماسك العجين وتقليل التصاقه، وايضا الى تحسين الحجم النوعي للبسكويت-طحين مع تقليل نشاطه المائي وصلابته. اشارة البنية المجهرية للعجين الخالي من الغلوتين ان استعمال الليسيثين ومزيج علكتي الأكرنتان-خروب معًا ادى الى تحسن في توزيع الدهون واعطائه أكثر تجانسًا مما هو عليه في حالة استعمال الأكرنتان بمفرده. كما أظهرت البنية المجهرية الداخلية لكل من البسكويتين-طحين الناتجين عن العجينين المذكورين بنية أكثر تغليفًا بالدهون، مع سطح أكثر نعومة.

اما ما يخص الخصائص الانسيابية للعصيدة المحضرة من البسكويت-طحين فقد تبين ان إضافة علكتا الأكرنتان والخروب ادت إلى زيادة اللزوجة ومؤشر الاتساق للعصيدة الخالية من الغلوتين بشكل كبير، بينما أدت إضافة الليسيثين إلى خفضها بشكل ملحوظ.

بناءً على النتائج التي تم الحصول عليها، يمكن تصنيف الصيغة التي تحتوي على ليسيثين الصويا على أنها الأفضل، تليها الصيغة التي تحتوي على علكتا الأكرنتان-خروب معًا.

**الكلمات المفتاحية:** الصياغة، بسكويت-طحين الأطفال، خالي من الغلوتين، أرز، حمص، علكة الأكرنتان، علكة الخروب، ليسيتين الصويا، الجودة التكنولوجية.

## Abstract

The main objective of this work was to contribute to the diversification and improvement of the gluten-free diet for Algerian celiac children, through the formulation and manufacturing of an infant flour based on rice-chickpea. This flour can be consumed either in solid or in gruel form, to which we gave the compound name "gluten-free biscuit-flour".

A formulation has been made meeting the nutritional objectives for cereal-based infant complementary foods. A study of the effect of technological parameters (baking time and temperature and hydration rate of the dough) on the quality of flour-biscuits was made by the methodology of response surfaces. In order to overcome the problems encountered during gluten-free dough processing and improve the quality of biscuit-flour after baking, natural gums (xanthan and carob) and soy lecithin are incorporated. The rheological quality of dough, technological and sensory quality of biscuit-flour were evaluated. A microscopic characterization was also carried out. The rheological properties of the gruels prepared from the biscuits-flours were evaluated by the flow test.

The technological feasibility of our gluten-free formula to give this type of food was verified. It was found that the baking time has a greater effect on the final moisture of the biscuit-flour than the other technological parameters. Starch gelatinization rate and specific volume were significantly more affected by dough hydration rate. Dough hardness is significantly reduced with the level of water added. The Baking time applied (6-12 min) allowed the destruction of up to 95% of the antitrypsic factors. The incorporation of GX at 0.5; 1% and 1.5% significantly increased the water absorption capacity (WAC) of the R-PC composite flour, the viscosity and the hardness of the dough, reducing its stickiness. A significant increase in the  $V_{sp}$  of the biscuits-flours and their  $a_w$  was found, resulting in a significant reduction in their hardness. The incorporation of a combination of GX-GC showed a positive and significant interaction effect on the specific volume of cookies and negative on their  $a_w$ . An optimization of the incorporation levels of both GX-GC gums made it possible to set an optimum at 0.75% each (f.w.b.) each. The incorporation of soy lecithin significantly increased the firmness of the dough and reduced its stickiness. The  $V_{sp}$  of biscuits-flours is significantly improved with a reduction in their  $a_w$  and hardness. Adding lecithin as well as GX-GC gave doughs with a more homogeneous structure than adding xanthan alone. Corresponding Biscuits-flours also exhibited a more fat-coated structure, with a smoother surface.

Addition of gums significantly increased the viscosity and consistency index of gluten-free gruels, while lecithin markedly reduced them.

Based on the results obtained, the incorporated formula of soy lecithin could be ranked as the best, followed by the incorporated one of a combination of GX-GC.

---

**Keywords:** Formulation, infant biscuit-flour, gluten-free, rice, chickpea, xanthan gum, carob gum, lecithin, technological quality.

## Résumé

L'objectif principal de ce travail était de contribuer à la diversification et l'amélioration de l'alimentation sans gluten pour des enfants cœliaques algériens, à travers la formulation et l'élaboration d'une farine infantile à base de riz-pois chiche. Cette farine peut être consommée sous une forme solide (biscuit) ou délayée (bouillie), à laquelle nous avons donné le nom composé "farine-biscuits sans gluten".

Une formulation a été faite en répondant aux objectifs nutritionnels pour les aliments de complément infantiles à base de céréales destinés aux enfants en bas âge. Une étude de l'effet des paramètres technologiques (temps et température de cuisson et taux d'hydratation de la pâte) sur la qualité des farines-biscuits a été faite par la méthodologie des surfaces de réponse. Dans le but de surmonter les problèmes rencontrés au cours du processus de préparation des pâtes sans gluten et améliorer la qualité des farines-biscuits après cuisson, des gommages alimentaires naturelles (de xanthane et de caroube) et de la lécithine de soja sont incorporées. La qualité rhéologique des pâtes, technologique et sensorielle des farines-biscuits a été évaluée. Une caractérisation microscopique a également été réalisée. Les propriétés rhéologiques des bouillies préparées à partir des farines-biscuits ont été évaluées par le test d'écoulement.

La faisabilité technologique de notre formule sans gluten à donner ce type d'aliment a été vérifiée. Le temps de cuisson est avéré avoir plus d'effet sur l'humidité finale des farines-biscuits que les autres paramètres technologiques. Le taux de gélatinisation de l'amidon et le volume spécifique étaient significativement plus affectés par le taux d'hydratation de la pâte. Le temps de cuisson appliqué (6-12 min) a permis de détruire jusqu'à 95% des facteurs antitrypsiques. L'incorporation de GX à 0,5 ; 1 et 1,5% a significativement augmenté la CAD de la farine composite R-PC, la viscosité et la dureté de la pâte et réduit son adhésivité. Une augmentation significative de l' $a_w$  et du  $V_{sp}$  des farines-biscuits est traduite par une réduction significative dans leur dureté. L'incorporation d'une combinaison de GX-GC a montré un effet d'interaction positif et significatif sur le volume spécifique des biscuits et négatif sur leur  $a_w$ . Une optimisation des niveaux d'incorporation des deux gommages a permis de fixer un optimum à 0,75% chacune (sur base de farine). L'incorporation de la lécithine de soja a significativement augmenté la fermeté de la pâte et réduit son adhésivité. Le  $V_{sp}$  des farines-biscuits est également amélioré avec une réduction dans leurs  $a_w$  et leur dureté. L'ajout de la lécithine aussi bien que la combinaison GX-GC a donné des pâtes avec une structure plus homogène que celle ajoutée de xanthane seul. Les farines-biscuits correspondantes ont également présenté une structure plus enrobée, avec une surface plus lisse.

L'ajout des gommages a significativement augmenté la viscosité et l'indice de consistance de la bouillie sans gluten, alors que la lécithine les a nettement diminués.

Sur la base des résultats obtenus, la formule incorporée de la lécithine de soja pourrait être classée comme meilleur, suivie de celle incorporée d'une combinaison de GX-GC.

---

**Mots clés :** Formulation, farines-biscuits infantiles, sans gluten, riz, pois chiche, gomme de xanthane, gomme de caroube, lécithine, qualité technologique.