

# UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA

Faculté Sciences de la nature et de la vie

## THESE DE DOCTORAT

en Sciences agronomiques

Spécialité : Nutrition et transformation des aliments

MISE AU POINT DE FARINES POUR PAINS SPECIAUX A BASE DE BLE  
TENDRE, ORGE ET D'AUTRES PRODUITS DE MOUTURE ET ANALYSE DE LA  
FORCE BOULANGERE

Par

**Samira BENLEMMANE**

Devant le jury composé de :

S.MEGATLI	Maitre de conférences A, U. de Blida 1	Président
D.EL HADI	Professeur, U. de Blida 1	Directeur de thèse
A.MEZAINI	Maitre de conférences A, U. de Chlef	Examineur
A.HADJ ZIANE	Professeur, U.de Blida 1	Examinatrice
K.LOUHAB	Professeur, U. de Boumerdes	Examineur
K.BENRACHEDI	Professeur, U.de Boumerdes	Examineur

Blida, 2019

## RESUME

Au cours de ces dernières années, beaucoup d'efforts ont été déployés pour promouvoir l'utilisation de farines composées, dans lesquelles une partie de la farine de blé est substituée par les farines issues des cultures locales.

L'objectif de cette étude était d'optimiser la fabrication du pain en utilisant des farines composées. Le plan d'expérience pour l'optimisation statistique de la farine composée a été réalisé en utilisant la méthodologie de surface de réponse.

Les variables sont les pourcentages de farine de blé tendre, blé dur et orge, les réponses ont été les propriétés chimiques, fonctionnelles et rhéologiques des farines composées.

Les modèles obtenus pour l'humidité, les cendres, les lipides, les fibres, les protéines et glucides sont significatifs avec une bonne performance de prédiction, les valeurs de  $R^2$  sont de 0,9597, 0,9987, 0,9838, 0,9996, 0,9888 et 0,9993 respectivement.

Les coefficients de corrélation  $R^2$  entre les valeurs observées et prédites sont respectivement 0,9615, 0,9958, 0,9793 et 0,8972 pour CAE, CAH, CG et DA, indiquant un bon ajustement pour les modèles.

Les modèles obtenus pour W et P/L sont significatifs et offrent un bon niveau de prédiction avec les valeurs de  $R^2$  de 0,98, et 0,99 respectivement. Il y avait un manque d'ajustement non significatif pour toutes les réponses.

Les résultats ont montré que le mélange de farine composée optimale est composé de 77 %, 17 % et 6 % de blé tendre, blé dur et orge respectivement avec 11,30 % de protéines, 2 % de matières grasses, 13,30 % d'humidité, 1,42 % de fibres, 1 % de cendres, W (171 joules  $10^{-4}$ ) et P/L (1,38). Une bonne adéquation a été observée entre les valeurs expérimentales et prédites.

Mots clés : farines composées ; paramètres rhéologiques ; optimisation ; fabrication du pain.

## ABSTRACT

In recent years much effort has been made to promote the use of composite flours, in which a portion of wheat flour is replaced by locally grown crops. The objective of this study was to optimize the making of bread using composite flours. The experimental design for the statistical optimization of the composite flour was carried out using optimum mixture model of response surface methodology.

The variables were percentages soft wheat, durum wheat and barley flour, while the responses were the proximate, functional and the rheological properties of composite flours.

The models obtained for moisture, ash, fat, fiber, protein, and carbohydrate are significant and offer a high level of predictability with  $R^2$  values of 0,9597, 0,9987, 0,9838, 0,9996, 0,9888 and 0,9993 respectively.

The correlation coefficients  $R^2$  for the observed and predicted values were 0,9615, 0,9958, 0,9793 and 0,8972 for WAC, OAC, SC and DA, respectively, indicating a good fit for the model.

The models obtained for W and P/L are significant and offer a high level of predictability with  $R^2$  values of 0,98, and 0,99 respectively. There was no significant lack of fit for all responses.

The result showed that the optimum composite flour blends consisted 77%, 17% and 6% of soft wheat, durum wheat and whole barley flours respectively. The optimum composite flour consisted 11,30% protein, 2% fat, 13,30% moisture, 1,42% fibre content, 1% ash, W (171 joules  $10^{-4}$ ) and P/L (1,38). A good agreement was observed between the experimental and predicted values.

**Keywords:** composite flours; rheological parameters; optimization; bread making.

## ملخص

في السنوات الأخيرة بذل جهد كبير لاستخدام الدقيق المركب حيث يتم استبدال جزء من دقيق القمح لمحاصيل زراعية محلية، كان الهدف من هذه الدراسة هو تحسين صناعة الخبز باستعمال الدقيق المركب، تم تنفيذ المخطط التجريبي للتحسين الإحصائي للدقيق المركب باستخدام نموذج المزيج المثالي لمنهجية مسافات الأجوبة، المتغيرات هي النسبة المئوية للقمح اللين، القمح الصلب و دقيق الشعير في حين كانت الأجوبة هي الخصائص الكيميائية، الوظيفية و الريولوجية للدقيق المركب، تعتبر النماذج المتحصل عليها للرطوبة و الرماد، الدهون، الألياف، البروتين، و الكربوهيدرات دالة و توفر مستوى عالي من القدر على التنبؤ مع قيم  $R^2$ : 0,9597 , 0,9987 , 0,9838 , 0,9996 و 0,9993 على التوالي .

كانت معدلات معاملات الارتباط  $R^2$  للقيم المرصودة و المتبنى بها هي: 0,8972, 0,9793, 0,9958 و 0,9615 بالنسبة ل CAE, CAH, CG و DA على التوالي مما يشير إلى توافق جيد مع النموذج. و تعتبر النماذج التي تم الحصول عليها بالنسبة ل P/L و W توفر مستوى عالي من القدرة على التنبؤ مع القيم 0,982 و 0,99 على التوالي.

لم نسجل نقص في التعديل بالنسبة لجميع الإجابات، أظهرت النتائج أن الخلطة المثالية للدقيق المركب هي 77 % القمح اللين , 17% قمح الصلب و 6 % دقيق الشعير على التوالي، إن الدقيق المركب الأمثل يحتوي على 11,30 % من البروتين 2% من الدهون 13,30 % رطوبة 1,42 % الألياف 1 % رماد ، W (171 جول  $10^{-4}$ ) و P/L (1,38) .  
التناسق جيد لوحض بين القيم التجريبية و القيم المتوقعة.

كلمة البحث : طحين مركب، خصائص ريولوجية, تحسين صناعة الخبز.

## REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier Dieu tout puissant pour m'avoir préservé, donné la santé et guidé vers la connaissance et le savoir.

Je remercie vivement mon promoteur, M<sup>r</sup> Pr. EL HADI pour m'avoir encadré et guidé tout le long de ce travail et pour les nombreux conseils.

Mes remerciements les plus chaleureux et respectueux au président du jury, M<sup>r</sup> Dr. MEGATLI pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de juger ce modeste travail.

J'exprime aussi mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à M<sup>me</sup> Pr. HADJ ZIANE membre de jury pour avoir accepté de juger ce modeste travail.

Mes chaleureux remerciements s'adressent également à M<sup>r</sup> Dr. MEZAINI membre de jury pour d'avoir bien voulu examiner ce modeste travail.

Je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements à M<sup>r</sup> Pr. BENRACHEDI pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse.

Je remercie également M<sup>r</sup> Pr. LOUHAB d'avoir bien voulu examiner ce travail de recherche et qu'il m'a fait en participant à ce jury.

J'adresse mes salutations à tout le staff administratif, pédagogique, technique et sécuritaire du département d'agro-alimentaire de l'université de Blida.

A titre plus personnel, Je remercie chaleureusement mon mari pour la grande patience, l'encouragement et la confiance qu'il m'a témoigné.

## TABLE DE MATIERES

RESUME

REMERCIEMENTS

TABLE DE MATIERE

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

INTRODUCTION	14
1. LES CEREALES ET LA PANIFCTION	18
1.1. Structure et composition des grains de céréales	18
1.2. Valeur nutritionnelle des céréales	19
1.3. Production, consommation et utilisation des céréales	28
1.4. Le blé	32
1.5. Le grain d'orge	42
1.6. Le pain	45
2. METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES	53
2.1. Introduction	53
2.2. Historique des plans d'expériences	53
2.3. Définition et objectifs d'un plan d'expériences	55
2.4. Les différents types de plan d'expériences	56
2.5. Terminologie et vocabulaire utilisés dans les plans d'expériences	56
2.6. Représentation mathématique d'une étude par une matrice d'expériences	58
2.7. Notion du nombre de degrés de liberté	59
2.8. Coefficient de détermination R <sup>2</sup>	59
2.9. Coefficient de détermination R <sup>2</sup> ajusté	60
2.10. Plan de mélange	60
2.11. Notation mathématique	63
2.12. Variances	63
2.13. Analyse statistique de la variance	65
2.14. Validation du modèle mathématique	65
2.15. Test de Fisher	65

2.16. Validation du modèle par Points test	67
2.17. Probabilité	67
2.18. Analyse des résidus	67
2.19. Exploitation du modèle validé	69
2.20. Méthodologie de surface de réponse et courbe iso-réponse	69
2.21. Fonction de désirabilité et optimisation multi-objectifs	71
2.22. Logiciels des plans d'expérience	73
2.23. Conclusion	73
3. METHODES ET MATERIELS	74
3.1. Objectifs de l'étude	74
3.2. Démarche expérimentale	75
3.3. Méthodes d'analyses	77
4. RESULTATS ET DISCUSSION	95
4.1. Paramètres technologiques des farines	95
4.2. Composition minérale des farines	97
4.3. Paramètre trichromatique $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ des farines	98
4.4. Paramètres chimiques des farines composées	99
4.5. Paramètres rhéologiques des farines composées	110
4.6. Propriétés fonctionnelles des farines composées	114
4.7. Analyse de la variance	122
4.8. Validité des modèles mathématiques	123
4.9. Validation des modèles adoptés par l'étude graphique des résidus	124
4.10. Optimisation et vérification de la prédictibilité des modèles	135
4.11. Les caractéristiques physiques des pains	138
4.12. Les paramètres de couleur des pains	139
4.13. Test sensoriel des pains	139
CONCLUSION	
APPENDICE A	
REFERENCES	

## LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

### Graphiques et figures

Figure 1.1	Morphologie de différents grains de céréales	18
Figure 1.2	Apport énergétique journalier des différentes céréales au cours de l'année 2011	21
Figure 1.3	Représentation schématique de l'amylose et l'amylopectine	21
Figure 1.4	Apport protéique journalier des différentes céréales au cours de l'année 2011	24
Figure 1.5	Production et utilisation des céréales 2005–16	29
Figure 1.6	consommations journalière des différentes céréales au cours de l'année 2011	29
Figure 1.7	Produits dérivés des céréales	30
Figure 1.8	Structure histologique et distribution des éléments nutritifs du grain de blé	34
Figure 1.9	Première transformation du blé	35
Figure 1.10	Facteurs influençant la qualité boulangère du blé et les propriétés rhéologiques de la pâte	39
Figure 1.11	Variation de la couleur de la surface de pain pendant la cuisson au four à 180C, 200C et 220C	51
Figure 2.1	Domaine de variation du facteur compris entre les deux niveaux bas (-1) et haut (+1)	57
Figure 2.2	Délimitation de l'espace expérimentale d'un plan d'expériences à deux facteurs	58
Figure 2.3	Emplacement des points expérimentaux dans le domaine expérimental	58
Figure 2.4	Représentation graphique d'un plan de mélange à trois facteurs	61
Figure 2.5	Disposition des points expérimentaux selon les plans de mélanges classiques	62
Figure 2.6	Distribution graphique de la loi de Fisher-Snedecor	66

Figure 2.7	Exemple de répartition des résidus en fonctions des valeurs prédites	68
Figure 2.8	Diagnostic typique de la normalité des résidus	68
Figure 2.9	Exemple de surface de réponse mettant en évidence une interaction entre deux facteurs	70
Figure 2.10	Surface de réponse plane avec absence d'interaction entre les facteurs	70
Figure 2.11	Exemple de courbe iso-réponse	71
Figure 2.12	Courbes d'isoréponse d'un plan de mélange en présence de trois facteurs	71
Figure 4.1	Courbes iso-réponses de la teneur en eau en fonction des trois mélanges	101
Figure 4.2	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de l'humidité	101
Figure 4.3	Courbes iso-réponses de la teneur en cendres en fonction des trois mélanges	102
Figure 4.4	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des cendres	102
Figure 4.5	Courbes iso-réponses des effets des trois mélanges sur la teneur en Lipides	104
Figure 4.6	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des lipides	104
Figure 4.7	Courbes iso-réponses de la teneur en fibres en fonction des trois mélanges	105
Figure 4.8	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des fibres	105
Figure 4.9	Courbes iso-réponses de la teneur en protéines en fonction des trois mélanges	107
Figure 4.10	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des protéines	107
Figure 4.11	Courbes iso-réponses de la teneur en glucides en fonction des trois mélanges	108
Figure 4.12	Représentation graphique des réponses prédites en fonction	108

	des réponses expérimentales des glucides	
Figure 4.13	Courbes iso-réponses de la variation du travail en fonction des trois mélanges	112
Figure 4.14	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales du travail (W)	113
Figure 4.15	Courbes iso-réponses du ration P/L en fonction des trois mélanges	113
Figure 4.16	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales du ratio de configuration P/L	114
Figure 4.17	Courbes iso-réponses de la variation de la capacité d'absorption d'eau (CAE) en fonction des trois mélanges	117
Figure 4.18	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la CAE	117
Figure 4.19	Courbes iso-réponses de la variation de la capacité d'absorption d'huile (CAH) en fonction des trois mélanges	118
Figure 4.20	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la CAH	118
Figure 4.21	Courbes iso-réponses de la variation de la capacité de gonflement (CG) en fonction des trois mélanges	119
Figure 4.22	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la capacité de gonflement	119
Figure 4.23	Courbes iso-réponses de la variation de la densité apparente (DA) en fonction des trois mélanges	120
Figure 4.24	Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la densité apparente	120
Figure 4.25	Distribution des résidus de l'humidité en fonction des valeurs prédites	124
Figure 4.26	Graphe de la normalité des résidus de l'humidité	124
Figure 4.27	Distribution des résidus des cendres en fonction des valeurs prédites	125
Figure 4.28	Graphe de la normalité des résidus des cendres	125
Figure 4.29	Distribution des résidus des lipides en fonction des valeurs prédites	126

Figure 4.30	Graphe de la normalité des résidus des lipides	126
Figure 4.31	Distribution des résidus des fibres en fonction des valeurs prédites	127
Figure 4.32	Graphe de la normalité des résidus des fibres	127
Figure 4.33	Distribution des résidus des protéines en fonction des valeurs prédites	128
Figure 4.34	Graphe de la normalité des résidus des protéines	128
Figure 4.35	Distribution des résidus des glucides en fonction des valeurs prédites	129
Figure 4.36	Graphe de la normalité des résidus des glucides	129
Figure 4.37	Distribution des résidus du travail (W) en fonction des valeurs prédites	130
Figure 4.38	Graphe de la normalité des résidus du travail(W)	130
Figure 4.39	Distribution des résidus du ratio (P/L) en fonction des valeurs prédites	131
Figure 4.40	Graphe de la normalité des résidus ratio (P/L)	131
Figure 4.41	Distribution des résidus de la CAE en fonction des valeurs prédites	132
Figure 4.42	Graphe de la normalité des résidus la CAE	132
Figure 4.43	Distribution des résidus de la CAH en fonction des valeurs prédites	133
Figure 4.44	Graphe de la normalité des résidus de la CAH	133
Figure 4.45	Distribution des résidus de la capacité de gonflement (CG) en fonction des valeurs prédites	134
Figure 4.46	Graphe de la normalité des résidus la CG	134
Figure 4.47	Distribution des résidus de la densité apparente (DA) en fonction des valeurs prédites	135
Figure 4.48	Graphe de la normalité des résidus de la DA	135
Figure 4.49	Courbes iso-réponses montrant la variation de la desirabilité en fonction des trois mélanges	136
Figure 4.50	Illustration de l'étude graphique en 2D de la zone de compromis acceptable	137

Figure 4.51	Structure de la mie des pains	140
-------------	-------------------------------	-----

## Tableaux

Tableau1.1	Composition biochimique des céréales exprimée en (% M.S)	19
Tableau1.2	Teneur en protéines des grains de céréales (en % de grain entier)	25
Tableau1.3	Comparaison des teneurs en acides aminés essentiels en g/100g de protéines dans les grains de céréales et les farines avec les teneurs recommandées la FAO pour les enfants et les adultes	26
Tableau1.4	Composition minérale des grains de céréales en (mg/100g)	28
Tableau1.5	Composition chimique de farine de blé (exprimée par rapport à la M.S) en fonction du taux d'extraction	36
Tableau1.6	Facteurs influençant la qualité de la farine	36
Tableau3.1	Matrice plan de mélange centré	76
Tableau3.2	La formulation des pains témoins et pains optimums	92
Tableau4.1	Résultats de détermination des paramètres technologiques des farines	95
Tableau4.2	Composition minérale des échantillons de farines (mg / g de M.S)	98
Tableau4.3	Paramètre trichromatique L *, a*, b* des farines	99
Tableau4.4	Paramètres chimiques des farines composées	100
Tableau4.5	Paramètres rhéologiques des farines composées	110
Tableau4.6	propriétés fonctionnelles des farines composées	116
Tableau4.7	Résumé de l'ajustement des modèles mathématiques adoptés pour les réponses des paramètres chimiques et rhéologiques des farines composées	123
Tableau4.8	Résumé de l'ajustement des modèles mathématiques adoptés pour les réponses des paramètres fonctionnels des farines composées	123
Tableau4.9	Comparaison entre les valeurs des réponses prédites et celles observées sous les conditions optimales	137

Tableau4.10	Caractéristiques physiques des pains	138
Tableau4.11	Valeurs expérimentales des paramètres de couleur des croustes et des mies	139
Tableau4.12	Résultats de l'analyse sensorielle des échantillons de pains	140

## INTRODUCTION

L'Algérie est l'un des plus grands pays consommateurs de céréales au monde. Ainsi, la consommation céréalière moyenne directe par habitant est l'une des plus importantes au monde. En 2009, elle a été estimée à 229,75 kg/an par personne. La demande nationale n'est couverte en moyenne qu'à 25% par la production locale, très dépendante de la pluviométrie. A titre indicatif, le taux de couverture en blés par les importations s'établit à 74% sur la période 2005-2009, pour des besoins nationaux de 7,6 millions de tonnes. Le déficit concerne beaucoup plus le blé tendre que le blé dur [1].

L'Algérie étant déficitaire plus spécialement en blé tendre, le total des importations a atteint 6,7 millions de tonnes en 2015 (soit 1612 Millions UDS), soit une augmentation de 24% en quantité par rapport à 2014 (5,4 millions de Tonnes) [2]. L'Algérie est donc confrontée à un problème de dépendance extérieure qui s'accompagne de lourdes factures et de fortes incertitudes en raison de la volatilité des marchés.

Cette situation risque de s'accroître plus si on prend en considération la spécification de la consommation alimentaire en Algérie qui est déterminée essentiellement par deux facteurs. D'abord par le changement des régimes alimentaires de la population et ensuite par l'augmentation des quantités consommées. D'après les statistiques du FAO, l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture, en collaboration avec la Fédération mondiale des boulangers, les Algériens consomment 48 600 000 pains chaque jour, occupant de ce fait, le premier rang des consommateurs de pain dans le monde. La farine de blé est le principal ingrédient utilisé dans la fabrication du pain, en raison de la nature de ces protéines et de leurs propriétés fonctionnelles. La présence de la glutenine et la gliadine confère au blé ses propriétés viscoélastiques uniques [3] bien que d'autres céréales contiennent des groupes protéiques similaires au gluten, leur capacité de rétention gazeuse est limitée [4].

Généralement, les céréales présentent une ressemblance du point de vue composition chimique, La farine de blé comprend approximativement 72% Hydrates de carbone, 8 à 13% de protéines, 12 à 13% d'humidité, 2,5% de sucre et 1,5% de graisse, 1,0% de protéine soluble et 0,5% Sels minéraux. Dans le but de réduire ou d'arrêter les importations de blé tendre, le gouvernement Algérien encourage l'utilisation de farines composées pour la production du pain. Il est considéré économiquement avantageux de réduire ou même éliminer les importations de blé si la demande de produits de boulangerie est satisfaite par l'utilisation de matières premières cultivées localement. Pour cette raison, il se développe de plus en plus des technologies de substitution de la farine de blé par des farines provenant des ressources alimentaires locale [5].

Contrairement au blé tendre, la culture du blé dur et d'orge et est associée en général aux zones semi-arides. Le gouvernement algérien encourage l'utilisation de la farine de blé dur pour remplacer une partie de la farine de blé tendre dans la fabrication du pain. Cependant, d'autres farines de céréales peuvent également être utilisées dans la fabrication du pain par exemple l'orge, qui a un bon potentiel pour la fabrication du pain en raison de sa valeur nutritionnelle [6]. Aussi l'incorporation de la farine d'orge à la farine de blé a un effet positif sur la qualité du pain en retardant le rassissement [7].

Le blé dur est probablement l'une des plus anciennes cultures au monde, en méditerranée, cette culture est essentiellement pluviale avec des précipitations variant entre 200 et 800 mm [8]. En Algérie, la production du blé dur progresse au même rythme que du blé tendre (+47% entre les moyennes quinquennales 2000-2004 et 2008-2012), contre +84% pour l'orge, qui reste plus importante que le blé tendre, à plus de 13 millions de quintaux en 2008-2012, contre 8 pour le blé tendre et 19 pour le blé dur [9]. De ce fait, mélanger la farine de blé panifiable avec la farine de blé dur et la farine d'orge complète contribue non seulement à la sécurité alimentaire des Algériens mais aussi à préserver leur santé [10].

Cependant le maintien des propriétés rhéologiques de la pâte et les caractéristiques sensorielles du pain pourrait constituer un grand défi. Pour relever ce défi, la méthode des plans d'expériences a été adoptée, ce sont des

techniques qui permettent de quantifier les effets de divers facteurs sur les réponses et de les optimiser dans des domaines expérimentaux bien déterminés.

L'objectif principal de cette recherche est de valoriser la farine de blé dur co-produit de la semoulerie et la farine d'orge produit destinée surtout à l'alimentation animale dans la préparation d'un pain composé enrichi en protéines et fibres et créer ainsi de nouvelles opportunités pour l'utilisation de ces farines et mettre au point de nouveaux produits à haute valeur ajoutée (farines ,pain). Pour atteindre cet objectif principal, ce travail se donne les sous objectifs suivants :

- ✓ Déterminer l'influence des taux de substitution sur les propriétés physico-chimiques, fonctionnelles et rhéologiques des farines composées par l'élaboration d'équations de régression polynomiales en utilisant la méthodologie des plans d'expériences,
- ✓ Optimisation des propriétés rhéologiques à l'aide de la méthode d'optimisation multicritères (désirabilité),
- ✓ Déterminer l'influence du taux de substitution sur les propriétés physiques, colorimétriques et organoleptiques du pain composé et les comparer à la farine 100% blé tendre.

## Présentation du travail réalisé

Ce document est réparti en quatre parties. Dans la première partie, nous avons effectué une synthèse bibliographique sur les céréales, leur valeurs nutritionnelle, leur importance dans le monde et en Algérie, leur utilisation en panification et enfin la panification et ses aspects.

Une deuxième partie est dédiée aux notions des plans d'expériences

La troisième partie contient une description du matériel et des méthodes expérimentales employées dans la réalisation pratique de cette étude. Les modes opératoires, les réactifs, les appareils de mesure et d'analyses technologiques, chimiques, fonctionnelles et rhéologiques.

La quatrième partie sera consacrée à la présentation et à la discussion des résultats obtenus. Après la conclusion générale va permettre de répondre aux questions soulevées par ce travail de thèse et de statuer sur l'intérêt des farines de blé dur et d'orge en panification et sur le taux de substitution acceptable. Les références bibliographiques sont classées à la fin de cette thèse.

## CHAPITRE 1

### LES CEREALES ET LA PANIFICATION

#### 1.1. Structure et composition des grains de céréales

Les céréales appartiennent à la famille des Poacées (graminées). On y distingue plusieurs familles, dont celle des triticeées qui regroupent le blé tendre, le blé dur, le seigle et l'orge [11].

Le grain des céréales est un fruit sec indéhiscent (caryopse), dans lequel les enveloppes du fruit sont intimement soudées à celles de la graine. Cette graine est caractérisée par la présence d'un tissu de réserve ou « albumen » indépendant de l'embryon. Les grains des différentes espèces de céréales montrent une certaine diversité de forme et de taille et, à l'exception du maïs et du riz, sont caractérisés par un sillon plus ou moins prononcé (blé, orge, avoine, seigle, triticales, etc.) (Figure 1.1).

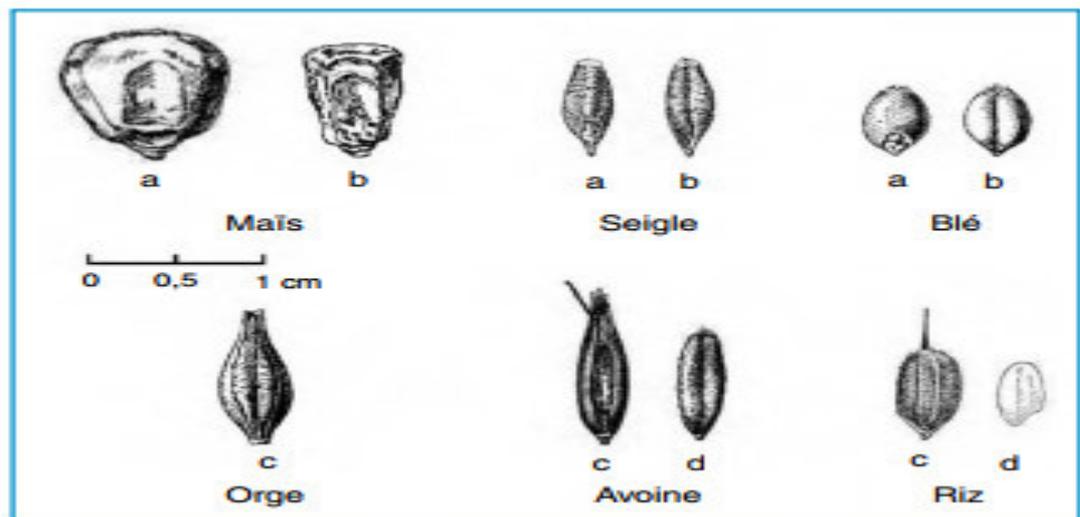


Figure 1.1 : Morphologie de différents grains de céréales. a : vue dorsale, b : vue ventrale ; c : grain vêtu, d : grain nu. [12]

Le grain de céréale comporte trois parties : l'amande, le germe et les enveloppes. Les enveloppes sont constituées de plusieurs couches, la plus fine

accollée à l'amande est appelée aleurone ou assise protéique, parfois encore couche merveilleuse ! L'aleurone est surmontée des couches externes ou son. L'amande contient l'amidon, forme de réserve de l'énergie dans les plantes, et les protéines en particulier le gluten qui contient les prolamines : glutenine dans le blé, l'orge, le seigle, l'avoine, mais également la secaline du seigle, l'hordenine de l'orge, l'avenine de l'avoine. Le setan est une spécialité asiatique à base de blé ou d'épeautre très riche en protéines (gluten).

Le germe est aussi une source de protéines, mais surtout de lipides – acides gras insaturés principalement, et notamment acide alpha-linoléique –, de vitamine E. L'assise protéique contient bien sûr des protéines, de bonne valeur biologique, des vitamines du groupe B, des lignanes (les phyto-oestrogènes des céréales, etc.). Le son est surtout riche en fibres et en minéraux [13].

### 1.2 Valeur nutritionnelle des céréales

Le groupe des céréales fournit des teneurs importantes de la majorité des nutriments et joue un rôle important dans l'équilibre du régime alimentaire (Tableau 1.1). (*Triticum aestivum*) est de loin la culture la plus importante des céréales en raison de son caractère panifiable. Cependant, il peut aussi y avoir de très bonnes raisons pour utiliser d'autres céréales. En effet, la valeur nutritionnelle du pain pourrait être améliorée si, par exemple, le seigle (*Secale cereale*), l'orge (*Hordeum vulgare*) et l'avoine (*Avena sativa*) sont incorporés dans la formulation du pain.

Tableau 1.1 : Composition biochimique des céréales exprimée en (% M.S) [14]

Constituant	blé	Riz	maïs	orge	avoine	seigle
Amidon	75-80	85-90	75-80	70-80	70-80	75-80
Protéines	9-16	8-11	9-12	9-12	12-15	12-15
Lipides	2-3	0,5-1,0	1-2	1-2	6-8	1-2
Fibres brutes	2-3	0,2-0,6	5-6	5-6	1-2	2-3
minéraux	1-2	0,4-0,6	2-3	2-3	2-3	2-3

## 1.2.1. Les macronutriments

### 1.2.1.1. Les glucides

Les glucides représentent environ 65% à 75% du poids du grain de blé, avec des valeurs similaires rapportées pour la majorité des autres céréales, ils peuvent être classés en fonction de leur taille moléculaire et leur degré de polymérisation, chaque groupe est subdivisé selon le nombre et la composition des unités monosaccharide. Cette classification comprend les sucres (monosaccharides et disaccharides), oligosaccharides, amidon (amylose et amylopectine) et polysaccharides non amylacés [15] .

De nombreuses études ont rapporté que les glucides des céréales renferment environ 1% de monosaccharides (glucose,fructose) et disaccharides (saccharose et maltose), environ 1% d'oligosaccharides (raffinose et fructo-oligosaccharides), 1-2% de fructanes, 65 à 75% d'amidon et environ 10% de polysaccharides de la paroi cellulaire (principalement la cellulose, l'arabinoxylane et le b-glucane), ces derniers représentent les principaux fibres diététiques [15, 16].

L'amidon est le carbohydate le plus abondant dans les céréales et la principale source de calories. Les céréales Les plus largement consommées sont le riz, le blé, et le maïs qui apportent 93 % des calories totales fournies par les céréales (figure 1.2) [17].

L'amidon, un polymère du glucose, est le composant majeure de l'endosperme du grain de céréales et la principale source d'énergie [18], il est composé de molécules de l'amylopectine ramifié et d'amylose linéaire ( figure1.3), La majorité des céréales contiennent 70 à 75 % d'amylopectine [17].

L'amylopectine est un polysaccharide ramifié composé de centaines de courtes chaines de (1-4) –alpha glucanes qui sont liées entre elles par des liaisons alpha (1-6) [19].

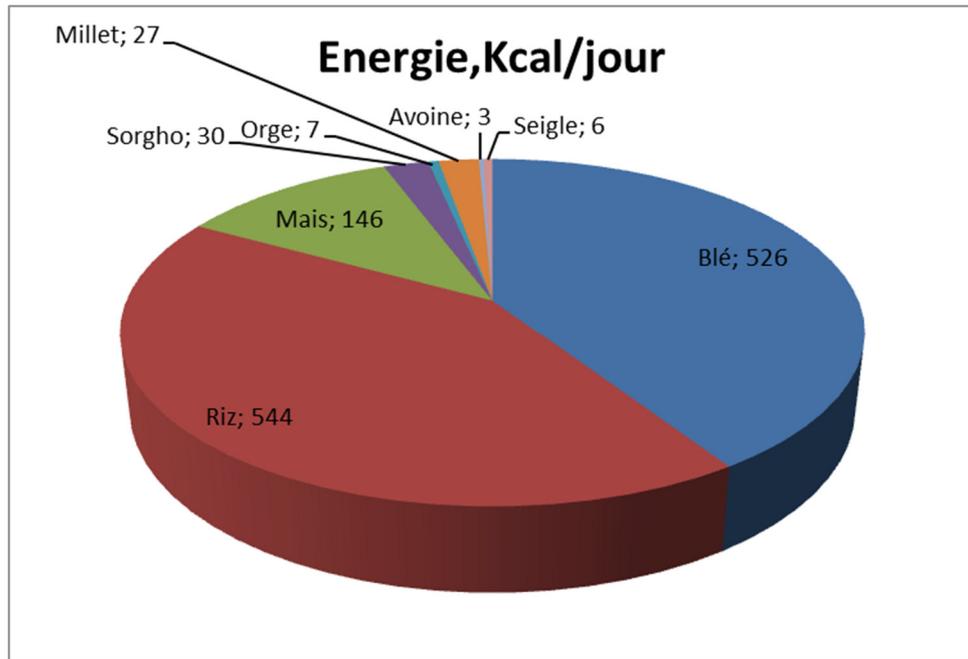


Figure 1.2 : Apport énergétique journalier des différentes céréales au cours de l'année 2011. Statistiques FAO (2014). Page électronique :

<http://apps.FAO.org/>.

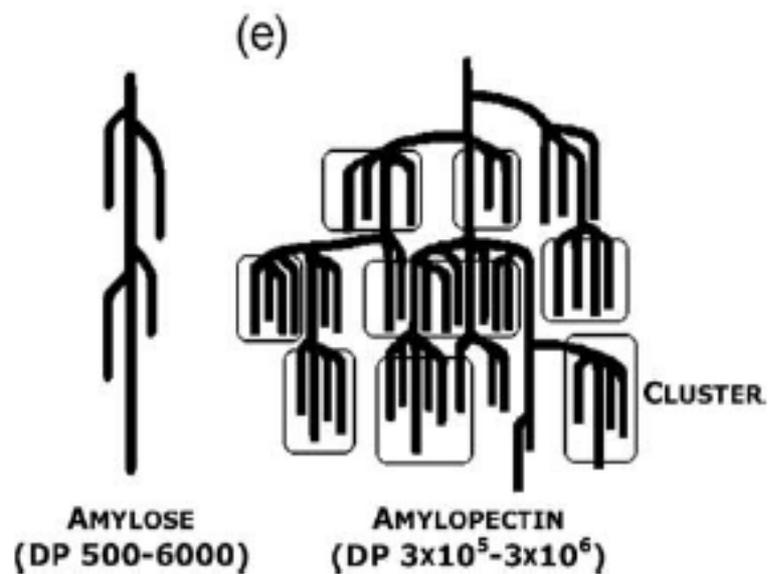


Figure 1.3 : Représentation schématique de l'amylose et l'amylopectine [20].

Les granules d'amidon des grains de céréales présentent une différence de taille (2–35  $\mu$ m), de distribution de taille des granules, de la température du début

de la gélatinisation et la teneur en amylose (0 %-70 %). La taille des granules d'amidon des céréales varie de 2 à 35  $\mu\text{m}$ , cette différence affecte les propriétés physico-chimiques telles que la capacité de gonflement, la vitrosité du grain et la capacité de rétention de l'eau [21].

D'un point de vue nutritionnel, la digestibilité des amidons de céréales est conditionnée par sa gélatinisation au cours de la cuisson et par la structure de l'aliment. En conséquence, elle dépend avant tout du procédé de fabrication [12].

En panification, les protéines de blé, en particulier le gluten, jouent un rôle important dans la texture de la pâte et du pain. Cependant, l'amidon, composant majeur du blé influe également sur la texture et la qualité de la pâte et du pain. Au cours de la panification, l'amidon qui constitue environ 75- 85% de la farine assure les fonctions suivantes : dilution du gluten, assemblage avec le gluten, absorption de l'eau du gluten par gélatinisation, et fourni ainsi au pain une structure perméable au gaz pour éviter son affaissement au cours du refroidissement [22].

Les céréales renferment aussi de faibles teneurs en glucides solubles tels que le glucose, le fructose, le maltose et le saccharose et ont un effet bénéfique aux diabétiques. Les céréales fortement raffinées présentent un indice glycémique plus élevé par rapport aux produits aux grains complets [17].

Brutes, non raffinées, les céréales sont des sources importantes de fibres (8 %) [13]. La quantité et la nature des fibres dépendent du type de la céréale (blé, avoine, orge, seigle) et du procédé de sa transformation. La farine blanche du blé contient de 2 à 4 % de fibres, la farine complète de 10 à 14 % et les sons de 40 à 60 %. Compte tenu de leur importance dans la recette, les céréales sont le premier contributeur de l'apport de fibres dans les produits céréaliers comme les biscottes, pains grillés ou biscuits [23].

Ces fibres sont multiples : lignine (à l'origine des lignanes), cellulose, hémicelluloses telles que les bêta-glucanes de l'avoine et de l'orge, les arabinoxylanes sources de xylo-oligosaccharides (XOS) de poids moléculaire variable. Certaines de ces fibres (XOS) ont des effets prébiotiques caractérisés,

d'autres fibres (bêta-glucanes) ont des effets métaboliques importants (effet hypocholestérolémiant, index glycémique bas, etc [13].

La  $\beta$ -glucane des céréales est un polymère distingué de glucose différent des autres polymères non seulement par sa source mais aussi par ses propriétés physicochimiques. L'extraction de la  $\beta$ -glucane des céréales s'est avérée très coûteuse, ce qui la rend plus chère que les  $\beta$ -glucanes des autres sources végétales. Des études ont développé une méthode d'extraction de la  $\beta$ -glucane de la coque du grain d'orge en utilisant de l'eau pour l'extraction accélérée par solvant (ASE) en se basant sur la méthodologie de surface de réponse [24].

Au cours du traitement technologique des céréales les couches d'enveloppes et le germe sont éliminées ce qui entraîne souvent une diminution importante des fibres et des nutriments. Plusieurs produits dérivés des céréales raffinées présentent des niveaux élevés de sucres ajoutés, de sodium et de acides gras saturés et nécessite d'être enrichis en vitamines et minéraux pour remplacer les pertes enregistrées pendant le raffinage des céréales [25].

Le raffinage conduit par exemple du riz brut (riz paddy) au riz blanchi, appauvrit le grain en fibres et en vitamine B1. La consommation exclusive de riz totalement raffiné à la fin du XIXe siècle avait conduit à une explosion des cas de béribéri [13].

#### 1.2.1.2. Les protéines

Selon les statistiques de la FAO, chaque année, plus de 200 millions de tonnes de protéines sont récoltées sous forme de céréales, aussi les céréales assurent un apport quotidien de 31,9 g de protéines / jour par rapport à un besoin quotidien total de 73,9 g de protéines (Figure 1.4) [26]. (<http://faostat.fao.org>)

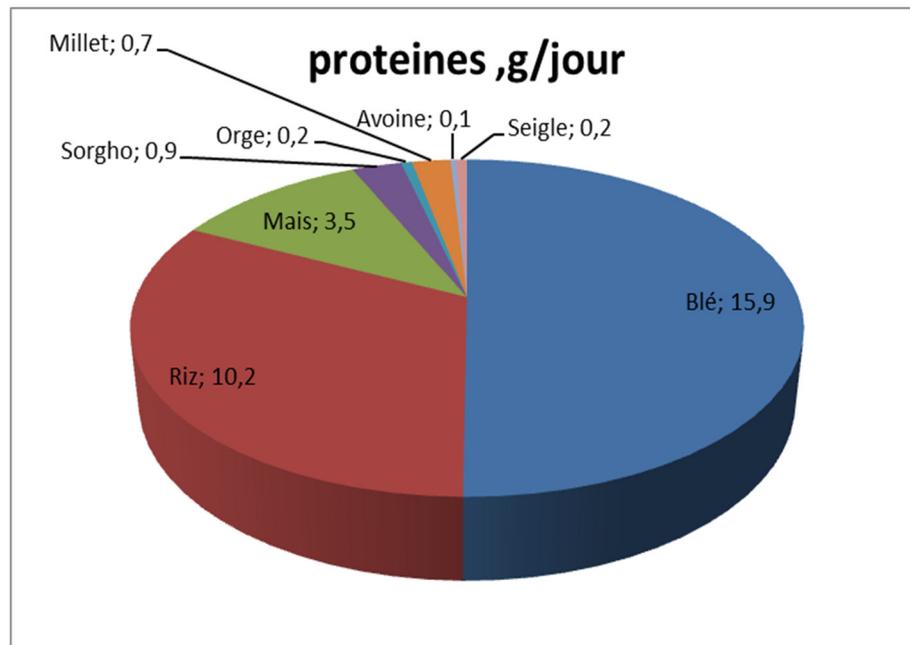


Figure 1.4 : Apport protéique journalier des différentes céréales au cours de l'année 2011. Statistiques FAO (2014). Page électronique : <http://apps.FAO.org/>.

La teneur en protéines des grains de céréales est de l'ordre de 10 %, avec des variations assez importantes en fonction des variétés et des conditions de culture (les teneurs varient par exemple entre 9 et 16 % dans le blé) (tableau1.2).

Les protéines de céréale jouent un rôle important dans la rhéologie des pâtes, Par l'exemple, les protéines de gluten de blé, composées de gliadines et glutenines, forment un réseau tridimensionnel continu pendant le processus de développement de la pâte [27].

Les gliadines sont principalement responsables de la viscosité et les glutenines de l'élasticité à la pâte, ensemble ces protéines développent un système viscoélastique.

La teneur des protéines des grains de céréales dépend du génotype, de l'environnement et des conditions de culture ( tableau 1. 2) [17].

Les protéines de céréales sont réparties entre les différents tissus du grain et ont été classées en quatre classes ; les albumines, les globulines, les

prolamines et les glutélines qui respectivement sont solubles dans l'eau, les solutions salines diluées, l'alcool à 70% et les solutions alcalines diluées [28] .

Les prolamines des céréales sont des protéines non globulaires, constituées d'une seule chaîne polypeptidique, et possédant un très grand polymorphisme. Dans le cas du blé, on distingue les  $\alpha$ , et  $\gamma$  gliadines dont les poids moléculaires sont compris entre environ 30 kDa et 80 kDa. Les glutenines de blé sont des protéines de très haut poids moléculaire, de 100 kDa à plusieurs millions, constituées de sous-unités reliées entre elles par des ponts disulfures. L'analyse des séquences de prolamines et des sous-unités glutenines fait apparaître l'existence de séquences répétitives très riches en glutamine et proline, dont certaines sont très impliquées dans la maladie cœliaque [29] .

Tableau 1.2 : Teneur en protéines des grains de céréales (en % de grain entier)

Type de céréale	Teneur en protéines
Orge	9-12
Mais	8-12
Avoine	12-15
Riz	8-11
Seigle	12-15
Blé	9-16

La qualité des protéines est déterminée principalement par leur profil en acides aminés et leur digestibilité (tableau 1.3), pour toutes les céréales, la lysine est le facteur limitant [17].

Les différentes classes de protéines sont à l'origine de problèmes nutritionnels importants : la maladie coeliaque et l'allergie. La maladie cœliaque est une entéropathie chronique inflammatoire auto-immune provoquée par l'ingestion de gluten chez des individus génétiquement prédisposés.

Les protéines de gluten et en particulier la gliadine, une fois ingérées, subissent une protéolyse qui libère des peptides. Riches en proline et en glutamine. Les prolamines du seigle et de l'orge sont également toxiques [11].

Le contact avec les céréales peut provoquer des urticaires, des eczémas et des dermites de contact aux protéines [30].

Tableau 1.3 : Comparaison des teneurs en acides aminés essentiels en g/100g de protéines dans les grains de céréales et les farines avec les teneurs recommandées la FAO pour les enfants et les adultes [14].

	blé		orge grain	Avoine	seigle grain	Riz moulu	maïs farine	Recommandations Fao	
	grain	Farine blanche						Enfants	Adultes
Histidine	2,3	2,2	2,3	2,2	2,2	2,2	2,7	2,6	1,6
Isoleucine	3,7	3,6	3,7	3,9	3,5	3,5	3,6	4,6	1,3
Leucine	6,8	6,7	7,0	7,4	6,2	6,2	12,5	9,3	1,9
Lysine	2,8	2,2	3,5	4,2	3,4	3,4	2,7	6,6	1,6
Cystéine	2,3	2,5	2,3	1,6	1,9	1,9	1,6	4,2	1,7
méthionine	1,2	1,3	1,7	2,5	1,4	1,4	1,9		
phénylalanine	4,7	4,8	5,2	5,3	4,5	4,5	5,0	7,2	1,9
tyrosine	1,7	1,5	2,9	3,1	1,9	1,9	3,8		
Thréonine	2,9	2,6	3,6	3,3	3,3	3,3	3,7	4,3	0,9
tryptophane	1,1	1,1	1,9	ND	1,1	1,1	0,6	1,7	0,5
valine	4,4	4,1	4,9	5,3	4,8	4,8	4,8	5,5	1,3

### 1.2.1.3. Les lipides

Les céréales ont une teneur relativement faible en lipides, ils peuvent être regroupés en trois catégories ou classes principales selon leur localisation dans le

grain ou la farine ainsi que la méthode d'extraction utilisée pendant l'analyse [31, 32]. Ces lipides se répartissent en :

- lipides apolaires (lipides de réserve du grain) : mono, di et triglycérides et acides gras libres, essentiellement localisés dans le germe. Ils représentent environ 50 % des lipides totaux. Les acides gras polyinsaturés (AGPI) sont dominants dans l'huile de maïs et de germe de blé (environ 60 %) tandis que les mono insaturés (AGMI) y représentent 15 à 25 % et les saturés (AGS) moins de 20 %. Par ailleurs, le rapport entre  $\omega 6/\omega 3$  est assez élevé dans les céréales (entre 10 et 20) et en particulier pour le riz (26) et le maïs (70) ;
- lipides polaires (lipides de structure du grain) : phospholipides et glycolipides essentiellement. L'albumen amylicé contient la plus grande part des lipides polaires, dont une partie est associée au grain d'amidon[12].

Les cellules d'aleurone contiennent non seulement des protéines mais aussi des lipides et des minéraux qui sont importants car ils fournissent à l'embryon les nutriments nécessaires pendant la germination des graines [31, 32].

Bien que les grains de céréales contiennent seulement de 1.5-7.0 % de lipides, les lipides renferment une gamme de composants tels que les acides gras essentiels, les vitamines liposolubles et les phytosterols. Le blé, le seigle et l'orge sont généralement riches en acide palmitique et linoléique [33].

### 1.2.2. Les micronutriments

Les grains complets de céréales fournissent des teneurs importantes en vitamines B, en particulier la thiamine, riboflavine, niacine et pyridoxine [33].

Les céréales sont une source également intéressante de minéraux ( tableau 1.4), notamment de magnésium et dans une moindre mesure de fer, calcium et de vitamines B (sauf B12) et E [13] , ils contiennent aussi de l'acide phytique (PA) ou myo-inositol hexakiphosphate (IP6) (1e4 %) [34].

Les minéraux dans les céréales peuvent être importants pour les sujets qui suivent un régime alimentaire restreint et de nombreux efforts ont été déployés pour améliorer les teneurs des composants tels que le fer [35].

Tableau 1. 4 : Composition minérale des grains de céréales en (mg/100g)  
[36]

minéraux	blé	seigle	orge	avoine	riz	maïs	sorgho
Manganèse (Mn)	5,5	7,5	1,8	5	6	0,6	1,5
Cuivre(Cu)	0,8	0,9	0,9	4	0,3	0,2	0,5
Fer(Fe)	6	9	6	7		2	6
Magnésium(Mg)	180	130	140	140	90	140	150
Calcium(Ca)	60	70	90	95	68	30	20
Potassium(K)	580	520	630	460	340	330	400
Phosphore (P)	410	380	470	340	285	310	405

Les composés anti-oxydants les plus abondants dans les céréales complètes sont les acides phénoliques qui sont présents en fortes concentrations dans le son et le germe ; ils sont éliminés lors de l'obtention de la farine blanche [37] .

### 1.3. Production consommation et utilisation des céréales

Depuis plus d'une décennie, la production céréalière mondiale a dépassé les deux milliards de tonnes, avec une croissance moyenne autour de 2-3% par an (figure. 1.5). On note également une croissance continue de l'utilisation des céréales d'année en année bien qu'il y ait eu quelques années l'augmentation a été faible, malgré une utilisation croissante, les stocks mondiaux de céréales sont restés constants entre 20% et 25% de la production [38].

En 2016, 2577, 85 millions de tonnes de céréales ont été produites (FAO-, 2017), le classement de production mondiale des céréales de l'année 2014 par type de grain (en millions de tonnes) est le suivant : le maïs (1253,6), le riz (paddy, 949,7), le blé (854,9), l'orge (146,3), l'avoine (23,2), et seigle (15,8) (FAOSTAT, 2017).

Dans la majorité des pays du monde, les céréales constituent la base du régime alimentaire. Le riz, le blé et maïs sont les céréales les plus consommées en Asie, en Europe et en Amérique respectivement. En Afrique et en Inde, le sorgho et le millet sont largement cultivés et consommés (figure 1.6).

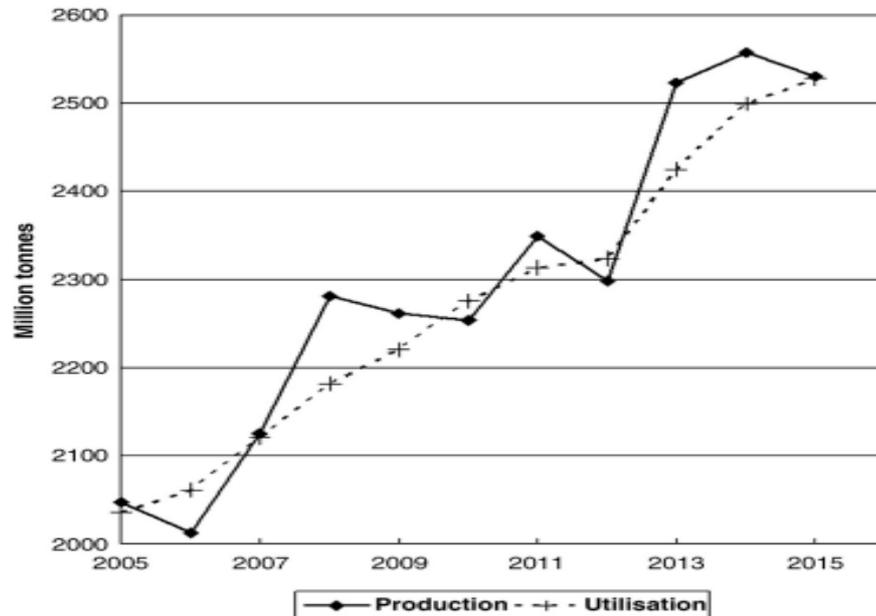


Figure 1.5 : Production et utilisation des céréales 2005–16. (FAO, [www.fao.org](http://www.fao.org), [Statistiques de l'offre et la demande des céréales](http://www.fao.org/statistics/cereals))

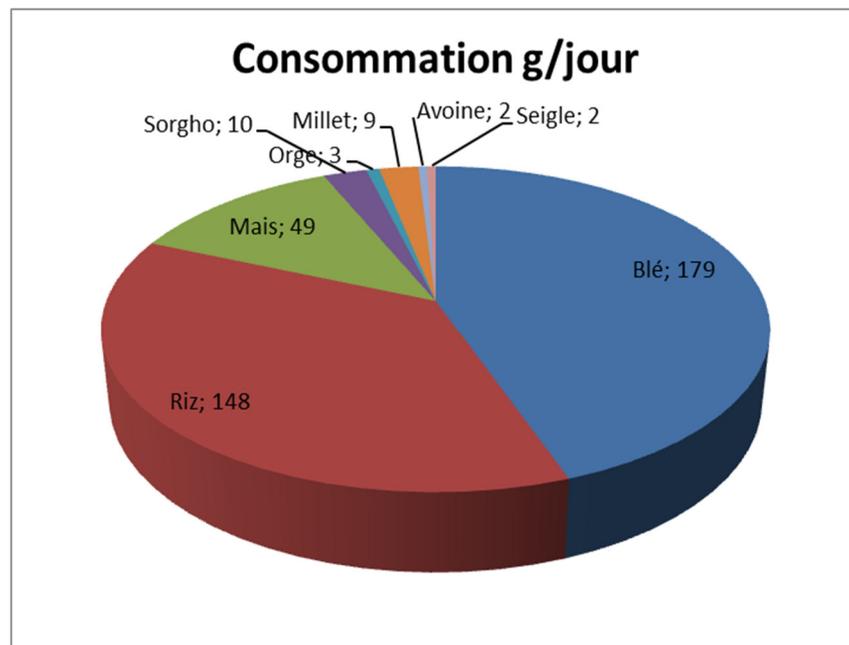


Figure 1.6 : Consommations journalière des différentes céréales au cours de l'année 2011. Statistiques FAO (2014). Page électronique : <http://apps.FAO.org>



rang mondial pour la consommation de blé par tête d'habitant avec plus de 200 kg devant l'Egypte (131 kg) et la France (98 kg). Dans ce contexte et afin de satisfaire les besoins alimentaires de la population en cet aliment stratégique, l'Etat algérien a déployé des efforts considérables pour augmenter la production des céréales mais malheureusement les rendements demeurent extrêmement fluctuants car ils restent sous l'étroite dépendance des conditions climatiques irrégulières [40].

La production moyenne de céréales des 5 dernières années (2008 à 2012), qui a légèrement dépassé 32 millions de quintaux selon la Fao, se répartit de la façon suivante : • Blé : 19 millions de q (60%) • Orge : 13 millions de q (40%) La production de blé se répartit entre blé dur (70% en 2012) et blé tendre (30%), avec une importante variabilité interannuelle. Le blé dur reste ainsi la céréale prépondérante en Algérie. Généralement bien adapté aux conditions locales, sa production progresse au même rythme que celle du blé tendre (+ 47% entre les moyennes quinquennales 2000-2004 et 2008-2012), contre + 84% pour l'orge, qui reste plus importante que le blé tendre, à plus de 13 millions de quintaux en 2008-2012, contre 8 pour le blé tendre et 19 pour le blé dur .

Les rendements céréaliers demeurent faibles et très irréguliers : 13,5 q/ha pour le blé (dur et tendre) en moyenne sur 2001-2010, et 13,2 pour l'orge, ce qui se situe loin derrière la productivité des pays méditerranéens de l'Europe et s'explique à la fois par des causes naturelles (sol et climat), techniques (semences, pratiques culturales) et humaine (organisation et formation des producteurs). On note par ailleurs en Algérie une forte « régionalisation » des conditions de production et donc des niveaux de récolte contrasté d'Est en Ouest, la même année [41].

D'après la dernière enquête de l'office national des statistiques en 2011, les algériens consacrent une part importante de leur budget à l'alimentation, Puisque 42% des dépenses des ménages algériens sont consacrées aux besoins alimentaires. Toujours, d'après cette enquête , le groupe des céréales et dérivées, occupe encore aujourd'hui une place prépondérante dans la consommation alimentaire des ménages algériens puisque il occupe la première place dans le budget alimentaire des ménages algériens (17,5% de la dépense alimentaire

totale) avec une prépondérance de la semoule (38% des achats de produits céréaliers) directement suivis par le pain (30%), les produits industriels (couscous, pâtes, biscuits et pâtisserie, 21%) sont en hausse et la farine (11%) [42].

L'Algérie importe de plus en plus de céréales pour couvrir les besoins alimentaires de sa population, besoins qui s'élèvent en moyenne à 250 kg par habitant et par an, alors que la production locale diminue d'année en année et qu'augmentent sans cesse les quantités importées de l'étranger. Les importations, qui étaient de l'ordre de 500 000 quintaux par an durant la décennie 1920, soit 27 kg par personne sont passées à quatre millions de quintaux en 1960, c'est à-dire 40 kg par personne. Elles ont atteint 60 millions de quintaux en 2005, pour un coût de 1,5 milliard de dollars américains, soit 43 % de la valeur globale des importations du pays. Cette quantité place l'Algérie parmi les plus gros importateurs mondiaux de céréales, en occupant 65 % du marché africain. Cette dépendance exogène renforce fatalement la perspective d'insécurité alimentaire et entrave par conséquent le développement du pays.

L'Algérie anticipe une réduction moyenne des rendements céréaliers de 10% à l'horizon 2020 [43].

#### 1.4. Le blé

##### 1.4.1. Généralités

La culture du blé est mieux adaptée aux régions tempérées et humides, avec des températures maximales de 15°C, Cependant, le blé a été depuis longtemps cultivé dans des régions avec des climats distincts à travers le monde, y compris dans les régions chaudes et sèches, et les régions très froides du monde. Le blé est aussi cultivé à 3000 mètres au-dessus du niveau de la mer et dans les régions où la pluviométrie annuelle varie de 250 à 1800 mm [39].

Plus de 90 % du blé cultivé dans le monde fait partie de l'espèce *T. aestivum*, il est utilisé dans la fabrication d'une large gamme de produits comme le pain, les biscuits, la pâtisserie, les épaississants, et les nouilles [39].

Après le blé tendre (*Triticum aestivum* L.), le blé dur (*Triticum turgidum* ssp *durum*) est la deuxième espèce de blé la plus largement cultivée [44].

Le blé dur (*Triticum turgidum* L. spp. Durum) est une culture mondiale, qui s'étend sur environ 30-35 millions d'hectares répandue particulièrement dans le Bassin méditerranéen où il représente une culture de base [45].

Les principaux pays producteurs de blé dur sont les pays européens (la France, L'Espagne, le Portugal, l'Italie et la Grèce), l'Amérique du Nord (le Canada, les États-Unis, Le Mexique), Moyen-Orient (la Turquie, la Syrie), l'Afrique du Nord (le Maroc, l'Algérie, la Libye, La Tunisie) et l'Australie. La production globale atteint environ 35 millions de tonnes. Par contre, la production globale totale des différents types de blé tendre est plus de 700 millions de tonnes [46].

Le blé dur est la seule espèce de blé tétraploïde d'importance commerciale et largement cultivée aujourd'hui [46].

Le *T. durum* (blé dur) est principalement utilisé pour la production de pâtes alimentaires [39]. Dans les pays méditerranéens, le blé dur est aussi utilisé pour la préparation de pain de type traditionnel et les pains spéciaux.

Le blé est une céréale de la famille des Poacées (Graminées). Il appartient au genre *Triticum*. Les deux espèces les plus cultivées sont le blé tendre (*T. aestivum*) et le blé dur (*T. durum*). Le grain de blé est un caryopse.

- *Triticum aestivum* ou le blé tendre, un hexaploïde avec 21 paires ( $2n = 42$ ) des chromosomes, composée de trois génomes similaires (AA, BB et DD).
- *Triticum durum* ou le blé dur, un tétraploïde ( $2n = 28$ ) possédant des génomes AA et BB, semblables à celles du blé hexaploïde [39].

Toutes les parties du grain de blé sont utilisées essentiellement dans l'alimentation humaine et animale avec le développement de nouveaux débouchés pour certains composants comme le gluten [47].

Le grain de blé, y compris l'endosperme, germe, péricarpe, testa et la couche d'aleurone, est riche en nutriments (figure 1. 8) [48].

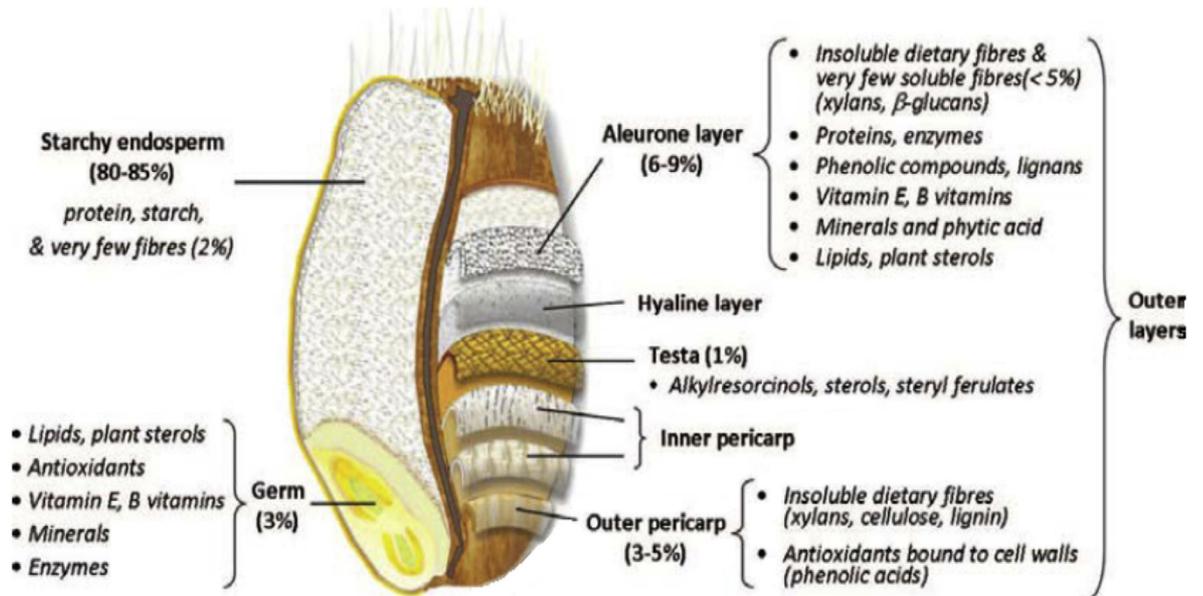


Figure 1.8 : Structure histologique et distribution des éléments nutritifs du grain de blé [48]

#### 1.4.2. Transformation du blé

D'une façon générale, le traitement du grain de blé comme c'est le cas en minoterie (Figure 1.9) est essentiellement un processus physique durant lequel le grain est nettoyé, conditionné à une teneur en humidité adéquate et ensuite réduit par énergie mécanique à la granulométrie désirée pour produire la farine et les co-produits (par exemple le sons) [49].

Le procédé actuel de mouture, procédé de première transformation des céréales fondé sur une succession de broyages et de tamisages, a été perfectionné au cours des âges pour récupérer l'amande des grains avec une faible contamination des farines blanches (partie dite noble), par les parties périphériques du grain (germe et enveloppes). Les farines ainsi obtenues, base des produits céréaliers de grande consommation, sont dépourvues de la majorité des fibres et des micronutriments du grain qui sont éliminés avec le son [50].

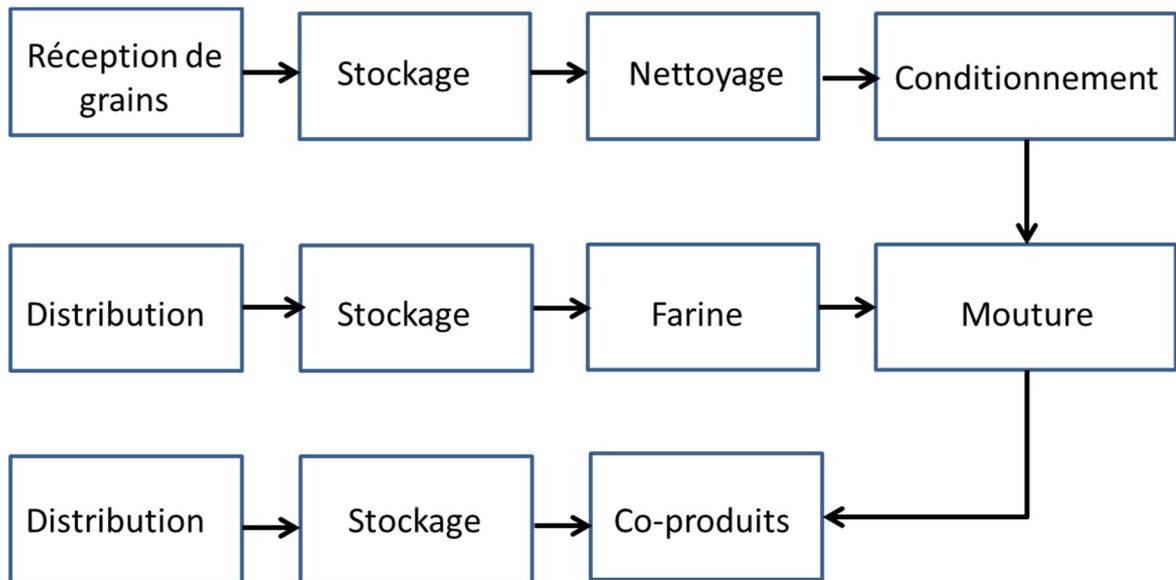


Figure 1.9 : Première transformation du blé (minoterie)

La qualité de la farine est la clé de la qualité du pain, qui, à son tour, dépend de la qualité du blé mis en œuvre et de la conduite de la mouture [51] .

La composition des farines varie en fonction du taux d'extraction (Tableau 1.5), les teneurs en protéines, fibres, sucres, lipides et de minéraux augmentent avec l'augmentation du taux d'extraction alors que la teneur en amidon diminue. Le taux d'extraction de la farine affecte également le taux d'hydratation au farinographe et la résistance du gluten [52].

Plusieurs facteurs influent sur la qualité de la farine avant, pendant et après le traitement du blé (tableau 1.6) [36].

Récemment, de nombreuses études ont montré que les différentes méthodes de broyage des grains de céréales (par exemple blé, riz, sorgho, orge et seigle) peuvent modifier la couleur, la taille des particules, la densité apparente, le taux d'amidon endommagé, la structure et propriétés fonctionnelles des farines de céréales, et produisant ainsi des farines de céréales aux propriétés physico-chimiques différentes [53, 54].

Tableau 1.5 : Composition chimique de farine de blé (exprimée par rapport à la M.S ) en fonction du taux d'extraction [33]

	Taux d'extraction(%)						
	100	95	91	87	80	75	66
Amidon+sucre(%)	69,9	73,2	75,3	77,2	80,8	82,9	84,0
Protéines (n x 6,25)	14,2	13,9	13,8	13,8	13,4	13,5	12,7
Lipides (%)	2,7	2,4	2,3	2,0	1,6	1,4	1,1
Fibres (%)	12,1	9,4	7,9	5,5	3,0	2,8	2,8
Cendres (%)	1,8	1,5	1,3	1,0	0,7	0,6	0,5
Energie (KJ/g)	18,5	18,5	18,5	18,5	18,5	18,4	18,3
Phosphore (mg/g)	3,8	3,3	2,8	2,1	1,5	1,3	1,2
Calcium (mg/g)	0,44	0,43	0,38	0,33	0,27	0,25	0,23
Zinc (ppm)	29	25	21	18	12	8	8
Cuivre (ppm)	4,0	3,7	3,4	2,8	2,4	1,6	1,3
Fer (ppm)	35	33	28	23	15	13	10
Thiamine (µg/g)	5,8	5,4	-	4,8	3,4	2,2	1,4
Riboflavine (µg/g)	0,95	0,79	-	0,69	0,46	0,39	0,37
Niacine (µg/g)	25,2	19,3	-	10,1	5,9	5,2	3,4

Tableau 1.6 : Facteurs influençant la qualité de la farine [36]

<u>Avant la mouture du blé</u>	<u>Au cours de la mouture du blé</u>	<u>Après la mouture du blé</u>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• La variété de blé</li> <li>• La présence des impuretés</li> <li>• Le séchage</li> <li>• Les Conditions de stockage</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Le diagramme de mouture appliqué</li> <li>• Le réglage des appareils de mouture</li> <li>• Le conditionnement du blé</li> <li>• Les conditions atmosphériques (température et humidité relative)</li> <li>• Taux d'extraction</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Les conditions de stockage (température et humidité relative)</li> <li>• Précision de l'échantillonnage et conditions de transport de la farine</li> </ul>

### 1.4.3. Le gluten et les propriétés panifiables du blé

Les protéines de gluten forment de 80 à 85 % des protéines totales de la farine de blé, elles sont constituées de gliadine monomère avec un poids moléculaire (PM) de 30 000 à 60 000 subdivisés en  $\alpha$ -,  $\gamma$ - and  $\omega$ -gliadines et de glutenine polymérique avec un PM allant de 80 000 à plusieurs millions [55, 56] .

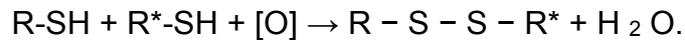
Les Gliadines et les glutenines représentent ensemble environ 80 % des protéines totales de la farine et sont présentes dans quantité environ égale [26] et ont un rôle déterminant dans les propriétés fonctionnelles de la farine de blé. Les propriétés idéales de la pâte dépendent de l'équilibre entre les gliadines (contribution à la viscosité de pâte) et les glutenines (contribution à la force et à l'élasticité de pâte). L'albumine et les protéines globulines sont d'une moindre importance pour la qualité du pain en comparaison avec les protéines de gluten [39].

Bien que la cystéine fait partie des acides aminés mineurs des protéines de gluten (environ 2%), elle joue un rôle important dans la structure et les propriétés fonctionnelle du gluten [57] . La plupart des cystéines sont présentes dans un état oxydé et forment soit des ponts disulfures SS intramoléculaires dans une protéine ou des ponts disulfures intermoléculaires SS entre les protéines, ces ponts sont le principal siège de plusieurs réactions d'oxydo-réductions qui se produisent pendant la maturation du grain, la mouture, le développement et la cuisson de la pâte [56] .

Les cystéines 6 et 8 (CSH) respectivement résidus de  $\alpha$  - et  $\gamma$ -gliadine sont impliquées dans les 3 et 4 intramoléculaires ponts disulfures (SS). Les  $\omega$ -gliadines ne possèdent pas de résidus CSH [58].

Les glutenines ne contiennent pas seulement des ponts intermoléculaires de SS, mais également des ponts intramoléculaires SS. Les ponts intermoléculaires SS sont primordiaux dans le développement d'un réseau tridimensionnel [55].

Les ponts disulfures intermoléculaires, principalement présents dans les glutenines sont responsables des propriétés du gluten de blé. La réaction simplifiée est la suivante :



L'oxydation de groupes sulfhydryle en groupes disulfurés est une réaction importante pendant le développement et la cuisson de la pâte [51].

Le gluten est responsable des qualités boulangères des farines, il possède des propriétés qui lui permettent de jouer un rôle essentiel dans le gonflement de la pâte lors de la confection du pain [30].

La qualité du blé est fortement influencée par le génotype et les conditions de culture. La quantité du gluten est facile à déterminer, mais reste insuffisante pour expliquer les différences relevées dans les propriétés des farines ou des pâtes. La qualité du gluten est plus difficile à définir. Dans la majorité des études menées dans ce contexte, seule l'influence des fractions protéiques spécifiques au gluten sur la qualité technologique de la farine a été décrite [59].

Afin d'obtenir un niveau de qualité constant dans les produits de panification, l'industrie emploie habituellement plusieurs types d'additifs de structure chimique diversifiée pour renforcer le réseau du gluten. Parmi ces additifs, le gluten vital représente une alternative largement utilisée [60].

La performance de la protéine du gluten en panification dépend essentiellement de deux facteurs importants (figure 1.8). Le premier facteur est le rapport entre la gliadine/gluténine, une panification de qualité exige, un bon équilibre entre la viscosité et l'élasticité/résistance de la pâte. Le deuxième facteur est la qualité de la protéine de gluten qui dépend directement de la qualité de la fraction gluténine [20].

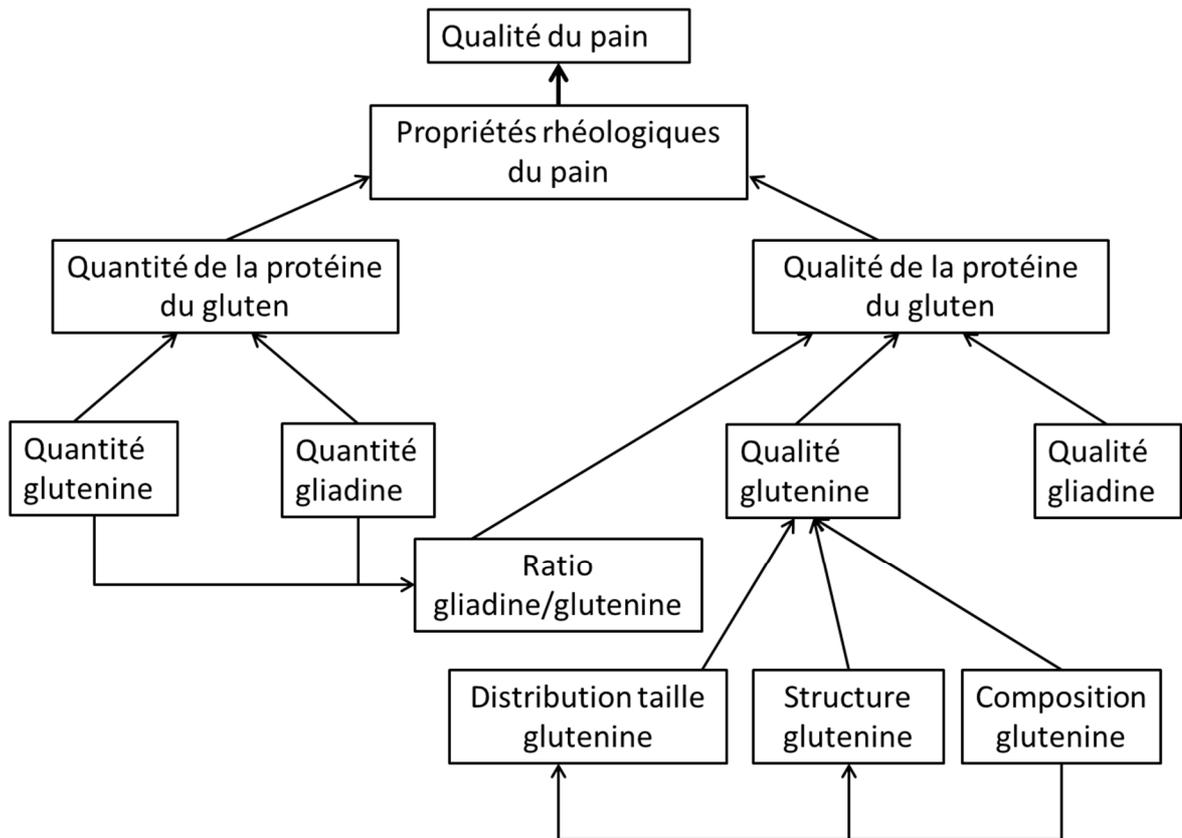


Figure 1.10 :Facteurs influençant sur la qualité boulangère du blé et les propriétés rhéologiques de la pâte [20]

Parmi les farines de céréales, seule la farine de blé peut former une pâte viscoélastique tridimensionnelle lorsqu'elle est mélangée avec l'eau. La caractérisation des propriétés rhéologiques de la pâte est efficace pour prédire son comportement pendant son traitement et le contrôle de la qualité des produits finis. Le farinographe, le mixographe, et l'extensographe sont les instruments empiriques les plus utilisés pour caractériser la rhéologie de la pâte [61].

Un gramme de farine de blé contient 120 mg de protéine et 102 mg de gluten. Un gramme de pain contient 75 mg de protéines et 64 mg de gluten [62].

Le pain est la principale préparation alimentaire qui exploite les propriétés viscoélastiques unique du gluten et sa capacité à absorber l'eau [63].

Le gluten exerce un effet positif sur le volume et la régularité de la mie du pain et contribue dans l'amélioration du rendement et la durée de conservation du pain, sa structure unique permet de conserver le gaz formé au cours de la

fermentation et la cuisson du pain. Une modification de la qualité du gluten peut affecter considérablement le volume du pain, la taille et homogénéité des alvéoles de la mie. Par ailleurs, la supplémentation de la pâte à pain avec des protéines de blé hydrolysées (0,5-1%) augmentera l'extensibilité de la pâte.

La composition de la fraction de gluten a un impact significatif sur le temps optimal de pétrissage de la pâte. Les gliadines ont tendance à réduire le temps maximum de pétrissage, tandis que les glutenines augmentent le temps de pétrissage [63] .

#### 1.4.4. La farine de blé dur

Durum en latin signifie «dur», le blé dur constitue l'espèce qui présente la grande dureté parmi tous les blés, grâce à cette propriété, le grain de blé dur est apte à la production de semoule car lors de sa mouture le blé dur se fractionne en gros et offre ainsi un rendement élevé en semoule. En comparaison aux autres types de blé, Les moulins industriels ont pour objectif de moudre le grain de blé dur en semoule en minimisant la formation de farine [64] . La semoule riche en protéine de gluten, qui présente une couleur jaune vif brillante, est utilisée pour la préparation des pâtes alimentaire de qualité, boulgour, couscous et toute une gamme de produits traditionnels.

Au cours du process de mouture de blé dur (*Triticum durum*) une importante quantité de farine de (5 à 15 %) à faible valeur économique est obtenue [64, 65].

La qualité technologique du blé (*Triticum turgidum* L. spp. durum) est déterminée par les prolamines de l'endosperme qui représentent jusqu'à 80 % des protéines de grain [45].

Bien que généralement le blé dur (*Triticum turgidum* L. spp. durum) présente une valeur boulangère inférieure par rapport au blé tendre (*T. aestivum* L. ssp.aestivum.) concernant notamment la structure et volume de la mie de pain , environ 24 % de la production globale du blé dur et jusqu'au 70 – 90 % dans certains pays du moyen orient est utilisée dans la fabrication du pain [66].

Le pain de blé dur est très populaire dans le sud de l'Italie [66, 67] , et cette popularité se répand dans d'autres pays [65, 66].

Dans les régions d'Asie occidentale et d'Afrique du Nord, 50% du blé dur est transformé en pain plat et 35% est utilisé pour les pains levés [68].

Dans ces pays, les pains de blé dur sont très populaires chez les consommateurs, probablement à cause de leurs propriétés sensorielles, en particulier de leur arôme agréable et de leur goût spécial.

La discussion qui suit se concentrera principalement sur l'utilisation de la farine de blé dur dans la fabrication des produits alimentaires.

Actuellement, de nombreuses recherches sont menées pour découvrir de nouveaux domaines d'utilisation à valeur ajoutée pour ce co-produit. Des études ont été réalisées , dans ce contexte, portant sur l'incorporation de la farine de blé dur à des taux relativement faibles (5-20 %) dans la fabrication des snack extrudés, de différents types de pain , et des pâtes de deuxième qualité ou les nouilles [64, 65].

La farine de blé dur peut être utilisée dans la fabrication du pain ou comme agent liant dans les produits alimentaires [46].

La semoule et la farine de blé dur sont les principaux produits raffinés de mouture de blé dur, tous les deux sont extraits de l'endosperme et présentent une granulométrie différente. La semoule recyclée ou la farine de blé dur se caractérise par une plus petite taille de particules (environ 70% des particules sont inférieures à 180  $\mu\text{m}$ ), un taux d'hydratation plus élevé que la semoule, et est traditionnellement utilisée dans la fabrication du pain en Méditerranée.

Le produit fini c'est-à-dire le pain de blé dur est caractérisé par une durée de conservation prolongée, de bonnes caractéristiques sensorielles, et une valeur nutritionnelle intéressante dus à la présence des pigments caroténoïdes [69].

De nombreuses études ont rapporté que la farine de blé dur possède une valeur boulangère limitée qui mérite d'être amélioré en la mélangeant avec la farine de blé tendre [70].

## 1.5. Le grain d'orge

### 1.5.1. Généralités sur le grain d'orge

L'orge appartient à la famille des Poaceae et au genre *Hordeum*. La forme la plus répandue de l'orge est *Hordeum vulgare*. Historiquement, l'orge a été une base de la nutrition humaine, en effet des études archéologiques ont révélé que l'orge a été cultivée en Iran à partir de 80000 av. J.-C [71].

Dans ces derniers temps, environ les deux tiers de la récolte d'orge ont été utilisés dans l'alimentation animale, un tiers pour maltage et environ 2 % utilisée directement dans l'alimentation humaine [72].

La majorité de la production de l'orge est destinée à l'alimentation animale parce que les exigences de qualité sont moins strictes par rapport à l'alimentation humaine. L'incorporation de l'orge dans les aliments est actuellement limitée aux préparations traditionnelles, mais l'avenir semble plus prometteur à cause des bienfaits de l'orge sur la santé humaine [73].

Ces dernières années, La popularité de l'orge a augmenté en raison des effets bénéfiques sur la santé humaine de la fibre soluble ( $\beta$ -glucane) et des composés phytochimiques contenus dans cette céréale [74].

L'orge (*Hordeum vulgare*) est considérée comme étant un aliment fonctionnel et diététique [75].

Les travaux de recherches ont constaté que l'incorporation de l'orge dans la nutrition humaine a des effets positifs sur l'index glycémique, le contrôle du poids, et les maladies cardiaques [72, 76].

Ces effets positifs sont liés à la présence de la  $\beta$  -glucane dans les grains d'orge [76].

En 2013, La production mondiale annuelle d'orge a atteint les 144 millions de tonnes, production légèrement supérieur à la moyenne des dix précédentes années estimée à tonnes de 140 millions. La production de l'orge en Amérique du nord a chuté ces dernières années, principalement aux Etats-Unis, en raison de l'augmentation des pertes causées par le champignon *Fusarium graminearum* [73].

L'Utilisation alimentaire de l'orge alimentaire s'est stabilisée ces dernières années dans le monde, après une régression enregistrée pendant les 45 dernières années. En Afrique du nord, notamment au Maroc, en Algérie et en Éthiopie, un grand marché pour les aliments à base d'orge continue d'exister, où chaque année, en moyenne plus de 2 millions de tonnes d'orge sont incorporés dans des aliments tels que la farine et le couscous [73].

Le Maroc, la Lettonie et l'Algérie détiennent actuellement la plus forte consommation humaine de l'orge par an [36].

#### 1.5.2. Composition de l'orge

Le grain d'orge entier contient en moyenne 65 à 68% d'amidon, 10 à 17% de protéines, 4-9% de  $\beta$ -glucane, 2-3% de lipides et 1.5-2.5% de minéraux. La teneur en fibres totales varie de 11 à 34%, alors que celle des fibres solubles varie de 3 à 20%. La composition chimique et les caractéristiques physiques de l'orge les grains ont une grande influence sur les propriétés de transformation et la qualité du produit alimentaire préparé à partir de l'orge [72].

A la suite des travaux d'Osborne (1907), les protéines de l'orge sont classées selon leur solubilité dans différents solvants. Les fractions définies dans cette classification sont : Les albumines, solubles dans l'eau, les globulines solubles dans les solutions salines, fonctionnent principalement comme des enzymes, des régulateurs métaboliques ou des inhibiteurs d'enzymes particulières. Les prolamines, appelées hordéines dans l'orge, protéines de réserve situées dans l'endosperme amylicé, solubles dans l'éthanol aqueux et les glutenines qui constituent le résidu insoluble peuvent être extraites avec des solutions acides ou alcalines diluées ou en présence de détergents.

Les protéines d'orge constituent une bonne source pour les acides aminés essentiels et non essentiels, tels que la thréonine, la valine, la phénylalanine, et arginine [71].

Les parois cellulaires de l'orge sont constituées de polysaccharides non amylacés qui sont des composés bénéfiques à la santé humaine. Une grande partie des couches à aleurone et de l'endosperme du grain d'orge renferment les polysaccharides non amylacés, les arabinoxylanes et les (1→3, 1→4) -  $\beta$  - d-glucanes ( $\beta$ -glucanes). Les parois cellulaires de l'endosperme de l'orge contiennent environ 70% de  $\beta$ -glucane. Les arabinoxylanes constituent un autre groupe abondant de polysaccharides de la paroi cellulaire de l'orge, En fonction de leur génotype, les arabinoxylanes présentent de grandes variations dans leurs caractéristiques et leurs propriétés moléculaires [73].

L'orge contient un ensemble de composés phytochimiques avec des concentrations variables en fonction des facteurs génotypiques ou environnementaux, ou des interactions des deux facteurs.

Les principaux composés phytochimiques de l'orge qui présentent des avantages pour la santé sont les acides phénoliques, flavonoïdes, lignanes, vitamine E (tocols), stérols et folates [77].

En raison des teneurs élevées en composés bioactives tels que les fibres alimentaires, en particulier le  $\beta$ -glucane, les tocols, y compris les tocophérols et les tocotriénols et les composés phénoliques, l'intérêt pour l'utilisation de l'orge dans l'alimentation humaine est en augmentation [78].

### 1.5.3. L'orge en panification

La farine d'orge peut être facilement incorporée dans les produits à base de blé, y compris le pain, les gâteaux, les biscuits, et les nouilles. Comparé à la farine de blé, la farine d'orge est moins susceptible de former un complexe de gluten lors de son l'hydratation, en raison de la substitution des gliadines du blé par des hordéines de l'orge [36].

Comme il a été rapporté par [79], plusieurs études ont porté sur la détermination de la proportion de la farine d'orge qui peut être mélangé avec du

blé pour produire des pains acceptable, Ces études ont établi des corrélations entre l'augmentation de la teneur en farine d'orge et la diminution de la rétention gazeuse de la pâte, le volume spécifique du pain, et l'acceptabilité du produit.

L'effet du mélange de farines de blé et d'orge dans différentes proportions sur les caractéristiques de la pâte et du pain a été étudié auparavant [80, 81].

Le volume, la couleur et la texture du pain dépendent de la variété d'orge et des conditions de transformation, comme le taux d'extraction de la farine et les caractéristiques de mouture [82].

Des études se sont penchées sur l'aspect sensoriel du pain contenant de l'orge (apparence, couleur, texture, saveur), le temps de pétrissage, la capacité d'absorption d'eau, le volume et poids du pain, les propriétés rhéologiques et l'analyse instrumentale de la texture du pain.

## 1.6. Le pain

### 1.6.1. Généralités sur le pain

L'homme et le pain partagent une longue histoire. Jamais le pain n'avait ressemblé à notre baguette. Demain, il changera encore, et il évoluera vers d'autres formes, d'autres compositions et d'autres goûts. L'évolution de l'agriculture, la sélection des blés ont aussi considérablement transformé la nature des farines. Demain, il faudra également définir les critères nutritionnels acceptables pour une farine, loin des seules caractéristiques physicochimiques de la valeur boulangère. Au final, il faut espérer que le pain restera l'aliment de base d'une partie de l'humanité, en se diversifiant et en améliorant sa valeur nutritionnelle [83].

Les ménages algériens, affectent 45 % de leur budget à l'alimentation. La consommation de pain a nettement augmenté en Algérie, précisant que, d'après les statistiques du FAO, l'Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture, en collaboration avec la Fédération mondiale des boulangers, les Algériens consomment 48 600 000 pains chaque jour, occupant de ce fait, le premier rang des consommateurs de pain dans le monde. Ils optent pour le pain

blanc plutôt que pour du pain à grains entiers. Le pain est une des principales sources d'amidon dans l'alimentation de l'Algérien [84].

### 1.6.2. Ingrédients de base de la fabrication du pain

La composition de base du pain est d'une remarquable simplicité (eau, levure ou levain, farine, sel), mais la conduite du procédé de fabrication et la nature des farines utilisées conduisent à une large gamme de produits de panification, caractérisés par leur structure alvéolaire [50].

#### 1.6.2.1. La farine

La farine de blé, principal ingrédient dans la fabrication du pain, est composée principalement d'amidon (environ 70 à 75 %), d'eau (environ 14 %) et de protéines (environ 10 à 12 %). On trouve aussi des polysaccharides non amyliques (environ 2-3 %) notamment les arabinoxylanes (AX) et les lipides (environ 2 %) qui représentent des constituants mineurs de la farine mais jouent un rôle important dans le processus de fabrication du pain et sa qualité [20].

Une farine panifiable de bonne qualité est caractérisée par : une bonne teneur en protéine et un bon rendement en gluten élastique, résistant et stable, une bonne aptitude à la rétention gazeuse, un taux d'amidon endommagé et une activité amylasique adéquate pour produire suffisamment de sucres simples et augmenter l'activité des enzymes de la levure au cours de la fermentation, une humidité satisfaisante inférieure à 14 %, pour permettre une bonne conservation de la farine, et une couleur satisfaisante. Ces exigences peuvent être remplies par une farine issue d'un blé fort, c'est-à-dire un blé présentant une bonne teneur en protéines [85].

La farine (14,5% d'humidité, 13% de protéines, 0,55% de cendres, pH 5,7-6.1) représente toujours 100%, et le reste des ingrédients représentent un pourcentage massique de cette quantité. La plupart des recettes de pains artisanaux contiennent de 60 % à 75 % d'eau [86].

#### 1.6.2.2. La levure

Les levures et plus particulièrement *Saccharomyces cerevisiae* (*S. cerevisiae*) sont exploités depuis des siècles par l'homme en panification et pour la

fermentation des boissons alcooliques. Depuis de nombreuses années, elles sont également utilisées comme additifs alimentaires chez les animaux pour améliorer leurs performances zootechniques et comme régulateur de la flore intestinale chez l'homme [87].

La levure est utilisée dans différentes formes : compressée, crème (liquide), séchée en granulés et poudre active instantanée [85].

*S. cerevisiae* peut transformer 95% des glucides fermentescibles présents dans la farine en éthanol dont la plus grande partie s'évapore pendant la cuisson et en dioxyde de carbone. Les 5% restants peuvent participer à des réactions de fermentation secondaires comme la glycolyse de l'acide pyruvique.

La fermentation fondamentalement produit des alcools, des aldéhydes, des acides, des esters et des cétones [88]

#### 1.6.2.3. Le sel

Le sel, substance composée de sodium et de chlore, excellent élément de conservation alimentaire (dans les charcuteries, les poissons et les fromages), composé fondamental de la cuisine pour conférer à divers aliments couleur, saveur et texture, substance nécessaire au développement des levures (pain, gâteaux). En panification, le sel n'est pas qu'un agent de sapidité, c'est aussi un agent technologique [13].

Le pourcentage de sel utilisé est généralement 1,8 à 2,1 % du poids de la farine, ce qui donne une concentration de 1.1-1.4 % de sel dans le pain [85, 89]. Le chlorure de sodium rend le gluten de blé plus stable et moins extensible, le rendant moins collant [90].

#### 1.6.1.4. La matière grasse

La teneur idéale de matière grasse ajoutée dans une formule de pain est d'environ 2 à 5% sur la base de la farine [91]. La matière grasse améliore la machinabilité de la pâte [86], augmente le volume du pain, réduit la dureté de la croûte et donne une mie fine [85]. La matière grasse limite aussi le phénomène du rassissement du pain [92].

#### 1.6.1.5. Les améliorants

Ces dernières décennies on a enregistré une grande demande de produits de boulangerie de qualité et ayant une bonne durée de conservation ce qui a conduit à l'application d'un large éventail d'additifs en boulangerie [93].

Ces additifs (améliorants du pain) comprennent les émulsifiants, les enzymes, la farine de soja, et les oxydants et réducteurs [89], et sont essentielles pour améliorer la machinabilité de la pâte, la réduction du temps de repos de la pâte, l'amélioration de la durée de conservation des produits de boulangerie, le volume, la couleur de la croûte, la blancheur, l'arôme et la saveur [93] .

#### 1.7. La valeur nutritionnelle du pain

Avec un apport énergétique d'environ 2,2 kcal (9,2 kJ) par gramme, le pain est considéré comme un aliment « moyennement » calorique. La plupart de l'énergie fournie par le pain provient de l'amidon.

La teneur en lipides/100 g de pain est faible. Toutefois, cette teneur peut augmenter en ajoutant de la matière grasse pendant le processus de panification. Le pain contient aussi des teneurs considérables de protéines et de glucides. La teneur en fibres du pain dépend de la farine utilisée, une tranche de pain de 40 g de pain de farine blanche apportera environ 1 g de fibres alors que la même tranche de pain de farine complète donnera 3 – 4,5 g de fibres. Le pain fourni de nombreux oligo-éléments, notamment le calcium, le fer, le zinc, le cuivre, le magnésium, le manganèse, le sélénium, et certaines vitamines B, tels que l'acide folique [94].

#### 1.8. Le procédé de panification

La fabrication du pain comprend une série d'opérations qui sont : le pétrissage, la fermentation, la cuisson et le refroidissement. Chaque étape dans les processus doit être contrôlée afin de garantir la qualité du produit fini. En panification différents ingrédients et additifs peuvent être utilisés pour obtenir des pains spéciaux [95].

La panification est un processus dynamique continu avec des changements physico-chimiques, microbiologiques et biochimiques induits par l'action mécanique, thermique et l'activité des bactéries lactiques et de levures ainsi que l'activité des enzymes endogènes [96].

Les étapes de fabrication du pain commencent par le mélange des quatre ingrédients du pain (farine, eau, levure ou levain et sel) avec le pétrissage, suivi de la première fermentation ou pointage suivi du boulage (mise en forme), puis de la seconde fermentation ou apprêt, suivi des incisions, enfin de la cuisson, et du ressuage permettant l'évaporation. Le pétrissage peut être plus ou moins rapide (ou lent). Un pétrissage rapide conduit à l'incorporation d'air dans la pâte, ce qui accélère les processus d'oxydation et dégrade une partie des tocophérols et tocotrienols (vitamine E) et des acides gras poly-insaturés. Il joue également un rôle dans la dégradation ou la conservation des molécules aromatiques [13].

En panification, le pétrissage est une opération clé qui détermine les propriétés mécaniques de la pâte, qui a une influence directe sur la qualité du produit fini. Le pétrissage permet l'hydratation des constituants de la farine et il fournit l'énergie mécanique nécessaire pour développer le réseau protéique. Pendant le pétrissage, la pâte est exposée à des déformations uni et bi axiales, un réseau protéique continu est alors formé et stabilisé par les ponts disulfures [96].

Pour un pain de levure, la pâte produite en mélangeant la farine et l'eau doit avoir un bon équilibre entre élasticité et l'extensibilité, Chimiquement, cela dépend de la qualité de la gluténine, qui influe sur l'élasticité de la pâte, mais aussi la qualité de la gliadine, qui régit l'extensibilité. Les propriétés rhéologiques de la pâte exercent un rôle déterminant dans la qualité du produit fini et des efforts considérables ont été déployés pour élucider la relation complexe entre la qualité de la farine, les propriétés rhéologiques de la pâte et la panification [51].

La fermentation se déroule en deux phases dans un milieu strictement anaérobie. Dans la première phase, les monosaccharides (glucose, fructose et galactose) sont rapidement fermentés par la levure, ensuite le saccharose, présent dans la farine ou ajouté à la formule, est également hydrolysé en glucose et fructose par l'invertase de levure. Ces sucres sont ensuite métabolisés par la

levure. A ce stade, les amylases, et plus particulièrement la  $\beta$ -amylase, hydrolysent l'amidon en maltose. Ce disaccharide est divisé par la suite en glucose par la maltase de la levure permettant ainsi la progression de la fermentation. Ensuite, la fermentation alcoolique commence. Près de 95% des monosaccharides formés par l'hydrolyse de l'amidon sont convertis par la voie «Embden – Meyerhof – Parnas» ou glycolyse avant la fermentation. Cela conduit à la formation d'acide pyruvique, qui est ensuite décarboxylé en acétaldéhyde pendant la fermentation avec la libération de dioxyde de carbone.

Finalement l'acétaldéhyde est réduit en éthanol par l'alcool déshydrogénase. Les 5% de sucres restants sont impliqués dans les fermentations secondaires par la levure et divers micro-organismes, notamment les bactéries lactiques. A partir de l'acide pyruvique, différents composés de saveur sont alors formés:

Alcools, carbonyles, esters et acides organiques. La plupart de ces composés contribuent à l'arôme de la mie [97].

La fermentation à la levure conduit à une fermentation alcoolique avec formation d'alcool qui s'évapore, d' $H_2O$  et de  $CO_2$  avec des alvéoles petites ; la fermentation au levain (tirée d'un pâton précédent), de type lactique, conduit à la production d'acide lactique, ce qui abaisse le pH du pâton et du pain avec des conséquences sur la biodisponibilité des minéraux en permettant l'activité de la phytase qui dégrade l'acide phytique ; cela empêche la formation de phytates de minéraux, complexes insolubles [13] .

La cuisson est la dernière et importante étape dans la fabrication du pain durant laquelle une série de changements physiques, chimiques et biologiques se déroulent, tels que l'évaporation de l'eau, formation d'une structure poreuse, expansion du volume, dénaturation des protéines, gélatinisation de l'amidon, formation de croûte etc. La température est un facteur déterminant dans divers changements physico-chimiques pendant la cuisson du pain [86].

La formation de couleur dans les produits de boulangerie pendant la cuisson est largement connu sous le nom de brunissement, c'est le résultat de

réactions chimiques non-enzymatiques qui produisent des composés colorés pendant l'étape de cuisson; ces réactions sont la réaction de Maillard et la caramélisation, au fur et à mesure de la cuisson, la température augmente et l'activité de l'eau diminue à la surface du produit, et par conséquent, le développement brunissement est accéléré conduisant à la formation et à l'accumulation des composés colorés (figure 1. 9).

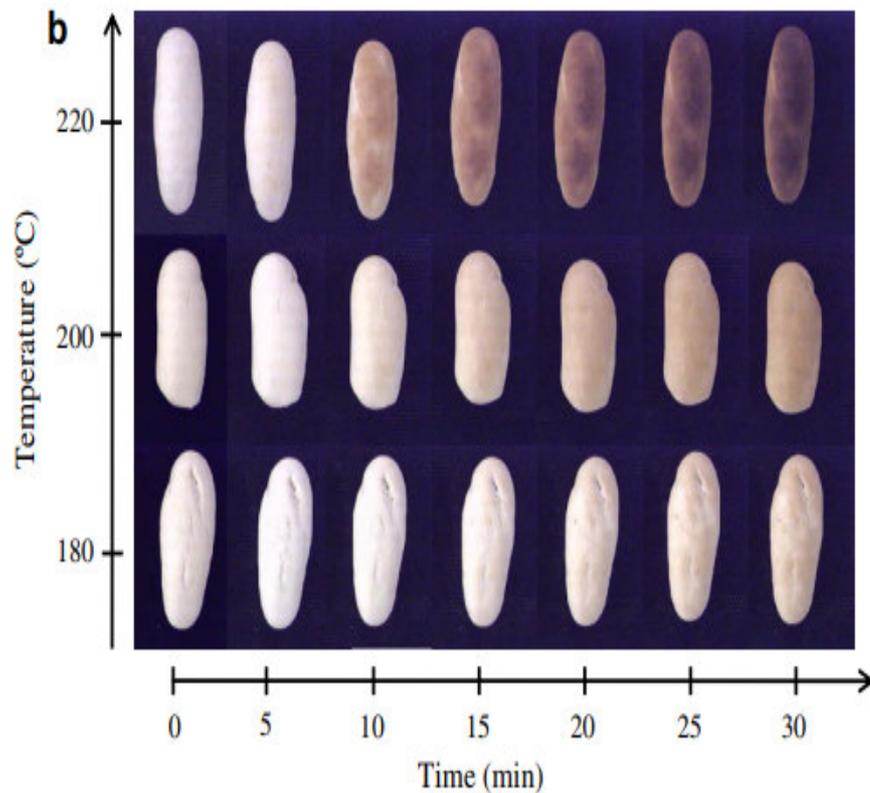


Figure 1. 11 : Variation de la couleur de la surface de pain pendant la cuisson au four à 180C, 200C et 220C [98].

### 1.8. La qualité du pain

Un « bon » pain s'identifie par une croûte épaisse non craquelée, mate, une mie ocre, élastique, bien alvéolée, mais irrégulièrement, un peu sucré, peu salée [13].

La qualité du pain est normalement définie selon à son volume, sa texture, sa couleur et sa saveur (la somme des et les impressions olfactives vécues pendant les repas) [88].

Parmi ces propriétés fondamentales, l'arôme du pain joue un rôle clé dans son acceptation par le consommateur, L'arôme est l'une des premières caractéristiques perçue par les clients par leur sens olfactif lorsque le pain est acheté .Il existe une grande liste de composés volatils dans le pain de blé, y compris les alcools, les aldéhydes, les esters, les éthers, les cétones, les acides, les hydrocarbures, pyrazines, pyrrolines, furanes, lactones ou composés soufrés [99].

## CHAPITRE 2

### METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES

#### 2.1. Introduction

La technologie a certainement contribué dans le développement d'outils et de méthodes pour optimiser le temps, le cout et la qualité en production, elle demeure aussi un moyen primordial au service de la recherche expérimental. Néanmoins, lorsque il s'agit d'étudier et modéliser un phénomène ou optimiser un procédé de fabrication, dépendants de plusieurs facteurs et visant un objectif prédéterminer, on doit recourir à La méthodologie des plans d'expériences. En effet pour résoudre le problème, il existe une autre approche classique ou intuitive appelée essais-erreurs, qui se résume à maintenir constant le niveau de tous les variables sauf une et de mesurer la grandeur de sortie (réponse). L'expérimentateur entame un premier essai, étudie les résultats et décide objectivement de la poursuite de l'essai suivant, pour déterminer l'évolution de la réponse en fonction du nouveau facteur pris en compte [100].

Lorsque le phénomène étudié dépend de plusieurs paramètres ou le nombre de niveau est élevé, il devient prohibitif de déterminer tous les essais. Une étude faisant intervenir par exemple 8 facteurs à 3 niveaux réclamera 38, et consommera beaucoup de temps et d'argent. Cette méthode présente aussi d'autres inconvénients majeurs en négligeant l'effet de l'interaction des facteurs sur la réponse cible [101], limite le domaine d'étude [102], peut s'avérer inefficace et peu fiable, conduisant à des conditions optimales erronées [103]. Au lieu d'utiliser la méthode classique qui s'avère inefficace, les ingénieurs optent pour une stratégie de planification d'expériences en appliquant un plan d'expériences.

#### 2.2. Historique des plans d'expériences

La méthode des plans d'expériences a été inventée par Sir R. A. Fisher durant les années 1920 et 1930 lorsqu'il travaillait chez Rothmasted Agricultural

Experimental Station [104]. Fisher introduit dans le domaine expérimental, pour la première fois en 1925, une méthode avec laquelle on étudiait plusieurs facteurs à la fois. Cette technique fut adoptée puis développée par des statisticiens et des mathématiciens qui définirent des tables d'expériences permettant de minimiser significativement le nombre d'expériences à effectuer sans négliger la pertinence de la campagne d'essais [105]. Les plans d'expériences ont été d'abord appliqués par les agronomes pour réduire le nombre et la durée des expériences.

En 1931, une collaboration de Fisher avec Frank Yates (1902-1993) conduit au développement de nouvelles expériences factorielles, l'élaboration d'expériences en blocs aléatoires incomplets et d'expériences factorielles fractionnaires [102]. Les travaux de deux autres noms méritent d'être mentionnées, à savoir ceux de G. Cochran William (1909-1980) et de Davis J. Finney (1917-), on doit particulièrement à ces statisticiens des publications importantes concernant les expériences croisées ou avec permutation des traitements (cross-over ou change-over experiment), ainsi que les travaux relatifs aux expériences factorielles fractionnaires et les répétitions fractionnaires (fractional replication) [106]. Au cours des années 50, les chimistes Box et Wilson ont développé la méthode de surface de réponse en se basant sur les techniques de régression analytique et la conduite d'expériences [107].

Le travail de Scheffé [1958], a permis l'application du concept de surfaces de réponse au cas particulier des plans de mélanges (mixture design) de différentes substances [108]. La théorie de l'optimalité en plans d'expériences, abordée, essentiellement par Kiefer en 1959, a permis de déterminer une nouvelle catégorie de plans d'expériences particulièrement adaptés aux problèmes soulevés par Box et Wilson et par Scheffé, dans des situations plus complexes, en relation à l'existence de contraintes particulières relatives aux différents facteurs [109]. Bien que la méthode des plans d'expériences fût utilisée en premier dans le domaine agricole, la méthode sera appliquée aussi avec succès dans l'armée et dans l'industrie depuis les années 1940.

Besse Day, exerçant au Laboratoire d'expérimentation navale (États-Unis), employa pendant la Seconde guerre mondiale les plans d'expériences pour résoudre les différents problèmes rencontrés dans son travail, comme la cause

de la mauvaise soudure dans un des chantiers navals [110]. Il a fallu les travaux du docteur Taguchi dans les années soixante au Japon pour que les plans d'expériences soient appliqués dans l'industrie. Taguchi a su simplifier et clarifier l'utilisation des plans d'expériences. Son œuvre est considérable et la diffusion à grande échelle de ses travaux aux Etats-Unis remonte à la fin des années soixante-dix. Aujourd'hui, les plans d'expériences représentent un outil indispensable à tout industriel, préoccupé d'améliorer la qualité de ses produits [111].

### 2.3. Définition et objectifs d'un plan d'expériences

Une expérience est une étude qui engendre des données dans le but de répondre à une question. La planification expérimentale constitue la méthode employée pour organiser une expérience. La mise en œuvre des plans d'expériences est une démarche permettant de réaliser une planification expérimentale performante et d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles [112]. Le terme "Plan d'expériences" provient de l'anglais Design of Experiments, ce qui signifie "conception des expériences".

En réalité, la méthode comporte aussi bien la détermination de la séquence d'essais à réaliser pour étudier un problème donné que l'analyse, algébrique et statistique, des résultats de ces essais [113]. La méthodologie de plan d'expérience est une procédure statistique permettant avec un minimum d'essais expérimentaux de définir un processus par un modèle mathématique. Cette approche statistique offre l'opportunité:

- De déterminer les éventuelles interactions entre les divers paramètres régissant ce processus,
- d'estimer les erreurs expérimentales ainsi que les erreurs d'ajustement du modèle,
- de pouvoir prédire avec justesse n'importe quelle valeur comprise dans le domaine expérimental,
- De trouver la combinaison optimale des facteurs d'entrée qui permet d'optimiser la variable de sortie [114],
- A traiter un nombre plus important de facteurs étudiés [115].

## 2.4. Les différents types de plan d'expériences

Afin de subvenir aux besoins que peut rencontrer l'expérimentateur pour mener à bien son étude ; différents types de plans d'expériences peuvent être utilisés, chacun permettant de répondre à des situations expérimentales différentes. Chaque type de plan résulte d'un compromis entre le nombre d'essais et la précision souhaitée des réponses, mais aussi prend en considération les contraintes du domaine expérimental étudié [116]. Nous allons citer certains types de plans classiques :

- Plans factoriels complets,
- Plans centrés composites,
- Plans fractionnaires,
- Plans de mélanges.

Chaque plan possède des particularités qui lui sont propre. Nous ne traiterons ici que le plan correspondant à notre étude, il s'agit des plans de mélange.

## 2.5. Terminologie et vocabulaire utilisés dans les plans d'expériences

Le domaine des plans d'expériences est une discipline qui possède sa propre terminologie. Avant de se lancer dans une étude il est donc nécessaire de définir ces notions spécifiques relatives à la conception et l'exploitation des plans d'expériences.

### 2.5.1. Facteur

Les facteurs sont les grandeurs supposées influencer et provoquer la variation des réponses [117]. Les données d'entrée sont considérées dans la littérature comme étant des facteurs qui peuvent être maîtrisé, mais il existe aussi d'autres paramètres qui ne peuvent pas l'être, par conséquent ils ont reçu l'appellation de facteurs bruits [118]. Les modifications des réglages de tout processus conduisent à l'observation des variations d'une ou plusieurs réponses [119].

Certains facteurs peuvent être quantitatifs, c'est-à-dire directement mesurables à l'aide d'une grandeur physique (température, masse, concentration, etc...), tandis que d'autres variables sont de nature qualitatifs donc

non directement quantifiables (couleur d'une peinture, variété de blé, catégorie socio-professionnelle, etc..) [120].

### 2.5.2. Réponse

La réponse désigne la grandeur mesurée à chaque essai; le plan s'intéresse à déterminer quels facteurs l'influencent ou quelle est son évolution en fonction de ceux-ci. Cette grandeur est généralement mesurable mais elle peut également être qualitative. Dans ce cas ce peut être par exemple une estimation visuelle sur l'état d'une surface ou une appréciation bon, moyen ou mauvais sur un produit alimentaire [105].

Il est indispensable que les réponses soient de nature quantitative afin de permettre l'utilisation de méthodes d'analyses statistiques telles que l'analyse de la variance ou de régression qui s'appuient sur des données quantitative [121].

### 2.5.3 Définition de l'espace expérimental et du domaine d'étude

Les facteurs d'un plan d'expériences peuvent être représentés par un axe gradué et orienté (figure 2.1). La valeur accordée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut. Le niveau bas du facteur est noté par - 1 et le niveau haut par +1 [105].

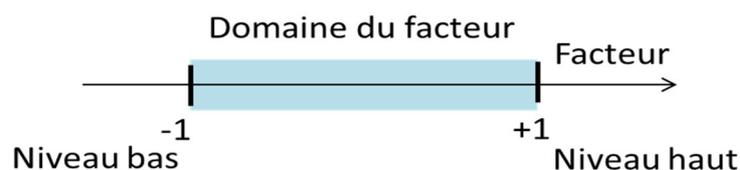


Figure 2.1 : Domaine de variation du facteur compris entre les deux niveaux bas (-1) et haut (+1)

S'il existe un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On détermine, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est tracé orthogonalement au premier. On définit comme ça un espace appelé l'espace expérimental [122].

Chaque point de l'espace expérimental est défini par ses deux coordonnées  $X_1$  et  $X_2$ , correspondant respectivement au niveau du facteur 1 et

celui du facteur 2 (figure 2.2). Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux [113].

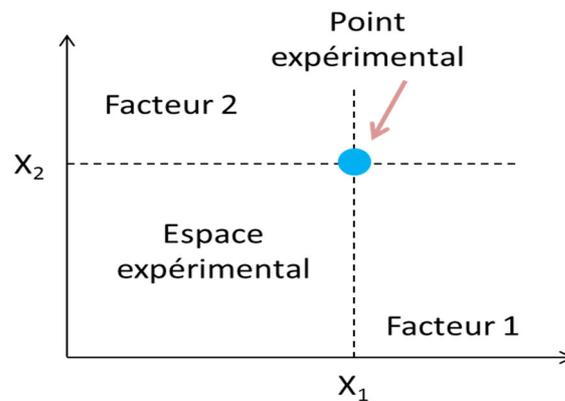


Figure 2..2: Délimitation de l'espace expérimentale d'un plan d'expériences à deux facteurs

On appelle domaine d'étude l'ensemble des points de la surface délimitée par les niveaux bas et haut de chaque facteur [102]. Ce domaine d'étude définit la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour réaliser ses essais. Une étude, regroupant plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points appartenant au domaine d'étude (figure 2.3) [112].

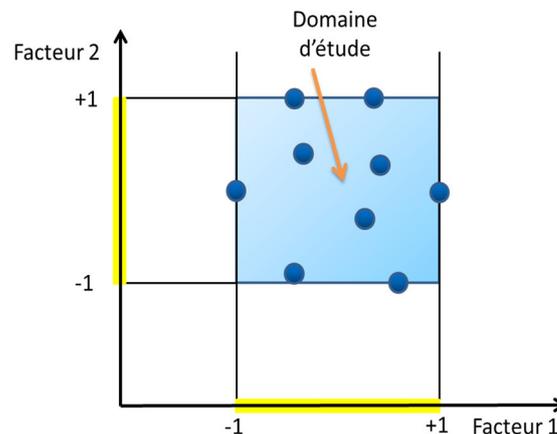


Figure 2.3 : Emplacement des points expérimentaux dans le domaine expérimental

## 2.6. Représentation mathématique d'une étude par une matrice d'expériences

En pratique, une représentation géométrique d'un plan d'expériences permet de définir la position des points expérimentaux dans le domaine d'étude.

Mais elle ne peut plus être utilisée dès que le nombre de facteurs est supérieur à trois [123]. Pour les espaces multidimensionnels, nous opterons pour une représentation en forme de tableau ou matrice d'expériences. Cette dernière est constituée d'une première colonne qui identifie les essais. Les colonnes suivantes déterminent les coordonnées des points représentatifs des expériences envisagées [124].

### 2.7. Notion du nombre de degrés de liberté

En statistique le degré de liberté représente le nombre de valeurs aléatoire qui ne peuvent être définies ou fixés par une équation (notamment une équation statistique) [125]. Les degrés de liberté ddl sont une partie importante de l'analyse statistique parce qu'ils nous fournissent des informations additionnelles sur le processus[126]. On définit le nombre de degrés de liberté (ddl) d'un modèle comme le nombre de variables indépendantes qui le composent.

Ainsi, le nombre de degré de liberté d'un modèle à k variables est de k+1 (k ddl associés aux variables plus un ddl associé à la constante  $\beta_0$  du modèle qui est la moyenne arithmétique des réponses)[106].

Le nombre de degré de liberté ddl associé à un facteur, est le nombre de niveau (de valeurs distinctes) qu'il prend lors de la réalisation du plan, minoré de 1. Le degré de liberté d'une interaction est le produit des degrés de liberté des facteurs qui contribuent dans cet effet d'interaction[117].

### 2.8. Coefficient de détermination $R^2$

On définit le coefficient  $R^2$  comme une mesure de la convenance géométrique du modèle aux données.  $R^2$  est appelé coefficient de détermination, ou encore la part de la variance totale expliquée par le modèle. Plus R est proche de 1, plus le modèle représente bien les données et démontre une bonne corrélation entre les valeurs observées et les valeurs prédites. Le coefficient de corrélation est calculer selon l'équation suivante[127] :

$$R^2 = \frac{\sum(\hat{y} - \bar{y})^2}{\sum(y - \bar{y})^2} \quad (2.1)$$

### 2.9. Coefficient de détermination R<sup>2</sup>ajusté

Si le nombre d'expériences est égal au nombre d'inconnues du système, le coefficient R<sup>2</sup> sera toujours égal à 1. C'est pour éviter cette ambiguïté que le coefficient de détermination R<sup>2</sup> ajusté a été introduit dans le but d'estimer la qualité descriptive du modèle. Ce coefficient défini comme la différence à 1 du rapport entre le carré moyen des écarts des résidus et le carré moyen des écarts expérimentaux est calculé par la relation suivante :

$$R_{aju}^2 = 1 - \frac{\frac{\sum(y - \hat{y})^2}{ddl_r}}{\frac{\sum(y - \bar{y})^2}{ddl_t}} \quad (2.2)$$

Plus les valeurs de R<sup>2</sup> et R<sup>2</sup> ajusté sont proches de 100%, plus la qualité descriptive du modèle est convenable [128].

### 2.10. Plan de mélange

Les plans de mélange sont des plans d'expériences spécialement adaptés pour une étude de produits composés de plusieurs constituants. Dans le cas de trois composants par exemple A, B et C, on se retrouve avec un triangle comme représenté sur la figure 2.4 [129]. Le plan de mélange est caractérisé par les points suivants :

- ✓ La somme de la proportion des constituants du mélange doit être égale à 100% (ou unité).
- ✓ Les niveaux des facteurs sont les proportions des différents constituants (et non les quantités absolues).
- ✓ Les réponses ne sont pas influencées par les quantités absolues des facteurs mais sont fonction des proportions relatives de ceux-ci [108].
- ✓ Leurs valeurs sont des nombres sans dimension, parfaitement comparables ; une valeur de 0,1 a la même signification, quelle qu'elle soit, représente la proportion d'un antioxydant dans une crème dessert, ou la proportion d'un cépage dans un vin [130].

On représente généralement le nombre de composants d'un mélange par q et la proportion du composant i par x<sub>i</sub>. Nous avons donc les contraintes suivantes :

$$x_i \gg 0 \text{ et } \sum_i x_i = 1 \quad i = 1, 2, \dots, q$$

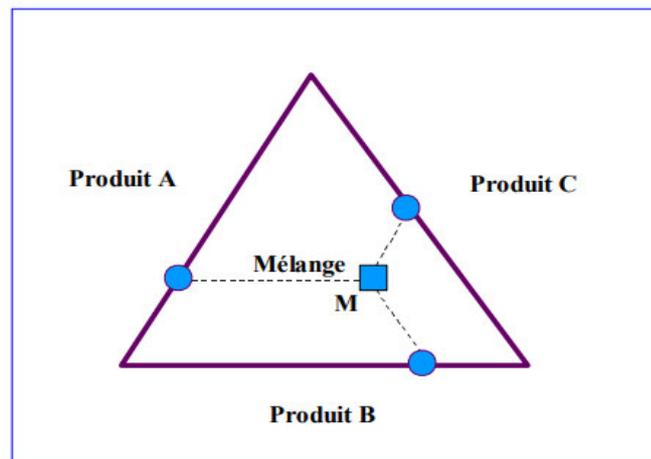


Figure 2.4 : Représentation graphique d'un plan de mélange à trois facteurs

### 2.10.1. Modélisation mathématique d'un plan de mélange

Plusieurs modèles existent pour définir les variations d'une réponse en fonction de la composition du mélange. La formulation d'un tel modèle de degré  $n$  avec  $k$  constituants, se fait par le réseau de Scheffé  $(k, n)$ . Les teneurs en  $X_i$  du mélange sont pris dans la série  $0, 1/n, 2/n, \dots, n/n$ , il y a autant de mélanges possibles que des coefficients à déterminer dans le modèle polynomial [130, 131].

Dans un domaine expérimental défini par les  $q$  composants, la réponse expérimentale est représentée par un polynôme :

Considérons les modèles polynomiaux suivant [108] :

$$y = \alpha_0 + \sum_i \alpha_i X_i + \sum_i \sum_j \alpha_{ij} X_i X_j + \sum_i \sum_j \sum_n \alpha_{ijn} X_i X_j X_n + \dots \quad (2.5)$$

Ils se simplifient en équation canonique en raison des contraintes fondamentales qui font disparaître la constante et les termes du second degré se réduisent aux termes rectangles [108, 123] :

$$y = \sum_i \beta_i X_i + \sum_i \sum_j \beta_{ij} X_i X_j + \beta_{12\dots q} X_1 X_2 \dots X_q \quad (2.6)$$

La modélisation mathématique de la réponse nous offre l'opportunité de calculer les valeurs des réponses du domaine d'étude en évitant de réaliser des expériences. Ce modèle est appelé (modèle postulé) ou (modèle a priori) [105].

Deux termes doivent être ajoutés pour compléter le modèle précédemment formulé :

- Le premier est le manque d'ajustement qui indique l'écart entre le modèle choisi a priori par l'expérimentateur avant les essais et le modèle réel qui régit le phénomène étudié.
- Le second terme est attribué à la nature aléatoire de la réponse, il définit, la dispersion observées de la réponse, lors des mesures répétées de sa valeur en un même point expérimentale, elle est nommée l'erreur expérimentale.

Le manque d'ajustement et l'erreur expérimentale, sont souvent regroupés et traités dans un seul écart, le résidu noté  $e$  [132]. Le résidu ou l'écart résiduel quantifie la différence entre la valeur ajusté et la valeur observée. Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'exprime par l'équation suivante :

$$y = f(x_1, x_2, x_3 + \dots, x_n) + e \quad (2.7)$$

### 2.10.2. Domaine expérimental

La disposition des points expérimentaux (voir figure 2.5) dépend du type de plan de mélange utilisé [123]. Dans le cas d'un mélange à trois constituants, les points choisis sont régulièrement repartis dans le plan en réseaux [131]. Les plans de mélanges centrés (figure 2.5) sont caractérisés par l'ajout systématique d'un point au centre correspondant au mélange en proportions égales de chacun des constituants. Les plans de mélanges centrés augmentés sont des plans de mélange centrés avec le rajout des centres gravitaires de chaque simplex unitaire [133].

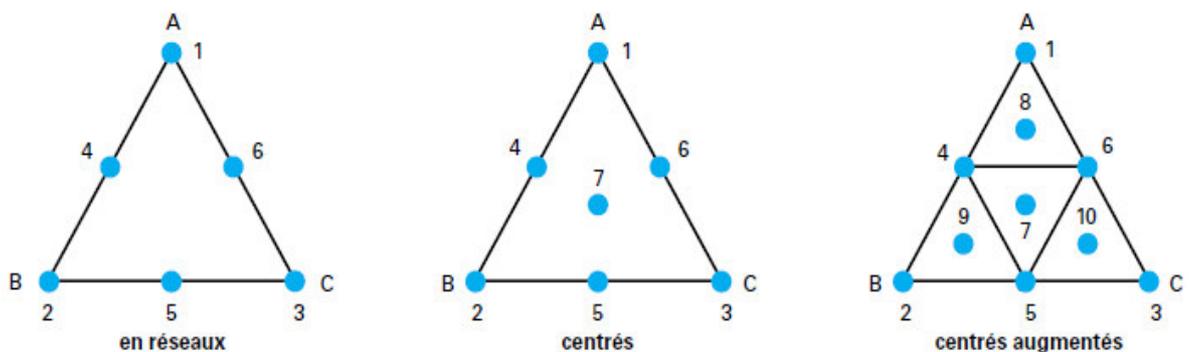


Figure 2.5 : Disposition des points expérimentaux selon les plans de mélanges classiques [123]

## 2.11. Notation mathématique

Avant d'aborder l'étude des variances, Il est nécessaire de présenter et connaître les notations employées dans cette étude. :

### 2.11.1. Variables

$x_i$  : Niveaux des différents facteurs choisis et contrôlés par l'expérimentateur

$y$  : Reponse mesurée,  $\hat{y}$  : reponse predite par le modele postulé,

$\bar{y}$  bare : moyenne des réponses observées.

### 2.11.2. Ecart et erreurs

Ecart résiduel =  $y - \hat{y}$ , Ecart expérimental =  $y - \bar{y}$ , Ecart d'ajustement =  $\hat{y} - \bar{y}$

## 2.12. Variances

Les variances appelées aussi carrés moyens, sont calculées à partir des écarts et erreurs enregistrés dans l'utilisation du plan d'expériences.

### 2.12.1. La variance résiduelle

La variance résiduelle est la somme des carrés des écarts entre la valeur mesurée  $y$  et la valeur calculée  $\hat{y}$  divisée par le nombre de degré de liberté  $ddl_r$ , elle est donnée par la relation :

$$v_r = \frac{\sum(y - \hat{y})^2}{ddl_r} \quad (2.7)$$

Le nombre de degré de liberté des résidus, noté  $ddl_r$ , correspond au nombre de valeurs mesurés  $N_{exp}$  moins le nombre de coefficient du modele choisi  $N_{coef}$ .

$$ddl_r = N_{exp} - N_{coef}$$

### 2.12.2. La variance expérimentale

La variance expérimentale représente la somme des carrés des écarts entre la valeur mesurée  $y$  et la moyenne des valeurs mesurées  $\bar{y}$ , divisée par le nombre de degré de liberté  $ddl_{exp}$  elle est exprimée par l'équation :

$$v_{exp} = \frac{\sum(y - \bar{y})^2}{ddl_{exp}} \quad (2.8)$$

Le nombre de degré de liberté expérimental  $ddl_{exp}$ , est égal a la somme du nombre de valeurs expérimentales  $N_{exp}$  par essai moins un ,diminué du nombre de coefficient du modele  $N_{coef}$ .

$$ddl_{exp} = N_{exp} - 1 - N_{coef}$$

### 2.12.3. La variance d'ajustement

La variance d'ajustement désigne la somme des carrés des écarts observés entre la valeur prédite  $\hat{y}$  et la moyenne des valeurs mesurées  $\bar{y}$ , divisée par le nombre de degré de liberté  $ddl_{ajust}$ , elle est exprimée par l'équation :

$$v_{ajus} = \frac{\sum(\hat{y} - \bar{y})^2}{ddl_{ajust}} \quad (2.9)$$

Le nombre de degré de liberté de la variance d'ajustement est la différence entre le nombre de moyenne  $\bar{y}$ , et le nombre de coefficients du modele mathematique, calculé selon l'equation suivante [134] :

$$ddl_{ajust} = N_{moy} - N_{coef}$$

### 2.12.4. Variance du modèle ou de régression

La variance de régression ou du modèle traduit la variation des réponses calculés autour de leurs moyenne, divisée par le nombre de degré de liberté  $ddl_m$ , elle est definie par l'équation[135, 136] :

$$v_m = \frac{\sum(\hat{y} - \bar{y})^2}{ddl_m} \quad (2.10)$$

Le nombre de degré de liberté  $ddl_m$  affecté à la somme des carrés associé au modelé est calculé a partir de la relation suivante [136] :

$$ddl_m = N_{coef} - 1$$

### 2.12.5. Variance totale

La variation totale de la réponse, est composée par la somme de la variation des carrés de régression et la somme des carrés des résidus [137] . La variance totale est le résultat de la somme des carrés des écarts observés entre

les valeurs mesurés de tous les essais et leur moyenne divisée par le nombre de degré de liberté  $ddl_t$  [135, 136]:

$$v_t = \frac{\sum(y - \bar{y})^2}{ddl_t} \quad (2.11)$$

Le nombre de degré de liberté  $ddl_t$ , relatif a la somme des carrés associé à l'écart total est calculé par la relation [136] :

$$ddl_t = N_{\text{exp}} - 1$$

### 2.13. Analyse statistique de la variance

L'analyse de variance de Fisher comprend deux tests statistiques employer pour juger de la qualité prédictive du modèle (analyse globale du modèle) et d'estimer son adéquation par rapport au modelé qui régit réellement le phénomène étudié (vérification de l'ajustement du modèle) [100].

### 2.14. Validation du modèle mathématique

L'adoption d'un modèle mathématique formulé, nécessite sa soumission à des tests de validation pour vérifier sa convenance, ses qualités descriptives et prédictives. Dans la pratique, trois méthodes de validation sont utilisées :

- Test de signification globale de la régression (Test de validation 1).
- l'analyse du manque d'ajustement (Test de validation 2).
- l'utilisation de points tests [102].

Le test de validation comprend aussi l'étude graphique de la nature résidus [138].

### 2.15. Test de Fisher

Le test de Fisher est un outil statistique qui mesure le rapport entre deux variances et les compare à une certaine valeur théorique issue de la table de Fisher. Si la valeur est inférieure à celle théorique l'hypothèse nulle est acceptée, auquel cas celle-ci est rejetée [139].

La figure 2.6 nous montre que dans le cadre de l'hypothèse nulle (où le facteur n'est pas influent), le rapport peut être égal à l'infini. Cependant, la probabilité est très faible. Pour conclure sur un effet, il faut donc prendre le risque de conclure que cet effet est significatif alors que nous sommes dans le cadre de l'hypothèse nulle. Nous le noterons risque  $\alpha$ . Il est généralement fixé à 5%. En

fonction du risque  $\alpha$ , la loi de Fisher-Snedecor détermine un seuil de refus de l'hypothèse nulle que l'on appellera  $F_{\text{théorique}}$  [140].

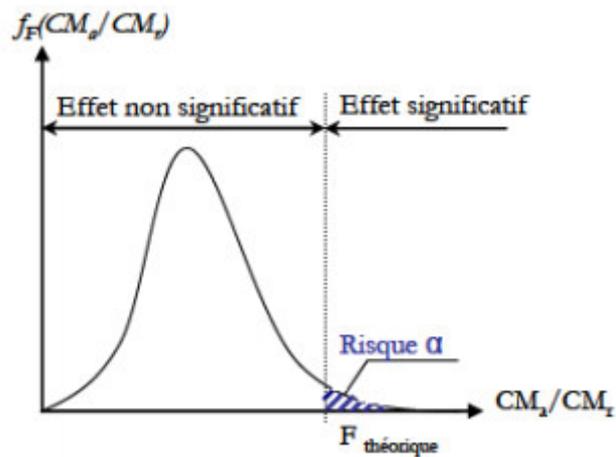


Figure 2.6 : Distribution graphique de la loi de Fisher-Snedecor

#### 2.15.1. Test du manque d'ajustement

Le manque d'ajustement ou d'adéquation (appelé lack-of-fit) compare l'erreur expérimentale (variance expérimentale) avec l'erreur induite par le modèle (variance d'ajustement). Un modèle est considéré comme ajusté, si son manque d'adéquation est non-significatif et donc sa p-value correspondante doit être supérieure à 0,05 [141], en pratique Pour que le modèle soit validé, il faut que la variance du manque d'ajustement soit non significative, à 95%, c'est à dire la valeur du rapport F calculée soit inférieure à la valeur théorique de Fisher, autrement dit:  $F_{\text{exp}} \ll F_{\alpha, V_{\text{res}}, V_{\text{erreur.exp}}}$  où  $\alpha = 0,05$  [142].

Le test de Fischer et la probabilité p-value (analyse des variances, ANOVA) montrent que le facteur est d'autant plus significatif que son F-Ratio est élevée et sa p-value faible ( $p < 0,0$ ).

#### 2.15.2 Test de validation du modèle global

C'est un test visant à vérifier que le modèle a la capacité de décrire la variation des essais [136] faucher .L'analyse de cette variance est basée sur la comparaison de la variance du modèle établi ( variance expliquée par le modèle) par rapport à la variance du résidu (variance inexpliquée par le modele), au moyen du test de « Fisher Snedecor ». Pour que le modèle soit très significatif à 95%, il

faut que la valeur de F expérimentale soit largement supérieure à F théorique,  $F_{\text{exp}} \gg F_{\alpha, v \text{ mod}, v \text{ res}}$  où  $\alpha = 0,05$  [142, 143]

### 2.16. Validation du modèle par points test

Elle consiste à réaliser des essais supplémentaires de confirmation en des points situés à l'intérieur du domaine d'étude, et à comparer les valeurs mesurées à celles calculées à partir du modèle. Le modèle mathématique est validé si les différences  $y - \hat{y}$  entre les valeurs mesurées  $y$  et calculées  $\hat{y}$  ne sont pas statistiquement significatives [102]. Cette évaluation statistique est basée sur la notion de coefficient de variation qu'on notera  $C_v$ , définit par la relation :

$$C_v = \frac{|y - \hat{y}|}{\hat{y}} \quad (2.12)$$

Si L'ensemble des coefficients de variations calculés sont inférieur à 15%, alors le modèle établi est validé [144].

### 2.17. Probabilité

Beaucoup de chercheurs se réfèrent à une « p-valeur » de moins de 0.05 comme un seuil de significativité statistique, ce qui indique que le résultat observé dans une étude peut se produire par hasard moins d'une fois en vingt études différentes. La « valeur p » peut seulement prendre des valeurs comprises entre 0 et 1. Si elle est inférieure à 0.05, on conclut que l'effet est significatif et si elle est inférieure à 0,01, il est possible de conclure que le facteur est hautement significatif [145].

### 2.18. Analyse des résidus

On utilise un certain nombre d'outils graphique, pour estimer la qualité du modèle formulé. A partir de l'examen graphique du nuage de points des résidus, on peut vérifier visuellement la validité du modèle.

#### 2.18.1. Graphe de la distribution des résidus

La validité du modèle est en effet évaluée en se référant à la représentation graphique des résidus en fonction des valeurs prédites, illustré par la figure 2.7. Dans le cas d'un modèle adéquat, les points sont dispersés d'une manière aléatoire et équitable autour de l'axe des abscisses et toutes les valeurs sont

comprises entre - 3 et +3 ; qui sont considérées comme les limites de détection des valeurs aberrantes supérieures et inférieures [146, 147] .

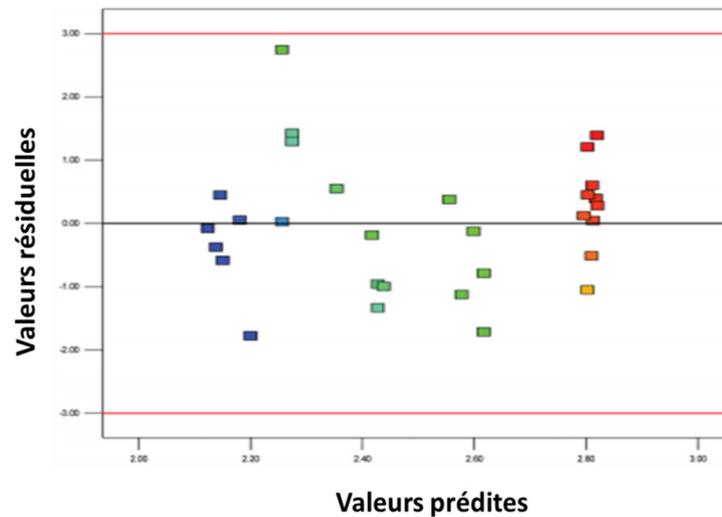


Figure 2.7 : Exemple de répartition des résidus en fonctions des valeurs prédites [148]

### 2.18.2. Etude graphique de la normalité des résidus

La vérification de la normalité des résidus est un test important dans l'estimation de l'adéquation du modèle choisie, elle consiste à afficher les résidus sur un graphique probabilité - Normale. Si la distribution des résidus est normale, l'hypothèse de la normalité de la distribution du terme d'erreur est confirmée. L'allure du graphe devrait ressembler à une ligne droite comme l'indique la figure 2.8 [148].

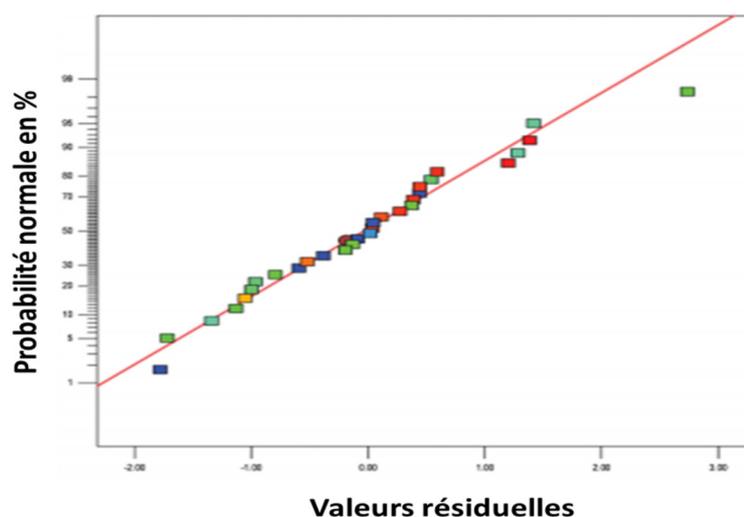


Figure 2.8 : Diagnostique typique de la normalité des résidus

### 2.19. Exploitation du modèle validé

Lorsque le modèle établi est validé, on peut l'exploiter pour déterminer l'optimum, ou un compromis acceptable dans le cas d'une optimisation multicritère. Plusieurs outils mathématiques d'aide à l'interprétation peuvent être utilisés dont, notamment :

- ✓ La description graphique des courbes d'iso-réponses et des surfaces de réponses.
- ✓ L'étude de la fonction de désirabilité dans le cas de réponses multiples [142]

### 2.20. Méthodologie de surface de réponse et courbe iso-réponse

Les niveaux  $x_i$  correspondent aux coordonnées d'un point expérimental et  $y$  définit la valeur de la réponse en ce point. On détermine un axe orthogonal à l'espace expérimental et sera affecté à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse exige un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs est représenté dans un espace à trois dimensions: une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs [122].

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se situent sur une surface appelée la surface de réponse [149]. La surface de réponse est un outil pour analyser et quantifier les interactions éventuelles entre les facteurs opératoires [141], et d'identifier une zone du domaine expérimental dans laquelle la réponse est intéressante [128]. Cette surface de réponse, dans le cas de l'étude de l'effet de deux facteurs sur la réponse cible, peut être représentée comme le montrent les figures 2.9 et 2.10, par un « relief géographique »:

- Une surface plane plus ou moins pentue si le modèle linéaire est adopté et qu'il n'existe pas d'interactions entre les facteurs
- Un « sommet » ou une « crevasse » en « 3 dimensions » servant à indiquer un optimum, maximum ou minimum, si c'est un modèle quadratique (du second degré) qui est adapté et qu'il existe des interactions entre les facteurs [113].

La surface de régression ainsi obtenue doit assurer une qualité descriptive et prédictive devant être la meilleure possible au sein du domaine expérimental [106].

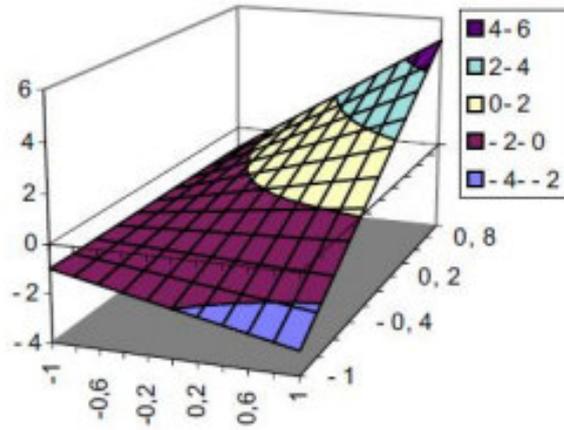


Figure 2.9 : Exemple de surface de réponse mettant en évidence une interaction entre deux facteurs

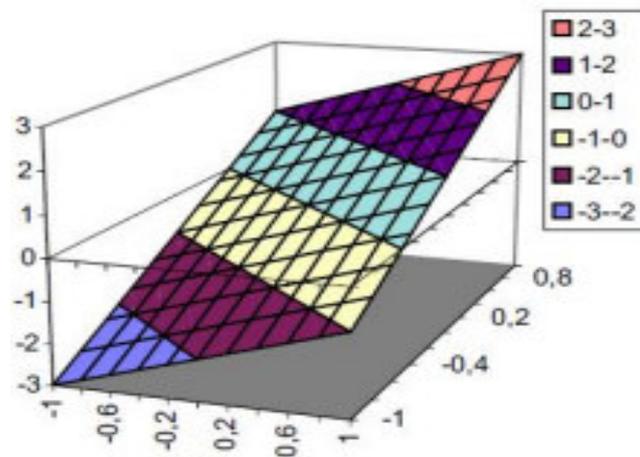


Figure 2.10 : Surface de réponse plane avec absence d'interaction entre les facteurs

L'exploitation du modèle validé est aussi réalisée graphiquement en traçant en 2D les courbes d'isorréponses (figure 2.11) [102]. Les courbes iso-réponse sont une sorte de projection d'une surface tridimensionnelle (surface de réponse) sur un plan à deux dimensions. Ces courbes sont présentées comme des courbes de

niveaux, dessinées sur une carte topographique. Tout comme pour les surfaces de réponse, cette représentation ne fait intervenir que 2 facteurs à la fois, les autres devant être fixés à un niveau constant [150].

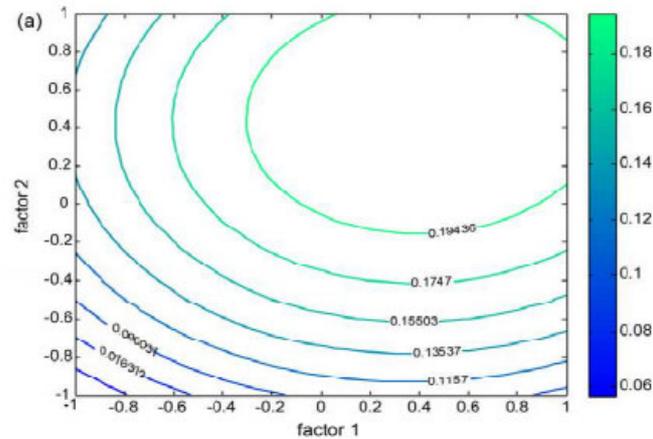


Figure 2.11 : Exemple de courbe iso-réponse

Lorsqu'on utilise un plan de mélange, la valeur de la réponse ne sera pas la même pour tous les mélanges, elle va changer selon la composition. L'ensemble des mélanges ayant la même valeur peuvent être représentés par une courbe appelée courbe d'isoréponse. On peut donc tracer l'ensemble des réponses mesurées de tous les mélanges appartenant au domaine expérimental sous la forme de courbes d'isoréponse (figure 2.12) [151].

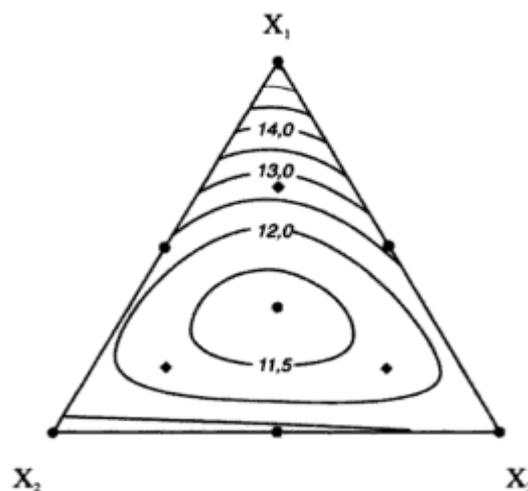


Figure 2.12 : Courbes d'isoréponse d'un plan de mélange en présence de trois facteurs

### 2.21. Fonction de désirabilité et optimisation multi-objectifs

La fonction de désirabilité est une méthode récemment et fréquemment utilisée pour l'optimisation simultanée de plusieurs réponses. Cette technique se

résume à réunir plusieurs équations exprimant des réponses différentes et ayant des facteurs communs, en une seule fonction, nommée la réponse composite ou fonction de désirabilité [105]. Après avoir défini les fonctions de désirabilité individuelle et la fonction de désirabilité globale, l'objectif suivant consiste à rechercher un optimum multicritère, c'est-à-dire à rechercher et sélectionner les valeurs des facteurs contrôlés qui conduisent aux réponses souhaitées [128].

Dans une étude expérimentale, trois types d'optimisation de la réponse sont proposés. Cette indication permet de définir les courbes de désirabilité (fonction établie par Derringer et Suich, elle permet de trouver le meilleur compromis entre plusieurs réponses):

- « maximise » vise à maximiser  $y$  en fonction des niveaux des  $x_i$  ;
- « minimise » vise à minimiser  $y$  en fonction des niveaux des  $x_i$  ;
- « target » cherche à cibler  $y$  autour d'une valeur prédéfinie en fonction des niveaux des  $x_i$ ,
- « none » sans objectif [116].

La valeur de la désirabilité, dépend des niveaux de facteurs, et varie dans l'intervalle  $[0,1]$ . La valeur 1 correspond à une satisfaction maximale et la valeur 0 correspond à un refus complet. On peut aboutir à plusieurs situations :

- ✓ La désirabilité globale est égale à 1 lorsque tous les objectifs sont atteints. Dans ce cas toutes les désirabilités individuelles sont égales à 1.
- ✓ La désirabilité globale est égale à 0 si l'un au moins des objectifs n'est pas atteint. Dans ce cas l'une au moins des désirabilités individuelles est nulle.
- ✓ La désirabilité globale est comprise entre 0 et 1 quand certains objectifs sont complètement atteints et d'autres partiellement seulement. Dans ce cas aucune désirabilité individuelle n'est égale à 0 et les désirabilités ne sont pas toutes égales à 1.

Le meilleur compromis est obtenu pour la plus forte valeur de la désirabilité globale [131]. Cette méthode est privilégiée par de nombreux auteurs, car elle est simple, rapide et surtout elle est intégrée aux logiciels de plans d'expériences [152].

### 2.22. Logiciels des plans d'expérience

Les logiciels de plan d'expériences intègrent des bibliothèques de plans classiques et ils permettent aussi de construire le plan le mieux adapté à l'étude. Il est donc avantageux d'utiliser un logiciel qui effectue non seulement le calcul des coefficients mais aussi tous les calculs statistiques permettant d'estimer la qualité du modèle mathématique. Les logiciels de plans d'expériences sont aussi programmés pour calculer des réponses dans tout le domaine d'étude, pour effectuer les analyses de variance, pour tracer des courbes d'isoréponses, pour construire les surfaces de réponse et pour déterminer les zones d'intérêt [153]. Il existe plusieurs logiciels destinés à la conception et l'analyse des plans d'expériences, en particulier Design expert 7.0.0 qui possède tous les outils informatiques pour la construction, le traitement de plan d'expériences, et l'analyse des données expérimentales.

### 2.23. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons évoqué la stratégie expérimentale utilisée dans notre étude. En effet, la méthodologie des plans d'expériences nous offre la possibilité d'organiser et d'optimiser avec rigueur la campagne de nos essais, elle favorise la réduction du prix de revient et la durée de l'expérience. La mise en place d'un plan d'expériences, comprend une étude statistique et graphique laborieuse, cependant, le logiciel design expert permet un accès simple et rapide à ces outils. Design expert permet de générer et définir tous les plans classiques y compris les plans de mélanges ; c'est un programme complet capable de traiter et exécuter toutes les tâches requises et indispensable à une étude expérimentale (analyse et modélisation des données, optimisation,...). Le plan d'expériences est très utile pour établir des modèles prédictifs.

## **CHAPITRE 3**

### **METHODES ET MATERIELS**

#### 3.1. Objectifs de l'étude

Le présent travail a pour objectif principal d'optimiser le taux d'incorporation des farines de blé dur et d'orge dans la farine panifiable pour développer un pain composite de qualité acceptable de point de vue organoleptique (volume massique, couleur, goût, texture, structure de la mie et acceptabilité globale). Pour l'objectif spécifique de l'étude, il s'agit de :

- Déterminer l'effet de chaque variable farine de blé tendre(A), farine de blé dur (B) et farine d'orge (C) sur les réponses physico-chimiques, fonctionnelles et rhéologiques des farines composées par la méthode des plans d'expériences.

Pour atteindre ces objectifs nous avons réalisé l'expérimentation suivante :

- Une caractérisation technologique et nutritionnelle des farines de blé tendre, blé dur et d'orge en utilisant différentes techniques : activité amylasique, amidon endommagé, granulation, taux de gluten sec et humide, la capacité d'hydratation, gluten index, analyse colorimétrique, et dosage des minéraux.
- Détermination des caractéristiques physico-chimiques (teneur en eau, les cendres, les fibres totaux, les lipides totaux, les protéines, et les glucides) des différentes farines composées selon par la matrice de mélange générée par le plan de mélange centré (14 essais) et développer des modèles mathématiques prédictifs pour chaque réponse étudiée.
- Evaluation des propriétés fonctionnelles des 14 échantillons de farines composées (capacité d'absorption d'eau(CAE), capacité d'absorption d'huile(CAH), capacité de gonflement(CG) et la densité apparente (DA) et élaborer des modèles mathématiques prédictifs pour chaque réponse étudiée.

- Détermination des propriétés rhéologiques des 14 échantillons de farines composées (le travail (W) et le ratio (P/L)) et établir des modèles mathématiques prédictifs pour chaque réponse mesurée.
- Détermination des modèles et vérification de leur validité.
- chercher la formulation optimum des farines composées à l'aide de la fonction désirabilité sur la base de leurs propriétés rhéologiques jugées comme étant les paramètres les plus influents sur la qualité finale du pain.
- Evaluation physique et sensorielle du pain optimum en comparaison avec le pain témoin 100% blé tendre.

### 3.2. Démarche expérimentale

#### 3.2.1. Matériel végétal

Les farines de blé dur (*Triticum aestivum.L.*) et de blé dur (*Triticum durum Desf.*) ont été fournies par une entreprise algérienne. L'orge (*Hordeum vulgare. L.*) de la variété algérienne (Saida 183) avec un poids de mille grains et un poids à l'hectolitre de 44,50 gr et 54,60 Kg/hl respectivement a été procurée par L'ITGC (Institut technique des grandes cultures). La farine complète d'orge a été préparée à l'aide d'un moulin d'essai de marque Brabender (taille des particules de 0,150 mm de diamètre). Les autres ingrédients comme le sel, la levure sèche instantanée ont été achetés au marché.

#### 3.2.1.1. Préparation des farines

Les farines de blé tendre, de blé dur et la farine complète d'orge ont été mélangées à l'aide d'un mixeur pour constituer 14 échantillons de farines composées à différentes proportions selon le plan de mélange centré (tableau 3.1) et entreposées dans des contenants hermétiques.

#### 3.2.1.2. Plan de mélange centré

Toute expérience devrait être l'objet d'une planification précise qui se concrétise sous la forme d'un plan d'expérience ou protocole expérimentale.

Le plan de mélange centré permettant d'étudier trois constituants comprend :

- ✓ Les produits purs,
- ✓ les mélanges moitié –moitié de deux produits purs,

- ✓ le mélange contenant un tiers de chaque produit pur (point central) [131]

Dans notre étude, le plan de mélange centré à 03 composants a été adopté pour déterminer la formulation optimale de la farine composée utilisée dans la fabrication du pain. Les variables (contrôlées) sont les farines du blé tendre (A), de blé dur (B) et la farine complète d'orge (C), et les réponses sont les paramètres chimiques : l'humidité, les cendres, les lipides, les fibres, les protéines, les glucides, les paramètres rhéologiques : le travail de déformation de la pâte (W) et le ratio de configuration de la courbe (P/L) et les paramètres fonctionnels : la capacité d'absorption d'eau (CAE), capacité d'absorption d'huile (CAH), la capacité de gonflement (CG) et la densité apparente (DA).

Les facteurs significatifs (probabilité est inférieure à 5%) ont été déterminés en réalisant une analyse de variance (ANOVA) sur les résultats expérimentaux obtenus. Dans notre étude on a :

$$0,00 \leq A: \text{farine de blé tendre} \leq 100 \text{ (3.1) ;}$$

$$0,00 \leq B: \text{farine de blé dur} \leq 100 \text{ (3.2) ;}$$

$$0,00 \leq C: \text{farine complète d'orge} \leq 100 \text{ (3.3) ;}$$

$$A + B + C = 100 \text{ (3.4).}$$

La matrice des essais du plan de mélange est présentée dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1: Matrice plan de mélange centré

N° Essai	A%	B%	C%
1	66,67	16,67	16,67
2	50,00	50,00	0
3	16,67	16,67	66,67
4	0	50,00	50,00
5	50,00	0	50,00
6	0	100	0
7	0	50,00	50,00
8	0	0	100
9	0	100	0
10	16,67	66,67	16,67
11	100	0	0
12	100	0	0
13	33,33	33,33	33,33
14	0	0	100

A : farine de blé tendre, B: farine de blé dur, C: farine complète d'orge

### 3.3. Méthodes d'analyses

#### 3.3.1. Méthodes d'analyses technologiques des farines

##### 3.3.1.1. Détermination du taux d'affleurement ou la granulométrie

La détermination du taux d'affleurement ou la granulométrie a été réalisé selon la méthode de [154].

##### Définition

Le taux d'affleurement est la quantité de farine extraite ou refusée par un tamis dont la garniture à une ouverture de maille qui est choisie en fonction de la finesse et de la granulométrie désirée.

##### Principe

La détermination du taux d'affleurement est réalisée à l'aide d'un plansichter doté d'un tamis dont la garniture à une ouverture de maille égale à 193 microns.

##### Appareillage

Plansichter de laboratoire doté d'un tamis dont l'ouverture de ces mailles de 7 XX.

##### Mode opératoire

Déverser 100 g de farines sur le tamis supérieur par la suite couvrira le tout après le lancement de moteur. Laisser tourner 5 minutes au terme de ce blutage, retirer la quantité extraite Récupérer dans le fond ramasseur et la peser pour évaluer en pourcentage.

##### Expression des résultats

La masse de refus obtenu est pesée et exprimée en pourcentage :

$$\text{Taux d'affleurement} = \frac{M_0}{M_1} \times 100 \quad (3.5)$$

$M_0$  : Masse du refus en gramme.

$M_1$ : Masse de l'échantillon en gramme.

##### 3.3.1.2. Détermination de taux de Gluten humide et sec

Le gluten humide d'une farine de blé est la substance plasto-élastique

composée principalement de gliadine et de gluténine, il constitue l'armature de la pâte et lui communique ses propriétés rhéologiques. La détermination des taux de Gluten humide et sec a été réalisée selon la méthode de [155].

### Principe

Préparation d'une pâte au moyen d'un échantillon des farines (des mélanges) et d'une solution de chlorure de sodium. Isolement du gluten humide par lavage de cette pâte avec la solution de chlorure de sodium, puis essorage et pesée du produit obtenu.

### Réactifs

L'eau utilisée doit être l'eau distillée, Chlorure de sodium, solution à 20g/l.

### Appareillage

Balance précise à 0,01g, mortier en porcelaine, verni à l'intérieur, ou capsule métallique émaillée de diamètre 10 à 15 cm, burette de 10ml, graduée en 0,1 ml, spatule de 18 à 20 cm de long, tamis, réservoir d'écoulement réglable pour la solution de chlorure de sodium, presse à gluten ouessoreuse par centrifugation, plaque métallique ou plaque en verre thermorésistant de 5 cm x 5 cm.

### Mode opératoire

#### 1- préparation de la pâte

Peser 10 g des farines à 0,01 g près et les introduire dans le mortier ou la capsule métallique. Verser 5,5 ml de la solution de chlorure de sodium en agitant la farine avec la spatule, former une boule avec la pâte, Après extraction manuelle, le lavage doit se faire au-dessus d'un tamis recouvert de gaze destiné à retenir les fragments. Malaxer le pâton en le plaçant dans la pomme de la main tout en versant dessus goutte à goutte la solution de chlorure de sodium, pour suivre cette opération jusqu'à ce que l'eau du lavage ne soit plus trouble.

#### 2- Essorage

Éliminer le plus grande partie de la solution de rinçage adhérent à la boule de gluten, en la comprimant entre les mains, refaire cette opération plusieurs fois.

Expression des résultats. Le gluten humide exprimé en pourcentage en masse du produit tel quel, est égal à :

$$GH = M \times \frac{100}{10} \quad (3.6)$$

M: Est la masse, en gramme de gluten humide.

Le gluten obtenu est essoré et ensuite centrifugé (6000 tours /min) dans un tamis de 600 $\mu$  deux fractions sont alors obtenues :

M<sub>1</sub> c'est la quantité de gluten qui à traverser le tamis.

M<sub>2</sub> c'est la quantité de gluten retenu par le tamis

Le gluten index exprimé en pourcentage en masse du produit tel quel, est égal à :

$$GI = \left( \frac{M_2}{M_2 + M_1} \right) \times 100 \quad (3.7)$$

Le gluten humide obtenu précédemment est placé dans une étuve Chopin pendant 2 heures ou bien rapidement dans un appareil adéquat Gluterk (4min).

#### Expression des résultats

Le gluten sec exprimé en pourcentage en masse du produit tel quel, est égal à :

$$\left( \frac{M_1 - M_0}{M} \right) \times 100 \quad (3.8)$$

La teneur en eau du gluten humide, exprimée en pourcentage en masse est égale à :

$$\left( \frac{M_2 - M_1}{M_2 - M_0} \right) \times 100 \quad (3.9)$$

Où :

M : est la masse en gramme de la plaque.

M<sub>1</sub> : est la masse de la plaque et du gluten sec.

M<sub>2</sub> : est la masse en gramme de la plaque et du gluten humide.

La capacité d'hydratation (exprimée en pourcentage) :

$$\left( \frac{GH - GS}{GH} \right) \times 100 \quad (3.10)$$

Où :

GH : est le gluten humide.

GS : est le gluten sec.

#### 3.3.1.3. Mesure de l'indice de chute selon Hagberg – Perten

### Intérêt

L'indice de chute de Hagberg mesure indirectement l'activité des amylases (enzymes dégradant l'amidon) qui peut devenir excessive dans le cas de présence de grains germés ou en voie de germination. Cette mesure a deux intérêts principaux :

Premièrement, évaluer la valeur d'utilisation des blés. Un blé dont l'activité amylasique est trop importante ne convient pas aux industries de cuisson et doit être orienté vers l'alimentation animale. La mesure de l'indice de chute de Hagberg est plus pertinente que le dénombrement des grains germés. En effet, l'examen visuel ne peut révéler un état de pré-germination qui induit cependant un développement de l'activité enzymatique dans le grain. Deuxièmement, corriger éventuellement une activité amylasique insuffisante d'une farine en vue de son utilisation en boulangerie par l'ajout de malt ou d'amylases fongiques.

### Principe

La mesure de l'indice de chute a été effectuée suivant la méthode de [156]. Le principe de la méthode repose sur la mesure de la viscosité d'un empois formé par la gélatinisation d'une suspension aqueuse de farine ou de mouture complète placée dans un bain d'eau bouillante. L'évolution de sa viscosité, liée à l'activité des enzymes, est appréciée par le temps mis par un agitateur pour traverser la préparation sous l'effet de son propre poids. Une activité amylasique importante provoque la liquéfaction rapide de l'empois et la durée de chute de l'agitateur est courte (faible indice de chute de Hagberg). Inversement, un blé à faible activité enzymatique a un indice de chute de Hagberg élevé.

### Expression des résultats

L'indice de chute de Hagberg s'exprime en secondes. Il globalise la durée d'agitation de la préparation (60 secondes) et celle de chute de l'agitateur. Un indice de chute ne peut donc être inférieur à 60 secondes.

#### 3.3.1.4. Mesure de l'amidon endommagé

##### Principe

L'amidon endommagé est déterminé en utilisant un appareil SDmatic. Pour déterminer cette mesure on a réalisé les étapes suivantes : Préparer une solution contenant 120 ml d'eau distillée d'eau distillée et 3 g ( $\pm$  1 g) d'acide

borique et d'iodure de potassium, la solution est placée dans l'appareil et la tête de mesure est mise en position. Une résistance chauffante porte la solution à 35°C, un thermomètre contrôle la température en temps réel, 1 g de farine ( $\pm 0.1$  g) est placé dans l'appareil sur un système vibrant, dès que la température est atteinte, une paire d'électrodes génère un courant électrique dans la solution qui crée de l'iode libre pendant de la masse de l'échantillon. Une deuxième paire d'électrodes mesure exactement le courant électrique généré : "I" (donc la quantité d'iode), la farine est automatiquement introduite dans le bol de réaction, le test continue pendant 180 secondes au terme desquelles l'appareil mesure l'intensité du courant résiduelle "IR".

#### Expression des résultats

Il est alors possible de calculer l'absorption d'iode "A<sub>i</sub>" qui est proportionnelle à la quantité d'amidon endommagé selon la formule suivante:

$$A_i = IR/IM \quad (3.11)$$

Où:

A<sub>i</sub>: Absorption d'iode exprimé en UCD

IR: intensité du courant résiduelle.

IM: courant électrique généré.

#### 3.3.1.5. Dosage des minéraux

La teneur en minéraux a été déterminée par spectroscopie d'absorption atomique après solubilisation des cendres de 1g de farine en milieu acide. Les cendres ont été traitées avec 10 ml d'acide chlorhydrique puis complétées avec de l'eau à 100 ml. L'appareil utilisé était le spectromètre d'absorption atomique AAS 1100 (Perkin-Elmer, USA) alimenté par une flamme air-acétylène. Pour l'extraction du Ca et du Mg, il a été ajouté 10 ml de chlorure de lanthane (18 g d'oxyde de lanthane + 250 ml d'HCl concentré dans 100 mL d'eau distillée) avant de compléter la fiole jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée.

#### 3.3.1.6. Mesure des paramètres trichromatiques

Les paramètres trichromatiques  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ont été mesurés sur les farines de blé tendre, de blé dur et farine complète d'orge et sur les pains (témoin et optimal) à l'aide d'un colorimètre (CR-300 colorimètre, Minolta Co. Osaka, Japon). Cette méthode qui consiste à quantifier les paramètres de la couleur de manière objective utilise l'espace  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  défini par la Commission Internationale de l'Éclairage (CIE). Dans ce système,  $L^*$  représente la brillance ou luminance,  $a^*$  la balance vert-rouge et  $b^*$  la balance bleu-jaune. Une valeur positive de  $a^*$  et  $b^*$  correspond à un mélange de rouge et de jaune dont l'intensité relative dépend de leurs valeurs. Après une calibration de l'appareil avec une plaque blanche fournie avec cet appareil, la cellule de l'appareil a directement été appliquée sur l'échantillon. Les mesures ont été réalisées et les valeurs de  $L^*$   $a^*$   $b^*$  ont été relevées sur le moniteur.

### 3.3.2. Méthodes d'analyses chimiques des farines

Les analyses de la teneur en eau, des cendres, des lipides, et des protéines ont été effectuées selon les normes éditées par [157].

#### 3.3.2.1. Détermination du taux d'humidité

##### Définition

La teneur en eau est la perte de masse exprimée en pourcentage subie par le produit dans les conditions décrites dans la présente norme.

##### Principe

Séchage du produit durant 2 h à une température comprise entre 130 et 133°C, à pression atmosphérique normale après broyage éventuel du produit.

##### Appareillage

Balance analytique, broyeur à grain, capsules métalliques ou coupelles, pince, spatule, étuve isotherme à chauffage électrique réglable à 130 et 133°C, thermomètre pour le contrôle de la température interne de l'étuve, dessiccateur garni d'un déshydratant.

##### Préparation de la prise d'essai

Dans le cas des grains d'orge : prendre la totalité des produits résultant de la mouture :

Comme P.E, afin d'éviter la séparation possible des différents constituants pour cela, Peser une P.E > 5 gr soit 5,100g. Broyer P.E et peser l'intégralité du broyat. Dans le cas des farines: procéder directement à la pesée de la P.E comme décrit dans le mode opératoire.

### Mode opératoire

Tous les essais sont effectués en double, avant l'utilisation les capsules doivent sécher à l'étuve durant 15 mn et refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante durant 30 à 45 mn : vérifier la température de l'étuve avant chaque utilisation, peser une capsule vide, mettre les capsules au four et à mesure dans le dessiccateur, peser rapidement dans la capsule une quantité de 5g de l'échantillon (farine de blé tendre, farine de blé dur , et farine d'orge).

Introduire les capsules dans l'étuve et laisser séjourner durant 2h à une température comprise entre 130° et 133°C, ne jamais introduire un échantillon humide dans une étuve contenant des P.E en fin de déshydratation cela aurait pour effet de réhydrater partiellement ces derniers, retirer rapidement les capsules de l'étuve et les placer dans le dessiccateur pour refroidir jusqu'à température ambiante, peser les capsules à 1mg près.

### Expression des résultats

La teneur en eau ou l'humidité est donnée par la formule suivante :

$$\left( \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \right) \times 100 \quad (3.12)$$

Où

$M_0$  : est le poids de la capsule vide (capsule + couvercle)

$M_1$  : est le poids de la capsule + la prise d'essai

$M_2$  : est le poids de la capsule + la prise d'essai après séchage

### 3.3.2.2 Détermination du taux de cendres

### Définition

Les cendres constituent le résidu obtenu après incinération à 900°C dans les conditions décrites dans la présente méthode et exprimé en pourcentage en masse.

### Principe

Incinération d'une prise d'essai dans une atmosphère oxydante, à une température de 900°C jusqu'à combustion complète de la matière organique et pesée du résidu obtenu.

### Réactifs et appareillage

Ethanol solution à 95%, balance analytique, nacelles ou creusets d'incinération, four à moufle réglable à la température de  $900 \pm 25^\circ\text{C}$ , dessiccateur (pour refroidissement) muni d'un robinet, agent déshydratant, pince en acier inoxydable.

### Préparation de la prise d'essai

Cas des grains de blé ; il est recommandé de prendre la totalité des produits résultant de la mouture comme P.E, afin d'éviter la séparation possible des différents composants.

Peser une PE = 5 gramme.

### Mode opératoire

Tous les essais sont effectués en double, peser dans une nacelle préalablement tarée près 5gr du produit, répartir la matière en une couche d'épaisseur uniforme sans la tasser, Humecter la P.E de quelques gouttes d'éthanol afin d'obtenir une incinération uniforme, placer les nacelles et leur contenu à l'entrée du four préalablement chauffé à  $900^\circ\text{C} \pm 25^\circ$ , dès que le contenu des nacelles a fini de flamber introduire les nacelles à l'intérieur du four à l'aide d'une pince en prenant soin de ne pas toucher le contenu des nacelles, les nacelles ne doivent pas toucher les parois du four, fermer la porte du four et poursuivre l'incinération 1 heure à 1h 30 mn jusqu'à la disparition des particules charbonneuses, retirer progressivement les nacelles du four et les déposer à refroidir 1 minute sur un support thermorésistant puis dans le dessiccateur jusqu'à

refroidissement à température ambiante (une heure environ), peser rapidement chaque nacelle afin qu'elle n'absorbe pas l'humidité de l'atmosphère.

### Expression des résultats

Le taux de cendres exprimé en pourcentage (%) est donné par les formules suivantes :

Taux rapporté à la matière telle quelle est égal à :

$$\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (3.13)$$

Taux rapporté à la matière sèche est égal à :

$$\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \times \frac{100}{100 - H} \quad (3.14)$$

Où

$m_0$  : Masse en gramme de la nacelle vide.

$m_1$  : Masse en gramme de la nacelle plus la P.E.

$m_2$  : Masse en gramme de la nacelle plus le résidu.

H : Teneur en eau de l'échantillon analysé exprimé en %.

### 3.3.2.3. Dosage des protéines méthode de Kjeldahl

#### Principe

Il consiste en la minéralisation de la matière organique contenue dans le produit. L'azote organique est transformé en azote minéral sous forme ammoniacal sous l'action oxydative de l'acide sulfurique bouillant sur la matière organique et en présence d'un catalyseur. L'azote est alors à l'état de sulfate d'ammonium  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  ; un excès de lessive de soude va neutraliser l'acide sulfurique et libérer l'ammoniac  $(\text{NH}_3)$  qui est entraîné par la vapeur au cours de la distillation ; il peut être alors titré en présence d'un indicateur coloré.

#### Réactifs

Catalyseur, acide sulfurique concentré à 95 %, indicateur coloré, lessive de soude, acide borique, rouge de méthyle, eau distillée.

#### Appareillage

Matras de 250 ml, support d'attaque, appareil de chauffage, appareil distillateur, burette de 20 ml pour le titrage.

### Mode opératoire

#### Minéralisation

Opérer sur une prise d'essai de 1 g de substance (selon l'importance de l'azote dans l'échantillon) ; l'introduire dans un matras de 250 ml tout en évitant que les particules n'adhèrent à la paroi ; ajouter 2 g de catalyseur et 20 ml d'acide sulfurique concentré à 95 %. Porter le matras sur le support d'attaque et poursuivre le chauffage jusqu'à décoloration du liquide ou l'obtention d'une coloration bleu claire limpide pendant environ 4 heures. Laisser refroidir durant 30 mn puis ajouté peu à peu et avec précaution, 100 ml d'eau distillée en agitant et en refroidissant sous un courant d'eau pour dissoudre complètement les sulfates

#### Distillation

Transvaser 20 ml du contenu dans le matras de l'appareil distillateur, recueillir le distillat dans un bécher contenant 20 ml de l'indicateur coloré. Verser lentement dans le matras de l'appareil distillateur, 20 ml de lessive de soude ( $d=1.33$ ) ; mettre l'appareil en position de marche et laisser l'attaque se faire jusqu' à l'obtention d'un volume de distillat de 100 ml au moins.

#### Titration

La fin de la distillation, il faut titrer rapidement l'ammoniac dans la solution d'acide borique, additionnée de quelques gouttes de rouge de méthyle, avec la solution d'acide sulfurique 0,1 N. la coloration doit passer de bleu clair au rose.

#### Expression des résultats

La détermination de la teneur en azote total (Ta) par rapport à la matière telle quelle est donnée par la relation :

$$Ta \text{ (g/100g)} = \frac{V}{M} \times 0.0014 \times 100 \text{ (3.15)}$$

Où :

V : le volume (ml) de la solution d'acide sulfurique versé à la burette lors du titrage.

M : la masse (g) de la prise d'essai (1g).

T<sub>a</sub> : la teneur en azote exprimée en g/100g.

La teneur en protéines (T<sub>p</sub>) par rapport à la matière sèche est obtenue par la relation :

$$T_p \left( \frac{\text{g}}{100\text{g}} \right) = T_a \times K \times \frac{100}{100 - H} \quad (3.16)$$

Où :

T<sub>p</sub> : la teneur en protéines exprimée en g/100g.

K : le coefficient de conversion de l'azote en protéines totales adapté au produit analysé (le blé, K= 5,7, l'orge, k= 6,00).

H : la teneur en eau de la prise d'essai.

#### 3.3.2.4 Dosage des fibres brutes

Le dosage des fibres brutes des échantillons de farines a été réalisé par la méthode de Weende [158]. Pour cela, 1g de farine est porté à ébullition dans 50 ml d'acide sulfurique (0,25 N) et ensuite dans 50 ml de soude (0,31 N) pendant 1h. Le résidu obtenu est séché à 105°C pendant 8 h puis incinéré à 550°C pendant 3 h.

#### 3.3.2.5 Dosage des lipides totaux

##### Principe

Les lipides totaux ont été déterminés selon la méthode d'extraction à l'éther à l'aide de Soxhlet.

##### Mode opératoire

Placer dans le Soxhlet 10g d'échantillon, introduite 150 ml d'éther de pétrole dans le ballon et régler la température à 45°C. Par la suite, classer la majeure partie du solvant à l'aide l'évaporateur rotatif pour éviter l'ébullition de l'huile qui a la langue pourrait modifier les indices d'acidité. Placer le ballon contenant les lipides dans l'étuve pendant 30 min à 103°C, puis au dessiccateur pendant 30 minutes. La masse des lipides est obtenu par la différence entre le poids finale et initial du ballon.

##### Expression des résultats

La teneur en lipides totaux, exprimé en pourcentage par rapport à la matière sèche, est donnée par la relation:

$$MG (\%) = \frac{(A - B)}{C \times \frac{MS}{100}} \times 100 \quad (3.17)$$

Où:

MG: teneur en matière grasse exprimée en % de MS.

A: Poids de ballon extrait en gramme.

B: Poids de ballon vide en gramme.

C: Poids de la prise d'essai en gramme.

MS: Matière Sèche.

#### 3.3.2.6 Détermination des glucides

La teneur en glucides a été évaluée par la méthode de différence en soustrayant de la somme du pourcentage d'humidité, cendres, protéines, lipides, et fibres contenu 100 % de farine selon la méthode [159]

#### 3.3.3. Méthodes d'analyses fonctionnelles des farines

Les analyses fonctionnelles des farines ont été réalisées suivant la méthode de [160].

##### 3.3.3.1 La capacité d'absorption d'eau/d'huile

Un gramme d'échantillon est mélangé avec 10 ml d'eau distillée/ huile, on laisse reposer à température ambiante ( $30 \pm 2^\circ\text{C}$ ) pendant 30 minutes, on centrifuge pendant 30 min à 3000 tr / min. L'absorption d'eau a été examinée en pourcentage d'eau liée par gramme de farine.

##### 3.3.3.2 La capacité de gonflement

100 ml de cylindre gradué a été rempli de l'échantillon à 10 ml de marque. L'eau distillée a été ajoutée pour donner un volume total de 50 ml. Le haut du cylindre gradué a été recouvert hermétiquement et mélanger en inversant le cylindre. La suspension a été inversée à nouveau après 2 min et laissée au repos pendant encore 8 min et le volume occupé par l'échantillon a été prélevé après la 8ème minute.

##### 3.3.3.3 La densité apparente

Le volume de 100 g de la farine a été mesuré dans un cylindre gradué de (250 ml) après avoir tapé le cylindre sur une planche de bois jusqu'à aucune diminution visible du volume n'a été notée. Sur la base du Poids et du volume, la densité apparente (en vrac) a été calculée.

#### 3.3.4. Méthodes d'analyses rhéologiques des farines (Analyse alvéographique)

##### Principe

L'Analyse alvéographique des farines a été effectuée suivant la méthode de [156]. Le principe repose sur la préparation d'une pâte à teneur en eau constante, à partir de blé tendre salée dans les conditions de la méthode et la formation des éprouvettes de pâte sous forme de disques; après un temps de repos déterminé et réglage de l'épaisseur de l'éprouvette, extension biaxiale par gonflement sous forme de bulle; enregistrement graphique des variations de pression à l'intérieur de la bulle en fonction du temps. Appréciation des caractéristiques de la pâte d'après la surface et la forme des diagrammes obtenus.

##### Réactifs

Solution de chlorure de sodium, dissoudre 25 g de chlorure de sodium pur, pour analyse, dans de l'eau distillée et compléter à 1 litre d'huile d'arachide raffinée ou huile de vaseline (dite huile paraffine) à l'exclusion de toutes autres.

##### Appareillage

Alvéographe (avec régulateur de température) possédant les caractéristiques suivantes : Balance précise à 0,5 g près, chronomètre, planimètre et/ou abaque planimétrique.

##### Mode opératoire

Mesurer la teneur en eau de la farine selon la méthode décrite dans la norme NA 1132. 1990 pour déterminer la quantité de solution de chlorure de sodium à utiliser pour préparer la pâte. La norme comprend un tableau relatif au volume d'eau à ajouter à la farine pour obtenir une hydratation constante.

##### Pétrissage

Mettre dans le pétrin 250 g de farine. Fixer le couvercle, mettre en route le moteur et le chronomètre, verser par le trou du couvercle la quantité déterminée

de solution de chlorure de sodium. Laisser la pâte se former durant 1 mn au bout de laquelle arrêter le moteur, enlever le couvercle. Réincorporer avec une spatule les particules de farine et de pâte qui adhèrent au couvercle ou dans les angles de manière à respecter l'hydratation de la pâte. L'opération dure une minute. A la fin de la deuxième minute, remettre le moteur en marche. Laisser le pétrissage se poursuivre pendant 6 mn. A la fin de la huitième minute, arrêter le pétrissage et procéder à l'extraction.

#### Préparation des éprouvettes

Inverser le sens de rotation du frasseur. Dégager la fente d'extraction. Eliminer les deux premiers centimètres de pâte puis découper rapidement un morceau de pâte et le faire glisser sur la plaque de verre du système de laminage, préalablement huilée. Laminer le pâton à l'aide du rouleau d'acier préalablement huilé, que l'on fait glisser sur ses rails douze fois de suite. Découper dans le pâton une éprouvette avec l'emporte-pièce. Placer l'éprouvette sur la plaque de repos destinée à le recevoir, et la disposer dans l'enceinte isotherme (25°C) de l'alvéographe, les cinq pâtons constitués devant y reposer 20mn.

#### Essai à l'alvéographe des éprouvettes

Chaque pâton est déposé sur la platine de l'alvéographe et un système pneumatique insuffle de l'air en dessous. Le pâton gonfle et forme une bulle. Pendant le gonflement, l'alvéographe enregistre les variations de pression s'exerçant sur les parois internes de cette bulle, jusqu'à éclatement. On obtient ainsi 5 courbes (une par pâton), dont on fait une moyenne pour obtenir une courbe moyenne. Un manomètre enregistre l'alvéogramme : variation de pression dans la bulle en fonction du volume d'air insufflé.

#### Expression des résultats

Les résultats sont mesurés ou calculés à partir des cinq courbes. Toutefois si l'une d'entre elles s'écarte notablement des quatre autres, en particulier à la suite d'une rupture prématurée de la bulle, il n'en sera pas tenu compte dans l'expression des résultats.

#### Suppression maximale P

La moyenne des ordonnées maximales mesurée en millimètres et multipliée par 1,1 représente la valeur de la surpression maximale P, qui est en relation avec la résistance de la pâte à la déformation.

#### Abscisse moyenne à la rupture L

L'abscisse à la rupture de chaque courbe est mesurée en millimètres sur la ligne de zéro, à partir de l'origine des courbes jusqu'au point correspondant verticalement à la chute nette de pression due à la rupture de la bulle. La moyenne des abscisses à la rupture des courbes représente la longueur L.

#### Indice de gonflement G

C'est la moyenne des indices de gonflement et correspondant aux abscisses de rupture. Cette valeur est la racine carrée du volume d'air, exprimé en millilitres nécessaire pour développer la bulle jusqu'à rupture (compte non tenu du volume d'air nécessaire au décollement de l'éprouvette).

#### Rapport P/L.

Ce rapport est conventionnelles appelé rapport de configuration de la courbe.

#### Travail de déformation W

Un diagramme moyen est établi à partir de la moyenne des ordonnées jusqu'à l'abscisse moyenne à la rupture L; il remplace les courbes réelles dans la suite des calculs. La surface du diagramme en centimètre carrés est mesurée au moyen de l'abaque planimétrique ou du planimètre. Le travail de déformation de la pâte nécessaire au gonflement de la bulle jusqu'à sa rupture, rapporté à 1 g de pâte, représenté par le symbole W, et évalué en  $10^{-4}$  J se calcule de la façon suivante:

#### Calcul de référence

$$W = 1.32 \times \frac{V}{L} \times S \quad (3.18)$$

Où

V: Est le volume d'air, en millilitres égal au carré de l'indice de gonflement G;

L: Est l'abscisse moyenne à la rupture, en millilitres;

S: Est la surface de la courbe en centimètres carrés.

### 3.3.5. Validation des modèles et étude de l'optimisation

Après l'étape d'ajustement du modèle, des courbes iso-réponses sont établies sur toute la plage expérimentale. Ces courbes représentent des plans pour surfaces de réponses, c'est-à-dire la représentation graphique des résultats (modèle estimé) pour pouvoir en tirer des optimums [161]. Ensuite, pour optimiser la formulation des farines composées sur le plan rhéologique en respectant les critères imposés sur les réponses d'intérêt : la déformation de la pâte (W) et le ratio de configuration P/L, nous utilisons la fonction « Désirabilité ».

### 3.3.6. Vérification de la prédictibilité des modèles

Pour la validation des modèles mathématiques obtenus, les valeurs expérimentales des réponses étudiées ont été comparées avec les valeurs prédites et l'erreur relative (%) calculée à l'aide de l'équation suivante (3) :

$$\text{Erreur relative (\%)} = \frac{(\text{valeur prédite} - \text{valeur expérimentale})}{\text{valeur prédite}} \times 100 \quad (3.19)$$

### 3.3.7. Essai de panification

#### 3.3.7.1. Préparation des pains

Les pains ont été préparés selon la méthode officielle [162], appelée méthode de la pâte droite avec quelques modifications. La recette de préparation des pains à partir de la farine de 100 % blé tendre et la farine composée optimale est présentée dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2: La formulation des pains témoins et pains optimums

Ingrédients	Pain témoin	Pain optimum
Farine	500gr	500gr
Sel	2%	2%
Levure	2%	2%
Acide ascorbique	0,5%	0,5%
Eau	60%	66%

Les ingrédients ont été soigneusement malaxés dans un pétrin à une vitesse lente pendant 5 minutes, puis à vitesse rapide pendant 5 minutes. Après le pétrissage, la pâte est laissée au repos pendant 25 minutes. La pâte a été divisée en pâtons de 100 g arrondi à la main et laisser au repos pour une détente de 25

min, après la détente on a fait la mise en forme des pâtons suivi d'une fermentation de 90 minutes à 30 °C dans une chambre de fermentation. La cuisson des pains est réalisée à 220 °C pendant 20 minutes dans un four électrique.

#### 3.3.7.2. Détermination de la masse et du volume des pains

Après le ressuage (au moins 1 h). Peser, les pains obtenus. Remplir l'éprouvette par le colza (jusqu'au trait 2000 ml). Couper la baguette en deux morceaux identiques. Vider l'éprouvette. Placer le 1er morceau du pain dans l'éprouvette et verser le colza jusqu'au trait de 2000 ml, la quantité de colza qui reste représente le volume de 1er morceau du pain  $V_1$ . Procéder de la même manière pour le 2<sup>ème</sup> morceau du pain pour obtenir le  $V_2$ .

Le développement (D) du pain est calculé au moyen de la formule suivante :

$$D = \frac{V_1 + V_2}{M} \quad (3.20)$$

Où :

$V_1$  : volume du 1er morceau

$V_2$  : volume du 2eme morceau

$M$  : masse de la baguette

#### 3.3.7.3.Évaluation sensorielle des pains

Les pains préparés à partir de farine 100% blé (pains témoins) et farine composée optimale ont été jugés sur leur texture, gout, arôme, croûte, mie et leur acceptabilité globale. Les échantillons de pains ont été jugés par 20 panelistes composés du personnel et d'étudiants du département agro- alimentaire sur une échelle hédonistique de 9 points : 9 (j'aime extrêmement) à 1 (je n'aime pas) comme décrit par [163].

#### 3.3.8. Analyse statistique

Les résultats obtenus des analyses technologiques des farines et l'évaluation sensorielle des pains ont été soumis à une analyse de la variance

(ANOVA), la signification des tests statistiques est déterminée au seuil de 5%. Les moyennes sont comparées avec le test de Duncan.

## Résultats et discussion

### 4.1. Paramètres technologiques des farines

Les résultats de l'évaluation des paramètres technologiques des farines matières premières sont exposés dans le tableau 4.1. Les résultats montrent que les farines de blé tendre (A) et blé dur (B) présentent une différence significative ( $p \leq 0,05$ ) concernant les taux de Gluten humide (GH)%, du Gluten sec (GS) % et Gluten index (GI) %, quant à la capacité d'hydratation (CH) % il n'existe pas de différence significative entre les deux farines (A) et (B) ( $p \geq 0,05$ ). Les résultats montrent aussi qu'il y'a une différence significative ( $p \leq 0,05$ ) pour l'indice de chute, l'amidon endommagé et le taux d'affleurement des farines de blé tendre (A), blé dur (B) et farine complète d'orge (C).

Tableau 4.1: Résultats de détermination des paramètres technologiques des farines

Paramètres	Farine de blé tendre (A)	Farine de blé dur (B)	Farine complète d'orge (C)
Indice de chute (S)	304,5 ± 6,5 <sup>a</sup>	480 ± 4,0 <sup>b</sup>	222,5 ± 2,5 <sup>c</sup>
Amidon endommagé UCD	20,50±0,2 <sup>b</sup>	25,80±0,2 <sup>c</sup>	18,80±0,1 <sup>a</sup>
Taux d'affleurement % (refus tamis 193 µm)	0,35 ± 0,05 <sup>a</sup>	0,6 ± 0,1 <sup>b</sup>	4,435 ± 0,015 <sup>c</sup>
Gluten humide (GH) %	24,92 ± 0,25 <sup>a</sup>	27,03 ± 0,86 <sup>b</sup>	-
Gluten sec (GS)%	8,935 ± 0,175 <sup>a</sup>	9,55 ± 0,32 <sup>b</sup>	-
Gluten index (GI)%	50,955 ± 0,635 <sup>a</sup>	49,125 ± 0,595 <sup>b</sup>	-
Capacité d'hydratation(CH) %	64,145 ± 0,345 <sup>a</sup>	64,67 ± 0,06 <sup>a</sup>	-

a, b, c : Il n'y a pas de différence significative ( $p \geq 0,05$ ) entre deux moyennes ± écart-type à l'intérieur de la même ligne indiquées par la même lettre.

Les résultats de l'appréciation de la qualité technologique des farines ont montré que la farine de blé dur présente un indice de chute élevé par rapport aux

autres farines ce qui peut être dû à la nature de l'amidon [164]. Une activité enzymatique optimale correspond à un indice de chute compris entre 200 et 300 secondes est primordial pour l'obtention d'un pain de volume élevé et de mie homogène et appréciable, cependant une présence excessive ou insuffisante de l' $\alpha$ -amylase engendre la détérioration de la valeur boulangère [165].

La granulométrie (taux d'affleurement) des farines va dépendre de nombreux paramètres liés aux grains (vitrosité, variété) et à la technologie (conditionnement, types d'appareils, types de diagrammes, taux d'extraction). En boulangerie, la quantité d'eau absorbée, ainsi que la vitesse d'adsorption d'eau, augmentent avec la finesse des particules de farine [166]. Les résultats montrent que la farine de blé tendre et la farine de blé dur sont fines et lisses avec une granulométrie homogène, la farine complète d'orge est légèrement plus granuleuse ceci est dû principalement aux conditions de mouture. Si la mouture produit une très fine farine de blé dur, cela entraîne l'augmentation du taux d'amidon endommagé à cause de la grande dureté du blé dur ce qui peut engendrer des problèmes de diminution de volume du pain, une mie humide et collante, et une croûte de couleur foncée [167].

L'augmentation du taux d'amidon endommagé entraîne l'augmentation de la capacité d'absorption des farines avec un impact négatif sur les propriétés rhéologiques des pâtes [168].

Les résultats révèlent que la farine de blé dur est légèrement plus riche en gluten sec (GS%) et en Gluten humide (GH%) par rapport à la farine de blé tendre. Ces résultats corroborent avec ceux rapportés par [164]. Cependant les résultats de la capacité d'hydratation (CH%) sont sensiblement proches pour les deux farines. On a constaté que les protéines de la farine complète d'orge ne forment pas de masse viscoélastique lors de l'extraction au glutomatic, ce qui confirme l'absence du gluten pour cette farine. Le gluten joue un rôle crucial en panification surtout lors de la phase de pétrissage durant laquelle le réseau glutineux s'édifie. La réussite d'une panification dépend pour une grande part de la qualité des protéines de la farine, en effet, la qualité du gluten agit sur la fixation d'eau, la résistance et la tenue de la pâte, la rétention gazeuse et la croûte du pain qui sont tous des paramètres déterminants dans la panification [169].

L'environnement et les conditions agronomiques ont un impact sur la composition du grain, en particulier le type et la quantité de la fertilisation azotée. Un apport azoté important engendre une augmentation du taux de protéines de réserve notamment la teneur en gliadine de cette fraction [170].

Des études ont également signalé que le pain du blé dur présentait une moindre toxicité pour les personnes intolérantes au gluten, ce qui présente un aspect positif pour fabriquer du pain à partir du blé dur [167].

#### 4.2. Composition minérale des farines

Le tableau 4.2 présente la composition en minéraux des différentes farines. Les principaux sont le potassium, le calcium, le soufre, le chlore, mais les concentrations en fer, zinc, cuivre, manganèse et sélénium des grains peuvent contribuer significativement à l'apport en minéraux dans la ration alimentaire, les déficiences en fer et zinc étant un important problème nutritionnel à l'échelle de la planète [12].

La farine complète d'orge renferme les enveloppes et le germe une excellente source de minéraux, tels que le calcium, fer, magnésium, potassium, sodium, cuivre et zinc, par rapport aux farines raffinées.

Par rapport aux farines raffinées farine, les farines complètes sont supérieures sur le plan nutritionnel, elles sont plus riches en fibres alimentaires, antioxydants, minéraux et vitamines.

La biodisponibilité des minéraux des céréales est généralement limitée soit par leur forme qui n'est pas facilement assimilable par l'organisme (fer non-hémique dans les végétaux) soit en raison de la présence de fortes concentrations d'acide phytique, qui concentre 60 à 80 % du phosphore du grain et est présent au niveau de la couche à aleurone sous forme de complexe avec des minéraux (phytates). En raison de leur capacité à complexer les minéraux, les phytates sont considérés comme des facteurs antinutritionnels. Toutefois, leur effet négatif peut être modulé par les procédés de fabrication comme la fermentation au levain pour le pain. L'addition de phytases exogènes est également un moyen de contrer les effets négatifs des phytates sur l'absorption des minéraux [12].

Tableau 4.2 : Composition minérale des échantillons de farines (mg / g de M.S)

Elément	Farine de blé tendre	Farine de blé dur	Farine complète d'orge
Mg	1,61	4,47	5,45
Al	0,04	0,456	0,416
Si	0,73	0,818	18,4
P	9,22	16,8	20
S	12,8	9,91	14,50
Cl	9,63	6,8	10,54
K	51,8	47,3	65,60
Ca	11,40	10,1	12,80
Mn	1,03	0,681	0,579
Fe	0,926	1,54	2,48
Zn	0,466	1,04	1,80
Sr	0,347	0,125	0,484

#### 4.3. Paramètre trichromatique L\*, a\*, b\* des farines

L'aspect, notamment la couleur, est une caractéristique importante de la qualité de la farine, ce qui affecte la commercialisation de la farine et l'acceptabilité des produits alimentaires fabriqués à partir de cette farine.

Les valeurs de luminosité, de l'indice de rouge et de l'indice de jaune des farines sont indiquées dans le tableau 4.3.

Les résultats montrent que les farines de blé tendre (A), blé dur (B) et farine complète d'orge présentent une différence significative ( $p \leq 0,05$ ) concernant l'indice de luminosité (L\*), l'indice de rouge (a\*) et l'indice de jaune (b\*).

La teneur en cendres des farines a une influence significatives sur les valeurs de L\*. La plus haute valeur de L\* a été observée pour la farine de blé tendre qui présente la plus faible teneur en cendres. Plus la farine est blanche, plus est élevé la valeur de L\*, telle que la farine de blé tendre ayant une valeur plus haute de L (92.62 ± 0.28) suivi par la farine de blé dur (89.31 ± 0.01 ), la farine complète d'orge présente la plus faible valeur de L\* (87.42 ± 0.24).Par

contre, la farine de blé dur a montré une valeur élevée de  $b^*$  ( $21.24 \pm 0.04$ ) qui correspondant à une farine plus jaune par rapport aux valeurs de la farine de blé tendre de ( $10.65 \pm 0.14$ ) et de la farine de blé dur de ( $10.79 \pm 0.05$ ), l'avantage de l'utilisation du blé dur comme ingrédient alimentaire c'est l'augmentation naturelle de la couleur jaune  $b^*$  [171]. Les farines de blé tendre et blé dur ont des valeurs négatives pour  $a^*$  (indice de rouge), tandis que pour la farine d'orge présente un indice de rouge positif. Ces résultats qui montrent une différence de couleur entre les farines, témoignent d'une modification de la couleur de la pâte si des mélanges sont effectués.

Tableau 4.3 : Paramètre trichromatique  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  des farines

Caractéristiques	Farine de blé tendre	Farine de blé dur	Farine d'orge
$L^*$ (indice de Luminosité)	$92.62 \pm 0.28^a$	$89.31 \pm 0.01^b$	$87.42 \pm 0.24^c$
$a^*$ (Indice de rouge)	$-2.38 \pm 0.01^a$	$-0.27 \pm 0.05^b$	$1.28 \pm 0.00^c$
$b^*$ (Indice de jaune)	$10.65 \pm 0.14^a$	$21.24 \pm 0.04^b$	$10.79 \pm 0.05^c$

a, b, c : Il n'y a pas de différence significative ( $p \geq 0,05$ ) entre deux moyennes  $\pm$  écart-type à l'intérieur de la même ligne indiquées par la même lettre

#### 4.4. Paramètres chimiques des farines composées

D'après les résultats d'analyses des paramètres chimiques des farines composées (tableau 4.4) on constate que :

La teneur en eau de la série des 14 essais varie entre 11,56% et 11,94%, la teneur la plus élevée a été observée dans l'essai 12 (échantillon 100% farine de blé tendre) alors que la plus faible teneur a été relevée dans l'essai 6 (échantillon 100% farine de blé dur). Les courbes d'iso-réponses montrées dans la figure 4.1, générées par le modèle adopté indiquent les interactions entre les variables (A, B, C) et l'humidité. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$\text{Humidité\%} = 11,92A + 11,58B + 11,77C - 0,086AB + 0,097AC + 3,686E - 003BC \quad (4.1)$$

Par ailleurs, l'examen de la courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.2) montre un bon coefficient de détermination,  $R^2 = 95,97 \%$ . Cela veut dire qu'il y a une bonne corrélation entre

les réponses théoriques et mesurées de l'humidité. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  -ajusté= 93,45%).

Tableau 4.4 Paramètres chimiques des farines composées

N° Essai	A%	B%	C%	Humidité %	Cendres %	Lipides%	Fibres%	Protéines %	Glucides %
1	66,67	16,67	16,67	11,80	1,19	2,27	2,30	11,98	70,46
2	50,00	50,00	0	11,76	1,30	2,35	1,32	12,09	71,18
3	16,67	16,67	66,67	11,79	1,90	3,30	6,25	14,45	62,31
4	0	50,00	50,00	11,69	1,96	3,25	5,10	14,62	63,39
5	50,00	0	50,00	11,89	1,49	2,80	4,60	13,09	66,14
6	0	100	0	11,56	1,74	2,24	1,84	13,40	69,22
7	0	50,00	50,00	11,67	1,95	3,32	5,18	14,46	63,42
8	0	0	100	11,78	2,17	3,88	8,50	15,41	58,26
9	0	100	0	11,60	1,70	2,00	1,79	13,39	69,52
10	16,67	66,67	16,67	11,66	1,65	2,45	2,75	13,42	68,07
11	100	0	0	11,91	0,74	1,80	0,79	10,77	74,07
12	100	0	0	11,94	0,78	1,72	0,84	10,74	73,90
13	33,33	33,33	33,33	11,73	1,56	2,61	3,80	13,15	67,15
14	0	0	100	11,74	2,21	3,82	8,42	15,46	58,35

A= Farine de blé tendre, B= Farine de blé dur, C= Farine complète d'orge

La teneur en cendres de la série des 14 essais varie entre 0,74% et 2,21%, la teneur la plus élevée a été observée dans l'essai 14 (échantillon 100% farine complète d'orge) alors que la plus faible teneur a été relevée dans l'essai 11 (échantillon 100% farine de blé tendre). Les courbes d'iso-réponses présentées dans la figure 4.3 et engendrées par le modèle validé montrent les interactions entre les variables (A, B, C) et le taux de cendres. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$\text{Cendres}\% = 0,76A + 1,72B + 2,19C + 0,20AB + 0,04AC - 0,018BC \quad (4.2)$$

D'autre part, l'observation de la courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.4) montre un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 99,87 \%$ . Cela veut dire qu'il y a une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées des cendres. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  -ajusté= 99,79%).

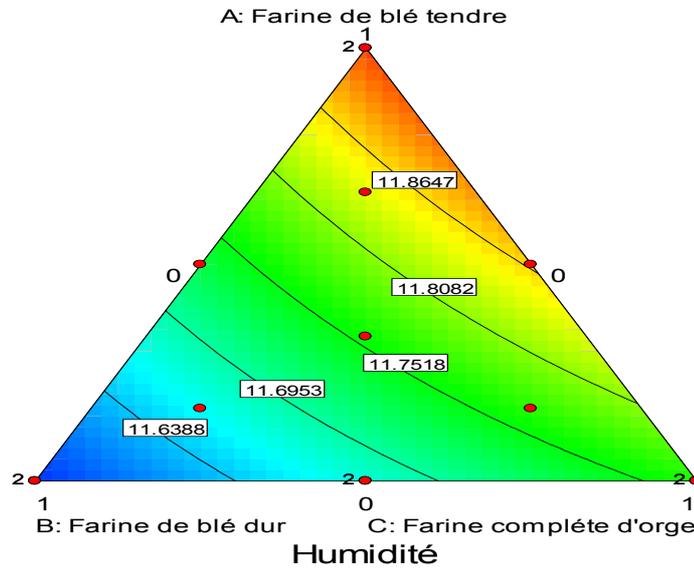


Figure 4.1 : Courbes iso-réponses de la teneur en eau en fonction des trois mélanges

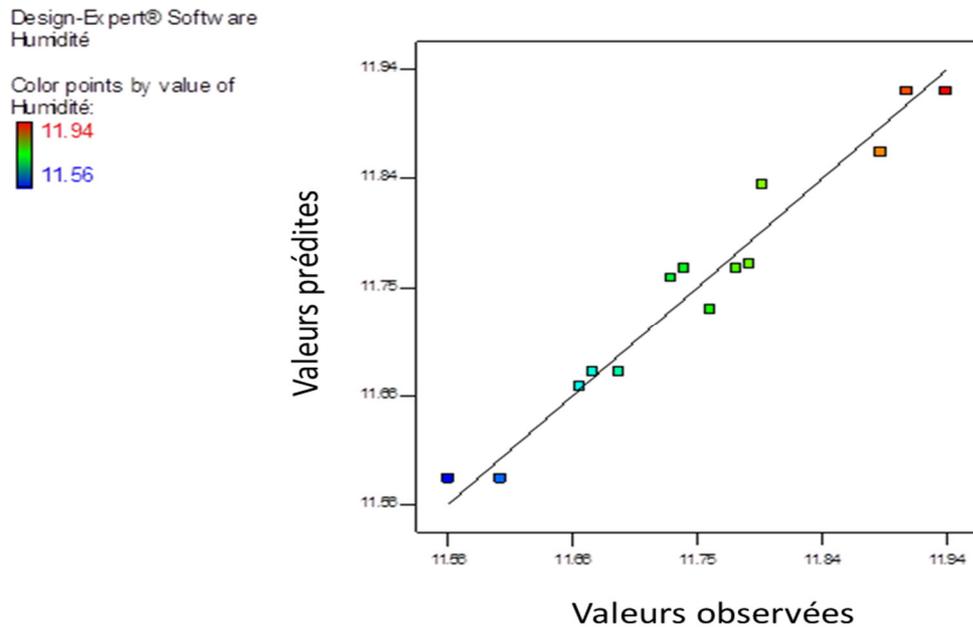


Figure 4.2: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de l'humidité

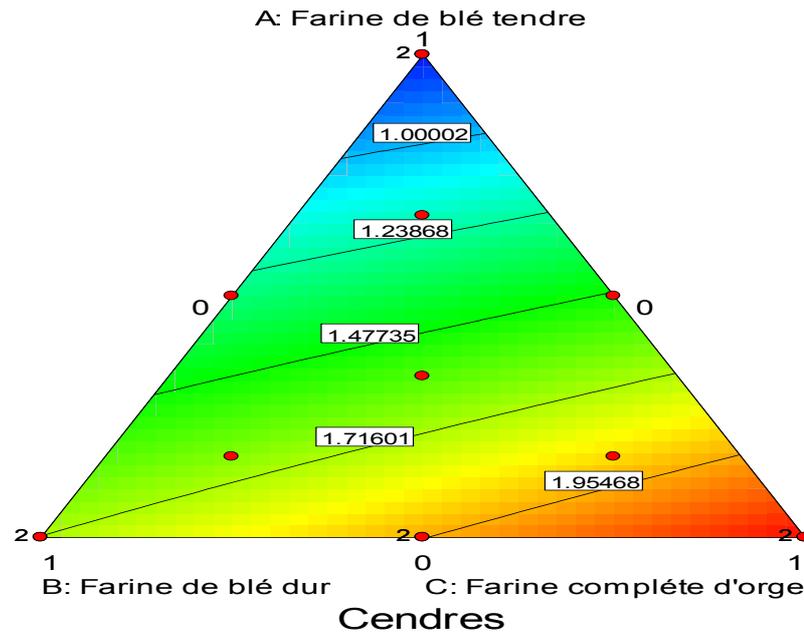


Figure 4.3 : Courbes iso-réponses de la teneur en cendres en fonction des trois mélanges

Design-Expert® Software  
Cendres

Color points by value of  
Cendres :

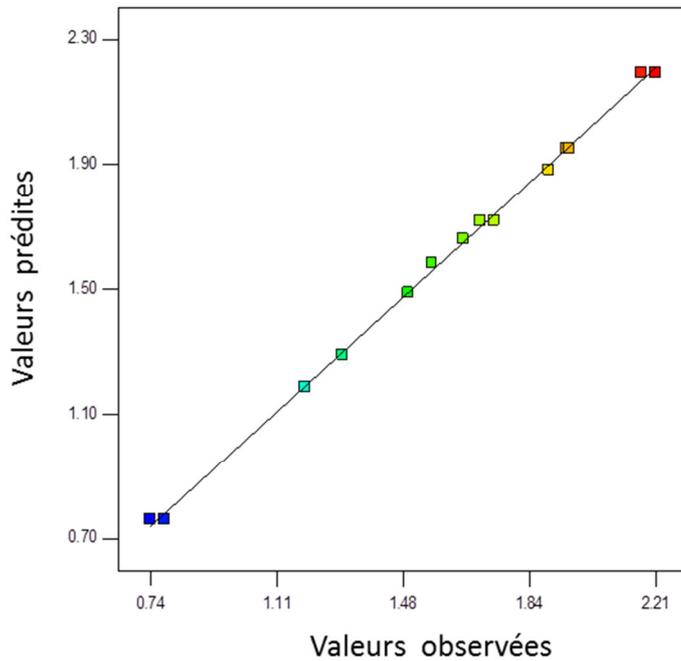


Figure 4.4: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des cendres.

La teneur en lipides de la série des 14 essais varie entre 1,72% et 3,88%, la teneur la plus élevée a été observée dans l'essai 8 (échantillon 100% farine complète d'orge) alors que la plus faible teneur a été relevée dans l'essai 12 (échantillon 100% farine de blé tendre). Les courbes d'iso-réponses (figure 4.5) générées par le modèle utilisé affichent la relation entre les variables (A, B, C) et la teneur en lipides des farines composées. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$\text{Lipides}\% = 1,77A + 2,12B + 3,86C + 1,12AB - 0,44AC + 0,93BC \quad (4.3)$$

Par ailleurs, l'examen de la courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.6) présente un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 98,38 \%$ . Ce qui indique une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées des lipides. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  -ajusté= 97,37%).

La teneur en fibres de la série des 14 essais varie entre 0,79% et 8,50%, la teneur la plus élevée a été observée dans l'essai 8 (échantillon 100% farine complète d'orge) alors que la plus faible teneur a été relevée dans l'essai 11 (échantillon 100% farine de blé tendre). Les courbes d'iso-réponses (figure 4.7) tracées à partir du modèle déterminé et validé illustrent les effets des variables (A, B, C) sur la teneur en fibres des farines composées. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$\text{Fibres}\% = 0,81A + 1,80B + 8,47C + 0,17AB + 0,16AC + 0,15BC \quad (4.4)$$

La courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.8) illustre un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 99,96 \%$ . Cela veut dire qu'il y a une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées des fibres. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  -ajusté= 99,93%).

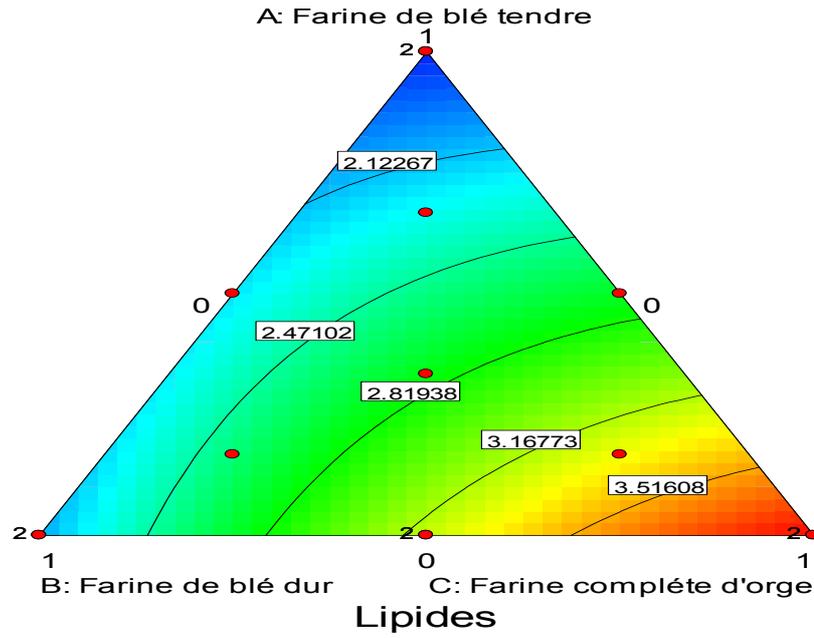


Figure 4.5 : Courbes iso-réponses des effets des trois mélanges sur la teneur en Lipides

Design-Expert® Software  
 Lipides

Color points by value of  
 Lipides :  
 3.88  
 1.72

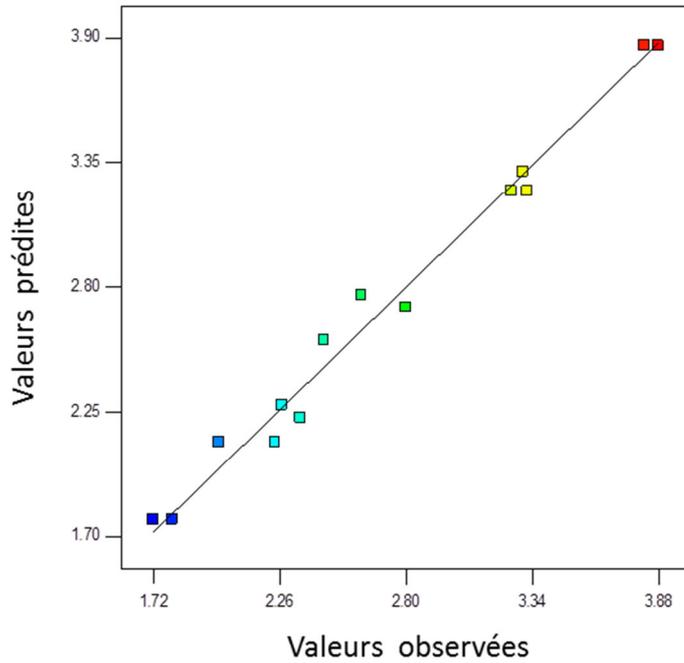


Figure 4.6: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des lipides

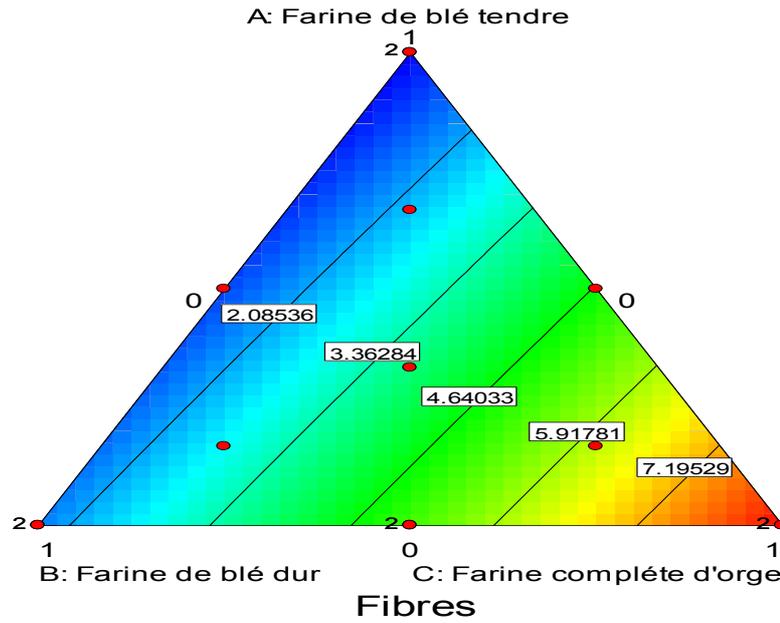


Figure 4.7 : Courbes iso-réponses montrant la variation de la teneur en fibres en fonction des trois mélanges

Design-Expert® Software  
 Fibres

Color points by value of  
 Fibres:  
 8.5  
 0.79

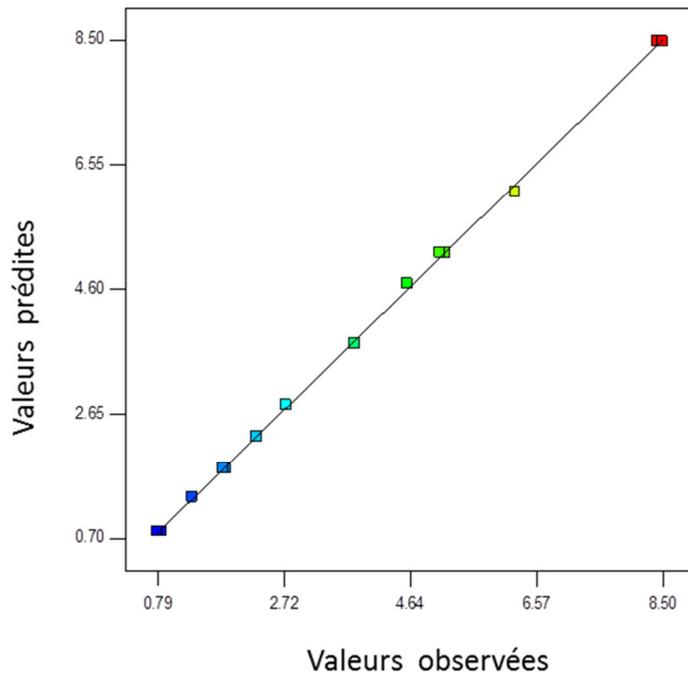


Figure 4.8: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des fibres.

La teneur en protéines de la série des 14 essais varie entre 10,74% et 15,46 %, la teneur la plus élevée a été observée dans l'essai 12 (échantillon 100% farine complète d'orge) alors que la plus faible teneur a été relevée dans l'essai 13 (échantillon 100% farine de blé tendre). Les courbes d'iso-réponses générées par le modèle validé permettent de visualiser comme le montre la figure 4.9, les interactions entre les variables (A, B, C) et leurs effets sur la teneur en protéines des farines composées. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$\text{Protéines\%} = 10,75A + 13,40B + 15,45C + 8,767E - 003AB - 0,057AC + 0,50BC \quad (4.5)$$

L'examen de la courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.10) montre un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 98,88 \%$ . Cela veut dire qu'il y a une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  -ajusté= 98,81%).

Les teneurs en glucides dans les mélanges se situent entre 58,26% et 74,07%. La teneur la plus élevée a été observée dans l'essai 11 (échantillon de 100% farine de blé tendre), la plus faible teneur a été enregistrée dans l'essai 8 (échantillons de 100% de farine d'orge). Les courbes d'iso-réponses générées par le modèle utilisé indiquent dans la figure 4.11 les interactions entre les variables (A, B, C) et les teneurs en glucides dans les mélanges. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$\text{Glucides\%} = 73,98A + 69,38B + 58,26C - 1,42AB + 0,22AC - 1,54BC \quad (4.6)$$

La courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.12) montre un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 99,93 \%$ . Cela veut dire qu'il y a une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées des glucides. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$ - ajusté= 99,89%).

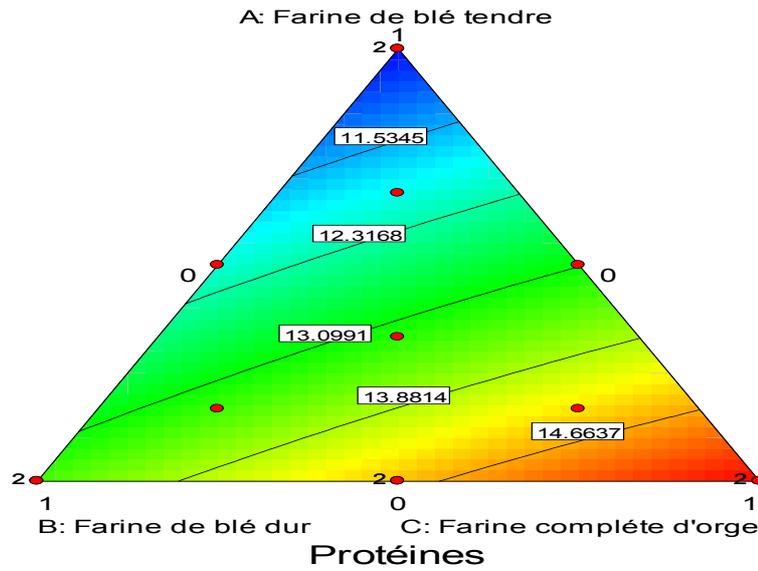


Figure 4.9 : Graphes d'iso-réponses illustrant l'influence des trois mélanges sur la teneur en protéines

Design-Expert® Software  
Protéines

Color points by value of  
Protéines:

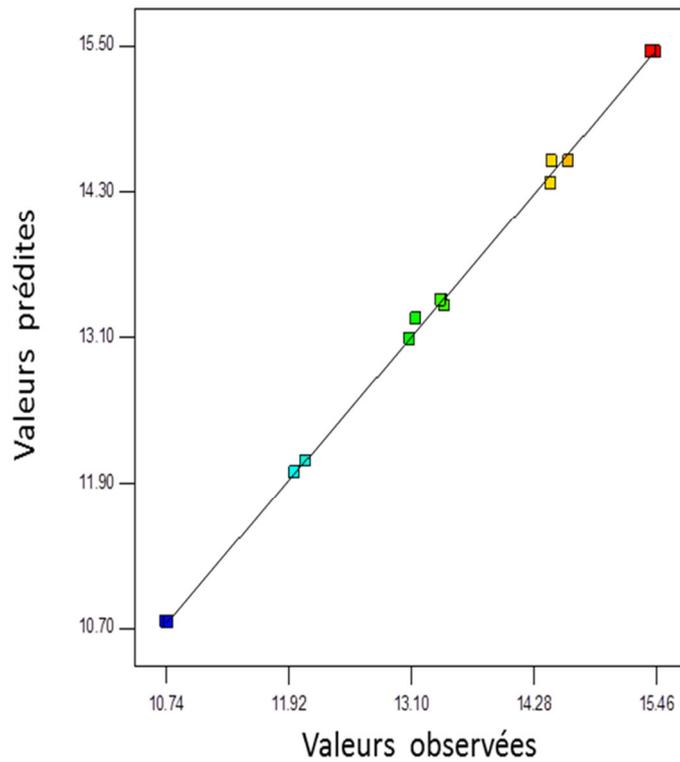
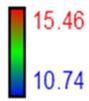


Figure 4.10: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des protéines.

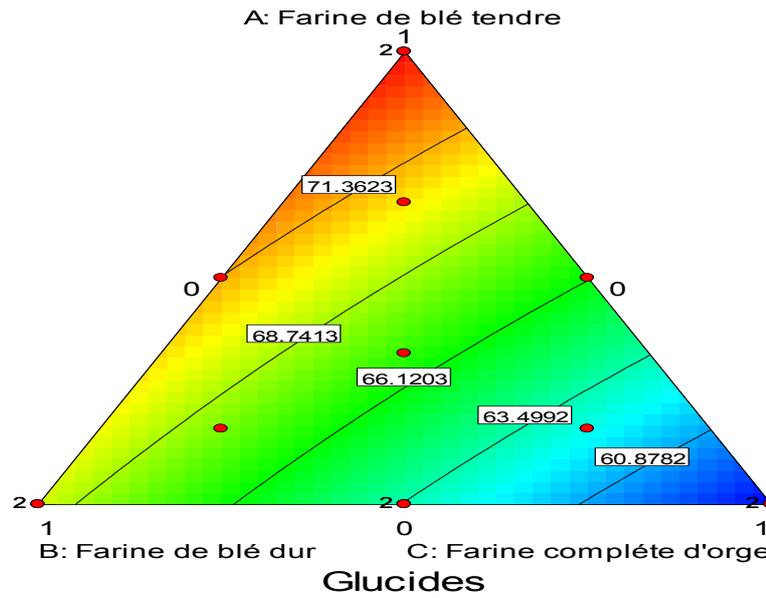


Figure 4.11 : Graphes d'iso-réponses montrant l'influence des trois mélanges sur les teneurs en glucides

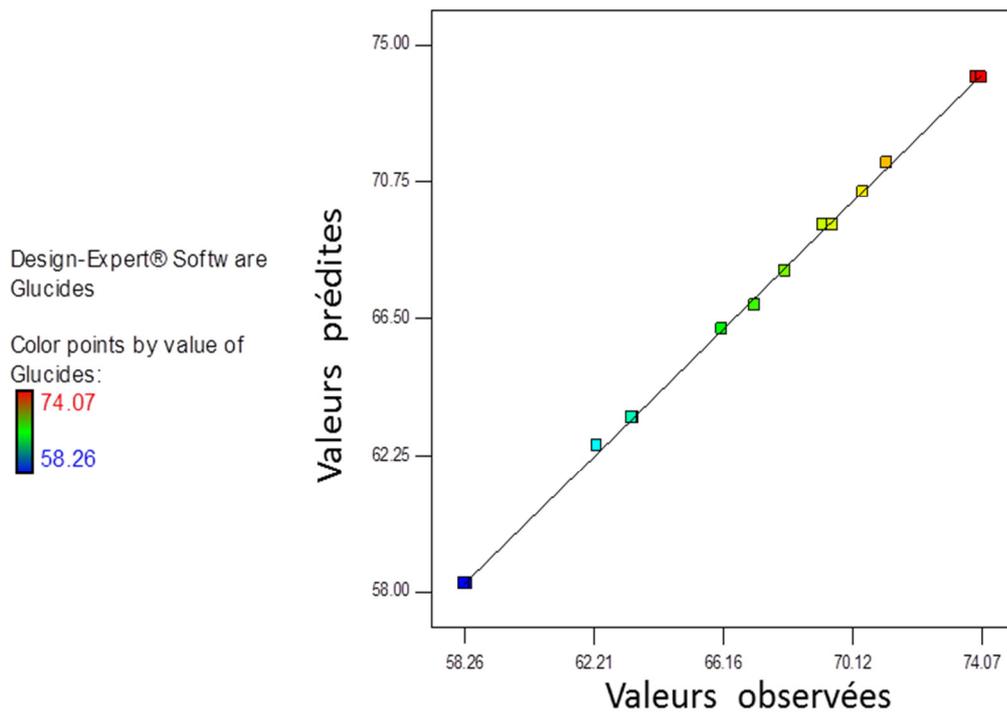


Figure 4.12: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales des glucides

Les résultats des analyses chimiques des farines composées révèlent des différences mais aussi quelques ressemblances. Les différences se situent au niveau de la teneur en cendres, fibres, protéines, glucides et l'analogie au niveau de leur teneur en eau, et en lipides.

En effet, les résultats obtenus de la teneur en eau des 14 essais sont comparables et typiques aux produits de mouture commerciaux [172], la teneur en eau est un paramètre crucial dans le stockage de farines, une teneur élevée en humidité stimule l'activité microbienne qui engendre la détérioration de produit pendant le stockage.

Le taux de cendres varie en fonction du taux de substitution et augmente suite à l'augmentation de la farine complète d'orge fortement minéralisée dans les mélanges. D'après l'étude de [173], le grain d'orge est caractérisé par les teneurs en minéraux et en cellulose (fibres) les plus élevées par rapport aux autres céréales en raison de la présence de la coque.

On remarque que les lipides augmentent légèrement dans les farines composées lorsque les farines de blé dur et d'orge complète augmentent dans les formulations. Le grain d'orge contient une faible teneur en lipides de 2-4% [174]. L'impact nutritionnel des lipides des grains de céréales est relativement limité en raison de leur faible abondance. Ils ont toutefois un grand impact technologique en raison de leurs interactions avec les protéines du gluten et de leurs effets sur la rhéologie des pâtes boulangères [12].

Le taux de fibres varie en fonction du taux de substitution et augmente parallèlement à l'augmentation de la farine complète d'orge dans les mélanges. L'accroissement de la teneur en protéines dans les farines composées est dû aux teneur en protéines nettement plus élevées des composants individuels comme de la farine complète d'orge et la farine de blé dur par rapport à la farine 100% blé tendre. Ces résultats corroborent avec ceux rapportés par [70, 175, 176].

Les protéines sont un paramètre important sur le plan nutritionnel, qui pourrait justifier l'utilisation des farines composées en panification afin d'améliorer la valeur nutritionnelle du pain. Les glucides totaux, composés principalement

d'amidon, sont les composants chimiques les plus importants dans les farines composées, On a constaté aussi que la teneur en glucides diminue suite à l'augmentation de la teneur en farine d'orge complète dans les mélanges, les méthodes de traitement comme le raffinage peuvent augmenter la teneur en carbohydrates dans les aliments. Les propriétés physiques de la pâte dépendent de plusieurs facteurs, la quantité et la qualité des protéines de gluten représentent les facteurs les plus importants. Cependant, les propriétés physiques de la pâte sont également affectées par d'autres paramètres comme les autres composants biochimiques de la farine, la formulation de la pâte par exemple l'ajout des améliorants, et la méthode de pétrissage de la pâte [170].

#### 4.5. Paramètres rhéologiques des farines composées

D'après les résultats d'analyses des paramètres rhéologiques des farines composées (tableau 4.5) on constate que :

Tableau 4.5 Paramètres rhéologiques des farines composées

N° Essai	A%	B%	C%	W joules E-4	P/L
1	66,67	16,67	16,67	155	2,18
2	50,00	50,00	0	160	1,89
3	16,67	16,67	66,67	63	13
4	0	50,00	50,00	70	10,31
5	50,00	0	50,00	120	8,32
6	0	100	0	114	1,18
7	0	50,00	50,00	65	10,50
8	0	0	100	-	-
9	0	100	0	132	1,32
10	16,67	66,67	16,67	92	3,24
11	100	0	0	220	0,56
12	100	0	0	215	0,59
13	33,33	33,33	33,33	105	4,85
14	0	0	100	-	-

A= Farine de blé tendre, B= Farine de blé dur, C= Farine complète d'orge.

Le travail (W) requis pour la déformation de la pâte varie de  $220 \times 10^{-4}$  Joules pour l'essai 11 (échantillon 100% de blé tendre) à  $63 \times 10^{-4}$  Joules pour l'essai 4 (échantillon de 0% de blé tendre, 50% de blé dur et 50% d'orge). La valeur du (W) a diminué dans les farines composées avec l'augmentation des taux de substitution de la farine de blé tendre par les farines de blé dur et la farine complète d'orge. Les courbes d'iso-réponses (figure 4.13) générées par le modèle vérifié représentent les interactions entre les variables (A, B, C) et le travail (W). L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$W (\text{Joules}) = 218,52A + 121,81B + 50,92C - 68,15AB - 76,83AC - 93,28BC \quad (4.7)$$

L'examen de la courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.14) affiche un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 98,26 \%$ , ce qui démontre une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées du travail(W). Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  -ajusté= 96,82%).

Le ratio de configuration P/L varie de 0,56% à 13% pour l'essai 11 (échantillon 100% farine blé tendre) et l'essai 3 (échantillon 16.67% farine de blé tendre, 16.67% farine de blé dur, 66,67% farine complète d'orge) respectivement. Les courbes d'iso-réponses (figure 4.15) générées à partir du modèle utilisé montrent les interactions entre les variables (A, B, C) et leurs effets sur l'évolution du ratio P/L. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{P}{L} = 0,56A + 1,26B + 24,28C + 3,89AB - 16,50AC - 9,42BC - 38,40ABC \quad (4.8)$$

L'observation de la courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.16) montre un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 99,98 \%$ . Ce qui démontre une très bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées du ratio P/L. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  ajusté= 99,96%).

L'effet d'une substitution partielle de la farine de blé par celle du blé dur et d'orge induit aussi des modifications des caractéristiques alvéographiques comme le montrent le tableau 4.5. Le travail de déformation (W) et l'extensibilité (L) de la pâte diminuent, ce qui traduit des mauvaises propriétés de levage de la pâte. En

ce qui concerne les essais 9 et 10 (échantillons de 100% farine complète d'orge), il n'était pas possible d'effectuer l'essai alvéographique car le volume d'eau nécessaire et recommandé par la norme pour le pétrissage n'était pas suffisant pour former la pâte. Selon [177] la valeur W pour un blé de qualité standard se situe dans la gamme 160-200 ( $10^{-4}$ Joules), tandis que pour un blé de bonne qualité la valeur W est comprise entre 220 et 300.

Quant au rapport P/L traduisant l'équilibre de l'alvéogramme augmente avec l'incorporation de farine de blé dur et d'orge suite à l'accroissement de la résistance à la déformation (P) et la diminution de l'extensibilité (L). Lorsque la ténacité de la pâte P augmente cela démontre des pâtes peu extensibles, conséquence de la mauvaise hydratation de la pâte composée. Une valeur de P/L de 1,50 correspond à une pâte très résistante et moyennement extensible, en meunerie française un blé avec un P/L supérieure à 2 n'est pas panifiable .

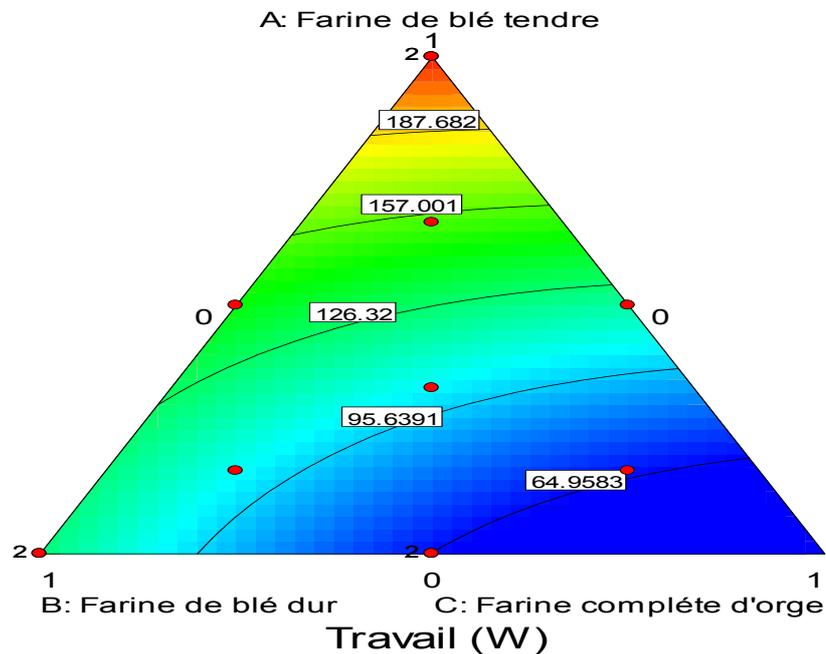


Figure 4.13 : Courbes iso-réponses de la variation du travail en fonction des trois mélanges



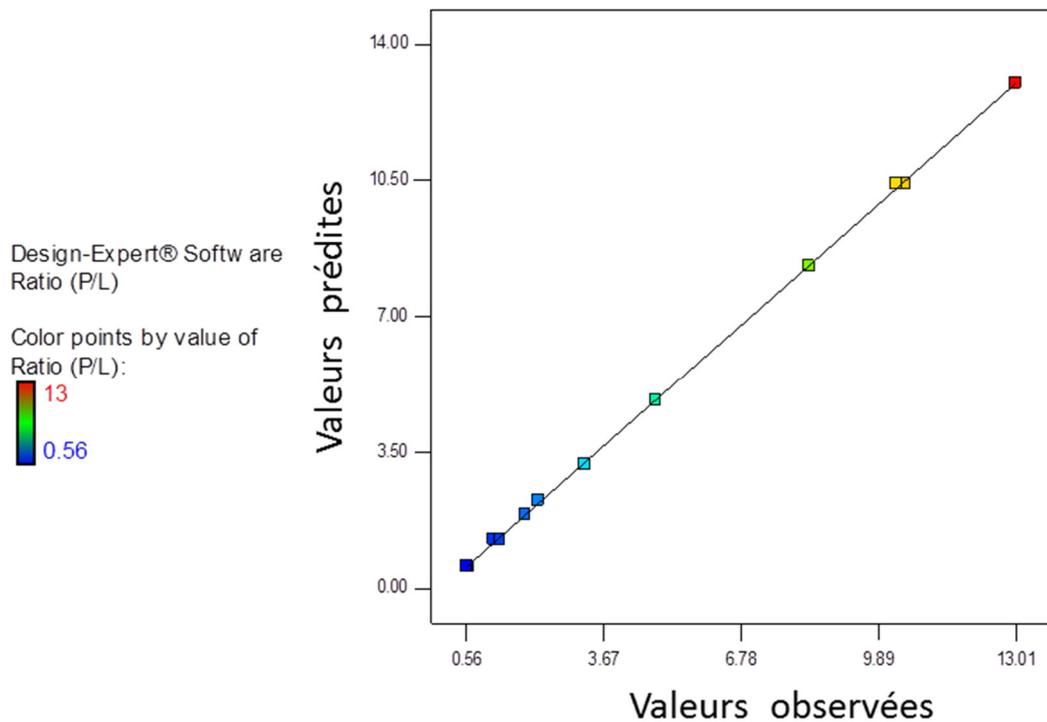


Figure 4.16: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales du ratio de configuration P/L

#### 4.6. Propriétés fonctionnelles des farines

D'après les résultats d'analyses des paramètres fonctionnels des farines composées (tableau 4.5) on constate que :

Les valeurs de la capacité d'absorption d'eau des farines composées (CAE) varient de 135 % to 146 %, la valeur la plus élevée a été enregistrée pour la farine d'orge 146%, suivie par la farine (137%) et la farine de blé dur (136%). Les courbes d'iso-réponses générées par le modèle utilisé indiquent dans la figure 4.17, les interactions entre les variables (A, B, C) et les capacités d'absorption d'eau (CAE) dans les mélanges. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$CAE = 136,38 A + 135,61B + 145,61C + 1,42AB + 1,42AC + 1,18BC \quad (4.9)$$

La courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.18) montre un bon coefficient de détermination,  $R^2 = 96,15\%$ , ce qui traduit une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées de la capacité d'absorption d'eau (CAE). Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$  -ajusté= 93,74%).

Les capacités d'absorption d'huile varient de 135 % à 181%, la farine d'orge enregistre la valeur la plus élevée (181 %), alors que la farine de blé dur présente la plus faible valeur (135%). Les courbes d'iso-réponses générées par le modèle utilisé indiquent dans la figure 4.19, les interactions entre les variables (A, B, C) et les capacités d'absorption d'huile (CAH) dans les mélanges. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$CAH = 152,70A + 135,60B + 180,56C + 0,67AB - 1,62AC - 0,25BC \quad (4.10)$$

L'observation de la courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.20) expose un excellent coefficient de détermination,  $R^2 = 99,58 \%$ , Ce qui indique une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées. Cette corrélation est attestée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$ - ajusté= 99,13%).

La capacité de gonflement des farines composées varie entre 19,50 et 24%, la valeur la plus élevée a été observée pour la farine de blé tendre (24%) et la plus faible pour la farine d'orge (19,50%). Les courbes d'iso-réponses générées par le modèle utilisé indiquent dans la figure 4.21, les interactions entre les variables (A, B, C) et les capacités de gonflement dans les mélanges. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$CG = 23,23A + 24,01B + 19,80C - 6,47AB - 5,73AC + 2,67BC \quad (4.11)$$

La courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.22) montre un bon coefficient de détermination,  $R^2 = 97,93 \%$ . Ce qui démontre une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées. Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$ -ajuté= 96,64%).

La plus haute densité apparente a été observée pour la farine de blé dur (0,72 g/ml) et la plus faible pour la farine de blé tendre (0,68 g/ml). Les courbes d'iso-réponses générées par le modèle utilisé indiquent dans la figure 4.23, les interactions entre les variables (A, B, C) et la densité apparente des mélanges. L'équation du modèle s'écrit sous la forme suivante :

$$DA = 0,68A + 0,70B + 0,72C - 0,021AB - 0,050AC - 0,030BC \quad (4.12)$$

La courbe des réponses prédites par le modèle en fonction des réponses expérimentales (figure 4.24) montre un bon coefficient de détermination,  $R^2 = 89,72 \%$ . Ce qui indique une bonne corrélation entre les réponses théoriques et mesurées de la densité apparente (DA). Cette corrélation est confirmée par la valeur de R carré ajusté ( $R^2$ - ajusté= 83,30%).

Tableau 4.6 : propriétés fonctionnelles des farines composées

N° Essai	A%	B%	C%	CAE (%)	CAH(%)	CG(%)	DA (g/ml)
1	66,67	16,67	16,67	138	156	21,50	0,68
2	50,00	50,00	0	136	144	22	0,69
3	16,67	16,67	66,67	144	169	21	0,70
4	0	50,00	50,00	140	158	22,50	0,70
5	50,00	0	50,00	141	166	20	0,69
6	0	100	0	136	135	24	0,70
7	0	50,00	50,00	141	158	22,50	0,71
8	0	0	100	146	180	20	0,72
9	0	100	0	136	135	24	0,7
10	16,67	66,67	16,67	139	147	22,80	0,68
11	100	0	0	136	153	23	0,68
12	100	0	0	137	152	23,50	0,68
13	33,33	33,33	33,33	139	154	21	0,69
14	0	0	100	145	181	19,50	0,72

A = farine de blé tendre, B = farine de blé dur, C = farine d'orge, CAE : Capacité d'absorption d'eau, CAH : Capacité d'absorption d'huile, CG : Capacité de gonflement, DA : Densité apparente

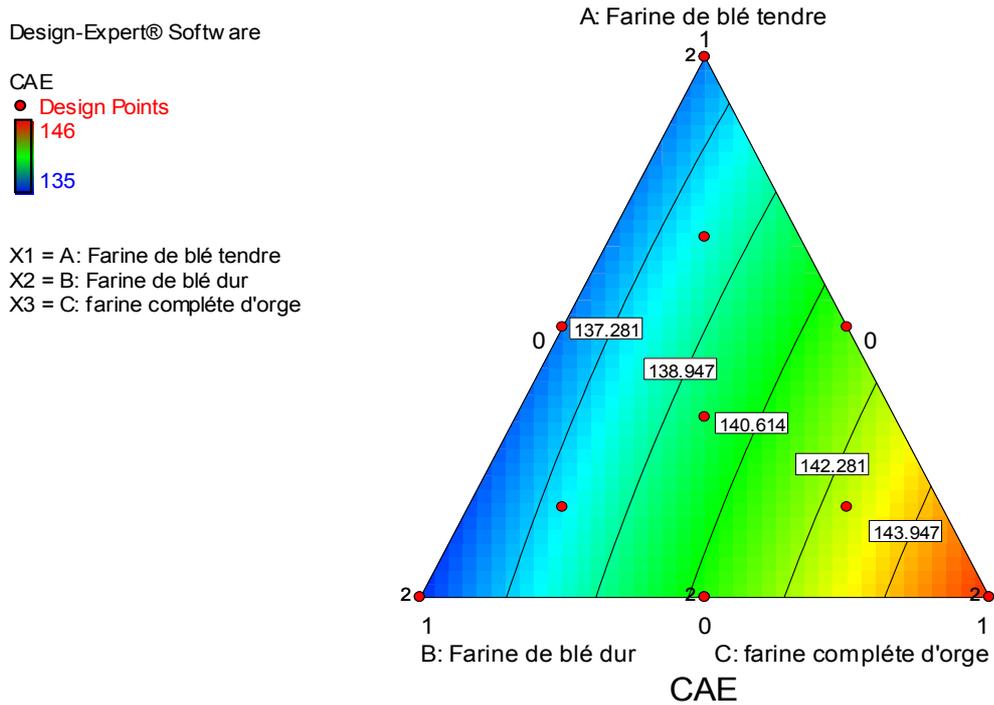


Figure 4.17 : Courbes iso-réponses de la variation de la capacité d'absorption d'eau (CAE) en fonction des trois mélanges

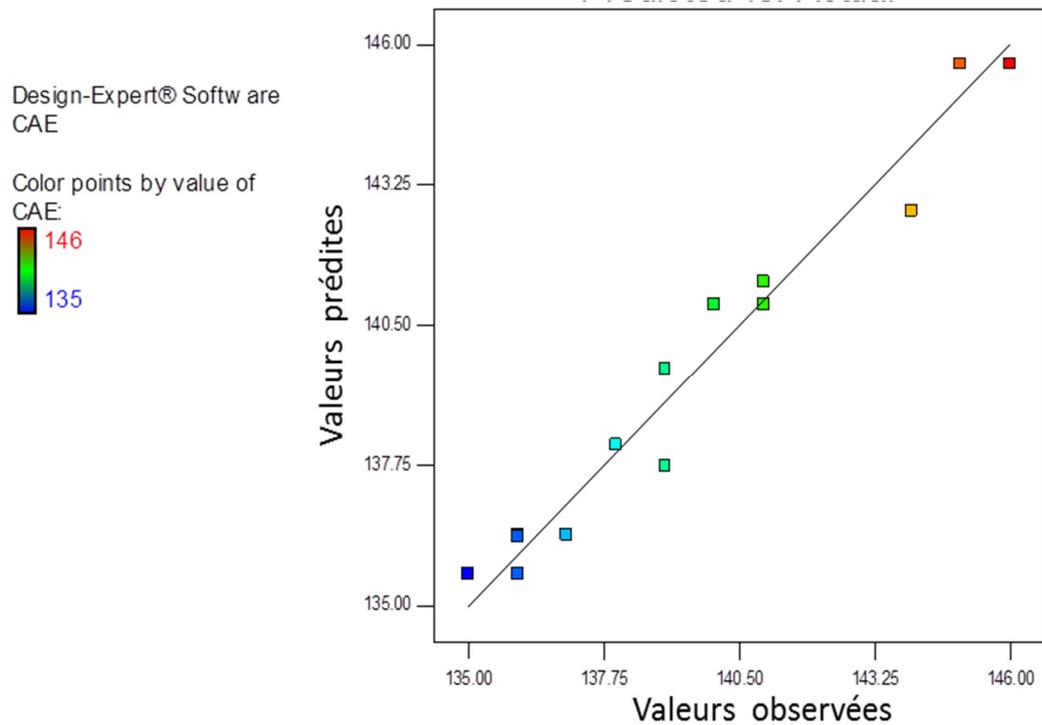


Figure 4.18: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la CAE

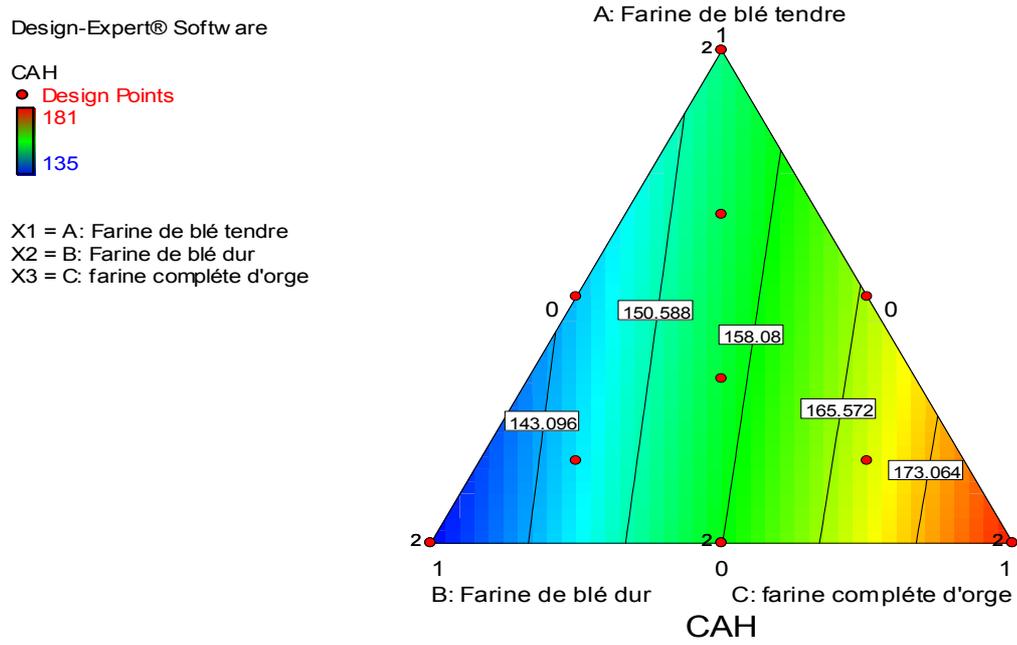


Figure 4.19 : Courbes iso-réponses de la variation de la capacité d'absorption d'huile (CAH) en fonction des trois mélanges

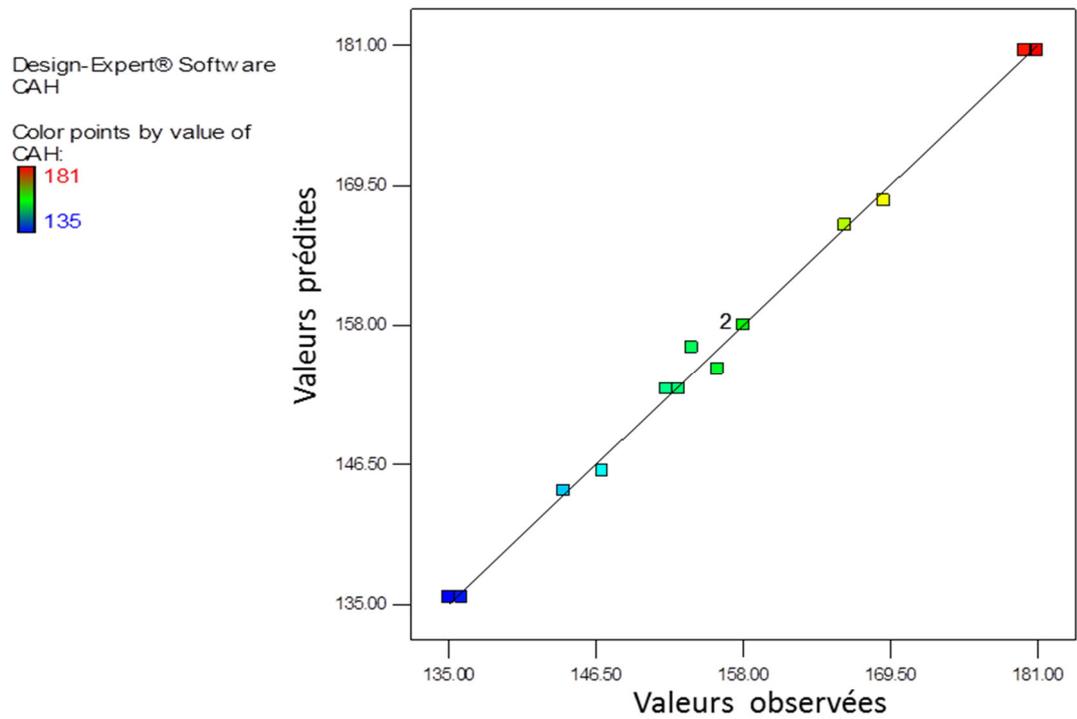


Figure 4.20: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la CAH

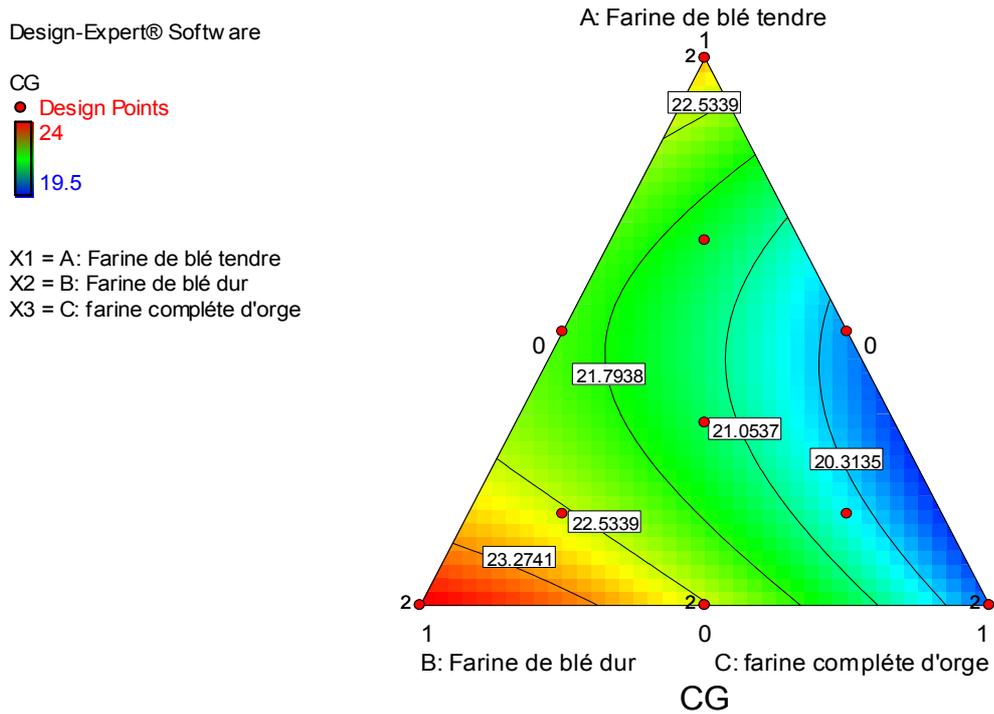


Figure 4.21 : Courbes iso-réponses de la variation de la capacité de gonflement (CG) en fonction des trois mélanges

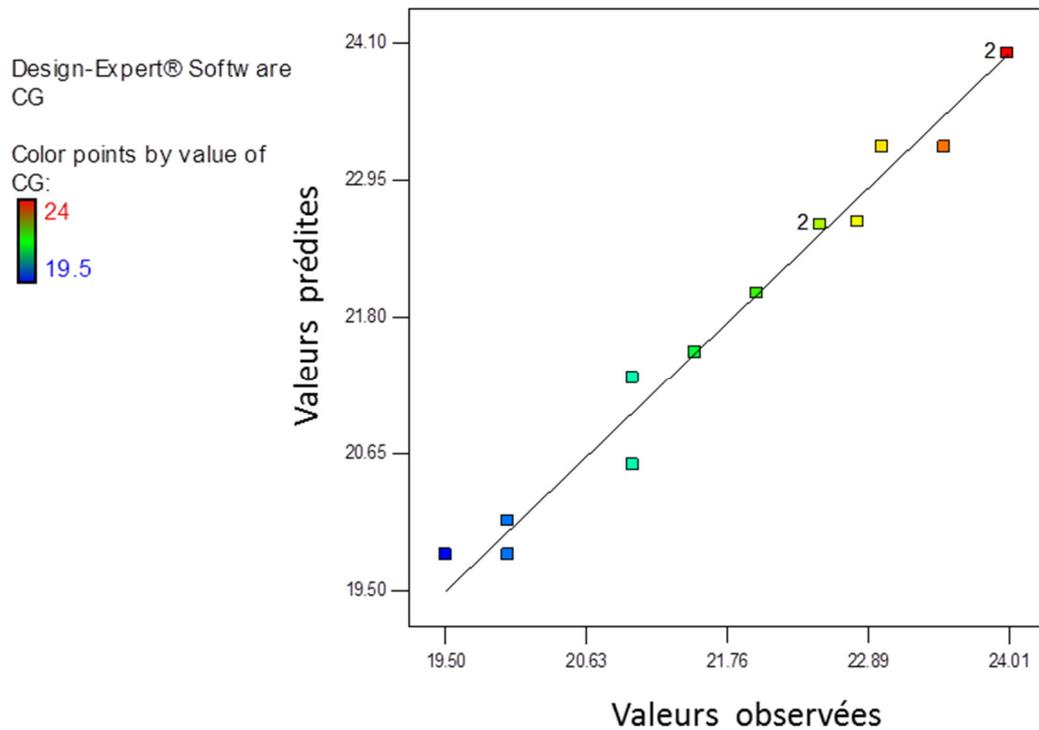


Figure 4.22: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la capacité de gonflement

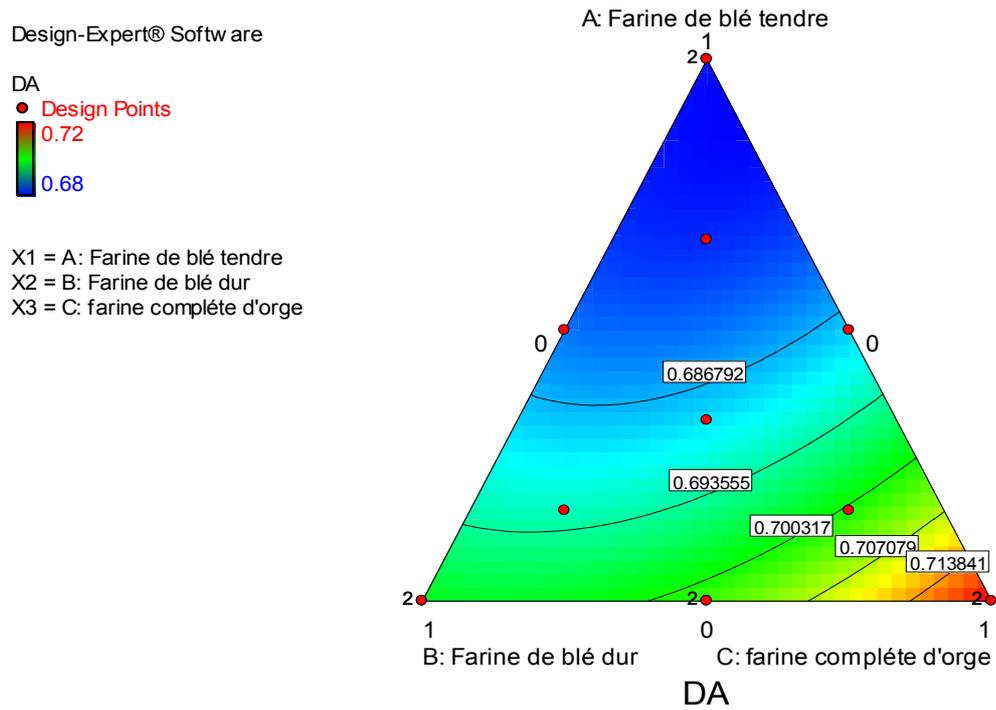


Figure 4.23 : Courbes iso-réponses de la variation de la densité apparente (DA) en fonction des trois mélanges

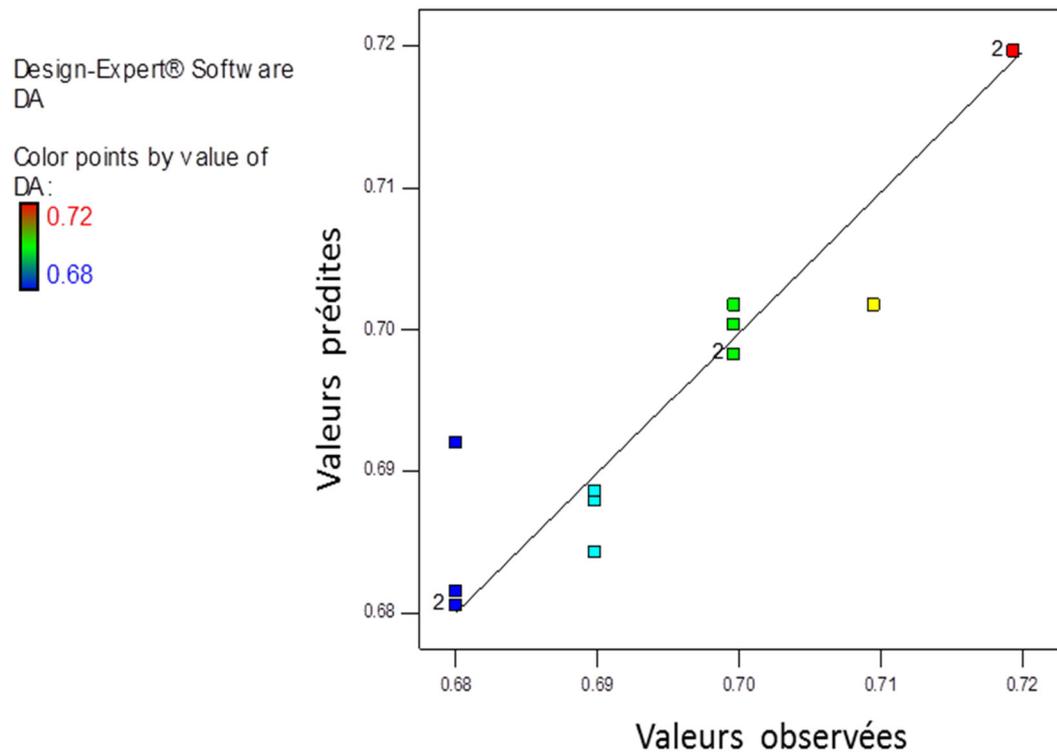


Figure 4.24: Représentation graphique des réponses prédites en fonction des réponses expérimentales de la densité apparente

Les propriétés fonctionnelles des farines jouent un rôle important dans la fabrication des produits. La capacité de fixation d'eau et d'huile des protéines alimentaires dépend des facteurs intrinsèques comme la composition en acides aminés, la conformation des protéines et la polarité ou l'hydrophobicité de la surface [160]. La rétention de liquide est un index d'habilité des protéines pour absorber et retenir l'huile/eau qui a son tour influence la texture et les caractéristiques sensoriels des produits comme les pâtes à pain [178].

La capacité d'absorption de l'eau est une fonction critique des protéines de divers produits alimentaires comme pour les pâtes et les produits de boulangerie.

D'après les résultats des analyses fonctionnelles la farine complète d'orge présente la capacité d'absorption de liquide la plus élevée par rapport aux farines de blé. La haute valeur de la (CAE) de la farine d'orge peut être aussi attribuée à la présence d'un taux élevé de fibres brutes dans cette farine ce qui pourrait conduire à la production d'un pain plus humide avec une texture douce avec les farines contenant de l'orge [179].

La capacité des protéines de cette farine pour se lier avec l'huile est nécessaire dans le système alimentaire où une absorption optimale de l'huile est souhaitée, en effet, la forte capacité d'absorption d'huile (CAH) de la farine d'orge améliore la rétention et la diffusion de la saveur lorsqu'elle est utilisée dans les préparations alimentaires [179].

La farine de blé dur présente la capacité de gonflement la plus importante par rapport aux autres farines, cette propriété dépend de la taille des particules, de la variété des grains, du process ou les opérations unitaires. Une teneur élevée en protéines et en matières grasses dans les farines peut réduire leur pouvoir de gonflement en raison de l'inhibition du processus de gélatinisation de l'amidon [179].

La densité apparente dépend de la taille des particules et l'humidité initiale des farines. Une densité apparente élevée d'une farine lui confère l'aptitude à l'emploi dans les préparations alimentaires, par contre une faible densité

apparente constituera un avantage dans la formulation des compléments alimentaires.

#### 4.7. Analyse de la variance

L'analyse de la variance (ANOVA) des modèles suggérés représentant les résultats des plans de mélanges centrés utilisés sont montrés respectivement dans les tableaux ( appendice A ). La signification statistique des sources de variances des modèles, a été définie à 0,05.

L'analyse de la variance (ANOVA) présenté dans les tableaux ( appendice A ) nous suggère des modèles quadratiques reliant respectivement les réponses (humidité, les cendres, les lipides, les fibres, les protéines, les glucides, le travail de déformation (W), la capacité d'absorption d'eau et d'huile (CAE et CAH) , la capacité de gonflement (CG) et la densité apparente (DA) ) aux variables (farine du blé tendre (A), de blé dur (B) et la farine complète d'orge (C)).

Les valeurs des coefficients de détermination  $R^2$  indiquent pour toutes les réponses étudiées une bonne adéquation entre les modèles adoptés et les valeurs expérimentales. Les tests statistiques de signification (test F) issues des tableaux 4.7, 4.8 et 4.9 dénotent que les effets principaux de régression sont significatifs avec une probabilité p-value inférieure à 0.05 et les termes de chacun des modèles sont aussi statistiquement significatifs. De ce fait, les termes AB, AC et BC sont significatifs. Le manque d'ajustement est non significatif démontrée par une probabilité élevée, (p-value > 0,05) ce qui traduit que les modèles sont bons et convenablement ajustés.

L'analyse de la variance (ANOVA) propose un modèle spécial cubique reliant le ratio de configuration P/L aux variables (A, B, C) avec un excellent coefficient de corrélation ( $R^2=0,9998$ ) qui affirme que les valeurs observées sont proches des valeurs prévues et un manque d'ajustement non significatif. La valeur de F implique que le modèle est valable. Les valeurs de "Prob > F" inférieures à 0,05 indiquent que les termes du modèle sont significatifs. De ce fait, les termes AB, AC, BC et ABC sont significatifs.

#### 4.8. Validité des modèles mathématiques

L'ensemble des caractéristiques nécessaires d'ajustement des modèles obtenus sont montrés dans les tableaux 4.7 et 4.8. Le coefficient de détermination  $R^2$  définit le ratio de la variation des réponses qui est expliqué par le modèle, Plus la valeur du  $R^2$  est proche de 1, plus la qualité d'ajustement du modèle est bonne.  $R^2$ -Ajusté est une correction apportée à la valeur de  $R^2$  en fonction du nombre de degré de liberté.

Tableau 4.7: Résumé de l'ajustement des modèles mathématiques adoptés pour les réponses des paramètres chimiques et rhéologiques des farines composées.

Paramètres	Humidité %	Cendres %	Lipides %	Fibres %	Protéines %	Glucides %	W	P/L
Ecart type	0,029	0,021	0,12	0,071	0,067	0,17	9,53	0,087
Moyenne	11,75	1,60	2,70	3,82	13,32	66,82	125,92	4,83
$R^2$	0,9597	0,9987	0,9838	0,9996	0,9888	0,9993	0,9826	0,9998
$R^2$ -Ajusté	0,9345	0,9979	0,9737	0,9993	0,9881	0,9989	0,9682	0,9996

Tableau 4.8: Résumé de l'ajustement des modèles mathématiques adoptés pour les réponses des paramètres fonctionnels des farines composées

Paramètres	CAE %	CAH %	CG %	DA (g/ml)
Ecart type	3,42	13,55	1,44	0,013
Moyenne	139,50	156,36	21,95	0,70
$R^2$	0,9615	0,9958	0,9793	0,8972
$R^2$ -Ajusté	0,9374	0,9913	0,9664	0,8330

$R^2$  : Coefficient de corrélation,  $R^2$ -Ajusté : coefficient de corrélation ajusté, W : Travail de déformation, P/L : le ratio de configuration de la courbe, CAE : capacité d'absorption d'eau, CAH : capacité d'absorption d'huile, CG : capacité de gonflement, DA : densité apparente.

#### 4.9. Validation des modèles adoptés par l'étude graphique des résidus

La figure 4.25 qui visualise la distribution des résidus de l'humidité en fonction des valeurs prédites, démontre que cette répartition est aléatoire et équitable autour de l'axe des abscisses, ainsi que l'ensemble des valeurs des résidus sont comprises dans l'intervalle  $[-3, +3]$ , en outre l'allure du graphe (figure 4.26) ressemble à une ligne droite révélant que le test de normalité des résidus est vérifié, ce qui démontre que le modèle est correcte.

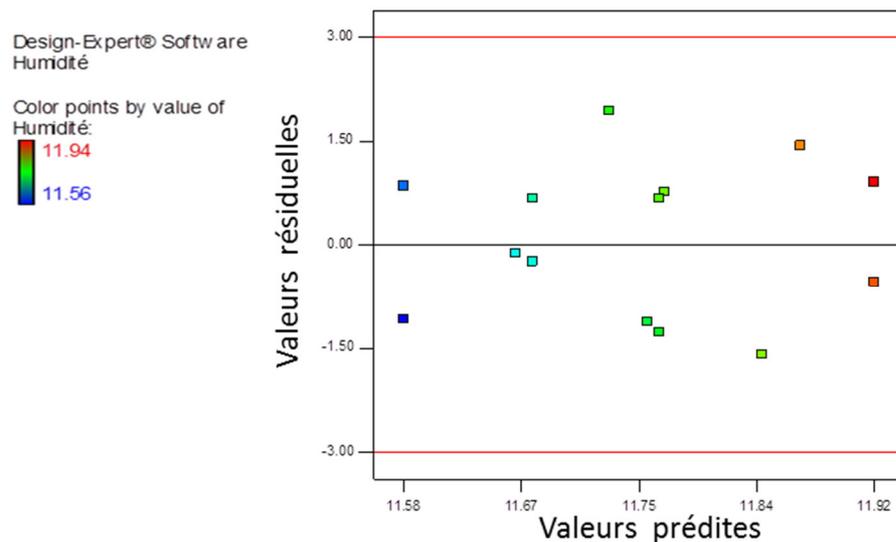


Figure 4.25 : Distribution des résidus de l'humidité en fonction des valeurs prédites

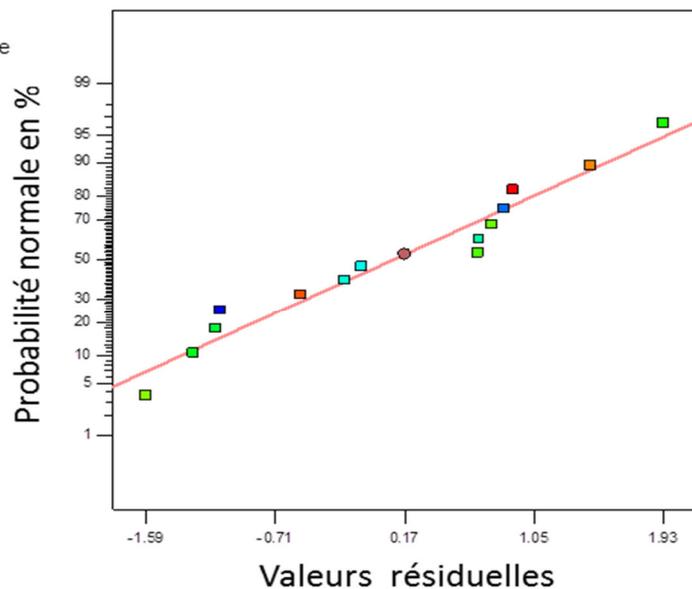


Figure 4.26 : Graphe de la normalité des résidus de l'humidité

La figure 4.27 affiche une bonne dispersion des résidus des cendres en fonction des valeurs prédites et une répartition aléatoire autour de l'axe des abscisses. Les valeurs des résidus sont toutes incluses dans l'intervalle  $[-3, +3]$ , par ailleurs l'allure du graphe de probabilité normale (figure 4.28) est proche à une ligne droite détectant une distribution normale des résidus, ce qui confirme que le modèle est bon.

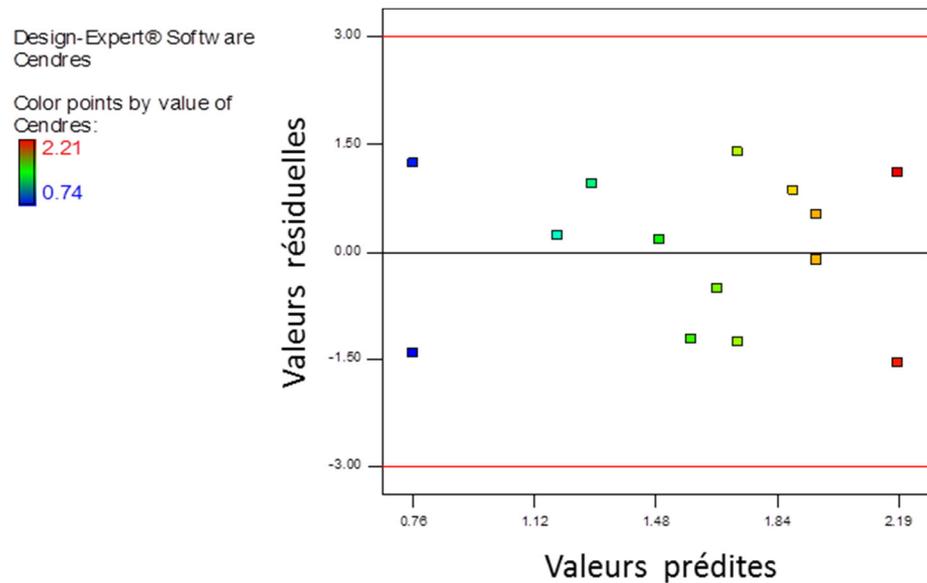


Figure 4.27 : Distribution des résidus des cendres en fonction des valeurs prédites.

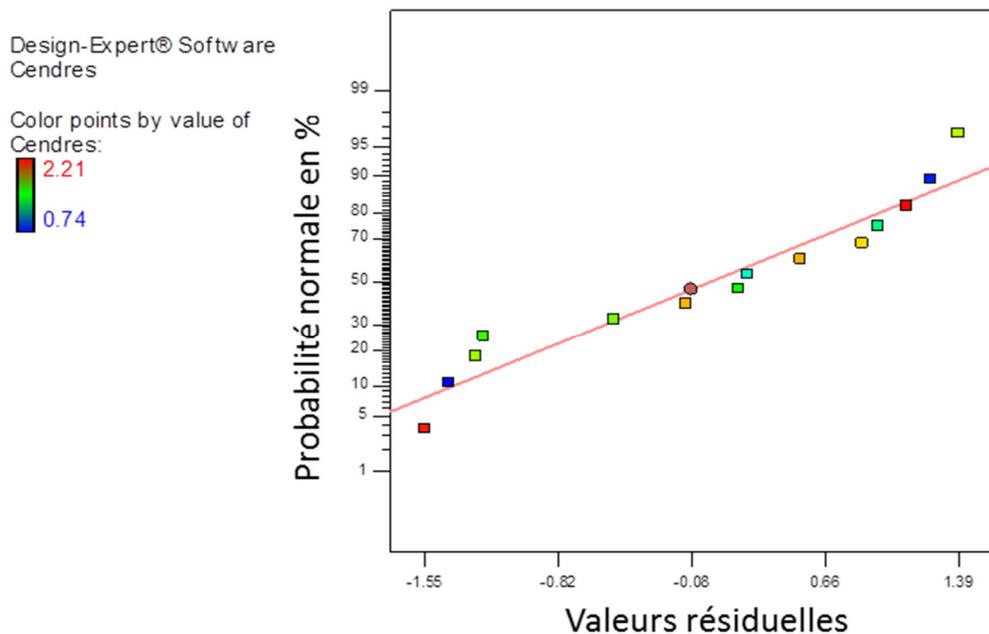


Figure 4.28 : Distribution des résidus des cendres selon la loi normale.

La figure 4.29 montre que les nuages de points des résidus des lipides sont distribués aléatoirement autour de l'axe des abscisses et l'ensemble des valeurs des résidus est inclus dans l'intervalle  $[-3,+3]$  , d'autre part le graphe (figure 4.30) qui présente une allure similaire à une ligne droite témoigne d'une distribution normale des résidus , ce qui certifie que le modèle est adéquat.

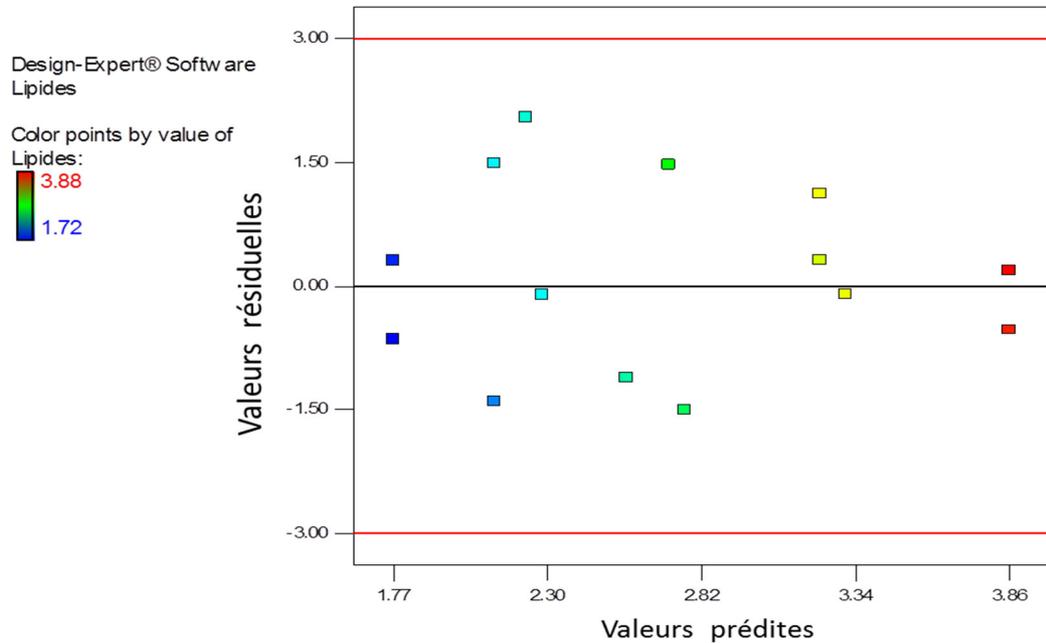


Figure 4.29 : Distribution des résidus des lipides en fonction des valeurs prédites

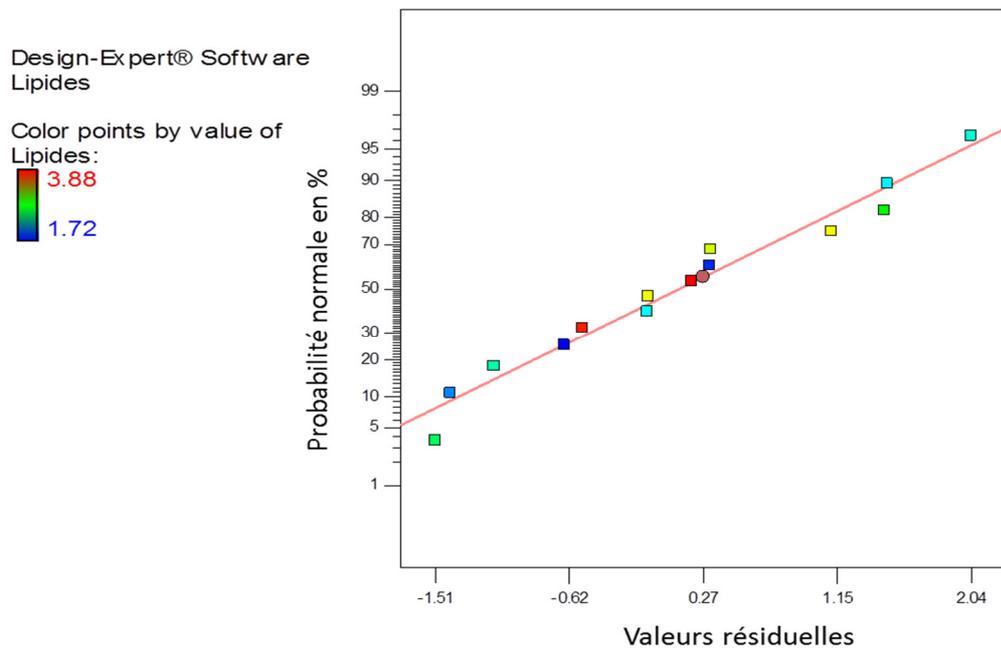


Figure 4.30 : Graphe illustrant une distribution normalisée des résidus des lipides

La figure 4.31 qui ne laisse apparaitre aucune relation évidente entre les résidus et les valeurs calculées des lipides, montre que les valeurs des résidus sont toutes comprises dans l'intervalle [-3, +3]. Par ailleurs l'allure du graphe (figure 4.32) ressemble à une ligne droite démontrant une distribution normale des résidus, ce qui confirme que le modèle est correct.

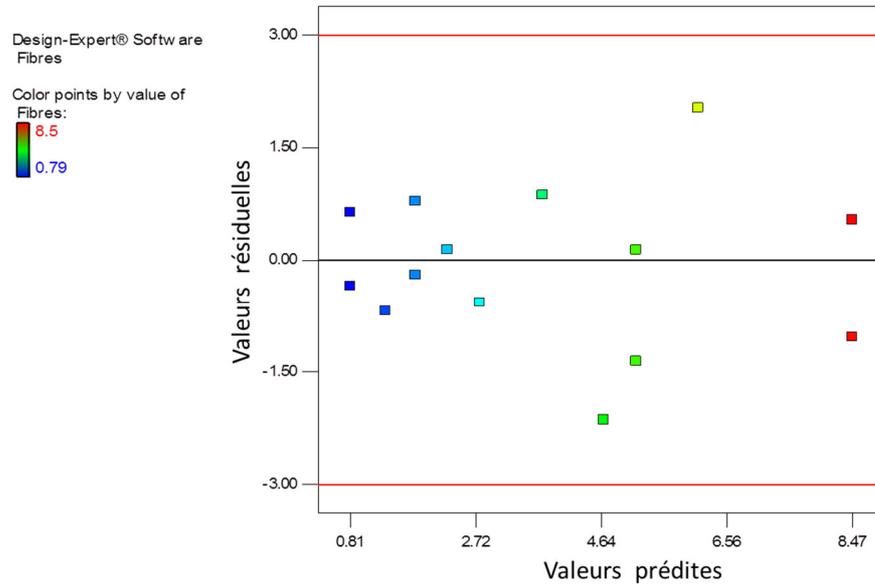


Figure 4.31 : Distribution des résidus des fibres en fonction des valeurs prédites

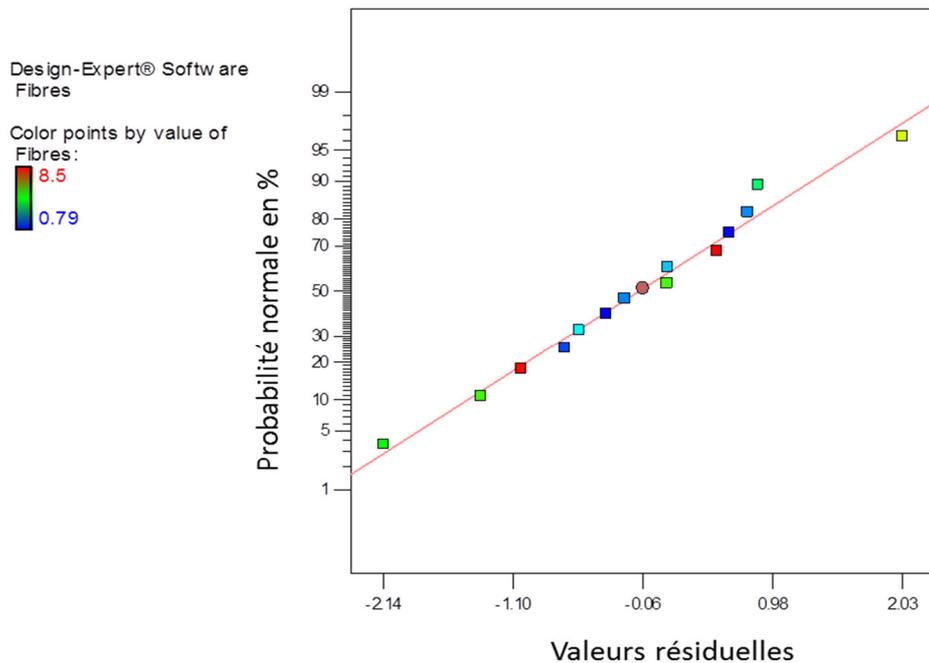


Figure 4.32 : Graphe illustrant la distribution de la normalité des fibres

D'après la figure 4.33, on a une bonne distribution des résidus des protéines en fonction des valeurs prédite et toutes les valeurs des résidus sont

incluses dans l'intervalle [-3, +3], en outre le nuage de points des résidus de la figure 4.34 sont presque alignées et suivent une loi normale, ce qui certifie que le modèle est bon.

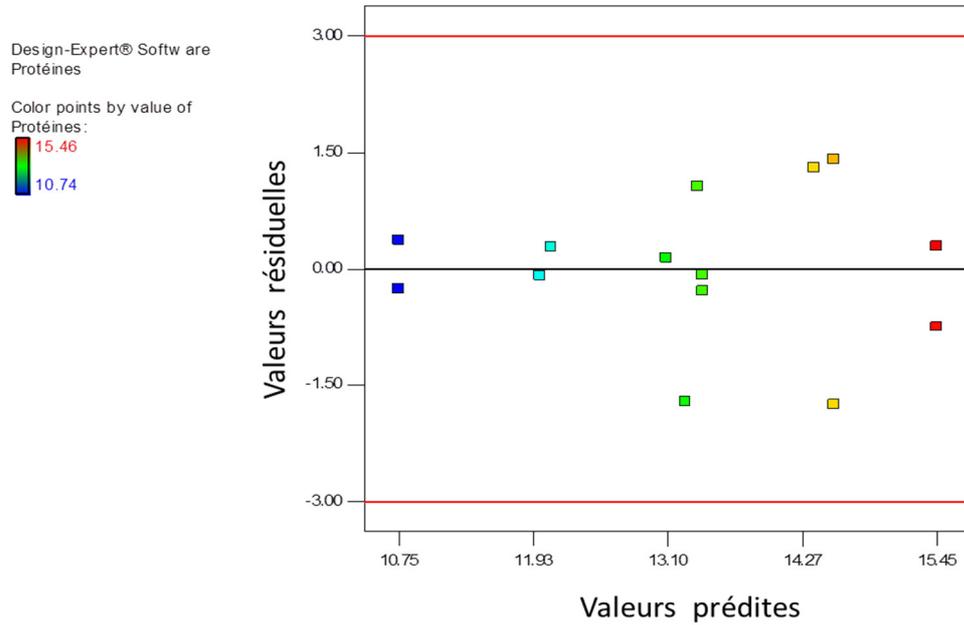


Figure 4.33 : Distribution des résidus des protéines en fonction des valeurs prédites

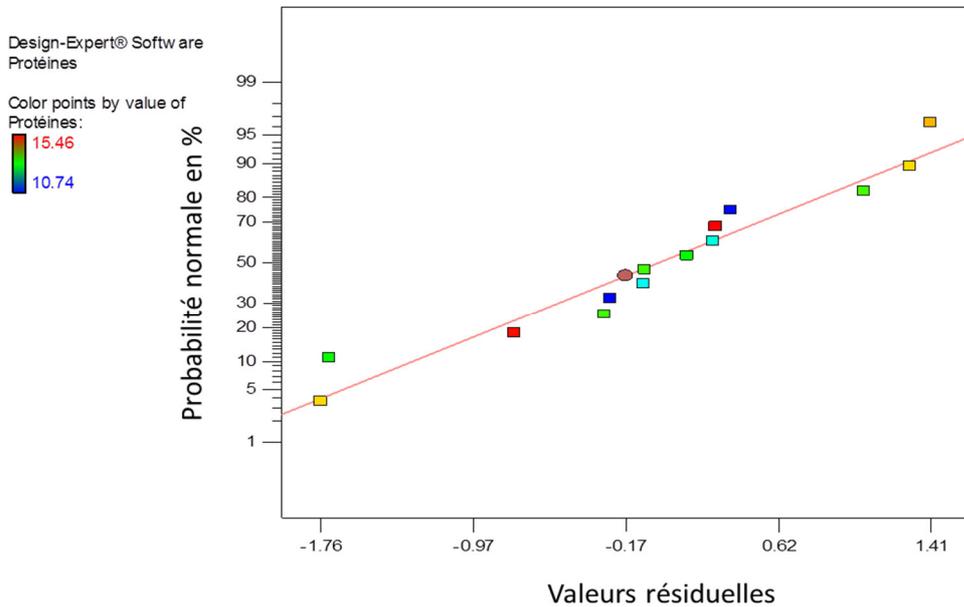


Figure 4.34 : Graphe illustrant la normalité des résidus des protéines

L'examen de la figure 4.35 montre que la localisation des résidus des glucides en fonction des valeurs prédites suit une répartition aléatoire et équitable autour de l'axe des abscisses ,en même temps que toutes les valeurs des résidus

sont incluses dans l'intervalle  $[-3,+3]$  , par ailleurs l'allure du graphe ( figure 4.36) ressemble à une ligne droite signifiant une distribution normale des résidus, ce qui confirme que le modèle est bon.

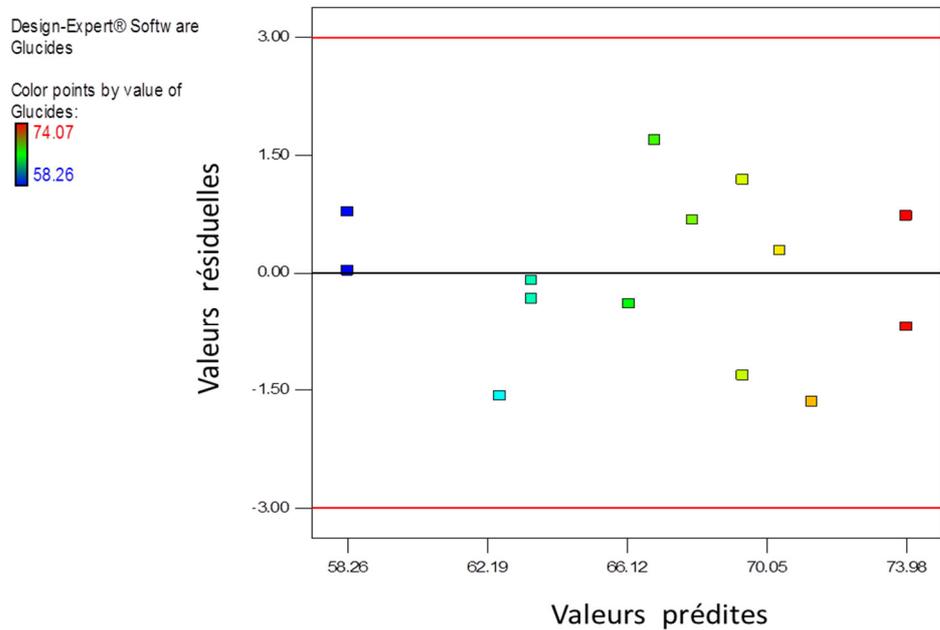


Figure 4.35 : Distribution des résidus des glucides en fonction des valeurs prédites

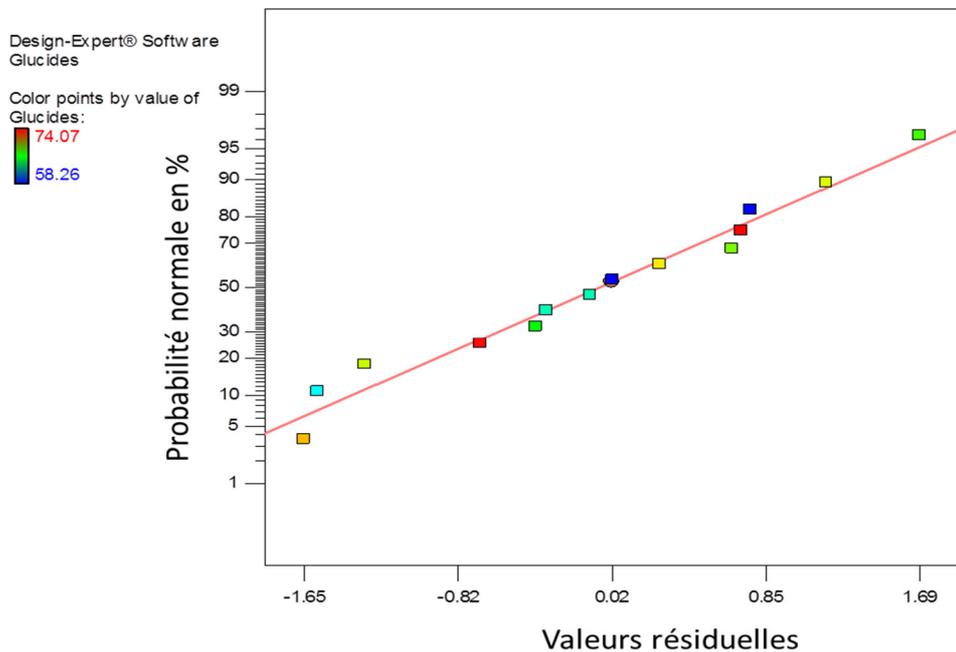


Figure 4.36 : Graphe la normalité des résidus glucides

La figure 4.37 illustrant la position des résidus du travail (W) en fonction des valeurs prédite montre dans le graphique, une distribution aléatoire et équitable autour de l'axe des abscisses, en plus toutes les valeurs des résidus sont incluses

dans l'intervalle  $[-3,+3]$  , d'autre part l'allure du graphe (figure 4.38) ressemble à une ligne droite démontrant une distribution normale des résidus , ce qui confirme que le modèle est correcte.

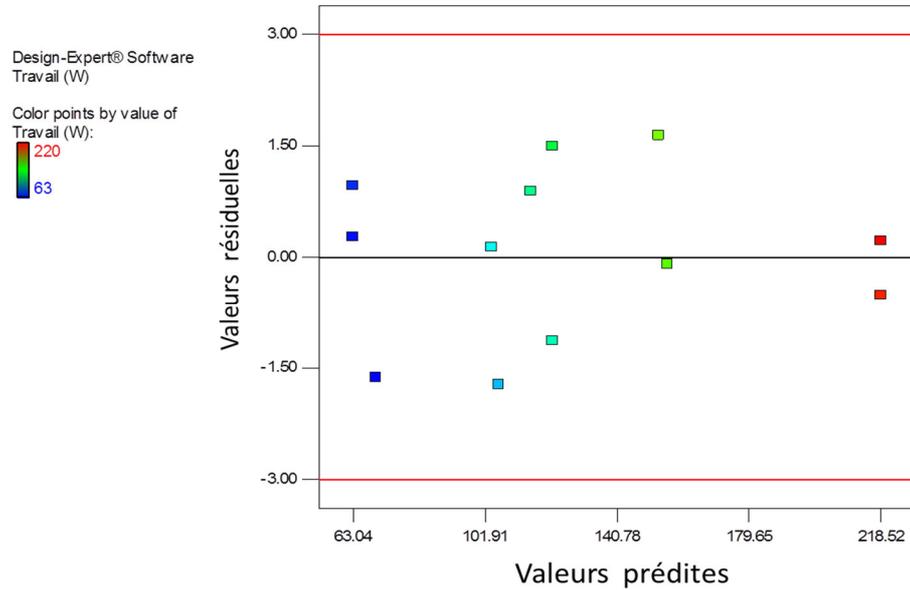


Figure 4.37 : Distribution des résidus du travail (W) en fonction des valeurs prédites

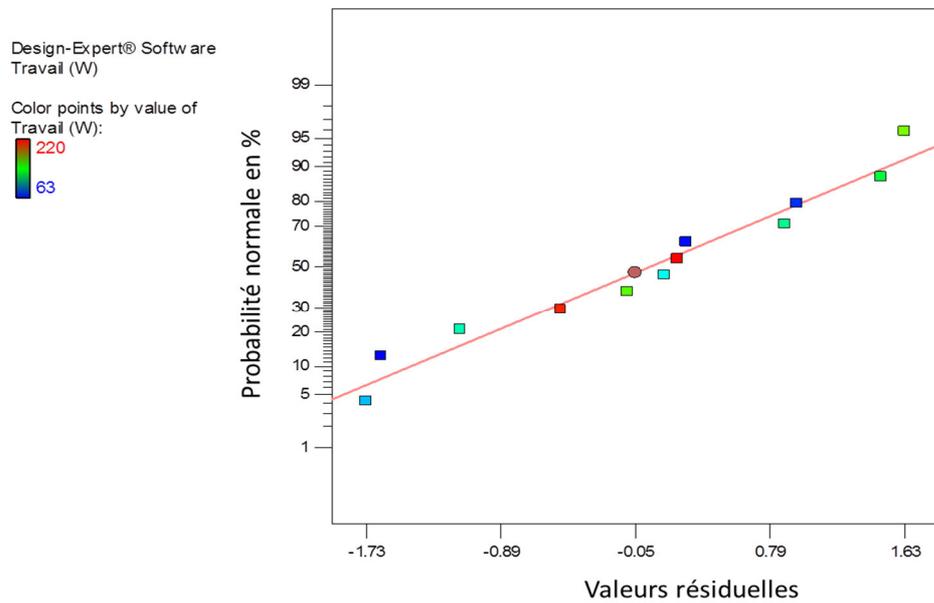


Figure 4.38 : Graphe illustrant une distribution normale des résidus de (W)

La figure 4.39 exposant la localisation des résidus du ratio (P/L) en fonction des valeurs prédite affiche une répartition aléatoire et équitable autour de l'axe des abscisses et toutes les valeurs des résidus sont comprises dans l'intervalle  $[-3, +3]$ , par surcroît l'allure du graphe (figure 4.40) ressemble à une ligne droite

illustrant une distribution normale des résidus, ce qui témoigne que le modèle est correcte.

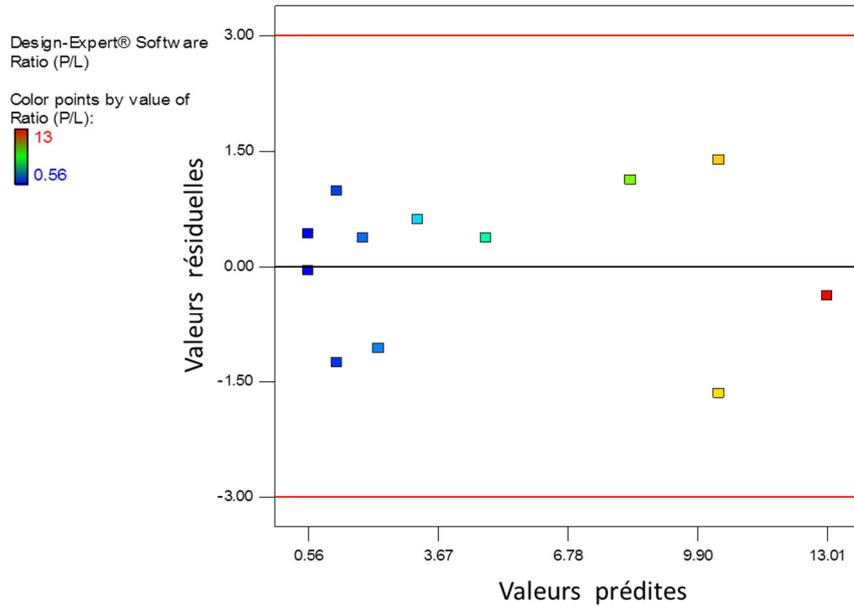


Figure 4.39 : Distribution des résidus du ratio (P/L) en fonction des valeurs prédites

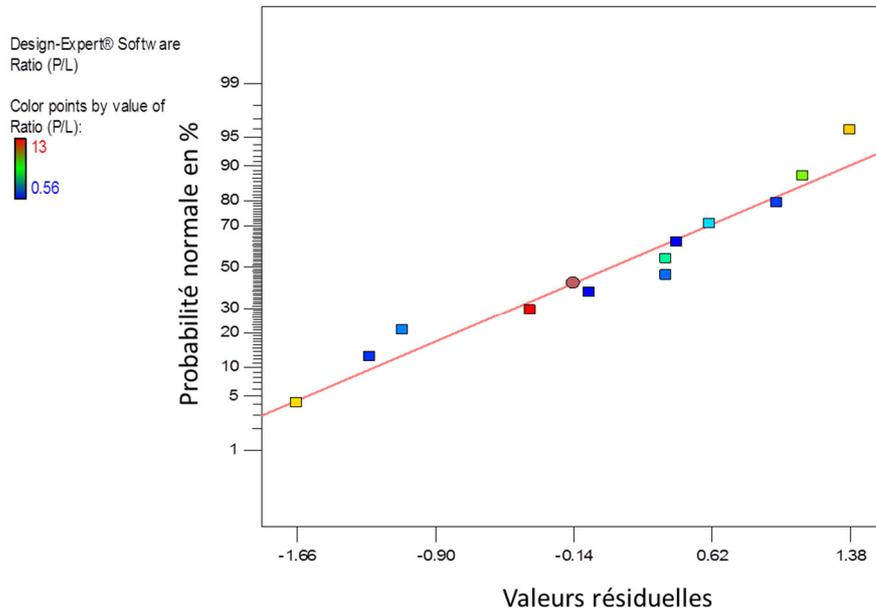


Figure 4.40 : Graphe illustrant la normalité des résidus du ratio (P/L)

La figure 4.41 illustrant la distribution des résidus de la capacité d'absorption d'eau (CAE) en fonction des valeurs prédite démontre une répartition aléatoire et équitable autour de l'axe des abscisses et toutes les valeurs des résidus sont comprises dans l'intervalle [-3, +3], d'autre part l'allure du graphe

(figure 4.42) ressemble à une ligne droite démontrant une distribution normale des résidus, ce qui confirme que le modèle est bon.

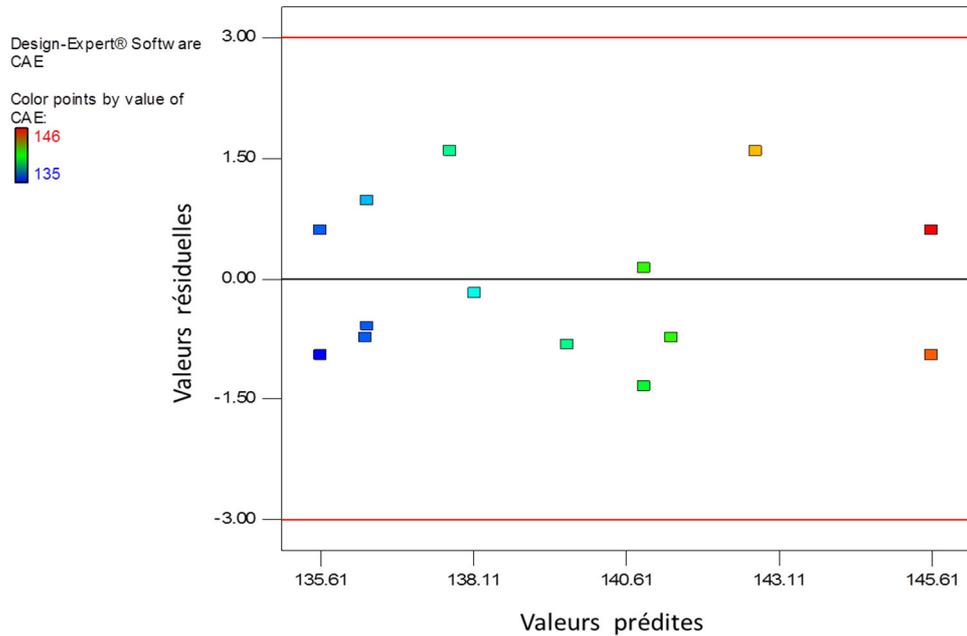


Figure 4.41 : Distribution des résidus de la CAE en fonction des valeurs prédites

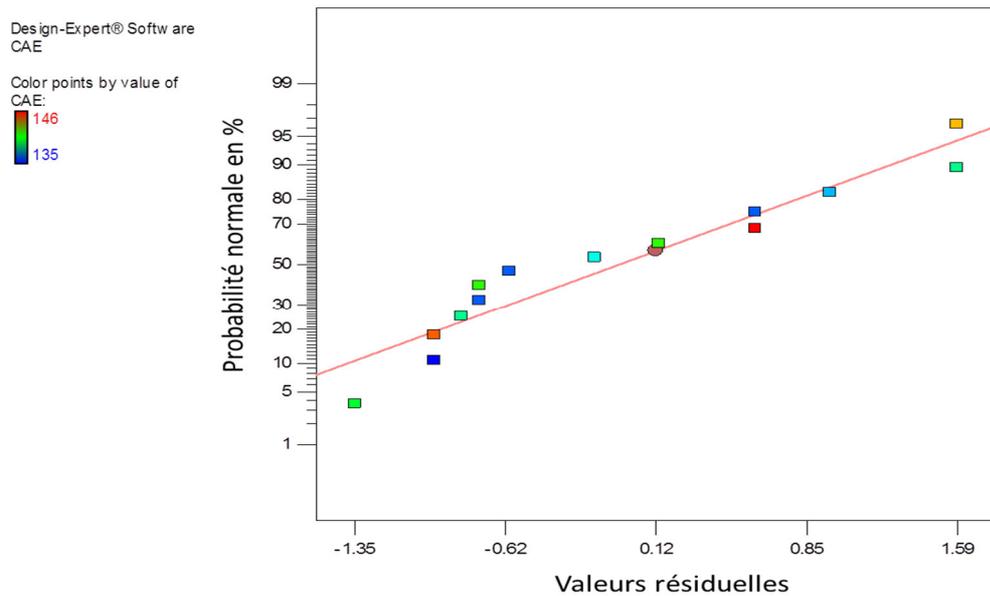


Figure 4.42 : Graphe illustrant la distribution de la normalité de la CAE

La figure 4.43 démontrant le positionnement des résidus de la capacité d'absorption (CAH) en fonction des valeurs prédite montre une répartition aléatoire et régulière autour de l'axe des abscisses et toutes les valeurs des résidus sont incluses dans l'intervalle [-3, +3], en outre l'allure du graphe (figure 4.44)

ressemble à une ligne droite indiquant une distribution normale des résidus, ce qui certifie que le modèle est correcte.

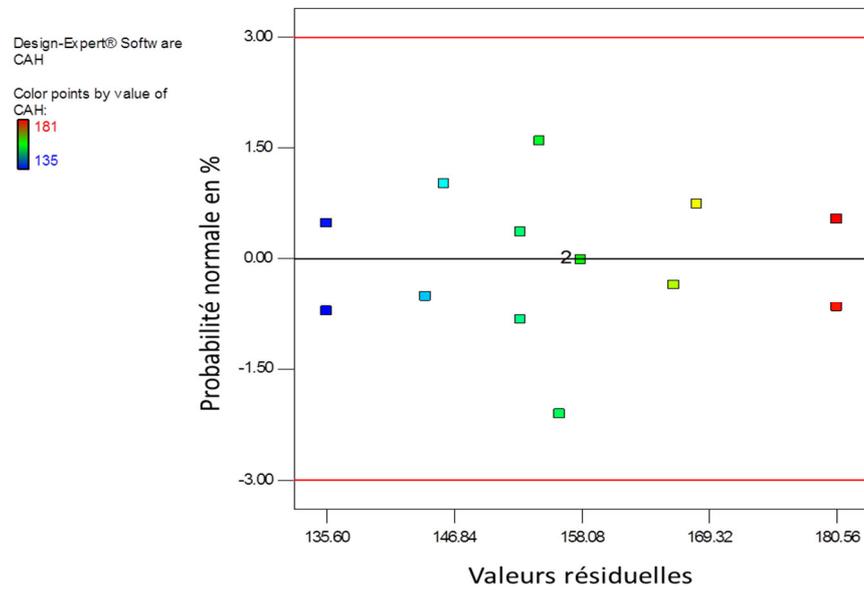


Figure 4.43 : Distribution des résidus de la CAH en fonction des valeurs prédites

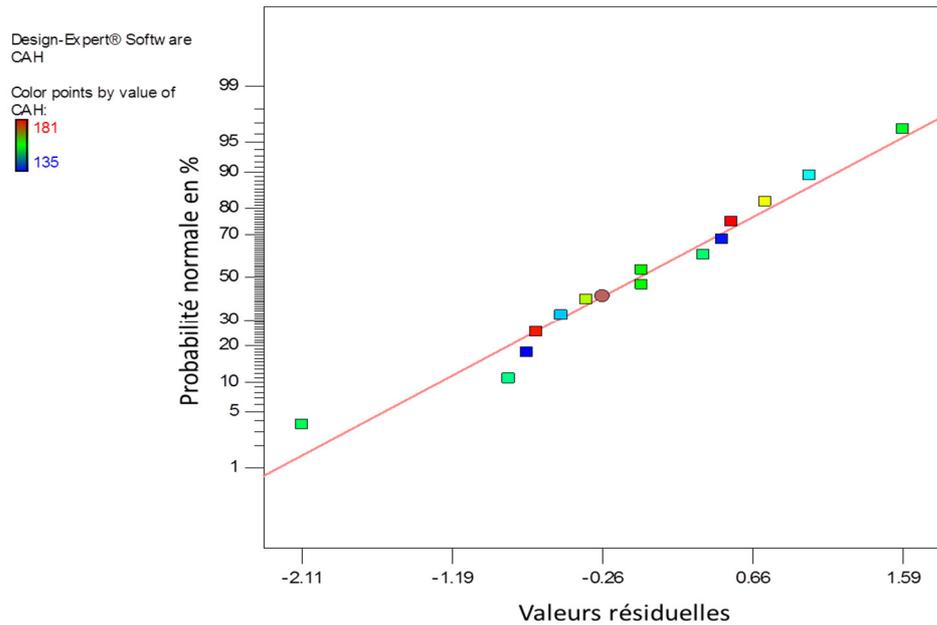


Figure 4.44 : Graphe illustrant une distribution normale des résidus la CAH

La figure 4.45 illustrant la disposition des résidus de la capacité d'absorption (CG) en fonction des valeurs prédite démontre une répartition aléatoire et équitable autour de l'axe des abscisses et toutes les valeurs des résidus sont incluses dans l'intervalle [-3, +3], en outre le nuage de points de la

figure 4.46 sont presque alignés sur une droite confirmant une distribution normale des résidus, ce qui vérifie l'adéquation du modèle.

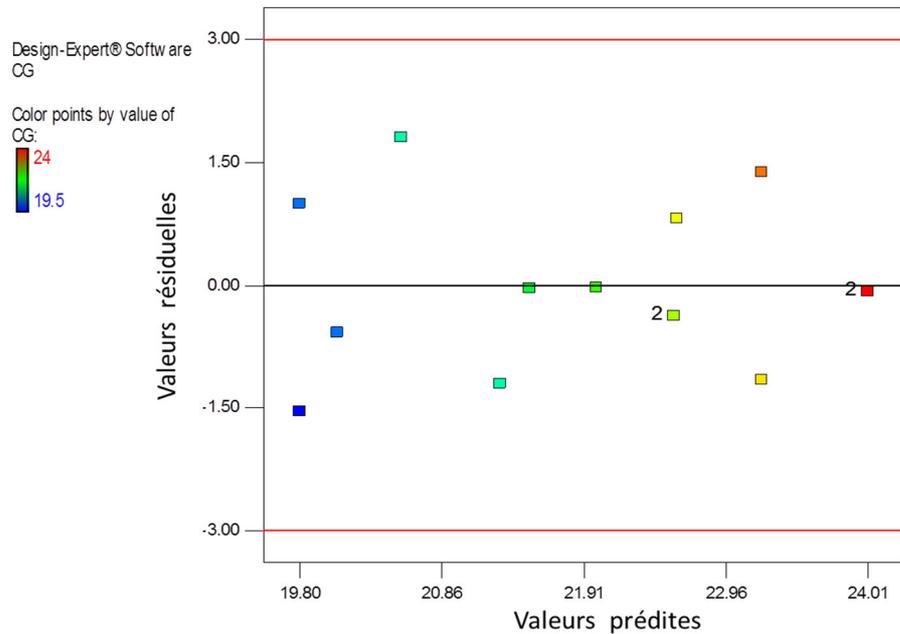


Figure 4.45 : Distribution des résidus de la capacité de gonflement (CG) en fonction des valeurs prédites

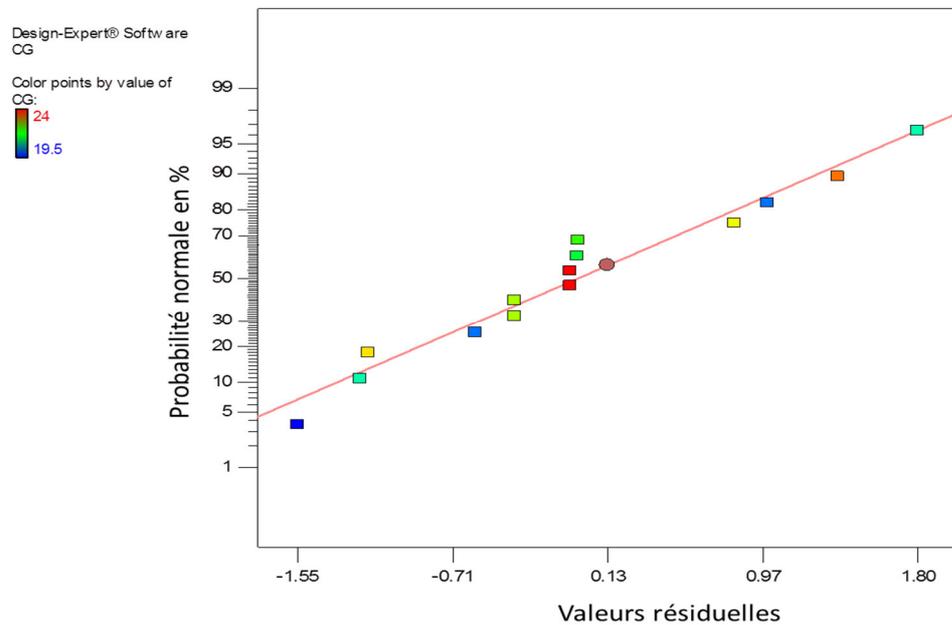


Figure 4.46 : Graphe de la normalité des résidus de la (CG)

La Figure 4.47 exposant la distribution des résidus de la densité apparente (DA) en fonction des valeurs prédite démontre une répartition aléatoire et régulière autour de l'axe des abscisses et toutes les valeurs des résidus sont incluses dans l'intervalle [-3, +3], d'autre part l'allure du graphe (Figure 4.48) ressemble à une

ligne droite démontrant une distribution normale des résidus, ce qui confirme que le modèle est correcte.

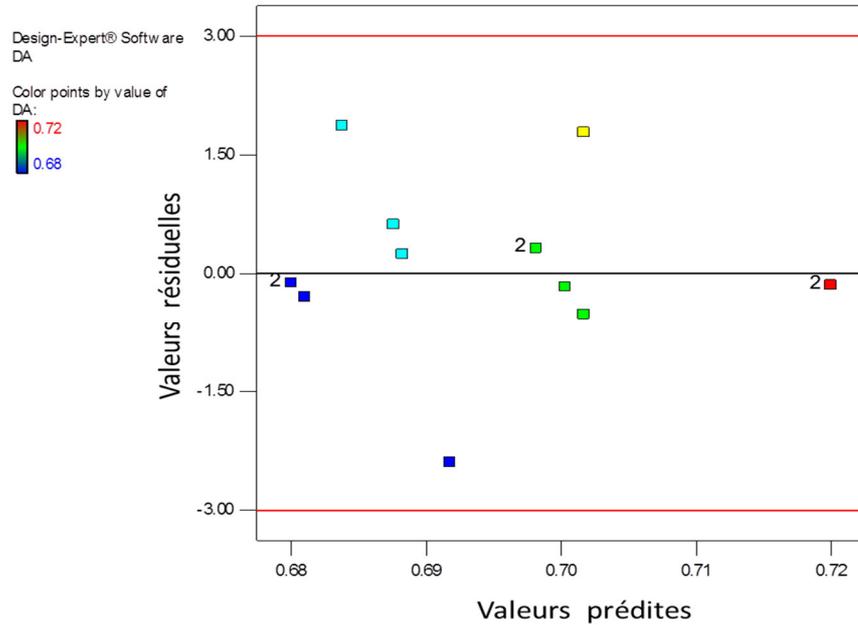


Figure 4.47 : Distribution des résidus de la densité apparente (DA) en fonction des valeurs prédites

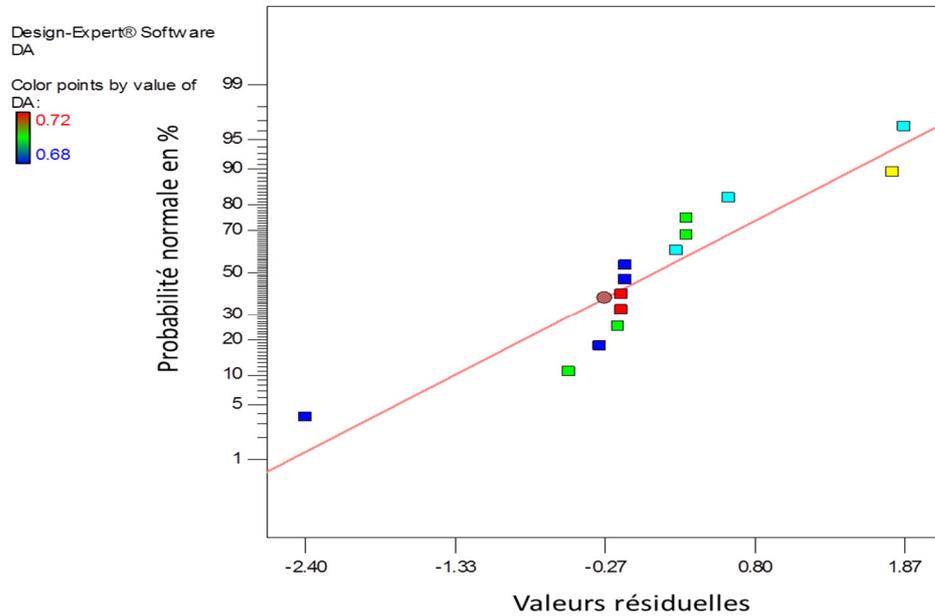


Figure 4.48 : Graphe de la distribution normale des résidus de la densité apparente (DA)

4.10. Optimisation et vérification de la prédictibilité des modèles

L'analyse multicritère à l'aide de la fonction désirabilité a permis de déterminer la farine composée ayant des réponses optimales sur le plan

rhéologique à partir du modèle précédemment établi, les contraintes imposées étaient: le travail de déformation de la pâte ( $W$ ) doit être dans l'intervalle (160-200), et le ratio  $P/L$  doit être inférieur à 1,50. Les résultats montrent que la désirabilité est proche de 1 (figure 4.49) lorsque les conditions optimales multicritères suivantes sont réalisées : Farine de blé tendre (A) =77%, Farine de blé dur (B) =17%, Farine complète d'orge (C)= 6% (figure 4.50).

Les résultats de l'optimisation des propriétés rhéologiques ( $W$  et  $P/L$ ) illustrés dans le tableau 4.9 remplissent tous les critères imposés. Les erreurs relatives (%) entre les valeurs prédites et expérimentales pour chaque réponse ont été calculé et les valeurs trouvées sont inférieures à 5%. Les valeurs expérimentales étaient en bon accord avec les valeurs prédites confirmant la prédictibilité et la validité des modèles. La figure 4.50 montre que lorsque la valeur de désirabilité est élevée (proche ou égal à 1), les réponses théoriques du  $W$  et  $P/L$  sont proches de la valeur de l'optimum pour un mélange de trois composants.

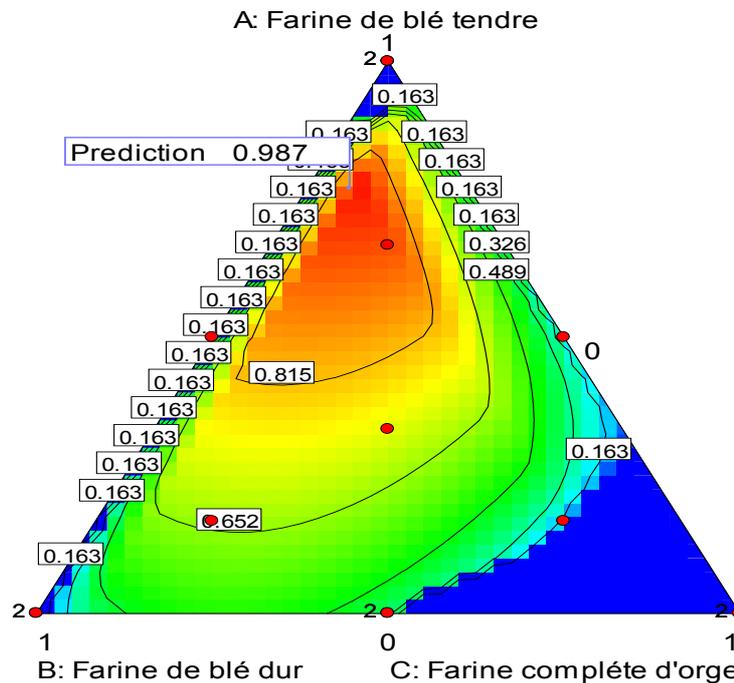


Figure 4.49 : Courbes iso-réponses montrant la variation de la desirabilité en fonction des trois mélanges

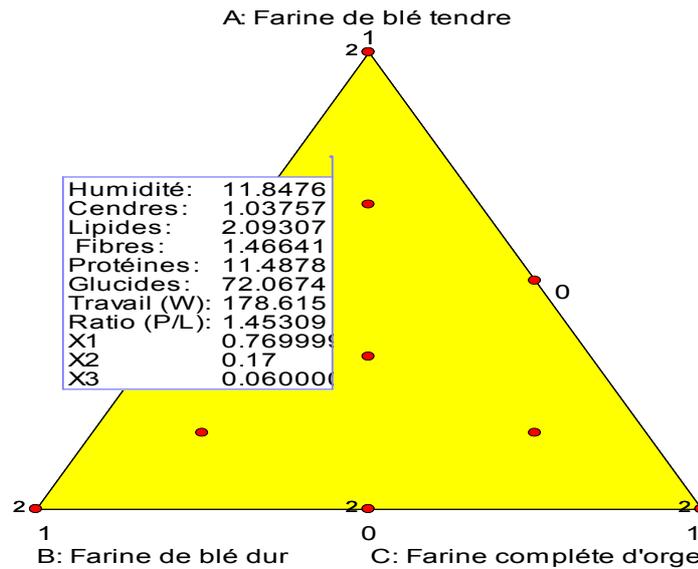


Figure 4.50 : Illustration de l'étude graphique en 2D de la zone de compromis acceptable.

Le tableau 4.9 donne une comparaison entre les valeurs des réponses prédites et celles observées des réponses sous les conditions optimales ainsi que le (%) de l'erreur relative.

Tableau 4.9 : Comparaison entre les valeurs des réponses prédites et celles observées sous les conditions optimales.

Réponses	Valeur expérimentale	Valeur prédite	Erreur relative (%)
W (joule $10^{-4}$ )	171	179	4,45
P/L	1,38	1,45	4,83
Humidité (%)	11,30	11,85	4,64
Cendres (%)	1	1,04	3,85
Lipides (%)	2	2,10	4,77
Fibres (%)	1,42	1,47	3,40
Protéines (%)	11,30	11,48	1,57

W : Travail de déformation, P/L : Le ratio de configuration de la courbe.

#### 4.11. Les caractéristiques physiques des pains

Les résultats des analyses physiques des pains présentés dans le tableau 4.10 montrent qu'il existe une différence significative ( $P \leq 0,005$ ) pour la masse, le volume et le volume spécifique.

Le poids du pain composé augmente avec l'augmentation du taux de substitution, c'est le résultat de la diminution de la rétention du gaz de dioxyde de carbone dans la pâte mixte, produisant ainsi un pain de texture plus dense.

Le volume du pain est une caractéristique visuelle importante qui conditionne le choix du consommateur du pain. Les résultats de la détermination des volumes des pains (témoin et optimal) montrent que l'ajout de 17% de farine de blé dur et 6% d'orge entraîne une diminution du volume de pain témoin jusqu'à 9 %, ce volume est fortement influencé par la quantité de gaz retenue par la pâte. La substitution par les farines de blé dur et d'orge réduit probablement la capacité du gluten à retenir le gaz pendant la cuisson, entraînant de ce fait une réduction du volume de gaz, et par conséquent le volume de pain.

Le volume spécifique est un indicateur de la teneur en gluten du pain, mais d'autres constituants tels que l'amidon et les fibres contribuent également au volume spécifique de pain [180]. La différence de volume spécifique entre le pain témoin et le pain composé optimal peut être justifié par la différence de composition des farines, leurs caractéristiques rhéologiques et fonctionnelles.

Tableau4.10: Caractéristiques physiques des pains

Paramètres	Pain témoin (100 % Farine de blé tendre)	Pain composé optimal
Volume (ml)	1580±1,5 <sup>a</sup>	1490±2,00 <sup>b</sup>
Masse (g)	255±1,00 <sup>a</sup>	258±0,70 <sup>b</sup>
Volume spécifique (ml/g)	6,20±0.60 <sup>a</sup>	5.80±0.40 <sup>b</sup>

a, b, c : Il n'y a pas de différence significative ( $p \geq 0,05$ ) entre deux moyennes ± écart-type à l'intérieur de la même ligne désignées par la même lettre.

#### 4.12. Les paramètres de couleur des pains

Les mesures colorimétriques des croûtes des pains et de leurs mies sont des paramètres importants pour la précision de leur couleur et pour confirmer les observations à l'œil nu. Le Tableau 4.14 montre que le pain témoin présente la valeur la plus élevée de luminance, exprimée par le paramètre  $L^*$ , tant pour la croûte que pour la mie, ce qui explique sa couleur très blanche qui le distingue du pain composé optimum. Cependant, la valeur du paramètre  $L^*$  a nettement diminué après l'ajout de 17% farine de blé dur et 6 % de farine d'orge. Ce résultat indique que l'apparition de la couleur foncée dans la croûte et la mie est effectivement due à la couleur foncée des farines ajoutées.

Tableau 4.11: Valeurs expérimentales des paramètres de couleur des croûtes et des mies

Pain	Croûte			Mie		
	L	A	B	I	A	B
Pain témoin	62±1,93 <sup>a</sup>	11±0.60 <sup>a</sup>	31±1,80 <sup>a</sup>	71±0.90 <sup>a</sup>	1.80±0.50 <sup>a</sup>	15±1.20 <sup>a</sup>
Pain optimum	55±1.40 <sup>b</sup>	15±0.75 <sup>b</sup>	36±1,60 <sup>b</sup>	66±0.85 <sup>b</sup>	2.30±0.65 <sup>b</sup>	18±1,45 <sup>b</sup>

a, b, c : Il n'y a pas de différence significative ( $p \geq 0,05$ ) entre deux moyennes  $\pm$  écart-type à l'intérieur de la même ligne désignées par la même lettre.

Le paramètre  $a^*$  désigne la balance entre le vert (si valeur négative) et le rouge (si valeur positive). Des valeurs positives ont été obtenues pour le pain témoin et le pain optimum tant pour la croûte que pour et la mie.

Le paramètre  $b^*$  désigne la balance entre le bleu (si valeur négative) et le jaune (si valeur positive). Pour ce paramètre, les deux échantillons (croûtes et mies) ont été caractérisés par une prédominance du jaune, le pourcentage important de la farine de blé dur dans la formulation du pain optimum (17%) a provoqué une élévation considérable du paramètre  $b^*$ .

#### 4.13. Test sensoriel des pains

Les résultats des tests sensoriels ont montré que les pains témoin et ceux préparés à partir de farine composée optimale ont été jugés selon divers attributs

sensoriels. Les résultats présentés dans le tableau 9 montrent qu'il existe une différence significative ( $P \leq 0,005$ ) pour la couleur de la croûte, et la structure de la mie, par contre il n'y a pas de différence significative ( $P \geq 0,005$ ) pour la texture, la structure de la croûte, et l'acceptabilité globale. La figure 4.27 illustre la différence de la structure de la mie entre les pains étudiés.

Tableau 4.12: Résultats de l'analyse sensorielle des échantillons de pains

Paramètre	Pain témoin (100 % Farine de blé tendre)	Pain composé optimal
Couleur de la croûte	7,6 (a)	6,8 (b)
Goût	8,0 (a)	7,5 (a)
Texture	8,3 (a)	7,4 (a)
Structure de la mie	7,8 (a)	6,8 (b)
Acceptabilité globale	8,0 (a)	7,3 (a)

a, b, c : Il n'y a pas de différence significative ( $p \geq 0,05$ ) entre deux moyennes  $\pm$  écart-type à l'intérieur de la même ligne désignées par la même lettre



Pain composé optimal ; Pain composé

Figure 4.51 : Structure de la mie des pains

Un beau pain se caractérise par sa couleur, sa masse volumique importante, son odeur, son goût et son comportement à la mastication. D'après les résultats de l'analyse sensorielle des échantillons de pains, on peut conclure que le pain obtenu à partir de la farine 100% blé offre une grande satisfaction, car il présente un volume spécifique suffisamment élevé, un mie bien développé et une

structure alvéolaire fine et régulière. Le pain à base de farine optimale a également obtenu satisfaction pour son volume spécifique et de sa structure alvéolaire en comparaison avec le pain témoin.

La couleur est l'un des premiers aspects qui attirent l'attention du consommateur. Dans cette étude, la mesure de la couleur du pain a été réalisée à l'œil nu et à l'aide d'un colorimètre. Le pain témoin a montré une très grande satisfaction en termes de couleur et répond à toutes les exigences organoleptiques du pain. Il présente une croûte lisse avec une belle coloration brillante, fine et croustillante et une mie bien développée de couleur blanche crème qui est la couleur la plus appréciée des consommateurs. La mie a une couleur blanche, une structure alvéolaire fine, de forme régulière, volumineuse et dense avec une distribution homogène.

Concernant le pain obtenu à partir de la farine optimale, le pain obtenu est développé avec une mie moins blanche et des alvéoles moins aérés par rapport à la farine témoin, une croûte fine de couleur dorée et brillante, les coups de lames bien jetés et déchirés, avec un goût et un arôme agréables.

D'après les résultats du test sensoriel, il s'avère que le pain 100% de farine de blé tendre était le plus acceptable par les juges, résultat qui peut être attribué au fait que les personnes ont été habituées aux attributs de qualité de l'échantillon témoin (100% pain de blé). L'acceptabilité globale a été déterminée sur la base des scores de l'évaluation du goût, de la texture, de l'arôme, de la mie et de la couleur de la croûte. Globalement, les échantillons de pains optimaux sont jugés acceptables.

## CONCLUSION

L'objectif principal de cette étude était de valoriser les farines de blé dur et d'orge en panification afin de réduire les importations du blé tendre et produire des pains à moindre coût.

Dans un premier temps, nous avons effectué une caractérisation technologique des farines de blé tendre, de blé dur et la farine complète d'orge.

Cette caractérisation a fait ressortir que les trois farines présentent des différences significatifs concernant l'activité amylasique, cependant les farines utilisées ne montrent aucune indication de germination car pour des indices de chute inférieurs à 120 secondes (formation de pâte collante, excès de brunissement de la croûte).

Des différences ont été constaté pour le taux d'affleurement toutefois l'ensemble des particules de ces farines se situe autour des 200  $\mu\text{m}$ . Ces différences sont susceptibles de modifier partiellement la valeur boulangère des farines composées.

Comparée à la farine de blé tendre et celle d'orge, la farine de blé dur présente un plus grand taux d'amidon endommagé ce qui favorisera notablement le potentiel d'hydratation des farines composée et intervient également pendant la fermentation des pains.

Dans un deuxième temps, cette étude a fourni des résultats intéressants sur les propriétés physicochimiques, fonctionnelles et rhéologiques des farines composées, en effet 14 formulations de farines préparées selon le plan de mélange simple centré ont été analysées.

Les résultats ont montré que les propriétés chimiques varient selon le type de farine, en effet la farine de blé dur et d'orge sont plus riche en fibres et en

protéines par rapport à la farine de blé tendre qui présente une teneur supérieure en glucides.

Plus le taux de substitution augmente, plus le taux de protéines et fibres augmente dans les farines composées. Ceci démontre l'intérêt nutritionnel des farines composées.

La teneur en cendres des farines de blé dur et d'orge était supérieure à celle du blé ce qui va influencer la pureté des farines composées. La capacité d'hydratation du gluten a montré que la farine de blé dur a une rétention d'eau comparable (64,15 %) à celle de blé dur (64,67 %).

Les résultats ont révélé que les propriétés rhéologiques des farines composées, appréciées par les essais alvéographiques sont modifiées lorsque le taux de substitution augmente, la ténacité de la pâte (P) augmente, ceci est la conséquence de la mauvaise hydratation de la pâte composite. Par contre, le travail de déformation (W) et l'extensibilité (L) de la pâte diminuent, ce qui traduit des mauvaises propriétés de levage de la pâte. Quant au rapport P/L traduisant l'équilibre de l'alvéogramme, il augmente avec l'incorporation des farines de blé dur et d'orge et démontre des pâtes peu extensibles.

L'analyse des propriétés fonctionnelles des farines composées a révélé que l'augmentation du taux de substitution exerce un effet positif sur l'aptitude de rétention de la saveur et la durée de conservation des pains.

Les modèles obtenus pour l'estimation des paramètres physico-chimiques, fonctionnels et rhéologiques sont significatifs et offrent une bonne performance de prédictibilité, nous recommandons que les paramètres alvéographiques qui déterminent le comportement des pâtes boulangères soient utilisés pour prédire les propriétés panifiantes des farines composées étant donné leur influence sur la qualité globale du pain.

L'analyse de la fonction désirabilité a ainsi permis de définir le mélange optimal de production du pain composé blé tendre-blé dur -orge qui est de 77% de la farine de blé tendre, 17 % de blé dur et 6 % d'orge, avec une acceptabilité du pain optimal aussi tolérable que le pain fait à base de la farine de blé à 100 %.

Au regard des résultats obtenus, les farines de blé tendre et d'orge s'intègre bien dans la démarche de valorisation des farines locales en Algérie pour produire des pains à moindre coût. Dans le but d'une meilleure valorisation :

- ✓ il serait intéressant d'étudier d'autres variétés d'orge
- ✓ Tester plusieurs qualités de farines de blé dur issues de différentes semouleries.
- ✓ établir d'autres modèles prédictives pour estimer d'autres paramètres rhéologiques.
- ✓ tester divers améliorants pour améliorer les caractéristiques rhéologiques des pâtes issues des farines composées.

## APPENDICE A

Résultats de L'analyse de la variance (ANOVA) des paramètres chimiques

Source de variation	SC	DLL	CM	Valeur de F
CAE	Modèle quadratique			
Modèle	157,20	2	31,44	39,95*
Résidus	6,30	8	0,79	
Défaut d'ajustement	4,30	4	1,07	2,15NS
Erreur pur	2,00	4	0,50	
CAH	Modèle quadratique			
Modèle	2560,50	5	512,10	382,26*
Résidus	10,72	8	1,34	
Défaut d'ajustement	9,22	4	2,30	6,14NS
Erreur pur	1,50	4	0,38	
CG	Modèle quadratique			
Modèle	28,26	5	5,65	75,80*
Résidus	0,60	8	0,075	
Défaut d'ajustement	0,35	4	0,087	1,39NS
Erreur pur	0,25	4	0,063	
DA	Modèle quadratique			
Modèle	2,281E-003	5	4,563E-004	13,97*
Résidus	2,614E-004	8	3,267E-005	
Défaut d'ajustement	2,114E-004	4	5,285E-005	4,23NS
Erreur pur	5,000E-005	4	1,250E-005	

SC : Somme des Carrés, DLL : Degré de liberté, CM : Carré Moyen, Valeur de F : Variance de Fisher, \* : Signifiant ( $p \leq 0,05$ ), \*\* : Non signifiant ( $p \geq 0,05$ )

Résultats de L'analyse de la variance (ANOVA) des paramètres fonctionnels

Source de variation	SC	DLL	CM	Valeur de F
W	Modèle quadratique			
Modèle	30847,79	5	6169,56	67,91*
Résidus	545,13	6	90,85	
Défaut d'ajustement	358,13	3	119,38	1,92**
Erreur pur	187	3	68,33	
P/L	Modèle spécial cubique			
Modèle	221,12	6	36,85	4853,61*
Résidus	0,038	5	7,593E-003	
Défaut d'ajustement	9,665E-003	2	4.832E-003	0,51NS
Erreur pur	0 ,028	3	9,433E-003	

SC : Somme des Carrés, DLL : Degré de liberté, CM : Carré Moyen, Valeur de F : Variance de Fisher, \* : Signifiant ( $p \leq 0,05$ ), \*\* : Non signifiant ( $p \geq 0,05$ )

Résultats de L'analyse de la variance (ANOVA) des paramètres rhéologiques

Source de variation	SC	DLL	CM	Valeur de F
Humidité	Modèle quadratique			
Modèle	0,16	5	0,031	38,07*
Résidus	4,348E-003	8	8,247E-004	
Défaut d'ajustement	4,348E-003	4	1,087E-003	1,93NS
Erreur pur	2,250E-003	4	5,625E-004	
Cendres	Modèle quadratique			
Modèle	2,75	5	0,55	1260,06*
Résidus	3,493E-003	8	4,367E-004	
Défaut d'ajustement	1,043E-003	4	2,609E-004	0,43 NS
Erreur pur	2,450E-003	4	6,125E-004	
Lipides	Modèle quadratique			
Modèle	6,45	5	1,29	97,32*
Résidus	0,11	8	0,013	
Défaut d'ajustement	0,070	4	0,017	1,92NS
Erreur pur	0,036	4	9,063E-003	
Fibres	Modèle quadratique			
Modèle	88,83	5	17,77	3574,11*
Résidus	0,040	8	4,971E-003	
Défaut d'ajustement	0,031	4	7,717E-003	3,47NS
Erreur pur	8,900E-003	4	2,225E-003	
Protéines	Modèle quadratique			
Modèle	29,75	5	5,95	1345,27*
Résidus	0,035	8	0,023	
Défaut d'ajustement	0,021	4	5,208E-003	1,43NS
Erreur pur	0,015	4	3,637E-003	
Glucides	Modèle quadratique			
Modèle	338,59	5	67,72	2444,48
Résidus	0,22	8	0,028	
Défaut d'ajustement	0,16	4	0,039	2,47NS

Erreur pur	0,064	4	0,016	
------------	-------	---	-------	--

SC : Somme des Carrés, DLL : Degré de liberté, CM : Carré Moyen, Valeur de F :  
Variance de Fisher, \* : Signifiant ( $p \leq 0,05$ ), \*\* : Non signifiant ( $p \geq 0,05$ )

## References

1. Jean-Louis R. et El Hassan B., "Pour un co-développement de filières territorialisées ", in Céréales et oléoprotéagineux au Maghreb,(2014).
2. République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et de la Pêche.Observatoire National des filières Agricoles et Agroalimentaires (ONFAA) 2015, Bilan commerce extérieur des céréales.
3. Udofia P.G., Udoudo P.J.,et Eyen N.O., "Sensory evaluation of wheat-cassava-soybean composite flour (WCS) bread by the mixture experiment design", African Journal of Food Science,V. 7,(2013), 368-374.
4. Nwanekezi E.C., "Composite Flours for Baked Products and Possible Challenges – A Review", Nigerian Food Journal,V. 31,n°2,(2013), 8-17.
5. Azokpota P., Sindic M., Paquot M.,et Deroanne C.,"Propriétés rhéologiques de farines panifiables formulées à partir d'extraits d'amidon et de gluten de blé", (2011),p
6. Al Attabi Z., Mohammed Merghani T., Ali A.,et Rahman M.,"Effect of Barley Flour Addition on the Physico-Chemical Properties of Dough and Structure of Bread", (2017),
7. Mariotti M., Garofalo C., Aquilanti L., Osimani A., Fongaro L., Tavoletti S., Hager A.-S.,et Clementi F., "Barley flour exploitation in sourdough bread-making: A technological, nutritional and sensory evaluation", LWT - Food Science and Technology,V. 59,n°2, Part 1,(2014), 973-980.
8. Merah O., "Carbon isotope discrimination may predict grain yield in durum wheat under mediterranean conditions. Agrobiologia. ", Agrobiologia,V. 1,n°123- 33.
9. Rastoin J.-L. etBenabderrazik E.H., "Céréales et oléoprotéagineux au Maghreb : Pour un co-développement de filières territorialisées.Collection Construire la Méditerranée-IPEMED",V.,(2014).
10. Rahal-Bouziane H., "Quelques cultures strategiques pour l'algerie face aux changements climatiques: l'orge (*Hordeum vulgare. L.*) et le mil [*Pennisetum glaucum (L.) R. BR.*]", Algerian journal of arid environment,V. 6,n°1,(2016), 15-31.
11. Saintot M., Flabbee J.A., Ziegler O., Schmutz J.L.,et Barbaud A., "Manifestations digestives des intolérances au blé", Revue Française d'Allergologie,V. 57,n°4,(2017), 317-326.
12. Saulnier L., "Les grains de céréales: diversité et compositions nutritionnelles", Cahiers de Nutrition et de Diététique,V. 47,n°1, Supplement 1,(2012), S4-S15.
13. Lecerf J.M., "Chapitre 2 - Les aliments", in *Nutrition Clinique Pratique (Troisième Édition)*,Schlienger J.-L. Editor, Content Repository Only!, Paris,(2018),p. 23-46.
14. Shewry P.R., "Improving the protein content and composition of cereal grain", Journal of Cereal Science,V. 46,n°3,(2007), 239-250.

15. Lafiandra D., Riccardi G., et Shewry P.R., "Improving cereal grain carbohydrates for diet and health", *Journal of Cereal Science*, V. 59, n°3, (2014), 312-326.
16. Andersson A.a.M., Andersson R., Piironen V., Lampi A.-M., Nyström L., Boros D., Fraś A., Gebruers K., Courtin C.M., Delcour J.A., Rakszegi M., Bedo Z., Ward J.L., Shewry P.R., et Aman P., "Contents of dietary fibre components and their relation to associated bioactive components in whole grain wheat samples from the HEALTHGRAIN diversity screen", *Food Chemistry*, V. 136, n°3, (2013), 1243-1248.
17. Saldivar S.O.S., "Cereals: Dietary Importance", in *Encyclopedia of Food and Health*, Caballero B., P.M. Finglas, et F. Toldrá Editors, Academic Press, Oxford, (2016), p. 703-711.
18. Wrigley C.W., "An Overview of the Family of Cereal Grains Prominent in World Agriculture", in *Encyclopedia of Food Grains (Second Edition)*, Wrigley C., H. Corke, K. Seetharaman, et J. Faubion Editors, Academic Press, Oxford, (2016), p. 73-85.
19. Buléon A., Colonna P., Planchot V., et Ball S., "Starch granules: structure and biosynthesis", *International Journal of Biological Macromolecules*, V. 23, n°2, (1998), 85-112.
20. Goesaert H., Brijs K., Veraverbeke W.S., Courtin C.M., Gebruers K., et Delcour J.A., "Wheat flour constituents: how they impact bread quality, and how to impact their functionality", *Trends in Food Science & Technology*, V. 16, n°1, (2005), 12-30.
21. Paliwal J., Thakur S., et Erkinbaev C., "Protein-Starch Interactions in Cereal Grains and Pulses", Inc. E. Editor, (2018).
22. Miyazaki M., Van Hung P., Maeda T., et Morita N., "Recent advances in application of modified starches for breadmaking", *Trends in Food Science & Technology*, V. 17, n°11, (2006), 591-599.
23. Aymard P., *Amélioration nutritionnelle des produits céréaliers par les fibres : un challenge technologique*, in *Cahiers de Nutrition et de Diététique*. 2010: Montpellier, France. p. 246-254.
24. Zhu F., Du B., et Xu B., "A critical review on production and industrial applications of beta-glucans", *Food Hydrocolloids*, V. 52, (2016), 275-288.
25. Murphy K.J., Marques-Lopes I., et Sánchez-Tainta A., "Chapter 7 - Cereals and Legumes", in *The Prevention of Cardiovascular Disease Through the Mediterranean Diet*, Sánchez-Villegas A. et A. Sánchez-Tainta Editors, Academic Press, (2018), p. 111-132.
26. Bekes F. et Wrigley C.W., "The Protein Chemistry of Cereal Grains", (2016), p
27. Malalgoda M. et Simsek S., "Celiac disease and cereal proteins", *Food Hydrocolloids*, V. 68, (2017), 108-113.
28. Balandrán-Quintana R.R., "5 - Recovery of proteins from cereal processing by-products", in *Sustainable Recovery and Reutilization of Cereal Processing By-Products*, Galanakis C.M. Editor, Woodhead Publishing, (2018), p. 125-157.
29. Gueguen J., Walrand S., et Bourgeois O., "Les protéines végétales : contexte et potentiels en alimentation humaine", *Cahiers de nutrition et de diététique*, V. 51, (2016), 177-185.

30. Saadoun-Cousin C., Paty E., et Scheinmann P., "Allergie au blé", *Revue Française d'Allergologie et d'Immunologie Clinique*, V. 42, n°6, (2002), 583-594.
31. Bravi E., Marconi O., Perretti G., et Fantozzi P., "Influence of barley variety and malting process on lipid content of malt", *Food Chem*, V. 135, n°3, (2012), 1112-1117.
32. Cozzolino D. et Degner S., "An overview on the role of lipids and fatty acids in barley grain and their products during beer brewing", *Food Research International*, V. 81, (2016), 114-121.
33. Dewettinck K., Van Bockstaele F., Kühne B., Van De Walle D., Courtens T.M., et Gellynck X., "Nutritional value of bread: Influence of processing, food interaction and consumer perception", *Journal of Cereal Science*, V. 48, n°2, (2008), 243-257.
34. Pandey A., Szakacs G., Soccol C.R., Rodriguez-Leon J.A., et Soccol V.T., "Production, purification and properties of microbial phytases", *Bioresource Technology*, V. 77, n°3, (2001), 203-214.
35. Henry R.J., Rangan P., et Furtado A., "Functional cereals for production in new and variable climates", *Current Opinion in Plant Biology*, V. 30, (2016), 11-18.
36. Arendt E.K. et Zannini E., "4 - Barley", in *Cereal Grains for the Food and Beverage Industries*, Arendt E.K. et E. Zannini Editors, Woodhead Publishing, (2013), p. 155-201e.
37. Champ M., "Devrions-nous manger plus de céréales complètes ?", *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, V. 53, n°1, (2018), 22-33.
38. Batey I., "Chapter 3 - The Diversity of Uses for Cereal Grains", in *Cereal Grains (Second Edition)*, Wrigley C., I. Batey, et D. Miskelly Editors, Woodhead Publishing, (2017), p. 41-53.
39. Uthayakumaran S. et Wrigley C., "Chapter 5 - Wheat: Grain-Quality Characteristics and Management of Quality Requirements", in *Cereal Grains (Second Edition)*, Wrigley C., I. Batey, et D. Miskelly Editors, Woodhead Publishing, Qld, Australia, (2017), p. 91-134.
40. Hattab M. et Gaouar A., "Évaluation des moyens de production céréalière dans la région d'El Gor – wilaya de Tlemcen ", *Revue Agriculture*, V. 11, (2016), 37 - 43.
41. Jean-Louis R. et El Hassan B., "Pour un co-développement de filières territorialisées ", in *Céréales et oléoprotéagineux au Maghreb*, IPAMED Editor, Collection Construire la Méditerranée, France, (2014), p. 1-32.
42. Brahim M., Ramdane S., et Adli Z., "La Consommation Alimentaire des Céréales et Dérivées Selon les Catégories Socio-Professionnelles en Algérie", *Revue Agrobiologia*, V. 7, n°1, (2017), 382-389.
43. Rahal-Bouziane H., "Quelques Cultures Stratégiques pour L'Algérie Face aux Changements Climatiques: L'Orge (*Hordeum vulgare*. L.) et le Mil [*Pennisetum glaucum* (L.) R. BR].", *Algerian journal of arid environment*, V. 6, n°1, (2016), 15-31.
44. Gazza L., Sgrulletta D., Cammerata A., Gazzelloni G., Perenzin M., et Pogna N.E., "Pastamaking and breadmaking quality of soft-textured durum wheat lines", *Journal of Cereal Science*, V. 54, n°3, (2011), 481-487.
45. De Santis M.A., Giuliani M.M., Giuzio L., De Vita P., Lovegrove A., Shewry P.R., et Flagella Z., "Differences in gluten protein composition between old

- and modern durum wheat genotypes in relation to 20th century breeding in Italy", *European Journal of Agronomy*, V. 87,(2017), 19-29.
46. Hare R., "Chapter 6 - Durum Wheat: Grain-Quality Characteristics and Management of Quality Requirements", in *Cereal Grains (Second Edition)*, Wrigley C., I. Batey, et D. Miskelly Editors, Woodhead Publishing,(2017),p. 135-151.
  47. Pecquet C. et Laurière M., "Croissance potentielle de l'allergie alimentaire. Hydrolysats de protéines du blé : nouveaux allergènes. New allergens in hydrolysates of wheat proteins", *Revue française d'allergologie et d'immunologie clinique*, V. 43,(2003), 21- 23.
  48. Zhang H., Wang H., Cao X., et Wang J., "Preparation and modification of high dietary fiber flour: A review", *Food Research International*, V. 113,(2018), 24-35.
  49. Alldrick A.J., "Chapter 15 - Food Safety Aspects of Grain and Cereal Product Quality", in *Cereal Grains (Second Edition)*, Wrigley C., I. Batey, et D. Miskelly Editors, Woodhead Publishing,(2017),p. 393-424.
  50. Saulnier L., Micard V., et Della Valle G., "Structure du pain et index glycémique", *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, V. 49,n°2,(2014), 61-66.
  51. Cornell H.J., "3 -The chemistry and biochemistry of wheat", in *Breadmaking (Second Edition)*, Cauvain S.P. Editor, Woodhead Publishing,(2012),p. 35-76.
  52. Vetrimani R., Sudha M.L., et Haridas Rao P., "Effect of extraction rate of wheat flour on the quality of vermicelli", *Food Research International*, V. 38,n°4,(2005), 411-416.
  53. Rouau X., Mateo-Anson N., Barron C., Chaurand M., Lullien-Pellerin V., Mabile F., Samson M.-F., Abecassis J., et Hemery Y., "Effet des procédés de fractionnement sur la composition et quelques propriétés nutritionnelles des produits céréaliers", *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, V. 45,n°5,(2010), 230-236.
  54. Yu D., Chen J., Ma J., Sun H., Yuan Y., Ju Q., Teng Y., Yang M., Li W., Fujita K., Tatsumi E., et Luan G., "Effects of different milling methods on physicochemical properties of common buckwheat flour", *LWT*, V. 92,(2018), 220-226.
  55. Ooms N., Jansens K.J.A., Pareyt B., Reyniers S., Brijs K., et Delcour J.A., "The impact of disulfide bond dynamics in wheat gluten protein on the development of fermented pastry crumb", *Food Chemistry*, V. 242,(2018), 68-74.
  56. Wieser H., "Chemistry of gluten proteins", *Food Microbiology*, V. 24,n°2,(2007), 115-119.
  57. Grosch W. et Wieser H., "Redox Reactions in Wheat Dough as Affected by Ascorbic Acid", *Journal of Cereal Science*, V. 29,n°1,(1999), 1-16.
  58. Shewry P.R. et Tatham A.S., "Disulphide Bonds in Wheat Gluten Proteins", *Journal of Cereal Science*, V. 25,n°3,(1997), 207-227.
  59. Wieser H. et Kieffer R., "Correlations of the Amount of Gluten Protein Types to the Technological Properties of Wheat Flours Determined on a Micro-scale", *Journal of Cereal Science*, V. 34,n°1,(2001), 19-27.
  60. Marchetti L., Cardós M., Campaña L., et Ferrero C., "Effect of gluteins of different quality on dough characteristics and breadmaking performance", *LWT - Food Science and Technology*, V. 46,n°1,(2012), 224-231.

61. Yihu S. et Qiang Z., "Dynamic rheological properties of wheat flour dough and proteins", *Trends in Food Science & Technology*, V. 18,(2007), 132-138.
62. Beaudouin E., Renaudin J.M., Codreanu F., Kanny G., et Moneret-Vautrin D.A., "Allergie à la farine de blé chez l'adulte", *Revue Française d'Allergologie et d'Immunologie Clinique*, V. 47,n°3,(2007), 175-179.
63. Flambeau M., Redl A., et Respondek F., "Chapter 4 - Proteins From Wheat: Sustainable Production and New Developments in Nutrition-Based and Functional Applications", in *Sustainable Protein Sources*, Nadathur S.R., J.P.D. Wanasundara, et L. Scanlin Editors, Academic Press, San Diego,(2017),p. 67-78.
64. Sayaslan A., Koyuncu M., Türker S., Irklı Y., Serin A., et Orhan F.G., "Use of durum wheat clear flour in vital gluten and bioethanol production", *Journal of Cereal Science*, V. 80,(2018), 50-56.
65. Sissons M., "Role of durum wheat composition on the quality of pasta and bread", in *Food*, Books G.S. Editor, NSW, Australia,(2008),p. 1-16.
66. Guzmán C., Autrique J.E., Mondal S., Singh R.P., Govindan V., Morales-Dorantes A., Posadas-Romano G., Crossa J., Ammar K., et Peña R.J., "Response to drought and heat stress on wheat quality, with special emphasis on bread-making quality, in durum wheat", *Field Crops Research*, V. 186,(2016), 157-165.
67. Boggini G., Tusa P., et Pogna N.E., "Bread making quality of durum wheat genotypes with some novel glutenin subunit compositions", *Journal of Cereal Science*, V. 22,n°2,(1995), 105-113.
68. Liu C.-Y., Shepherd K.W., et Rathjen A.J., "Improvement of Durum Wheat Pastamaking and Breadmaking Qualities", *Cereal Chemistry*, V. 73,n°2,(1996), 155-166.
69. Pasqualone A., Laddomada B., Centomani I., Paradiso V.M., Minervini D., Caponio F., et Carmine S., "Bread making aptitude of mixtures of re-milled durum wheat milling by-products", *LWT - Food Science and Technology*, V. 78,(2017), 23- 33.
70. Torbica A., Hadnađev M., et Hadnađev T.D., "Possibility of using durum wheat flour as an improvement agent in bread making process", *Procedia Food Science*, V. 1,(2011), 1628-1632.
71. Sullivan P., Arendt E., et Gallagher E., "The increasing use of barley and barley by-products in the production of healthier baked goods", *Trends in Food Science & Technology*, V. 29,n°2,(2013), 124-134.
72. Baik B.-K. et Ullrich S.E., "Barley for food: Characteristics, improvement, and renewed interest", *Journal of Cereal Science*, V. 48,n°2,(2008), 233-242.
73. Izydorczyk M.S. et Edney M., "Chapter 9 - Barley: Grain-Quality Characteristics and Management of Quality Requirements", in *Cereal Grains (Second Edition)*, Wrigley C., I. Batey, et D. Miskelly Editors, Woodhead Publishing,(2017),p. 195-234.
74. Houde M., Khodaei N., Benkerroum N., et Karboune S., "Barley protein concentrates: Extraction, structural and functional properties", *Food Chemistry*, V. 254,(2018), 367-376.

75. Supriya M.B. et Rajinder K.G., "Bread (composite flour) formulation and study of its nutritive, phytochemical and functional properties", *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, V. 4, n°12, (2015), 254-268.
76. Felizardo M.P. et Freire J.T., "Characterization of barley grains in different levels of pearling process", *Journal of Food Engineering*, V. 232, (2018), 29-35.
77. Idehen E., Tang Y., et Sang S., "Bioactive phytochemicals in barley", *Journal of Food and Drug Analysis*, V. 25, n°1, (2017), 148-161.
78. Martínez M., Motilva M.-J., López De Las Hazas M.-C., Romero M.-P., Vaculova K., et Ludwig I.A., "Phytochemical composition and  $\beta$ -glucan content of barley genotypes from two different geographic origins for human health food production", *Food Chemistry*, V. 245, (2018), 61-70.
79. Holtekjølen A.K., Olsen H.H.R., Færgestad E.M., Uhlen A.K., et Knutsen S.H., "Variations in water absorption capacity and baking performance of barley varieties with different polysaccharide content and composition", *LWT - Food Science and Technology*, V. 41, n°10, (2008), 2085-2091.
80. Al Attabi Z., Mohammed Merghani T., Ali A., et Rahman M., "Effect of Barley Flour Addition on the Physico-Chemical Properties of Dough and Structure of Bread", *Journal of Cereal Science*, V. 75, (2017).
81. Koletta P., Irakli M., Papageorgiou M., et Skendi A., "Physicochemical and technological properties of highly enriched wheat breads with wholegrain non wheat flours", *Journal of Cereal Science*, V. 60, n°3, (2014), 561-568.
82. Gill S., Vasanthan T., Oraikul B., et Rossnagel B., "Wheat Bread Quality as Influenced by the Substitution of Waxy and Regular Barley Flours in Their Native and Extruded Forms", *Journal of Cereal Science*, V. 36, n°2, (2002), 219-237.
83. Rémésy C., Leenhardt F., et Fardet A., "Donner un nouvel avenir au pain dans le cadre d'une alimentation durable et préventive", *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, V. xxx, (2014), xxx-xxx.
84. Fedala N., Mekimene L., Mokhtari M., Haddam A.E.M., et Fedala N.S., "Consommation du pain en Algérie : état des lieux", *Annales d'Endocrinologie*, V. 76, n°4, (2015), 570.
85. Rosentrater K.A. et Evers A.D., "Chapter 8 - Bread-baking technology", in *Kent's Technology of Cereals (Fifth Edition)*, Rosentrater K.A. et A.D. Evers Editors, Woodhead Publishing, (2018), p. 565-622.
86. Mondal A. et Datta A.K., "Bread baking – A review", *Journal of Food Engineering*, V. 86, n°4, (2008), 465-474.
87. Rampal P., "Les levures : classification, propriété, utilisations technologiques et thérapeutiques", *Journal de Pédiatrie et de Puériculture*, V. 9, n°3, (1996), 185-186.
88. Pico J., Bernal J., et Gómez M., "Wheat bread aroma compounds in crumb and crust: A review", *Food Research International*, V. 75, (2015), 200-215.
89. Kent N.L. et Evers A.D., "8 - Bread-baking Technology", in *Kent's Technology of Cereals (Fourth Edition)*, Kent N.L. et A.D. Evers Editors, Woodhead Publishing, (1994), p. 191-217.
90. Silow C., Axel C., Zannini E., et Arendt E.K., "Current status of salt reduction in bread and bakery products – A review", *Journal of Cereal Science*, V. 72, (2016), 135-145.

91. Pareyt B., Finnie S.M., Putseys J.A., et Delcour J.A., "Lipids in bread making: Sources, interactions, and impact on bread quality", *Journal of Cereal Science*, V. 54,(2011), 266- 279.
92. Gujral H.S. et Singh N., "Effect of additives on dough development, gaseous release and bread making properties", *Food Research International*, V. 32,n°10,(1999), 691-697.
93. Moayedallaie S., Mirzaei M., et Paterson J., "Bread improvers: Comparison of a range of lipases with a traditional emulsifier", *Food Chemistry*, V. 122,n°3,(2010), 495-499.
94. Collar C., "Bread: Types of Bread", in *Encyclopedia of Food and Health*, Caballero B., P.M. Finglas, et F. Toldrá Editors, Academic Press, Oxford,(2016), p. 500-507.
95. Martins Z.E., Pinho O., et Ferreira I.M.P.L.V.O., "Food industry by-products used as functional ingredients of bakery products", *Trends in Food Science & Technology*, V. 67,(2017), 106-128.
96. Rosell C.M., "Bread: Chemistry of Baking", in *Encyclopedia of Food and Health*, Caballero B., P.M. Finglas, et F. Toldrá Editors, Academic Press, Oxford,(2016), p. 484-489.
97. Prost C., Poinot P., Rannou C., et Arvisenet G., "Bread aroma", Lunam Université O. Editor, France,(2012), p. 523-561.
98. Purlis E., "Browning development in bakery products – A review", *Journal of Food Engineering*, V. 99,n°3,(2010), 239-249.
99. Gellynck X., Kühne B., Van Bockstaele F., Van De Walle D., et Dewettinck K., "Consumer perception of bread quality", *Appetite*, V. 53,n°1,(2009), 16-23.
100. Karam S., "Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt", Doctorat, Discipline / Spécialité : Electronique des hautes fréquences et optoélectroniques, Université de Limoges, (2004), 234 p
101. Safari M., Rostami M.H., Alizadeh M., Alizadehbirjandi A., Nakhli S.A., et Aminzadeh R., "Response surface analysis of photocatalytic degradation of methyl tert-butyl ether by core/shell Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/ZnO nanoparticles", *Journal of Environmental Health ,Science & Engineering*, V. 12,n°1,(2014), 1.
102. Bouzaouit- Boudjeniba N., "Optimisation de la synthèse enzymatique d'esters de sucres par la méthodologie des plans d'expériences.", Doctorat, Option : Chimie Organique, Université Badji Mokhtar - Annaba , Faculté Des Sciences ,Département De Chimie, (2016), 145 p
103. Wahid Z. et Nadir N., "Improvement of One Factor at a Time Through Design of Experiments", *World Applied Sciences Journal 21 (Mathematical Applications in Engineering)*, V.,(2013), 56-61.
104. Tamhane A.C., "Statistical Analysis of Designed Experiments: Theory and Applications", Illustrée,(2012), 720 p
105. Keblouti O., "Etude de l'impact du revêtement sur le comportement du Couple « Outil – Matière » en tournage", Doctorat, Spécialité : Génie Mécanique , Option : Productique, Badji Mokhtar –Annaba , Faculté des Sciences de l'Ingénierat ,Département de Génie Mécanique, (2017), 137 p
106. Wahdame B., "Analyse et optimisation du fonctionnement de piles à combustible par la méthode des plans d'expériences.", Doctorat, Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques ,Sciences Pour l'Ingénieur, Université

- de Technologie de Belfort Montbeliard et de L'universite de Franche-comte. , (2006),239 p
107. Rguig M.,"Méthodologie des surfaces de réponse pour l'analyse en fiabilité des plates-formes pétrolières offshore fissurées", Doctorat, Sciences de l'Ingénieur , Spécialité : Génie Civil,Université De Nantes, Faculté Des Sciences et des Techniques , École Doctorale : Mécanique, Thermique et Génie Civil' de Nantes, (2005),195 p
  108. Rakotoniaina V.A.,"Co-Méthanisation des Déchets Fermiers et Alimentaires : Expérimentation et Modélisation", Doctorat, Mécanique et Environnement,Université de La Réunion, (2012),184 p
  109. Dagnelie P., "Le plan d'expérience évolue...", Modulad,V. 1,n°38,(2008), 13- 36.
  110. K. Telford J., "A Brief Introduction to Design of Experiments", Johns Hopkins University Applied Physics Laboratory,V. 27,n°3,(2007), 224-232.
  111. Rayadi Y.,"Six Sigma : Outil de la performance industrielle", Doctorat, Pharmacie,Université Mohammed V, Faculté de Médecine et de Pharmacie -Rabat, ( 2012),255 p
  112. Goupy J., "Les plans d'experiences", Revue Modulad,V.,n°34,(2006), 74-105.
  113. El Berbouchi L.,"Optimisation du Test de Dissolution à L'aide de la Méthodologie des Plans D'expériences. Cas de L'amlopidine Comprimés ", Doctorat, Pharmacie,Mohammed V Faculté de Médecine et de Pharmacie -Rabat, (2010),135 p
  114. Zaviska F.,"Modélisation du Traitement de Micropolluants Organiques par Oxydation Electrochimique", Doctorat (ph.D), Sciences de l'eau,Université du Québec ,Institut National de la Recherche Scientifique ,Centre Eau Terre Environnement, (2011),400 p
  115. Bodson C.,"Application de la Technologie Analytique des Procédés Dans L'étude de l'Homogénéité de Mélanges de Poudres pour Compression Directe ", Doctorat Sciences Pharmaceutique,Liege, Faculté de Medecine, (2007),295 p
  116. Turgis F.,"Amélioration de la fiabilité d'un système complexe -Application ferroviaire : accès voyageurs", Doctorat, Automatique, Génie informatique Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, (2013),216 p
  117. Vivier S.,"Stratégies d'optimisation par la methode des plan d'experiences et Application aux dispositifs electrotechniques modélisé par élément finis", Doctorat, Génie Électrique,Ecole Centrale de Lille et Université des Sciences et Technologies de Lille, (2002),309 p
  118. Lepadatu D.,"Optimisation des procédés de mise en forme par approche couplée plans d'expériences, éléments finis et surface de réponse", Doctorat, Sciences de l'Ingénieur,Ecole Doctorale d'Angers , Institut des Sciences et Techniques de l'Ingénieur d'Angers, (2006),218 p
  119. Rabierr F.,"Modélisation par la méthode des plans d'expériences du comportement dynamique d'un module IGBT utilisé en traction ferroviaire ", Doctorat, Spécialité : Génie Mécanique,Docteur de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, Ecole Doctorale Matériaux – Structure – Mécanique (2007),239 p

120. Tinsson W., "Plans d'expérience pour facteurs qualitatifs", in *Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques. Mathématiques et Applications*, Springer Editor, Berlin, Heidelberg, (2010), p. 303-368.
121. Otmani I., "Caractérisation des variabilités Matériaux/ Process pour une convergence produit de fonderie par approche prédictive", Doctorat, Spécialité Mécanique " Matériaux - Procédés ", École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'ingénieur, Paris, ( 2017), 172 p
122. Benlahmidi S., "Etude du séchage convectif par l'énergie solaire des produits rouges ", Doctorat, Génie Mécanique, Université Mohamed Khider – Biskra , Faculté des Sciences et de la technologie, (2013), 124 p
123. Goupy J., "Modélisation par les plans d'expériences", *Techniques de l'Ingénieur*, V. 2, n°R275, (2016), 1- 23.
124. Remadnia M., "Déclin de potentiel sur la surface de matériaux granulaires isolants", Doctorat, Génie Electrique , Option: Electrotechnique, Université de 08 Mai 1945 Guelma , Faculté des Sciences et de la Technologie , Département d'Electrotechnique et Automatique. , ( 2012), 116 p
125. Mori Y., "Vibrations mécaniques: Applications aux matériels", Collection Génie mécanique et mécanique des solides, France, (2016), 422 p
126. Adil A. et Moutawakil A., "Optimisation du poids de fabrication d'une bouteille de verre creux (CC35) via l'approche Taguchi", *Afrique Science*, V. 7, n°2, (2011), 27-42.
127. Bounouri Y., Berkani M., Zamouche A., et Rycerz L., "Optimization and modeling of synthesis parameters of neodymium(III) bromide by dry method using full factorial design analysis", *Arabian Journal of Chemistry*, V. xxx, n°xxx, (2017), xxx-xxx.
128. Khoder K., "Optimisation de composants hyperfréquences par la technique des plans à surfaces de réponses", Doctorat, Electronique des Hautes Fréquences, Photonique et Systèmes, Université de Limoges, Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie pour l'Information Faculté des Sciences et Techniques de Limoges., (2011), 205 p
129. Boudendouna A.H., "Méthodologie de la formulation d'une forme orale solide à libération prolongée", Doctorat, Science Génie Matériaux, Université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), (2010), 246 p
130. Hajjali H., "Assemblage nanoparticules lipidiques solides-polysaccharide : étude des propriétés physico-chimiques pour la vectorisation d'un polyphénol", Doctorat, Procédés Biotechnologiques et Alimentaires, Université de Lorraine, Ecole Doctorale Ressources Procédés Produits Environnement, Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules, (2015), 219 p
131. Goupy J., "Pratiquer les plans d'expériences", Dunod, France, (2005), 552 p
132. Biserica M.I., "Observabilité et reconstruction d'état des réseaux de distribution du futur", Doctorat, Génie Electrique, Université de Grenoble , École Doctorale Électrotechnique Électronique , Automatique et Traitement du Signal, (2006), 219 p
133. Rahmouni I., "Formulation d'une emulsion a base d'huile d'argan en utilisant un plan de melange", Doctorat, Pharmacie, Université Mohammed V- Rabat Faculté De Médecine et de Pharmacie -Rabat (2016), 100 p

134. Domec V., "Endommagement par Fatigue des Enrobés Bitumeux en Condition de Trafic Simulé et de Température", Doctorat, Mécanique, Université de Bordeaux 1, (2007), 277 p
135. Angelier H., "Nanocristaux D'amidon de Maïs Cireux pour Applications Composites.", Doctorat, Sciences et Génie des Matériaux, Université Joseph Fourier – Grenoble 1, (2005), 299 p
136. Faucher J., "Les plans d'expériences pour le réglage de commandes à base de logique floue", Doctorat, Génie Electrique et Automatique, Institut National Polytechnique de Toulouse, (2006), 198 p
137. Barnat S., "Etude prédictive de fiabilité de nouveaux concepts d'assemblage pour des « system-in-package » hétérogènes", Doctorat, Electronique, Université Bordeaux 1, (2011), 166 p
138. Thuy Khanh T. et Lim Seok K., "Application of Response Surface Method as an Experimental Design to Optimize Coagulation Tests", Environmental Engineering research, V. 15, n°2, (2010), 63- 70.
139. Heude C., "Développement de nouvelles méthodes analytiques dans l'agroalimentaire par RMN", Doctorat, Traitement du Signal et des Images, Université de Strasbourg, Louis Pasteur (2015), 222 p
140. Bentaleb F., "Contribution à l'étude de la dégradation de la zone de coupe lors de l'évolution de la contrainte de l'outil sur la matière", Doctorat, Génie Mécanique, Construction Mécanique, Université mentouri – Constantine, Faculté des Sciences de L'Ingenieur, Département de Génie Mécanique, (2017), 195 p
141. Rajeha H., "Optimisation des méthodes d'extraction des composés phénoliques des raisins libanais et de leurs coproduits", Doctorat, Génie des Procédés Industriels et développement durable : Transformations intégrées de la matière renouvelable et Sciences de la vie et de la terre - Biochimie, Université de Technologie de Compiègne et Université Saint-Joseph de Beyrouth, (2015), 285 p
142. Rhazi N., "Mise au point de mélanges collants écologiques d'Acacia mollissima du Maroc", Doctorat, Chimie des matériaux composites, Université Hassan II de Casablanca L'Université de Pau et des Pays d'Adour, (2015), 246 p
143. Mourabet M., "Modelisation Et Optimisation de L'Adsorption des Ions Fluorure Sur DeS Phosphates de Calcium", Doctorat, Chimie Physique, Spécialité : Propriétés de Surface et Modélisation, Université Ibn-Tofail, Faculté des sciences Kénitra, Maroc, (2014), 152 p
144. Amane D.N., Kouame K.B., Kouame C., et Assidjo E.N., "Optimisation du procédé de fabrication du tchapalo, bière traditionnelle ivoirienne par le plan factoriel fractionné", Afrique Science, V. 8, n°3, (2012).
145. Chibane H., "Analyse et optimisation du fonctionnement de piles à combustible par la méthode des plans d'expériences.", Doctorat, Mécanique, Université François Rabelais de Tours, École Doctorale EMSTU, (2013), 176 p
146. Hu X., Wang H., et Liu Y., "Statistical Analysis of Main and Interaction Effects on Cu(II) and Cr(VI) Decontamination by Nitrogen–Doped Magnetic Graphene Oxide", Scientific Reports, V. 6, (2016), 34378.
147. Tzikalos N., Belessi V., et Lambropoulou D., "Photocatalytic degradation of Reactive Red 195 using anatase/brookite TiO<sub>2</sub> mesoporous nanoparticles:

- Optimization using response surface methodology (RSM) and kinetics studies", *Environmental Science and Pollution Research* V. 20,n°4,(2012).
148. Ogunwuyi O., Adesina S.,et Akala E.O., "D-Optimal mixture experimental design for stealth biodegradable crosslinked docetaxel-loaded poly-ε-caprolactone nanoparticles manufactured by dispersion polymerization", *Pharmazie*,V. 70,n°2,(2015), 165- 176.
  149. Talantikite - Kellil S.,"Purification et caractérisation d'une enzyme coagulante d'origine microbienne pour application en fromagerie.", Doctorat, Technologie Alimentaire. Option : Génie Alimentaire et Biotechnologie.,Université M'hamed Bougara-Boumerdes , Faculté des sciences de l'ingénieur, (2015),217 p
  150. Loutou M.,"Granulats à base de boues de phosphates : Transformations thermiques, propriétés physiques et applications", Doctorat, Chimie des Matériaux et environnement (Maroc) , Science des Matériaux (France),Université Cadi Ayyad et de l'Université de Toulon, ( 2015),111 p
  151. Droesbeke J.J., Fine J.,et Saporta G.,"Plans d'expériences: applications à l'entreprise". TECHNIP,France, (1997),509 p
  152. Mrad N.D.,"Etude cinétique et optimisation multicritères du couplage déshydratation imprégnation par immersion : séchage convectif de la poire, la pomme et l'abricot", Doctorat, Génie des Procédés Alimentaires Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement, (AgroParisTech), (2012),239 p
  153. Rouagdia K.,"Analyse de la dynamique des charges à la surface des polymères isolants", Doctorat, Electrotechnique,Université 8Mai 1945 – Guelma. Faculté des Sciences et de la Technologie. Département de Génie Electrotechnique et Automatique, (2015),118 p
  154. Feillet P., *Le grain de blé*. 2000: Paris , France. p. 308.
  155. Godon B. etLoisel W., "Guide pratique d'analyses dans les industries des céréales. Edition TEC et DOC/ Lavoisier, 818 p. ",V.,(1984).
  156. Barr C., Beau M.F., Belly J.M., Bocquet A., Bris V., Delplancke D., Fisher J., Foucher C., Gabillard M., Hoffmann D., Kern F., Leblanc M.P., Lebras A., Lebrun J., Mahaut B.,et Martin G.,"Contrôle de la qualité des céréales et protéagineux.", ITCF,Nancy, France, (2001),268 p
  157. Afnor/Dgccrf,"Contrôle de la qualité des produits alimentaires, Céréales et produits céréaliers.", Recueil de normes françaises.3ème édition,Paris, (1991),360 p
  158. Wolff J.,"Manuel d'analyses des corps gras.", Azoulay,(1968),519 p
  159. Aoac,"Official method of analysis of the Association of official Analytical Chemist", 5th ad. AOAC Press,Arlington, Virginia,USA, (2005),p
  160. Suresh C. etSuresh S., "Assessment of functional properties of different flours.", *African Journal of Agricultural Research*,V. 8,n°38,(2013), 4849-4852.
  161. Fadil M., Farah A., Ihssane B., Haloui T.,et Rachiq S., "Optimisation des paramètres influençant l'hydrodistillation de *Rosmarinus officinalis* L. par la méthodologie de surface de réponse Optimization of parameters influencing the hydrodistillation of *Rosmarinus officinalis* L. by response surface methodology", *Journal of Materials and Environmental Science*,V. 6,n°8,(2015), 2346-2357.
  162. Aacc, *American Association of Cereal Chemists*. 1995: St. Paul, Minnesota.

163. Koko C.A., Konan A., Tetchi F., Assidjo E., et Amani N.G., "Quality of fermented cassava flour processed into placali", *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, V. 6, n°1, (2012), 415-420.
164. Boyacioglu M.H. et D'apponia B.L., "Characterization and Utilization of Durum Wheat for Breadmaking. I. Comparison of Chemical, Rheological, and Baking Properties Between Bread Wheat Flours and Durum Wheat Flours. ", the American Association of Cereal Chemists, Inc., V. 71, n°1, (1994), 21-28.
165. Godon B. et Willim C., "Les industries de première transformation des céréales. Edition TEC et DOC / Lavoisier , 656p.", V., (1998).
166. Multon J.L., "Les interactions entre l'eau et les constituants des grains, graines et produits dérivés . Ed APRIA, Technique et documentation, Paris, 161-185.", V., (1982).
167. Sissons M., "Role of durum wheat composition on the quality of pasta and bread", (2008), p
168. Aprodu I. et Banu I., "Milling, functional and thermo-mechanical properties of wheat, rye, triticale, barley and oat", *Journal of Cereal Science*, V. 77, (2017), 42-48.
169. Roussel P., Chiron H., Ndiaye A., et Della Valle G., "Vers une harmonisation du langage sensoriel dans la filière blé-farine-pain. Méthodologie de communication appliquée à un système d'aide à la décision en panification française (AsCoPain) ; 1ère partie", (2006), 24-31 p
170. Salt L.J., González-Thuillier I., Chope G., Penson S., Tosi P., Haslam R.P., Skeggs P.K., Shewry P.R., et Wilde P.J., "Intrinsic wheat lipid composition effects the interfacial and foaming properties of dough liquor", *Food Hydrocolloids*, V. 75, (2018), 211-222.
171. Humphries J.M., Graham R.D., et Mares D.J., "Application of reflectance colour measurement to the estimation of carotene and lutein content in wheat and triticale", *Journal of Cereal Science*, V. 40, n°2, (2004), 151-159.
172. Rabah K. et Merazka A., "Effects of adding dry gluten powder to common wheat flour on cooking quality of an Algerian homemade pasta, Rechta", (2012), p
173. Fišteš A., Došenović T., Rakić D., Pajin B., Šereš Z., Simović Š., et Lončarević I., "Statistical analysis of the basic chemical composition of whole grain flour of different cereal grains", *Acta Universitatis Sapientiae - Alimentaria*, V. 7, (2014), 45-53.
174. Šterna V., Zute S., et Jākobsone I., *Grain Composition and Functional Ingredients of Barley Varieties Created in Latvia*, in *Proceedings of the Latvian Academy of Sciences. Section B. Natural, Exact, and Applied Sciences*. 2015. p. 158–162.
175. Adhikari B.M., Bajracharya A., et Shrestha A.K., "Comparison of nutritional properties of Stinging nettle (*Urtica dioica*) flour with wheat and barley flours", *Food Science & Nutrition*, V. 4, n°1, (2016), 119-124.
176. Ereifej K.I., Al-Mahasneh M.A., et Rababah T.M., "Effect of Barley Flour on Quality of Balady Bread", *International Journal of Food Properties*, V. 9, n°1, (2006), 39-49.
177. El Yamlahi A., Berny E., Hammoumi A., et Ouhssine M., "Effect of barley (*Hordeum vulgare* L.) flour incorporation on the baking quality of wheat (*Triticum aestivum* L.) flour", (2013), 162-170 p

178. Adebawale Y.A. et A. A.I., "Functional and physicochemical properties of flours of six *Mucuna* species", *African Journal of Biotechnology*, V. 12, n°9, (2005), 1461-1468.
179. Lakshmi M., Swarnali D.M., et Usha R., "Development and analysis of composite flour bread.", *Journal of Food Science and Technology* V. 52, n°7, (2015), 4156–4165.
180. Bakare A.H., Osundahunsi O.F., et Olusanya J.O., "Rheological, baking, and sensory properties of composite bread dough with breadfruit (*Artocarpus communis* Forst) and wheat flours", *Food Science & Nutrition*, V. 4, n°4, (2016), 573-587.