



UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE 1
(U.F.M.C.1)
INSTITUT DE LA NUTRITION, DE L'ALIMENTATION
ET DES TECHNOLOGIES AGRO-ALIMENTAIRES
(I.N.A.T.A-A)



N° d'ordre :55/DS/2022

N° de série :02/IN/2022

Thèse de Doctorat en Sciences

Spécialité : Sciences Alimentaires

Présentée par :

BOULEMKAHEL Souad épouse KEBBABI

Effet de traitements physiques (Homogénéisation à Basses Pressions et Détente Instantanée Contrôlée (DIC)), sur les propriétés physico-chimiques, structurales et fonctionnelles de la farine de riz et aptitude à la panification de formules sans gluten

Soutenu le : 27/ 06/ 2022

Devant le jury composé de :

Président:	MOUATS Chaabane	Professeur U.F.M.C.1
Rapporteur:	BENATALLAH Leila	Professeur I.N.A.T.A-A. U.F.M.C.1
Co-Rapporteur:	ZIDOUNE Mohammed Nasreddine	Professeur I.N.A.T.A-A. U.F.M.C.1
Examineurs:	ROSELL Cristina Molina (Co-Rapporteur Bourse PNE)	Professeur I.A.T.A. /C.S.I.C, Valence, Espagne
	ALLAF Karim	Professeur Université de la Rochelle, France

Remerciements

*Tout d'abord, je tiens à remercier notre Créateur **ALLAH**, Le Tout Puissant et Le Miséricordieux, de m'avoir donné la santé, la force, le courage, la volonté, la patience et l'aide pour le bon aboutissement de ma thèse de Doctorat.*

*Au terme de ce travail, j'exprime mes chaleureux et vifs remerciements à Madame **BENATALLAH Leila**, ma Directrice de thèse, Professeur à l'I.N.A.T.A-A./U.F.M.C.1 et Directrice du laboratoire de recherche de Génie Agro-Alimentaire (GENIAAL) pour m'avoir encadré, m'avoir dirigé et m'avoir orienté tout au long de ma formation de Doctorat. Je la remercie infiniment, pour sa sympathie, sa confiance, sa patience, sa compréhension, ses encouragements, sa disponibilité, son dévouement, son efficacité, son esprit scientifique, ses précieux conseils et sa riche contribution à mes recherches. Qu'elle trouve ici tout mon respect et l'expression de ma profonde gratitude.*

*C'est avec un grand honneur et plaisir que je remercie profondément mon enseignant Monsieur **ZIDOUNE Mohammed Nasreddine**, Professeur à l'I.N.A.T.A-A, U.F.M.C.1 et Chef de l'équipe de Transformation et Elaboration des Produits Agro-alimentaires (T.E.P.A.) du Laboratoire de Recherche en Nutrition et Technologie Alimentaire (L.N.T.A.) pour m'avoir Co-encadré, pour son esprit scientifique, ses précieux conseils et orientations et ses encouragements. Qu'il trouve ici tout mon respect et ma profonde gratitude.*

*Je suis honorée par Monsieur **MOUATS Chaabane**, Professeur à U.F.M.C.1 pour avoir accepté de présider le jury de mon travail de thèse. Qu'il trouve ici tout mon respect et l'expression de ma profonde gratitude et reconnaissance.*

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Madame **ROSELL Cristina Molina**, Co-encadrant étranger dans le cadre d'une bourse PNE, Professeur à l'Institut de l'Agrochimie et de Technologie Alimentaire (IATA-CSIC), département des sciences alimentaires, Valence, Espagne, Directrice du laboratoire de recherche des « Céréales et ses dérivés » pour m'avoir accueilli chaleureusement dans son laboratoire. Je la remercie infiniment, pour sa gentillesse et simplicité, ses encouragements, ses orientations, ses précieux conseils, son soutien, sa précieuse collaboration et sa contribution à la réalisation des travaux de recherche de cette thèse, ainsi que pour l'honneur qu'elle me fait pour l'examen de ce travail. Qu'elle trouve ici l'expression de mes plus vifs remerciements et de ma profonde reconnaissance.*

*Je tiens à remercier profondément Monsieur **ALLAF Karim**, Professeur à l'Université de la Rochelle, France et Chef du laboratoire de l'Intensification des phénomènes de transfert et Eco-procédés industriels, LaSIE - UMR 7356 CNRS, France, pour sa collaboration et pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de faire partie de jury d'évaluation de ma thèse de Doctorat. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance.*

*Mes sincères et vifs remerciements à Madame **BETORET Ester**, Docteur Chercheur au laboratoire de recherche de « Céréales et ses dérivés », IATA-CSIC, Valence, Espagne, pour m'avoir beaucoup soutenu, m'avoir encouragé et m'avoir orienté durant mon travail tout au long de mon séjour en Espagne. Grâce à elle j'ai pu acquérir des compétences expérimentales et avancer dans la recherche scientifique de ma thèse.*

J'adresse également mes vifs remerciements à :

*Madame **BESOMBES Collette**, laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'environnement (LaSIE) - UMR 7356 CNRS, la Rochelle, France, pour sa contribution pour le traitement des échantillons par DIC.*

*Toute l'équipe de laboratoire de recherche de « Céréales et ses dérivés », IATA-CSIC, Valence, Espagne, sous la direction de Professeur ROSELL Cristina Molina: **Maria DOS MELLEGATTI, Raquel, Andrea, Maria Santamaria, Carmen, Yahnnara, Marivi et Nicola** pour leur chaleureux accueil, leur gentillesse, leurs encouragements et pour leur précieuse aide pour la réalisation de mon travail de thèse. Aussi, je remercie Monsieur **Javi** pour m'avoir appuyé lors du traitement des échantillons.*

*Je remercie particulièrement mes collègues, Monsieur **BOUASLA AbdAllah** et Madame **DIB Ahlem** pour leurs encouragements, leurs aides et leurs précieux conseils.*

*Je remercie aussi Monsieur **BOUDJELLAL AbdElghani** Directeur de l'I.N.A.T.A-A., Madame **BOUGHELLOUT Halima**, tous les enseignants et le personnel de l'institut.*

*Je tiens à remercier profondément et infiniment ma chère amie et mon binôme d'ingénieur **Insaf BENTCHIKOU** pour m'avoir soutenu, m'avoir aidé et m'avoir encouragé pour accomplir mon travail de thèse. Je la remercie énormément pour son amitié.*

*Enfin, je remercie du fond de mon cœur, **mes parents, mon époux, mes adorables sœurs, mes frères et mes chères petits enfants** qui m'ont soutenu, m'ont accompagné et m'ont encouragé et motivé pour l'aboutissement de cette thèse de Doctorat.*

Je dédie ce travail

A mes très chers parents

Qui m'ont tout donné pour me voir réussir dans la vie, qui sacrifient toute leur vie pour me voir à ce niveau, qui ont toujours été là pour moi et qui sont toujours avec moi dans toutes les situations

A mon cher mari "Tarek"

Qui me soutient et m'encourage. Merci pour ta patience, ta compréhension et ton amour

A ma princesse ma fille "Nour Elyakine" et mon prince mon fils "Mohammed Islam"

Que j'aime très fort et qui sont comblé ma vie de bonheur et de joie

A mes adorables sœurs et mes chers frères

Pour leurs soutiens et ses encouragements. A qui je souhaite une vie pleine de prospérité, de santé, de réussite et de bonheur

A toutes mes nièces et tous mes neveux

Une dédicace spéciale à ma chère copine "Insaf"

Qui me soutient et m'encourage. Merci pour ton amitié

SOUAD

Table des matières

Liste des publications et des communications

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction..... 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 1. Panification sans gluten

1.1. Matières premières utilisées en panification sans gluten.....	4
1.1.1. Farine de riz.....	5
1.1.2. Farine de féverole.....	6
1.1.3. Intérêt de la combinaison Céréales et de légumineuses.....	7
1.2. Technologie de panification sans gluten.....	8
1.2.1. Mélange et pétrissage.....	9
1.2.2. Fermentation.....	10
1.2.3. Cuisson.....	12
1.3. Qualité des pains sans gluten.....	12
1.4. Approches pour l'amélioration de la qualité des pains sans gluten.....	13

Chapitre 2. Technologie de l'Homogénéisation sous Pressions

2.1. Définition	14
2.2. Classification.....	15
2.3. Intérêts et avantages.....	15
2.4. Applications en Industrie Agro-Alimentaire.....	16
2.4.1. Emulsification des produits laitiers.....	16
2.4.2. Préservation et amélioration de la qualité des jus de fruits et légumes.....	16
2.4.3. Modification de structure et des propriétés des macromolécules.....	17
2.5. Applications en Industrie Céréalière.....	17
2.5.1. Production de fibres alimentaires à base du son de différentes céréales.....	17
2.5.2. Modification de la structure des amidons.....	19
2.5.3. Production de produits de boulangerie	21

Chapitre 3. Technologie de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC)

3.1. Définition.....	24
3.2. Intérêt et avantages.....	24
3.3. Applications en Industrie Agro-Alimentaire.....	24
3.3.1. Séchage des aliments.....	25
3.3.1.1. Séchage des fruits et légumes.....	25
3.3.1.2. Séchage des céréales.....	27
3.3.1.3. Séchage des aliments d'origine animale.....	28
3.3.2. Extraction des composants alimentaires.....	29
3.3.2.1. Extraction des huiles essentielles.....	29
3.3.2.2. Extraction de composants antioxydants.....	30
3.3.2.3. Extraction des huiles végétales.....	30

3.3.3. Sécurité Alimentaire.....	30
3.3.3.1. Décontamination microbienne.....	31
3.3.3.2. Réduction des allergènes.....	31
3.3.4. Réduction des composés anti-nutritionnels.....	31

ETUDE EXPERIMENTALE

I. Matériel et méthodes

1. Démarche et plan synoptique de la thèse.....	32
2. Matières premières utilisées en panification.....	36
2.1. Farines.....	36
2.1.1. Farine de blé tendre	36
2.1.2. Farine de riz.....	36
2.1.3. Farine de féverole.....	36
2.2. Autres ingrédients	37
3. Composition biochimique des farines utilisées traitées et non traitées.....	37
3.1. Détermination de la teneur en eau.....	37
3.2. Dosage des protéines totales.....	38
3.3. Détermination de la teneur en lipides totaux.....	39
3.4. Détermination de la teneur en cendres.....	40
3.5. Détermination de la teneur en glucides.....	40
4. Traitement de farines de riz par Homogénéisation à Basses Pressions.....	40
4.1. Préparation et traitement des échantillons.....	40
4.2. Description de l'homogénéisateur sous pressions utilisé	42
4.3. Principe de fonctionnement de l'homogénéisateur sous pressions.....	42
5. Partie 1. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de farines de riz étudiées.....	44
5.1. Distribution granulométrique.....	44
5.2. Mesure de la densité apparente.....	45
5.3. Détermination des propriétés d'hydratation.....	45
5.3.1. Capacité d'absorption de l'eau.....	45
5.3.2. Volume de gonflement	46
5.4. Détermination de la capacité d'absorption de l'huile.....	46
5.5. Quantification de la teneur en groupements thiols.....	46
5.6. Détermination des propriétés émulsifiantes.....	48
5.7. Détermination de l'hydrophobicité de la surface des farines.....	48
5.8. Microstructure de farines de riz sélectionnées et des gels correspondants.....	49
5.9. Détermination de la teneur en amylose	49
5.10. Détermination des propriétés de viscosité.....	52
5.11. Détermination des propriétés thermiques.....	53
5.12. Détermination de la structure cristalline par Diffraction des Rayons X (DRX)	54
5.13. Détermination de la structure moléculaire par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	54

6. Partie 2. Effet du traitement d'Homogénéisation à Basses Pressions sur la qualité technologique de pains sans gluten.....	55
6.1. Formule sans gluten étudiée.....	55
6.2. Composition biochimique des formules sans gluten.....	56
6.3. Détermination de la teneur en amidon endommagé de farines de riz.....	56
6.4. Distribution granulométrique de formules sans gluten.....	58
6.5. Détermination de la capacité de rétention d'eau de formules sans gluten.....	58
6.6. Processus de panification sans gluten	58
6.7. Mesure de pH de pâtes à pain sans gluten avant et après fermentation.....	61
6.8. Suivi des cinétiques de fermentation de pâtes à pain sans gluten.....	61
6.9. Evaluation de la qualité technologique des pains sans gluten.....	61
6.9.1. Mesure de la perte du poids à la cuisson des	61
6.9.2. Détermination de la teneur en eau finale des	61
6.9.3. Mesure de la couleur de la mie	62
6.9.4. Propriétés texturales de la mie	63
6.9.5. Analyse d'image de la mie	64
6.9.6. Analyse des propriétés du rassissement.....	65
7. Partie 3. Effet du traitement de la formule riz-féverole par Détente Instantanée Contrôlée (DIC) sur la qualité technologique de pains sans gluten.....	65
7.1. Composition biochimique.....	65
7.2. Distribution granulométrique.....	65
7.3. Traitement de la formule riz-féverole par Détente Instantanée Contrôlée (DIC).....	66
7.3.1. Description de l'appareil DIC utilisé.....	66
7.3.2. Principe de fonctionnement de l'appareil DIC.....	67
7.3.3. Plan d'expérience adopté pour le traitement de la formule sans gluten.....	68
7.4. Processus de panification adopté.....	72
7.5. Evaluation de la qualité technologique des pains obtenus.....	75
7.5.1. Mesure de volume spécifique.....	75
7.5.2. Analyse de la texture de la mie.....	75
8. Analyse statistique.....	76

II. Résultats et discussion

Partie 1. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de farines de riz étudiées.....	78
1.1. Effet sur la distribution granulométrique de farines de riz	78
1.2. Effet sur la densité apparente.....	82
1.3. Effet sur les propriétés d'hydratation.....	84
1.4. Effet sur la capacité d'absorption de l'huile.....	85
1.5. Effet sur la teneur en groupements thiols.....	86
1.6. Effet sur les propriétés émulsifiantes.....	86
1.7. Effet sur l'hydrophobicité de la surface des farines de riz.....	88
1.8. Effet sur la microstructure de farines de riz sélectionnées et des gels correspondants.....	89

1.9. Effet sur la composition chimique et la teneur en amylose de farines de riz sélectionnées.....	93
1.10. Effet sur les propriétés de viscosité de farines de riz sélectionnées.....	95
1.11. Effet sur les propriétés thermiques de farines de riz sélectionnées.....	99
1.12. Effet sur la structure cristalline de farines de riz sélectionnées.....	100
1.13. Effet sur la structure moléculaire de farines de riz sélectionnées.....	102
1.14. Discrimination de farines de riz par Analyse en composantes principales.....	104

Partie 2. Effet du traitement d’Homogénéisation à Basses Pressions sur la qualité technologique de pains sans gluten..... 106

2.1. Effet sur la composition biochimique de formules sans gluten.....	106
2.2. Effet sur la teneur en amidon endommagé de farines de riz.....	107
2.3. Effet sur la distribution granulométrique de formules sans gluten.....	108
2.4. Effet sur les performances panifiables de formules sans gluten.....	111
2.4.1. Effet sur la capacité de rétention d’eau de formules sans gluten.....	111
2.4.2. Effet sur le pH de pâtes à pain sans gluten avant et après fermentation.....	113
2.4.3. Effet sur les cinétiques de fermentation de pâtes à pain sans gluten.....	114
2.5. Effet sur les caractéristiques des pains sans gluten.....	116
2.5.1. Effet sur la perte du poids à la cuisson.....	116
2.5.2. Effet sur la teneur en eau finale	117
2.5.3. Effet sur la couleur de la mie.....	118
2.5.4. Effet sur les propriétés texturales de la mie	120
2.5.5. Effet sur les paramètres morphologiques de la mie.....	122
2.5.6. Effet sur la microstructure de la mie.....	124
2.5.7. Effet sur les propriétés du rassissement.....	126

Partie 3. Effet de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC) sur la qualité technologique de pains sans gluten..... 129

3.1. Composition biochimique des farines et de la formule sans gluten étudiée.....	129
3.2. Distribution granulométrique des farines.....	131
3.3. Effet de la DIC sur le volume spécifique des pains sans gluten.....	132
3.3.1. Validité du modèle du plan d’expérience.....	132
3.3.2. Surface de réponse de l’effet de la DIC sur le volume spécifique des pains sans gluten.....	133
3.3.3. Optimisation de volume spécifique des pains sans gluten.....	134
3.4. Effet de la DIC sur la structure des mies des pains sans gluten.....	138

Conclusion générale et perspectives..... 140

Références bibliographiques..... 144

Valorisation scientifiques

Liste des publications et des communications

Publications scientifiques

Boulemkahel, S., Betoret, E., Benatallah, L., & Rosell, C. M. (2021). Effect of low-pressures homogenization on the physico-chemical and functional properties of rice flour. *Food Hydrocolloids*, **112**, 106373.

Boulemkahel, S., Garzon, R., Benatallah, L., & Rosell, C. M. (2021). Development of gluten free bread using low-pressure homogenized rice flour supplemented with faba bean flour. *Cereal Chemistry / Volume 99, Issue 2 / p. 368-379*. <https://doi.org/10.1002/cche.10498>.

Boulemkahel, S., Benatallah, L., Besombes, C., Allaf, K., & Zidoune, M. N. (2021). Impact of instant controlled pressure drop (DIC) treatment on the technological quality of gluten-free bread based on rice-field bean formula using design of experiments. *African Journal of Food Science*, **15** (3), 121–130.

Communications scientifiques

Boulemkahel S., Betoret E., Benatallah L., Rosell C. M. (2019). Effect of low homogenization pressures on technological properties of rice flour to be used in gluten free product. 33eme Conférence internationale EFFoST (European Federation of Food Science and Technology), Sustainable Food System – Performing by Connecting. Rotterdam, Pays-Bas.

Boulemkahel S., Betoret E., Benatallah L., Rosell C. M. (2020). Impact of low pressures homogenization on the physico-chemical and rheological properties of rice flour. VII International Student Congress of Food Science and Technology AVECTA, Valencia, Spain 27-28th February 2020.

Liste des abréviations

AACC	American Association of Cereal Chemists
ACP	Analyse en Composantes Principales
AE	Activité Emulsifiante
AFNOR	Association Française de Normalisation
AMG	AmyloGlucosidase
ANOVA	Analysis Of Varaince
ANS	acide 8-AnilinoNaphtalène-1-Sulfonique
ATR	Attenued Total Reflexion
Aw	Activity of Water
CAE	Capacité d’Absorption d’Eau
CAH	Capacité d’Absorption de l’Huile
CCD	Composite Central Design
CIE	Commission Internationale de l’Eclairage
Con A	Concanavaline A
CP	Composante Principale
CRE	Capacité de Rétention d’Eau
CRH	Capacité de Rétention de l’Huile
DA	Densité Apparente
DG	Distribution Granulométrique
DIC	Détente Instantanée Contrôlée
DMSO	Diméthylsulfoxyde
DRX	Diffraction des Rayons X
DSC	Differential Scanning Calorimeter
DTNB	acide 5,5’DiThiobis-2-NitroBenzoïque
E.N.A sel	Entreprise Nationale Algérienne de sel
EDTA	EthylèneDiamineTétraAcétique
FAN	Facteurs Anti-Nutritionnels
FAO	Food and Agriculture Organisation
FBT	Farine de Blé Tendre
FF	Farine de Féverole
FR	Farine de Riz
FRF	Formule Riz-Féverole
FRL	Farine de Riz à Grains Longs
FRL:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Longs et Farine de Féverole
FRL-N	Farine de Riz à Grains Longs Native
FRL-N:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Longs Native et Farine de Féverole
FRL-R	Farine de Riz à Grains Longs de Référence
FRL-R:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Longs de Référence et Farine de Féverole
FRL-T	Farine de Riz à Grains Longs Traitée
FRL-T:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Longs Traitée et Farine de Féverole
FRM	Farine de Riz à Grains Moyens

FRM:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Moyens et Farine de Féverole
FRM-N	Farine de Riz à Grains Moyens Native
FRM-N:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Moyens Native et Farine de Féverole
FRM-R	Farine de Riz à Grains Moyens de Référence
FRM-R:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Moyens de Référence et Farine de Féverole
FRM-T	Farine de Riz à Grains Moyens Traitée
FRM-T:FF	Formule de Farine de Riz à Grains Moyens Traitée et Farine de Féverole
FSG	Formule Sans Gluten
FTIR	Infrarouge à Transformée de Fourier
GOPOD	Glucose Oxydase/PerOxydase
G_uHCl	ChlorHydrate de Guanidinium
HBP	Homogénéisation à Basse Pression
HHP	Homogénéisation à Haute Pression
H_o	Hydrophobicité
HR	Humidité Relative
HTST	High Temperature Short Time
HUHP	Homogénéisation à Ultra Haute Pression
IF	Intensité de Fluorescence
ISO	International Organisation for Standardisation
L.N.T.A	Laboratoire de Nutrition et Technologie Alimentaire
L-DOPA	L-3,4- dihydroxyphénylalanine
MEA	Masse d'Eau à Ajouter
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MESRS	Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
MSR	Méthodologie des Surfaces de Réponses
N	Newtons
PNE	Programme National Exceptionnel
PPO	PolyPhénol Oxydase
ppp	points par pouce
PSG	Pain Sans Gluten
RGB	Red Green Blue
SDS	DodécylSulfate de Sodium
SE	Stabilité de l'Emulsion
SEM	Scanning Electron Microscopy
SG	Sans Gluten
T.E.P.A	Transformation et Elaboration de Produits Agro-alimentaires
TIFF	Tagged Image File Format
TPA	Texture Profile Analysis
Tris-Gly	Tris-glycine
VG	Volume de Gonflement
V_{sp}	Volume Spécifique

Liste des figures

Figure 1.	Comparaison d'une pâte à pain de farine de blé et pâte à pain sans gluten à base de farine de riz sans additifs lors du processus de fermentation (Yano, 2019).....	11
Figure 2.	Etapes récapitulatives de panification sans gluten à base de farine de riz sans additifs (Yano, 2017 b et Yano, 2019).....	12
Figure 3.	Schéma représentatif d'une vanne d'Homogénéisation sous Pressions (Yong <i>et al.</i> , 2021).....	14
Figure 4.	Schéma représentatif des contraintes mécaniques dans un fluide lors du traitement d'Homogénéisation sous Pressions (Yong <i>et al.</i> , 2021).....	15
Figure 5.	Micrographies des échantillons du son de blé témoin (a) et du son de blé traité par Homogénéisation à Haute Pressions (Mert <i>et al.</i> , 2014).....	18
Figure 6.	Exemples de produits de fruits et légumes séchés par DIC (Pech-Almeida <i>et al.</i> , 2021).....	27
Figure 7.	Schéma générale des différentes parties de la thèse.....	35
Figure 8.	Etapes de préparation et du traitement de farines de riz par Homogénéisation à Basses Pressions.....	41
Figure 9.	Présentation de l'Homogénéisateur sous Pressions utilisé pour le traitement de farines de riz.....	43
Figure 10.	Principe de fonctionnement de l'homogénéisateur sous pressions.....	43
Figure 11.	Courbe typique de la distribution granulométrique obtenue par diffraction laser.....	45
Figure 12.	Courbe standard de la cystéine.....	48
Figure 13.	Courbe typique de propriétés de viscosité.....	53
Figure 14.	Diagramme de panification sans gluten adopté pour la formule riz-féverole traitée par Homogénéisation à Basses Pressions et non traitée....	60
Figure 15.	Courbe typique de double compression de profil d'analyse de texture.....	64
Figure 16.	Présentation du réacteur DIC utilisé pour le traitement de la formule riz-féverole.....	67
Figure 17.	Evolution de la température et de la pression lors d'un traitement DIC (Allaf <i>et al.</i> , 2013).....	68
Figure 18.	Diagramme de panification témoin et sans gluten adopté pour la farine de blé et la formule riz-féverole traitée par DIC.	74
Figure 19.	Impact de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur la distribution granulométrique de deux variétés de farines de riz.....	79
Figure 20.	Microstructure de farines de riz traitées par Homogénéisation à Basses Pressions comparées aux témoins non traitées (x1200).....	90
Figure 21.	Microstructure de gels de farines de riz traitées par Homogénéisation à Basses Pressions et témoins non traitées (x500).....	92

Figure 22.	Profils de viscosité de farines de riz de deux variétés traitées par Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) comparées aux témoins non traitées.....	97
Figure 23.	Diagrammes de Diffraction des Rayons X de farines de riz traitées par Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) comparées aux témoins non traitées.....	101
Figure 24.	Spectres FTIR de farines de riz de deux variétés traitées par Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) comparées aux témoins non traitées.....	103
Figure 25.	Carte de ressemblance issue de l'Analyse en Composantes Principales (ACP) sur les propriétés physico-chimiques de deux variétés de farines de riz témoins et celles traitées par Homogénéisation à Basses Pressions.....	105
Figure 26.	Impact du traitement d'Homogénéisation à Basse Pression appliqué aux farines de riz sur la distribution granulométrique des deux formules sans gluten.....	109
Figure 27.	Impact du traitement d'Homogénéisation à Basses Pressions appliqué aux farines de riz sur les cinétiques de fermentation des pâtes à pain sans gluten des deux formules.....	115
Figure 28.	Coupe transversale de tranches des pains sans gluten de deux formules à base de farines de riz long (A) et farine de riz moyen (B).....	128
Figure 29.	Surface de réponse de l'effet de traitement de la DIC sur le volume spécifique des pains sans gluten à base de la formule riz-féverole.....	133
Figure 30.	Courbe de niveau des volumes spécifiques de pains sans gluten de la formule riz-féverole traitée par DIC en fonction des couples (température/pression-temps).....	134
Figure 31.	Coupe transversale de tranches de pain témoin de farine de blé tendre (a), de pain sans gluten témoin (b) et de pain sans gluten optimum à base de la formule riz-féverole traitée par DIC.....	138

Liste des tableaux

Tableau 1.	Composition de deux formules sans gluten à base de farine de riz-féverole.....	59
Tableau 2.	Matrice d'expérience du plan composite orthogonal centré à deux facteurs.....	70
Tableau 3.	Niveaux de deux variables de CCD adopté lors du traitement de la FSG par DIC.....	71
Tableau 4.	Valeurs réelles de deux variables de CCD adopté lors du traitement de la FSG par DIC.....	71
Tableau 5.	Valeurs expérimentales des deux variables de CCD et masses d'eau à ajouter aux échantillons de la FRF traités par DIC pour la préparation de pains sans gluten.....	73
Tableau 6.	Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur les paramètres de la distribution granulométrique de deux variétés de farines de riz.....	81
Tableau 7.	Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur la densité apparente, les propriétés d'hydratation (capacité d'absorption d'eau et le volume de gonflement) et la capacité d'absorption de l'huile de farines de riz de deux variétés.....	83
Tableau 8.	Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur la teneur en groupements thiols, les propriétés émulsifiantes (Activité émulsifiante et stabilité de l'émulsion) et l'hydrophobicité de la surface des deux variétés de farines de riz.....	87
Tableau 9.	Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) sur la composition biochimique (b.s), la teneur en amylose et la cristallinité relative de farines de riz de deux variétés.....	94
Tableau 10.	Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) sur les propriétés de viscosité et les propriétés thermiques de farines de riz de deux variétés.....	98
Tableau 11.	Composition biochimique (b.s) de deux formules sans gluten à base de farines de riz (natives, de référence non traitées et traitées):farine de féverole (2:1, p:p).....	107
Tableau 12.	Teneur en amidon endommagé de farines de riz de deux variétés.....	108
Tableau 13.	Paramètres de la distribution granulométrique des échantillons de deux formules sans gluten à base de farines de riz (natives, de référence non traitées et traitées): farine de féverole (2:1, p:p).....	111
Tableau 14.	Capacité de rétention d'eau de formules sans gluten, pH des pâtes à pain sans gluten avant et après fermentation et leurs temps de fermentation.....	113
Tableau 15.	Perte de poids à la cuisson et la teneur en eau finale des pains sans gluten de deux formules à base de farines de riz (natives, de référence non traitées et traitées): farine de féverole (2:1, p:p).....	117

Tableau 16.	Profil de couleur de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole (2:1, p:p)	119
Tableau 17.	Propriétés texturales de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole.....	121
Tableau 18.	Paramètres morphologiques de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole (2:1, p:p).....	124
Tableau 19.	Microstructure de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole (2:1, p:p)	126
Tableau 20.	Teneur en eau et taux de durcissement des pains sans gluten de deux formules à base de farines de riz (native, de référence, traitée): farine de féverole durant le stockage (1, 2 et 4 jour/ 25°C).....	127
Tableau 21.	Composition biochimique de la farine de blé tendre, farine de riz, farine de féverole et de la formule sans gluten étudiée.....	129
Tableau 22.	Distribution granulométrique de farines utilisées en panification.....	131
Tableau 23.	Coefficients de régression pour le modèle du plan CCD de volume spécifique des pains sans gluten à base de la formule riz-féverole traitée par DIC.....	132
Tableau 24.	Points de confirmation de volumes spécifiques de pains sans gluten de la formule riz-féverole traitée par DIC à l'intérieur et en dehors de la zone optimale délimitée.....	135
Tableau 25.	Représentation des images de la mie de pain sans gluten optimum à base de la formule riz-féverole traitée par DIC, de pain sans gluten témoin et de pain témoin de farine de blé tendre.....	139

Introduction

Le pain est l'un des produits céréaliers de base des plus consommés dans de nombreuses régions du monde. Il est majoritairement préparé à partir de la farine de blé, interdite aux malades cœliaques en raison de sa teneur en gluten (Cornejo *et al.*, 2015). Cette protéine structurale de blé est responsable de l'architecture et de l'aération du pain (Gallagher *et al.*, 2004). Par ailleurs, son élimination implique des difficultés pour la réussite de la fabrication de Pain Sans Gluten (PSG), donnant ainsi des produits avec une qualité technologique, sensorielle et nutritionnelle inférieure que celle d'un pain conventionnel à base de blé (Gallagher *et al.*, 2004 ; Benatallah *et al.*, 2012 ; Ronda *et al.*, 2017).

La panification sans gluten a été un grand défi pour les chercheurs céréaliers au cours des deux dernières décennies (Cornejo et Rosell, 2015). Par conséquent, des solutions et des stratégies ont été envisagées pour résoudre ce problème (Renzetti et Rosell, 2016 ; Espinosa-Ramírez *et al.*, 2018). De nombreuses recettes ont réussi à mimer la fonctionnalité mécanique des protéines de gluten en utilisant des enzymes, des protéines, des amidons modifiés, ainsi que des additifs spécifiques tels que les hydrocolloïdes et les émulsifiants (Benatallah *et al.*, 2012 ; Bourekoua *et al.*, 2016 ; Phongthai *et al.*, 2016 ; Calle *et al.*, 2020).

D'autre part, de nouvelles technologies telles que les traitements thermiques, les rayonnements microondes, la germination et l'extrusion, ont été appliqués aux ingrédients sans gluten pour modifier leurs fonctionnalités afin d'améliorer la qualité des pains (Conte *et al.*, 2019).

En panification sans gluten, la farine de riz est un ingrédient de base utilisé couramment vu sa couleur et son goût neutre, comparativement aux autres constituants sans gluten (Matos et Rosell, 2012 ; Benatallah *et al.*, 2012 ; De la Hera *et al.*, 2014 ; Cornejo et Rosell, 2015 ; Villanueva *et al.*, 2019 ; Medvid *et al.*, 2021 ; Gui *et al.*, 2022). Néanmoins, ses propriétés fonctionnelles dépendent fortement de la variété de riz (riz à grains longs, moyens et courts) (De la Hera *et al.*, 2013) et de sa distribution granulométrique (DG) (Han *et al.*, 2012).

Outre ses propriétés intrinsèques associées à la variété de riz et au processus de mouture, et bien que la farine de riz native n'ait pas la capacité à retenir le dioxyde de carbone produit lors de la fermentation et de la cuisson, différents traitements physiques ont été proposés pour modifier et étendre ses propriétés fonctionnelles, afin d'éviter l'utilisation d'additifs et d'agents améliorants tels que les hydrocolloïdes. Par exemple, la pré-gélatinisation seule (Marco et Rosell, 2008; Bourekoua *et al.*, 2016) ou combinée aux rayonnements micro-ondes (Villanueva *et al.*, 2019) a modifié les propriétés de viscosité et rhéologiques de la farine de

riz, conduisant ainsi à des PSG avec des volumes spécifiques plus élevés et des mies plus molles. D'autre part, Cornejo *et al.* (2014) et Cornejo et Rosell (2015) ont montré que la germination avait modifié les propriétés fonctionnelles de la farine de riz brun et amélioré la teneur en composés bioactifs des PSG. D'un autre côté, l'extrusion a augmenté la capacité d'hydratation de la farine de riz et par conséquent modifié la qualité des PSG (Martínez *et al.*, 2014).

La technologie de l'Homogénéisation sous Pressions est un traitement physique non thermique basée sur l'application d'une pression à un système liquide permettant la réduction de la taille des particules solides dispersées (Betoret *et al.*, 2012). Selon le niveau de pression appliqué, cette technologie est appelée Homogénéisation à Basse Pression (HBP) (5-50 MPa), Homogénéisation à Haute Pression (HHP) (100-200 MPa) ou Homogénéisation à Ultra Haute Pression (HUHP) (250-400 MPa) (Aguayo *et al.*, 2017; Mesa *et al.*, 2020). Plusieurs études ont montré l'effet de cette technologie pour l'amélioration des propriétés physiques des jus de fruits (Betoret *et al.*, 2017), physico-chimique de nombreuses macromolécules telles que les protéines (Koo *et al.*, 2018) et les amidons (Li *et al.*, 2018) et pour la production de fibres alimentaires à partir de son de diverses céréales (Wang *et al.*, 2012). D'autre part, l'application récente de cette technologie sur l'amylose de riz isolé a modifié sa structure cristalline et ses caractéristiques de surface donnant une granulométrie plus uniforme (Wang *et al.*, 2018 a). Cette technologie a également amélioré les propriétés rhéologiques de l'amidon de riz (Li *et al.*, 2019). Jusqu'à présent, cette nouvelle technologie n'a été appliquée que pour l'isolement des composés de riz. En effet, son application à des conditions plus douces (Homogénéisation à Basse Pression (HBP)), pourrait être une alternative pour modifier les propriétés de la farine de riz et étendre ses applications en panification sans gluten.

Un autre traitement physique appliqué en Industrie Agro-Alimentaires est la technologie de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC). C'est un procédé thermomécanique basé sur la théorie de la thermodynamique instantanée, appliqué aux divers produits alimentaires via des traitements haute température/haute pression et de courte durée (Allaf et Allaf, 2013). Elle a été utilisée dans de nombreuses applications telles que le séchage des légumes et de fruits (Gao *et al.*, 2017 ; Peng *et al.*, 2019 ; Mounir *et al.*, 2020), séchage de céréales (Allaf et Allaf, 2013 ; Chakraborty *et al.*, 2019), extraction des huiles essentielles (Allaf *et al.*, 2013 ; Rashidi *et al.*, 2018), des composants antioxydants (Louati *et al.*, 2019) et des huiles végétales (Allaf *et al.*, 2014 ; Jablaoui *et al.*, 2020), ainsi que la décontamination microbienne (Albitar *et al.*, 2011), la réduction des allergènes (Vicente *et al.*, 2020) et des composés anti-nutritionnels

(Cardador-Martinez *et al.*, 2020). Mahroug *et al.* (2020) ont appliqué la DIC au gluten de blé, afin d'étudier son effet sur l'allergénicité du blé. Toute fois et jusqu'à présent, aucune recherche scientifique n'a porté sur l'effet de la DIC sur les propriétés techno-fonctionnelles et/ou technologiques de produits sans gluten.

En panification sans gluten, des efforts scientifiques ont été fournis pour améliorer la qualité nutritionnelle du PSG. En effet, l'inclusion d'ingrédients nutritifs tels que les farines de légumineuses, connues par leur richesse en protéines, a été l'une des alternatives les plus courantes (Tsatsaragkou *et al.*, 2012 ; Matos et Rosell, 2014 ; Boukid *et al.*, 2019 ; Conte *et al.*, 2019). Dans ce contexte, la farine de féverole a été utilisée dans notre présente étude comme un complément de la farine de riz (FRF) selon un ratio 2:1 (p:p). Elle a été choisie en raison de sa teneur élevée en protéines (26-39%), sa composition en acides aminés bien équilibrée (Yang *et al.*, 2018), ainsi que les résultats positifs notés sur des études antérieures réalisées par Benatallah (2009), Benatallah *et al.* (2012), Boulemkahel (2014) et Bourekoua *et al.* (2018), montrant la faisabilité de cette formule en panification sans gluten.

Ce présent travail de thèse s'insère dans les travaux de recherche développés par l'équipe de Transformation et Elaboration de Produits Agro-Alimentaires (T.E.P.A.) de l'I.N.A.T.A-A et vise à améliorer et à diversifier l'alimentation des malades cœliaques Algériens par la formulation et la fabrication des produit sans gluten. L'hypothèse initiale de notre étude était la possibilité d'utiliser des farines sans gluten traitées physiquement par Homogénéisation à Basses Pressions (HBP) ou par Détente Instantanée Contrôlée (DIC) comme alternative en panification sans gluten sans utiliser d'additifs alimentaires. Par conséquent, les objectifs de notre travail sont :

- de modifier structuralement la farine de riz en utilisant la technologie de l'Homogénéisation à Basses Pressions (HBP). Pour arriver à cet objectif, nous étudions son effet sur les propriétés physico-chimiques, fonctionnelles, technologiques, structurales, thermiques et rhéologiques de deux variétés de farines de riz, grains longs (FRL) et grains moyens (FRM);
- de développer un Pain Sans Gluten à base de farine de riz traitée physiquement par HBP et enrichie par de la farine de féverole sans l'ajout d'additifs alimentaires;
- d'étudier et optimiser l'effet d'un traitement DIC appliqué à une formule riz-féverole, sur la qualité technologique d'un Pain Sans Gluten.

Etude Bibliographique

Chapitre 1.

Panification sans gluten

Chapitre 1. Panification sans gluten

1.1. Matières premières utilisées en panification sans gluten

Habituellement, les produits Sans Gluten (SG) sont fabriqués par la substitution de la farine de blé avec des farines SG alternatives de trois sources principales : céréales (riz, maïs, sorgho, millets, teff), pseudo-céréales (quinoa, sarrasin, amarante) et légumineuses (soja, pois chiche, lentille, féverole) (Rosell *et al.*, 2014 ; Wu *et al.*, 2019 ; Toth *et al.*, 2020).

Les céréales qui sont toujours considérées comme SG sont le riz (*Oryza sativa* L.), le maïs (*Zea mays* L.), le sorgho (*Sorghum bicolor* L.) et un certain nombre d'espèces de millets et de teff (Rosell *et al.*, 2014). Le riz et le maïs sont généralement les céréales les plus couramment utilisées et les plus appropriées pour la formulation des produits SG en raison de leurs diverses propriétés particulières, leur prix et leur disponibilité (Rosell et Marco, 2008 ; Ronda *et al.*, 2017 ; Zoumpopoulou et Tsakalidou, 2019). En plus, le sorgho est une céréale qui se caractérise par sa valeur nutritionnelle intéressante en raison de sa richesse en protéines, en amidon et en composés antioxydants (Collar, 2019). D'autre part, le teff a une excellente composition en acides aminés (y compris les 8 acides aminés essentiels) et une teneur très élevée en fibres et en nutriments en général (Gebremariam *et al.*, 2012).

En outre, une gamme de pseudo-céréales est également utilisée pour fournir des farines SG, telles que le quinoa, le sarrasin et l'amarante, qui sont caractérisées par leurs propriétés technologiques, fonctionnelles et nutritionnelles importantes. Elles sont riches en fibres, en minéraux (calcium, potassium, magnésium), en vitamines (riboflavine, niacine, acide ascorbique) et en composants polyphénoliques (Collar and Angioloni, 2014 ; Hager *et al.*, 2012). Malgré leurs propriétés intéressantes, elles ont été utilisées d'une façon limitée dans les formulations SG en raison de leur prix élevé par rapport aux autres farines SG (Gómez et Sciarini 2015).

Les légumineuses, telles que le soja, pois chiche, lentille, féverole, sont caractérisées particulièrement par une teneur très élevée en protéines (26-39%) et une composition bien équilibrée en acides aminés essentiels (Yang *et al.*, 2018). De plus, elles sont une bonne source de fibres, de minéraux et de vitamines (Giuberti *et al.*, 2016 ; Verni *et al.*, 2019). Par conséquent, leur utilisation dans les formulations SG augmenterait leur valeur nutritionnelle (Gularte *et al.*, 2012).

Dans cette partie de notre étude bibliographique, nous n'allons aborder que la farine de riz en tant que farine céréalière et la farine de féverole en tant que farine de légumineuses, car nous les avons utilisées dans notre étude expérimentale pour la fabrication de notre PSG.

1.1.1. Farine de riz

Le riz (*Oryza sativa* L) est une culture cultivée dans le monde entier et constitue un aliment de base important pour environ 50 % de la population mondiale, principalement en Asie et en Afrique mais moins en Europe (FAO, 2013; Verma et Srivastav, 2017).

Le riz est une source très importante en glucides sous forme d'amidon (75-85 %) mais il possède une faible teneur en protéines (inférieure à 10 %) de très bonne digestibilité, dont la teneur en lysine, acide aminé essentiel limitant pour les protéines céréalières, est la plus élevée par rapport aux autres céréales (Mert, 2019).

Falade et Christopher (2015) ont indiqué que la farine de riz, en raison de ses propriétés fonctionnelles uniques, est utilisée dans de nombreux nouveaux aliments tels que les tortillas, les boissons, les viandes transformées, les puddings, les vinaigrettes et les produits SG.

Selon Marco et Rosell (2008) et Rosell *et al.* (2014), la farine de riz est caractérisée par une saveur neutre, une couleur blanche, des protéines hypoallergéniques, une teneur élevée en glucides faciles à digérer et absorber, une teneur faible en sodium ainsi qu'elle est dépourvue du gluten. En effet, ces caractéristiques sensorielles et nutritionnelles particulières de la farine de riz en font un ingrédient approprié pour le développement des produits de boulangerie en particulier le PSG destiné aux malades cœliaques. Cependant, Marco et Rosell (2008) ont indiqué que malgré ces propriétés particulières de la farine de riz, son utilisation en panification SG est également associée aux certains défauts technologiques. En effet, en raison de faibles propriétés fonctionnelles de ses protéines, elle est incapable de former des pâtes viscoélastiques nécessaires pour retenir le dioxyde de carbone produit lors de la fermentation, conduisant ainsi à un pain à faible volume spécifique avec une mie compacte que le pain conventionnel à base de la farine de blé.

De nombreuses études ont été menées sur l'utilisation de la farine de riz en panification SG (Benatallah *et al.*, 2012 ; De la Hera *et al.*, 2014 ; Cornejo et Rosell, 2015 ; Bourekoua *et al.*, 2016 ; Villanueva *et al.*, 2019 ; Medvid *et al.*, 2021 ; Gui *et al.*, 2022). Cornejo et Rosell (2015) ont rapporté que la qualité des PSG préparés à base de farine de riz dépend fortement de sa fonctionnalité technologique et ses différentes propriétés physico-chimiques. En effet,

ces dernières sont influencées par la variété de riz (riz à grains longs, moyens et courts), les conditions de stockage, le processus de transformation, la longueur du grain de riz, la structure, la composition chimique et la granulométrie de la farine.

Plus précisément, des études ont souligné l'importance de la variété de riz et la granulométrie de la farine de riz lors de la fabrication des PSG. Selon la variété, De la Hera *et al.* (2013) ont rapporté que la farine de riz à grains courts (FRC) présente de meilleures propriétés en panification SG que celles de la farine de riz à grains longs (FRL). Cependant, Cornejo et Rosell (2015) ont indiqué que la FRL est préconisée en panification SG donnant des PSG aux caractéristiques similaires à ceux préparés à base de la FRC. Outre la variété de riz, l'effet de la granulométrie de la farine de riz en panification SG est également étudié. Han *et al.* (2012) ont conseillé l'utilisation de farine de riz à une granulométrie inférieure à 150 μm , alors que De la Hera *et al.* (2014) ont recommandé une fraction grossière (132 - 200 μm) de la farine de riz.

1.1.2. Farine de féverole

La féverole (*Vicia faba* L.), l'une des légumineuses, est une culture polyvalente appartenant à la famille des *Fabacées*, connue par sa capacité à pousser dans diverses zones climatique du monde (Singh *et al.*, 2013). Botaniquement, deux variétés peuvent être distinguées : *Vicia faba major*, également connue sous le nom de fève et est principalement cultivée dans les régions du sud de l'Europe et utilisée pour l'alimentation humaine. Les graines de cette variété sont grosses et aplaties, contrairement à celles appartenant à l'autre variété *Vicia faba minor*, qui sont de taille moyenne à petite et de forme ronde. Cette variété, également appelée féverole, pousse dans un plus grand nombre de régions du monde et consommée dans l'alimentation humaine ou animale (Crépon *et al.*, 2010 ; Verni *et al.*, 2019).

Généralement, la féverole est composée de 51 à 68 % de glucides, l'amidon représentant plus de 40 % de la matière sèche (MS) (Crépon *et al.*, 2010). La particularité de la féverole est sa teneur relativement élevée en protéines, qui varie de 27 à 34 % de la MS, avec une composition en acides aminés essentiels bien équilibrée (isoleucine, leucine, lysine, phénylalanine, la thréonine et la valine), et elle est dépourvue du gluten (Yang *et al.*, 2018 ; Sozer *et al.*, 2019). Il est important de signaler que les protéines de la féverole sont caractérisées par leur valeur nutritive élevée et leur faibles allergénicité (Yang *et al.*, 2018) ainsi que ses propriétés fonctionnelles importantes, telles que les propriétés émulsifiantes

comparativement aux protéines de lupin, de pois et d'autres légumineuses, comme il a été indiqué Tsoukala *et al.* (2006) et Karaca *et al.* (2011).

En outre, la féverole est également riche en minéraux (Ca, Mg, Fe et Zn), en fibres alimentaires, en composés phénoliques et en métabolites secondaires non nutritifs, qui contribuent à augmenter sa qualité nutritionnelle ainsi reconnus par leurs bienfaits pour la santé humaine (Sozer *et al.*, 2019 ; Verni *et al.*, 2019). Parmi ses effets bénéfiques, la féverole possède également un potentiel thérapeutique en raison des composés chimiques présents dans la graine, tels que le L-3,4- dihydroxyphénylalanine (L-DOPA).

Cependant, l'utilisation de la féverole est parfois limitée en raison de la présence des facteurs antinutritionnels (FAN) (les inhibiteurs de protéase, les tanins condensés, l'acides phytique, la vicine et convicines), qui sont des composés peuvent interférer avec la digestion humaine, provoquant parfois des conditions pathologiques. Néanmoins, des méthodes sont avérées efficaces dans la réduction et dans certains cas l'élimination complète de ces FAN, telles que la germination et la fermentation (Vilarino *et al.*, 2009 ; Ray et Georges, 2010).

Parce qu'elle ne contient pas du gluten et en raison de sa richesse en protéines de haute qualité nutritive, la féverole, telle quelle ou après traitement, a été utilisée en panification SG. En effet, Benatallah *et al.* (2012) et Bourekoua *et al.* (2018) ont incorporé la féverole avec le riz, ingrédients de base, pour la fabrication du PSG destiné aux malades cœliaques Algériens. En outre, Sozer *et al.* (2019) ont évalué l'applicabilité de la farine de féverole traitée par fermentation et celle non traitée pour l'enrichissement en protéines du PSG, en particulier en ce qui concerne les propriétés structurales, texturales et nutritionnelles. Leurs résultats ont montré que les PSG à base de la farine de féverole fermentée et non fermentée avaient un volume spécifique plus important et une porosité plus élevée que le témoin à base de la farine de soja. En plus, ils ont indiqué que l'utilisation de la farine de féverole a améliorée les propriétés nutritionnelles du PSG et en effet c'est une source plus importante de protéines et de fibres alimentaires.

1.1.3. Intérêt de la combinaison Céréales et de légumineuses

Comme il a été indiqué précédemment, les légumineuses sont riches en protéines et en acides aminés essentiels, en particulier une teneur élevée en lysine, mais elles sont déficientes en acides aminés soufrés. En effet lorsqu'elles sont combinées avec des ingrédients céréaliers, riches en acides aminés soufrés et déficientes en lysine, constituent donc une bonne source de

protéines végétales avec une composition en acides aminés essentiels bien équilibrées (Sozer *et al.*, 2019). Par conséquent, l'enrichissement des aliments à base de céréales avec des légumineuses améliorerait leur qualité nutritionnelle, en terme de la teneur en protéines, en acides aminés essentiels, fibres alimentaires, minéraux et vitamines de groupes B (Lamacchia *et al.*, 2014 ; Verni *et al.*, 2019).

Selon les recommandations de la FAO (FAO, 1982), afin de bénéficier au maximum de cette combinaison de céréales et de légumineuses et pour que la qualité nutritionnelle du mélange obtenu soit optimale, un ratio 2 : 1 (p : p, céréale : légumineuse) était fixé.

1.2. Technologie de panification sans gluten

Les procédés de panification conventionnelle et celle SG se diffèrent considérablement en termes de complexité des formulations utilisées (y compris les principaux ingrédients et la quantité d'eau à ajouter), le comportement rhéologique de la pâte et la qualité globale du pain résultant (Conte *et al.*, 2016 ; Morreale *et al.*, 2018 a).

En panification conventionnelle, l'ingrédient de base utilisé est la farine de blé en raison des propriétés uniques de ses protéines (gliadine et gluténine) pour former, lorsque elle est hydratée et en présence d'une force mécanique, une masse cohésive viscoélastique appelée réseau du gluten. Ce dernier possède une capacité exceptionnelle à former une pâte viscoélastique, tenace et extensible capable de piéger le gaz produit lors de la fermentation. Par conséquent, le pain résultant présente un volume spécifique important et une structure typique de la mie avec une texture spongieuse (Gallagher *et al.*, 2004 ; Conte *et al.*, 2019).

En revanche, en panification SG, l'absence du gluten au niveau des farines utilisées affecte significativement la rhéologie de la pâte, le processus de panification et la qualité finale du pain obtenu (Ronda *et al.*, 2017). En effet, le PSG a tendance à présenter des défauts de qualité tels qu'un faible volume spécifique, une couleur de la mie et de la croûte plus claire, une texture rugueuse, sèche et friable et une durée de conservation plus courte que le pain conventionnel (Gallagher *et al.*, 2004 ; Conte *et al.*, 2019).

Muzaffar *et al.* (2021) ont indiqué que la panification SG comporte des étapes similaires à celles de la panification conventionnelle qui sont : le mélange et le pétrissage de différents ingrédients, la division/moulage et la fermentation de la pâte résultante et finalement la cuisson des pâtons fermentés. Cependant, le temps de ces étapes, pétrissage, fermentation et

cuisson, est plus court en panification SG qu'en panification conventionnelle à base de farine de blé.

1.2.1. Mélange et pétrissage

➤ *Mélange des ingrédients*

Par rapport au pain conventionnel, la fabrication du PSG nécessite l'utilisation de formulations complexes composées de différents ingrédients et additifs capables d'imiter les propriétés viscoélastiques du gluten. Les ingrédients inclus dans le PSG comprennent les farines et/ou les amidons SG (farine de riz, de maïs, pomme de terre, manioc...), l'eau d'hydratation, la levure et le sel. Ces ingrédients sont souvent combinés à divers autres ingrédients et agents liants, tels que les hydrocolloïdes, les gommes, les protéines... (Capriles et Areas, 2014 ; Ronda *et al.*, 2017). En effet, tous ces ingrédients sont mélangés de manière homogène et hydratés avec de l'eau pour le développement de la pâte et l'incorporation de bulles d'air (Muzaffar *et al.*, 2021).

Selon Yano (2019), Il est important de bien mélanger les farines SG, telle que la farine de riz qui a tendance à faire des grumeaux pour éviter des défauts lors des prochaines étapes de processus de panification. De plus, la levure doit être complètement dissoute, parce que sa distribution hétérogène peut générer de bulles d'air de différentes tailles et entraîner leur coalescence et un rétrécissement soudain de la pâte lors du processus de fermentation.

➤ *Pétrissage*

Lors de la phase de pétrissage, les farines SG nécessitent des quantités d'eau d'hydratation plus importantes que la farine de blé, afin d'obtenir des pâtes d'une consistance acceptable et d'un meilleur comportement (Gallagher *et al.*, 2004 ; Conte *et al.*, 2019).

Pendant l'hydratation, la modification des protéines se produit en raison de l'absorption de l'eau par les composants solubles de farine. Lorsque l'eau est mise en contact avec la farine, ses particules semblent exploser avec la libération de brins protéiques dans la phase aqueuse (Muzaffar *et al.*, 2021). En plus de l'hydratation, la formation de la pâte nécessite une énergie mécanique et un temps de pétrissage approprié. Lors du mélange, les granules d'amidon deviennent moins fermement attachés à la protéine mais restent associés aux fibres protéiques. En effet, le mélange de tous les ingrédients aboutit à la formation d'une masse de pâte homogène (Ngemakwe *et al.*, 2014 ; Muzaffar *et al.*, 2021).

Morreale *et al.* (2018 b) ont confirmé l'importance des niveaux d'hydratation dans la détermination du comportement viscoélastique de pâtes SG et leur effet sur les caractéristiques rhéologiques du pain résultant. Ils ont rapporté qu'une forte relation a été observée entre la dureté de la mie de PSG et la consistance de la pâte pendant le pétrissage.

Rózylo *et al.* (2015) ont démontré que l'ajout de différentes quantités d'eau (de 80 % à 120 %) lors de préparation des pâtes à PSG à base de farine de maïs et de riz peut affecter les paramètres de la qualité (tels que le volume spécifique et la dureté de la mie) de PSG. Ils ont observé que les pâtes à base de farine de maïs nécessitaient la plus grande quantité d'eau (120 %) que celles à base de farine de riz (80%).

D'un point de vue rhéologique, en raison de la grande quantité d'eau ajoutée en panification SG et aussi de l'absence de gluten, les pâtes SG ressemblent à une structure fluide et un système semi-liquide qui varie considérablement en termes de consistance, de viscoélasticité et de fonctionnement de réseau structurel (Gallagher *et al.*, 2003 ; Hager *et al.*, 2012). De plus, Ronda *et al.* (2017) ont rapporté que les pâtes à PSG, qui ne peuvent pas développer un réseau similaire au gluten en raison des différences dans leurs propriétés protéiques, sont moins élastiques et cohésives et plus collantes et plus difficiles à manipuler que celles contenant du gluten.

1.2.2. Fermentation

Après pétrissage, la pâte obtenue est ensuite divisée et moulée afin de permettre la fermentation. Au cours du processus de fermentation, la levure génère du gaz de fermentation, principalement composé de dioxyde de carbone et d'alcool.

Dans la pâte de blé, le gaz de fermentation est confiné dans "la matrice continue du gluten", formée préalablement lors de l'étape de pétrissage, qui est composée du réseau viscoélastique de gluten et d'autres composants, tels que les granules d'amidon et l'eau (Yano, 2019) (Figure 1 a). Ainsi, au début du processus de fermentation, de nombreuses petites cellules gazeuses sont produites dans toute la pâte et d'autres grossissent progressivement, et lors de la levée finale, le gaz produit fait lever la pâte entièrement (Ngemakwe *et al.*, 2014).

D'autre part, Yano (2019) a étudié la microstructure de la pâte à PSG à base de farine de riz sans additifs lors du processus de fermentation. L'observation microscopique a révélé que la structure de la pâte à PSG était entièrement différente de celle de la pâte de blé. En effet, la

pâte SG de farine de riz sans additifs avait une structure "d'une mousse de particules", dans laquelle le gaz de fermentation est entouré des granules d'amidon (Figure 1 b).

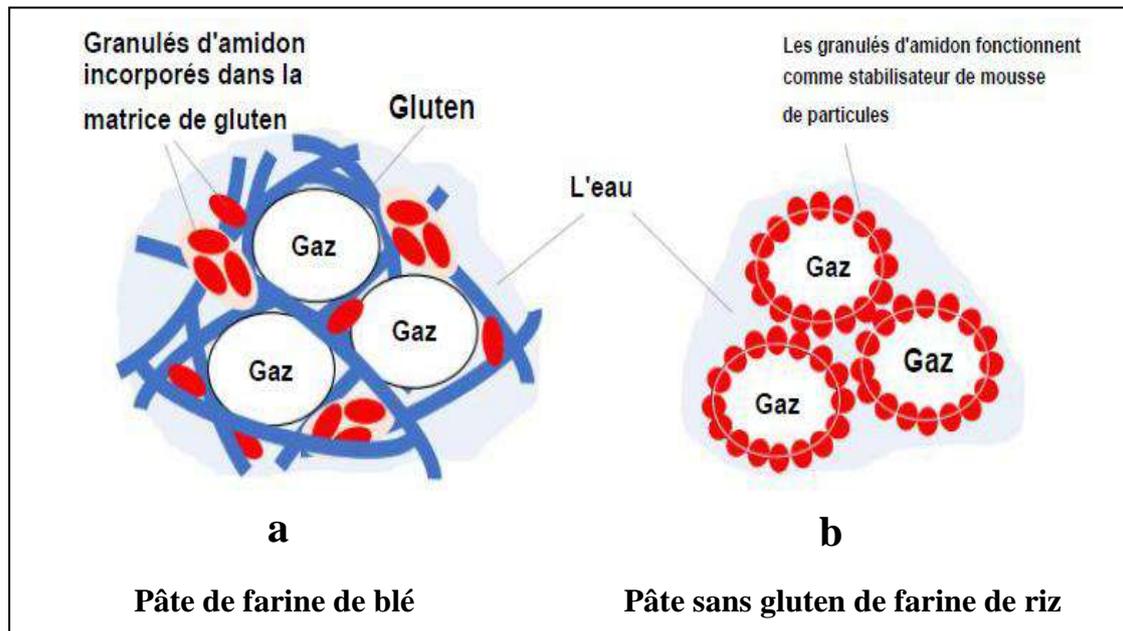


Figure 1. Comparaison d'une pâte à pain de farine de blé et pâte à pain sans gluten à base de farine de riz sans additifs lors du processus de fermentation (Yano, 2019).

Par conséquent, Selon Yano (2010), Hamada *et al.* (2013) et Yano *et al.* (2017 a) des précautions doivent être prises en considération lors du processus de fermentation pour réussir la panification SG à base de farine de riz. Habituellement, la pâte SG ne peut pas retenir le gaz de fermentation et devient mousseuse. Cependant, lorsqu'une farine de riz à faible teneur en amidon endommagé est utilisée et que la panification est effectuée dans des bonnes conditions, le gaz de fermentation est piégé dans la pâte. Ainsi, de petites bulles apparaissent tout au long de la pâte. Ces petites bulles sont des mousses de particules dans lesquelles le gaz de fermentation est entouré de granules d'amidon. Au fur et à mesure de la fermentation, les bulles fragiles grossissent progressivement, faisant lever toute la pâte. A ce niveau, il est essentiel de maintenir la température stable, car les bulles fragiles ont tendance à éclater à des températures fluctuantes. Au dernier stade de la fermentation, les bulles gonflées doivent être chauffées rapidement pour faire gélatiser les granules d'amidon, c'est-à-dire pour solidifier les parois des ces bulles fragiles (Figure 2).

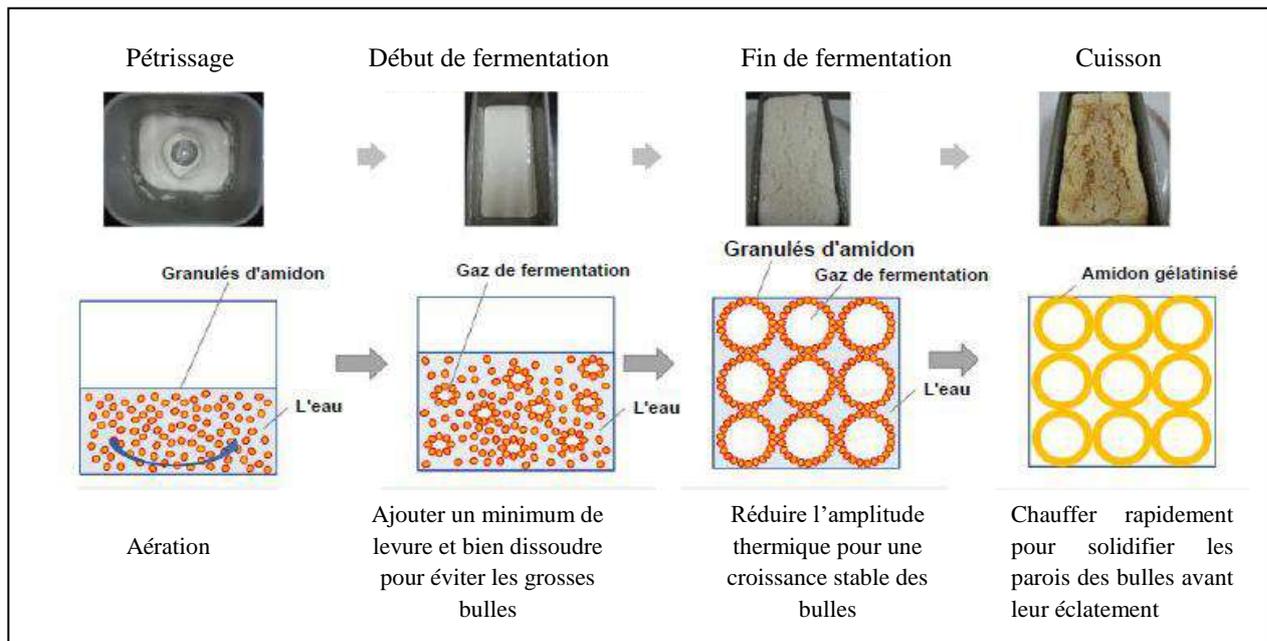


Figure 2. Etapes récapitulatives de panification sans gluten à base de farine de riz sans additifs (Yano, 2017 b et Yano, 2019).

1.2.3. Cuisson

En panification, la cuisson est une étape clé pour l'achèvement de la texture, la couleur et la saveur finale du pain. Au cours de cette étape, les cellules gazeuses se gonflent davantage sous l'effet de la chaleur, ce qui entraîne l'expansion de la pâte. De plus, les molécules d'amidon sont gélatinisées et la mie est construite. Simultanément, la croûte est formée, durcie puis brunie pour donner la couleur particulière du pain (Muzaffar *et al.*, 2021).

1.3. Qualité des pains sans gluten

En raison de l'absence du gluten, les caractéristiques technologiques et sensorielles du PSG sont inférieures que celles du pain conventionnel contenant du gluten (Ronda *et al.*, 2017). En effet, il se caractérise par un faible volume spécifique, une couleur de la mie et de la croûte plus claire, une texture friable, sèche et rugueuse, un taux de rassissement plus rapide ainsi qu'une durée de conservation plus courte que le pain conventionnel (Gallagher *et al.*, 2003 ; Conte *et al.*, 2019).

En outre, une autre préoccupation concernant le PSG est sa valeur nutritive. Selon Gallagher *et al.* (2004) et Martin *et al.* (2013), le PSG est principalement préparé avec d'amidons de diverses sources ou des farines SG raffinées, qu'ils manquent de divers macro et micronutriments essentiels nécessaires à une alimentation saine et équilibrée. En effet, le

PSG est caractérisé par une faible teneur en protéines, en fibres, en vitamines (particulièrement vitamines de groupe B) et en minéraux (fer, zinc, calcium).

1.4. Approches pour l'amélioration de la qualité des pains sans gluten

Des efforts considérables ont été déployés pour améliorer la qualité du PSG, en utilisant des ingrédients fonctionnels riches en nutriments, des fibres, des enzymes, des protéines, des additifs aux propriétés fonctionnelles similaires au gluten (Hydrocolloïdes, gommés) et diverses nouvelles technologies modernes (Capriles et Areas, 2014 ; Conte *et al.*, 2019).

En outre, des technologies telles que les traitements thermiques, la pré-gélatinisation (Marco et Rosell, 2008 ; Bourekoua *et al.*, 2016), les rayonnements microondes (Villanueva *et al.*, 2019), la germination (Cornejo *et al.*, 2014), l'extrusion (Martinez *et al.*, 2014), l'homogénéisation à haute pressions (Ozturk et Mert 2018a; Ozturk et Mert, 2018b) ont été également étudiées pour améliorer les caractéristiques technologiques, sensorielles et nutritionnelle du PSG.

Dans les deux prochaines parties de notre étude bibliographique, nous allons aborder deux nouvelles technologies en tant que traitements physiques appliqués aux farines SG pour améliorer la qualité des PSG, qui sont la technologie de l'Homogénéisation à Basses Pressions (HBP) et la Détente Instantanée Contrôlée (DIC).

Chapitre 2.

Technologie de l'Homogénéisation sous Pressions

Chapitre 2. Technologie de l'Homogénéisation sous Pressions

2.1. Définition

La technologie de l'Homogénéisation sous Pressions est un traitement physique non thermique basé sur l'application de pressions à un système liquide ou pâteux, permettant la réduction de la taille des particules solides dispersées dans ce système (Betoret *et al.*, 2012).

L'homogénéisateur sous pression, dispositif de traitement, est composé principalement d'une pompe volumétrique à haute pression et une tête (vanne) d'homogénéisation où le traitement se déroule principalement. Cette vanne d'homogénéisation est composée d'un siège annulaire, d'un clapet et d'un anneau de choc (Figure 3) (Yong *et al.*, 2021).

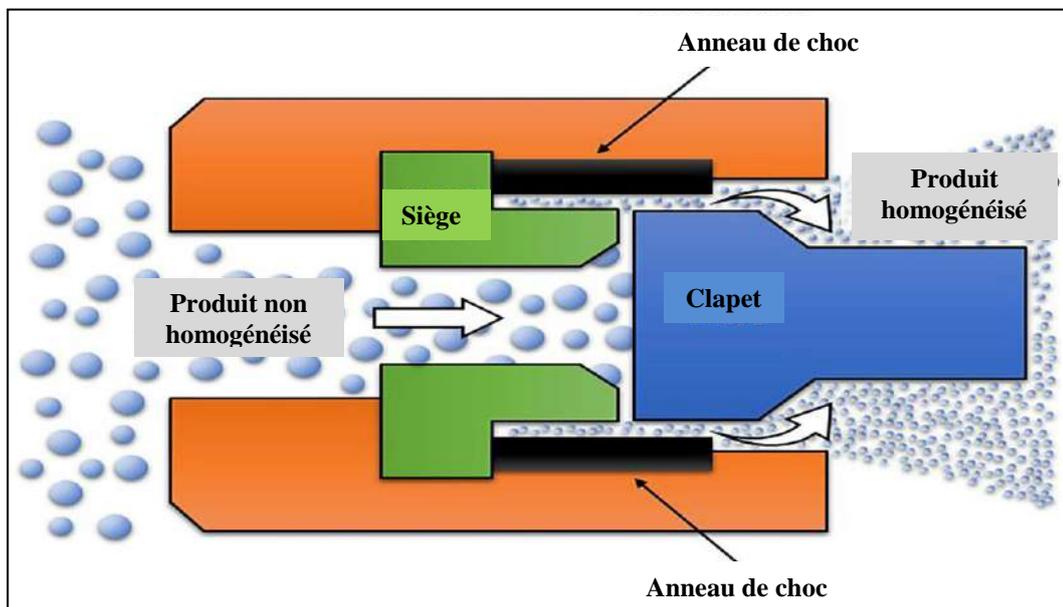


Figure 3. Schéma représentatif d'une vanne d'Homogénéisation sous Pressions (Yong *et al.*, 2021).

En effet, le traitement de l'Homogénéisation sous Pressions est un procédé purement mécanique qui consiste à forcer un fluide de passer à travers un orifice étroit de la vanne (tête) d'homogénéisation, provoquant des transformations d'énergie qui affectent directement les composants dissous, dispersés ou émulsifiés (Augusto *et al.*, 2018). Au niveau de cet orifice, le fluide subit des contraintes mécaniques telles que la cavitation, la turbulence, la collision et le cisaillement, affectant ainsi sa structure, ses propriétés et également celles de ses éléments constitutifs (particules, molécules, globules, gouttelettes, agrégats, granules) (Figure 4). En effet, la taille des particules de l'échantillon traité réduit et une distribution granulométrique plus homogène est obtenue (Martinez-Monteagudo *et al.*, 2017 ; Ozturk et Turasan, 2021).

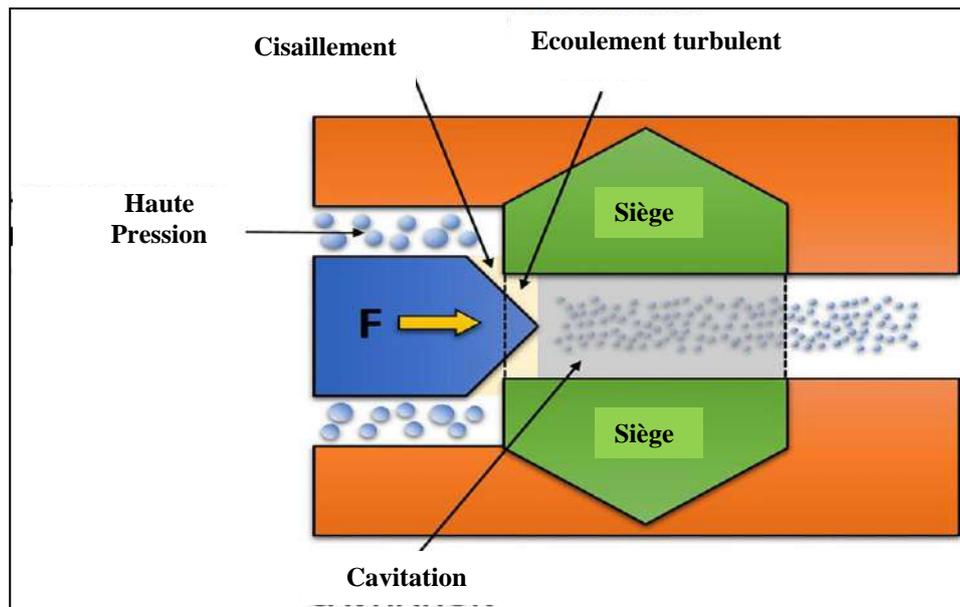


Figure 4. Schéma représentatif des contraintes mécaniques dans un fluide lors du traitement d'Homogénéisation sous Pressions (Yong *et al.*, 2021).

2.2. Classification

L'existence de vannes (tête) d'homogénéisation de différentes géométries a donné lieu à la conception des homogénéisateurs capables de fonctionner à différents niveaux de pressions. En effet, selon le niveau de pression appliqué lors du traitement, la technologie de l'Homogénéisation sous Pressions est appelée Homogénéisation à Basses (standard) Pressions (HBP) pour les pressions comprises entre 5 et 50 MPa, Homogénéisation à Hautes Pressions (HHP) pour les pressions comprises entre 100 et 200 MPa ou Homogénéisation à Ultra Hautes Pressions (HUHP) pour les pressions élevées comprises entre 250 et 400 MPa (Aguayo *et al.*, 2017; Mesa *et al.*, 2020).

2.3. Intérêts et avantages

Selon Mesa *et al.* (2020) et Yong *et al.* (2021), la technologie de l'Homogénéisation sous Pressions présente les avantages suivants :

- Elle permet d'augmenter la stabilité et l'homogénéité des mélanges (suspensions et émulsions) en raison de la réduction de la taille des particules dispersées;
- C'est une technologie verte, qui ne nécessite pas l'utilisation de solvants polluants lors de l'extraction des composés bioactifs;
- Elle nécessite un temps de traitement court et une faible consommation d'énergie;

- Elle améliore et préserve la qualité nutritionnelle et organoleptique des aliments, en plus du souci de la valorisation des déchets alimentaires;
- Elle permet d'augmenter le degré de digestibilité des aliments, provoquant ainsi une meilleure assimilation des principes nutritifs notamment pour les produits infantiles ou diététiques;
- Elle présente une forte décontamination, en particulier pour les jus de fruits et légumes.

2.4. Applications en Industrie Agro-Alimentaire

Les principales applications alimentaires de la technologie d'Homogénéisation sous Pressions dérivent de son effet sur la taille des particules, provoquant une répartition plus homogène des éléments fluides (particules, globules, gouttelettes, agrégats) et favorisant la libération des composants intracellulaires, également de son effet sur la structure et la configuration des composants chimiques tels que les polyphénols et les macromolécules telles que les glucides (fibres) et les protéines (également les micro-organismes et les enzymes) (Mesa *et al.*, 2020). En outre, certains chercheurs sont intéressés à l'utilisation de ce traitement physique pour la sécurité microbiologique et toxicologique des produits alimentaires (Mert, 2019).

2.4.1. Emulsification des produits laitiers

En Industrie Agro-Alimentaire, l'application de la technologie d'Homogénéisation sous Pressions a commencé avec les produits laitiers à la fin des années 1980 (Cook et Lagace, 1985; Paquin et Giasson, 1989). Elle a été appliquée sur le lait pour améliorer ses propriétés physiques (Strawbridge *et al.*, 1995; Dalglish *et al.*, 1996; Kumar *et al.*, 2019), ainsi que pour la production d'une gamme des produits laitiers de meilleure qualité nutritionnelle et organoleptique, tels que le yaourt (Ciron *et al.*, 2011; Demirkesen *et al.*, 2018), le fromage (Tunick *et al.*, 2000, Zamora *et al.*, 2007) et les crèmes glacées (Olson *et al.*, 2004).

2.4.2. Préservation et amélioration de la qualité des jus de fruits et légumes

De nombreuses études ont montré que l'application de l'Homogénéisation sous Pressions a affecté positivement les propriétés physiques, rhéologiques et organoleptiques de divers jus de fruits (jus de mandarine (Betoret *et al.*, 2017); jus de pomme (Patrignani *et al.*, 2020)) et de légumes (jus de carotte (Patrignani *et al.*, 2009), jus de tomate (Kubo *et al.*, 2013); ketchup (Mert, 2012), en favorisant la libération des composants intracellulaires et augmentant et améliorant ainsi la bioaccessibilité des composés bioactifs (Mesa *et al.*, 2020, Salehi, 2020).

D'autre part, des études ont montré l'utilisation de cette technologie pour l'inactivation enzymatique et microbienne dans les jus de fruits, comme une alternative aux processus thermiques, provoquant ainsi une préservation de leur qualité organoleptique et une prolongation de leur durée de conservation (jus de banane (Calligaris *et al.*, 2012), jus de mangue (Guan *et al.*, 2016) et jus de pomme (Patrignani *et al.*, 2020)).

2.4.3. Modification de structure et des propriétés des macromolécules

Le traitement d'Homogénéisation sous Pressions a été également utilisé pour modifier la structure de nombreuses macromolécules alimentaires et améliorer leurs propriétés physico-chimiques et fonctionnelles (Ozturk et Turasan, 2021), telles que les protéines (protéine d'arachide (Dong *et al.*, 2011), protéine de soja (Shen et Tang, 2012; Song *et al.*, 2013; Liu et Kuo, 2016), protéine de lactosérum (Koo *et al.*, 2018) et protéine de farine de grain d'olive (Ge *et al.*, 2021) et les amidons (amidon de manioc (Kasemwong *et al.*, 2011), amidon de riz (Li *et al.*, 2018), amidons de pois chiches et de lentilles (Bitik *et al.*, 2019), amidon de graines de lotus (Zheng *et al.*, 2020).

2.5. Applications en Industrie Céréalière

Selon Mert (2019), la technologie d'Homogénéisation sous Pressions a été utilisée en Industrie Céréalière principalement pour produire de fibres alimentaires à base du son de diverses sources, pour modifier la structure des amidons ainsi que pour produire des produits de boulangerie (biscuit, gâteau, pain ordinaire et pain sans gluten).

2.5.1. Production de fibres alimentaires à base du son de différentes céréales

Les sons de céréales, principaux sous-produits de la mouture de grains, ont reconnus pour leur richesse en fibres alimentaires, vitamines, minéraux, antioxydants et autres composés phytochimiques (Mert, 2019). De nombreuses études ont été menées sur l'utilisation de processus d'Homogénéisation à hautes Pressions (HHP) pour produire de fibres alimentaires à base du son de différentes céréales.

Wang *et al.* (2012) ont étudié l'effet de l'HHP sur les caractéristiques physico-chimiques du son de blé. Ils ont montré que ce traitement a réduit considérablement la taille des particules et la densité apparente de ces fibres, par conséquent, les propriétés d'hydratation (capacité de rétention d'eau (CRE) et le volume de gonflement (VG)), la capacité de rétention de l'huile (CRH) et la capacité d'échange de cations (L'importance physiologique des fibres

alimentaires haute capacité d'échange de cations indique leur capacité à piéger, déstabiliser et désintégrer l'émulsion lipidique et donc leur capacité à réduire la diffusion et l'absorption des lipides ainsi que du cholestérol) ont été augmentées. En plus, une observation microscopique a indiqué que les composants structuraux du son de blé traité par HHP ont été séparés que ceux de l'échantillon non traité.

D'autre part, l'effet de l'HHP sur la capacité antioxydante des composés phénoliques du son de blé a été investiguée par Wang *et al.* (2013 a). Leur résultat a indiqué que ce traitement a augmenté la surface spécifique des particules de son de blé et que les composés phénoliques internes piégés dans la matrice fibreuse ont été exposés à la surface, en effet, la capacité antioxydante de ces composés phénoliques du son de blé a été améliorée après traitement.

Mert *et al.* (2014) ont utilisé l'HHP en tant que processus de broyage pour étudier son effet sur les propriétés du son de blé. Leurs résultats ont montré que ce traitement physique conduit à une distribution plus homogène de particules du son de blé avec la formation d'une structure fibreuse hautement ramifiée et finement séparée avec une plus grande surface spécifique (Figure 5). Ce changement dans la structure du son de blé a entraîné une amélioration de sa CRE, en plus de la libération des composés phénoliques internes, augmentant ainsi sa teneur en phénols libres.

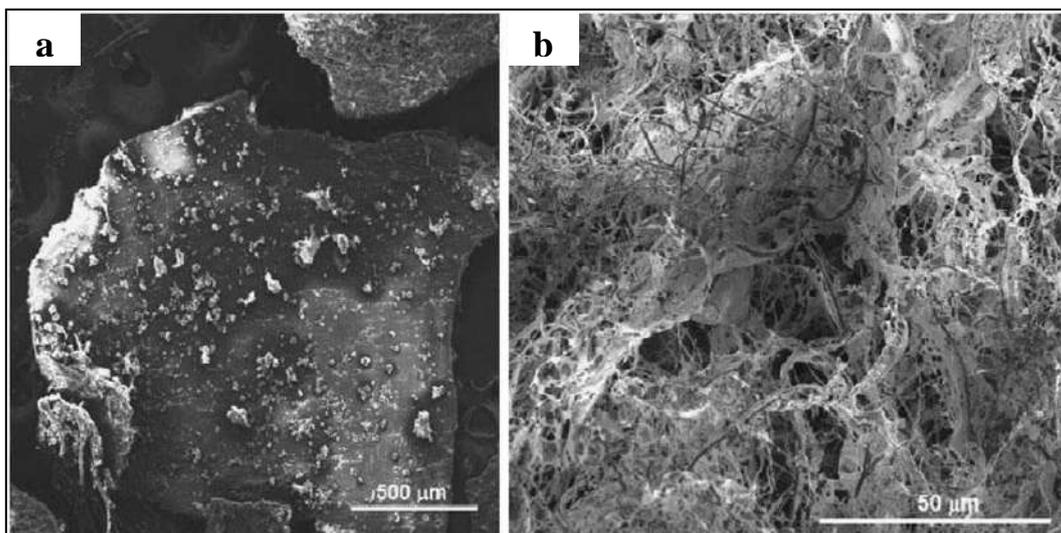


Figure 5. Micrographies des échantillons du son de blé témoin (a) et du son de blé traité par Homogénéisation à Haute Pressions (Mert *et al.*, 2014).

Wang *et al.* (2013 b) ont étudié l'effet de l'HHP sur la microstructure et les propriétés physicochimiques du son de maïs. Ils ont rapporté que ce processus a diminué efficacement la

taille des particules du son de maïs, par conséquent, il a modifié considérablement leur microstructure en augmentant significativement sa surface spécifique et sa porosité. En plus, ces auteurs ont montré que les propriétés d'hydratation (CRE et le VG), la CRH et la capacité d'échange cationique du son de maïs homogénéisé ont été améliorées par rapport à celui non traité.

En outre, He *et al.* (2016) ont étudié l'effet de traitement de l'HHP sur les propriétés physicochimiques et antioxydantes du son de maïs. Leur résultat a indiqué que l'augmentation de niveau de pression d'homogénéisation a augmenté significativement la CRE, le VG, la teneur en composés phénoliques et le piégeage des radicaux DPPH, alors qu'une pression relativement faible s'est avérée prometteuse pour la CRH. Cependant, une relation linéaire négative de ces propriétés du son de maïs homogénéisé a été observée avec le nombre de passages.

Ainsi, Wang *et al.* (2018 b) ont étudié l'effet de l'HHP sur les propriétés physicochimiques de fibres alimentaires insolubles du son de riz (CRE, CRH, capacité d'échange cationique et capacité de charge négative totale) et sur la capacité d'adsorption des ions plomb (Pb(II)), du cholestérol et du cholate de sodium. Leurs résultats ont indiqué que ce traitement a changé la morphologie des fibres alimentaires insolubles mais n'a pas modifié sa structure primaire. En plus, ces fibres traitées par l'HHP avaient une plus grande capacité d'adsorber le cholestérol et le cholate de sodium. En outre, ils ont observé que l'adsorption de Pb(II) se produisait sur la surface des particules de fibres en fonction de leur structure et leurs propriétés physico-chimiques. Ainsi, les auteurs ont indiqué une approche réalisable d'amélioration de la capacité de fibres alimentaires insolubles du son de riz d'adsorber le Pb(II) par HHP.

2.5.2. Modification de la structure des amidons

Les polysaccharides, en particulier l'amidon, sont couramment utilisés comme stabilisants, gélifiants et épaississants dans l'Industrie Agro-Alimentaire. Cependant, ils présentent des inconvénients, notamment une faible solubilité, une forte tendance à la rétrogradation et une faible résistance à la chaleur, qui doivent être améliorés pour être utilisés dans les formulations de produits alimentaires (Ozturk et Turasan, 2021).

Certaines études ont été menées sur la modification de la structure et la rhéologie des amidons par le traitement d'HHP pour créer de nouvelles propriétés fonctionnelles telles

qu'une faible température de gélatinisation, un degré de gonflement et des propriétés de viscosité plus élevés et une meilleure solubilité (Mert, 2019).

Augustin *et al.* (2008) ont étudié l'effet de l'HHP sur une suspension d'amidon résistant (riche en amylose d'amidon de maïs avec 58 % d'amidon résistant) dans l'eau préalablement chauffée (121°C/60 min) et soumise à un cisaillement avec un mélangeur à cisaillement élevé. Leurs résultats ont montré que la combinaison de procédé de traitement de l'amidon résistant et le processus d'HHP a permis de créer un nouvel ingrédient fonctionnel d'amidon résistant avec une viscosité et une CRE élevées.

Kasemwong *et al.* (2011) ont utilisé la technologie de l'HHP pour modifier les granules d'amidon de manioc, ainsi pour étudier son effet sur la structure et les propriétés thermiques de suspension d'amidon de manioc dans l'eau. Leurs résultats ont montré que ce traitement a partiellement gélatinisé les granules d'amidon de manioc, provoquant ainsi la formation d'un gel. En plus, l'HHP a entraîné une diminution significative de l'enthalpie de fusion de l'amidon de manioc, selon les propriétés thermiques.

Meng *et al.* (2014) ont examiné l'effet de l'HHP sur les complexes entre l'amidon et différentes catégories d'acides gras. Ils ont rapporté que les lipides, connus par leur faible dispersivité dans une dispersion d'amidon due à leur faible solubilité dans l'eau, peuvent être dispersés uniformément dans une dispersion d'amidon préalablement homogénéisé à haute pression. En effet, l'effet combiné des conditions de traitement par HHP (une pression élevée, une force mécanique intense de cisaillement, de turbulence et de cavitation) a entraîné la libération de l'amylose des granules d'amidon gonflés et désintégrés.

Wang *et al.* (2018 a) ont montré que l'application de la technologie d'HHP sur l'amylose de riz isolé a modifié ses caractéristiques de surface, donnant ainsi une taille de particule plus uniforme et que la pression 100 MPa était suffisante pour détruire complètement sa structure cristalline et modifier ses interactions avec d'autres molécules. En plus, Duan *et al.* (2017) ont rapporté que la modification de l'amylose de riz par l'HHP permet une amélioration considérable de ses propriétés physicochimiques et rhéologiques, ce qui peut servir d'utiliser cette technologie dans le développement de l'industrie d'amidons modifiés.

Li *et al.* (2018) et Li *et al.* (2019) ont étudié l'effet de l'HHP sur les propriétés de l'amidon de riz. Ils ont rapporté des modifications de la morphologie et de la cristallinité de l'amidon de riz homogénéisé à haute pression (diminution de degré de cristallinité), des

améliorations des propriétés rhéologiques (température de gélatinisation plus faible et viscosité maximale plus élevée), ainsi qu'une améliorations de l'activité émulsifiante et de la stabilité de l'émulsion.

2.5.3. Production de produits de boulangerie

D'après Mert (2019), les bénéfices fonctionnels de sons de céréales ont été souligné dans de nombreuses études menées sur les produits de boulangerie.

Mert *et al.* (2014) ont étudié l'effet de l'incorporation de fibres du son de blé homogénéisé à haute pression sur les propriétés rhéologiques de pâte à gâteau et sur la qualité finale de gâteau obtenu. Leurs résultats des propriétés rhéologiques ont révélé que l'augmentation de la surface des fibres du son de blé homogénéisé a permis la formation d'une matrice fibreuse solide donnant des pâtes avec des valeurs d'indice de consistance, d'élasticité et de module viscoélastique plus élevées. En effet, le produit de gâteau résultant avait une texture plus ferme, une faible cohésion et une structure compacte que le témoin à base de fibres non traitées. Par conséquent, ils ont suggéré que l'HHP peut être utilisée comme une nouvelle technologie de broyage pour produire des produits fibreux avec des propriétés physiques améliorées et que le son de blé homogénéisé pourrait également être utilisé comme ingrédient fonctionnel alternatif dans les produits de boulangerie.

Egalement, le son de blé traité par HHP a été utilisé dans les formulations de biscuits. Erinc *et al.* (2018) ont étudié l'effet de l'utilisation de fibres du son de blé de différentes granulométries; fibres courtes (homogénéisées à haute pression), moyennes (broyées avec un broyeur colloïdal) et longues (non broyées), comme mimétique de la matière grasse pour les formulations de biscuits. Ils ont rapporté que la CRE de fibres homogénéisées à haute pression était supérieure à celle de fibres broyées et non broyées. Par conséquent, les fibres du son de blé ayant différentes CRE ont été comparées pour leur fonctionnalité en tant que mimétique de matière grasse. Leurs résultats ont révélé que les fibres de son de blé homogénéisées à haute pression et celles broyées sont avérées plus favorables en terme des propriétés viscoélastiques de la pâte, alors que les fibres longues non broyées ont montré une amélioration de propriétés texturales de la pâte et celle des paramètres de qualité des biscuits obtenus. En effet, ils ont conclu que bien que l'utilisation de ces fibres du son de blé dans la production des biscuits à faible teneur en matière grasse s'est avérée appropriée en terme de maniabilité de la pâte, mais la réduction de la taille de ses particules a donné des biscuits plus durs avec un taux d'étalement plus faible.

D'autre part, la peau de noisette est souvent considérée comme un déchet par l'Industrie Agro-Alimentaire même s'il s'agit d'un sous-produit précieux et une source riche en composants antioxydants naturels. Des études réalisées par Cikrikci *et al.* (2016) et Yildiz *et al.* (2016) ont été menées sur l'utilisation de la peau de noisette broyée (broyage à marteaux et broyage à boulets) et homogénéisée à haute pression comme ingrédient alimentaire fonctionnel dans les gâteaux et les biscuits. Leurs résultats ont montré que la structure enchevêtrée de la peau de noisette homogénéisée à haute pression a donné des pâtes avec des valeurs d'indice de consistance, d'élasticité et de module viscoélastique beaucoup plus élevées que ceux contenant la peau de noisette broyée de manière conventionnelle. En plus, les produits de boulangerie obtenus ont présenté une dureté plus élevée, une structure de mie plus fine, une couleur plus foncée, une activité d'eau plus faible (Ce traitement peut être appliquée pour incorporer plus d'eau dans les produits de boulangerie sans avoir de façon inacceptable forte activité d'eau) et une durée de conservation plus longue. En effet, ils ont suggéré que ce traitement peut être appliquée comme une nouvelle technologie de broyage pour produire des échantillons fibreux de la peau de noisette avec des meilleures propriétés physiques, qui pourraient être potentiellement utilisées dans les produits de boulangerie.

❖ *Panification sans gluten*

Le procédé d'HHP a également été appliqué pour modifier et améliorer les propriétés fonctionnelles de différents ingrédients utilisés en panification sans gluten, ainsi que de créer des alternatives pour répondre aux besoins nutritionnels des patients coeliaques.

Récemment, Ozturk et Mert (2018 a) (2018 b) ont présenté le potentiel de la technologie d'HHP en tant que processus à valeur ajoutée pour la farine de gluten de maïs, qui est souvent utilisée en alimentation animale et donc elle est sous-utilisée dans l'industrie alimentaire. Ils ont cherché à améliorer la CRE de cette farine et à étudier la possibilité d'utiliser ce sous-produit riche en zéine comme ingrédient principal dans les formulations de PSG, en déterminant son effet sur les propriétés rhéologiques de pâte et sur la qualité finale de PSG. Leurs résultats ont montré que le traitement d'HHP a conduit à une surface spécifique plus élevée de la farine en désintégrant les grosses molécules en fragments de petite taille, en effet cette nouvelle structure est devenue compatible pour être utilisée en panification SG en surmontant la nature hydrophobe. En plus, ces échantillons homogénéisés ont présenté une distribution granulométrique plus homogène, une meilleure CRE et stabilité que les échantillons non traités. Basant sur les mesures rhéologiques de pâte à PSG, les échantillons

homogénéisés ont présenté des valeurs de modules plus élevées par rapport à ceux non traités. Pour la qualité finale des PSG, l'HHP a amélioré le volume spécifique de PSG, a fourni une couleur de mie jaune plus vive et plus brillante due à une diminution de la taille de particules. En plus, ce traitement a amélioré la texture de la mie, en diminuant sa dureté et augmentant sa cohésion et son élasticité, qui sont des caractéristiques recherchées en panification.

Chapitre 3.

Technologie de la Détente

Instantanée Contrôlée

Chapitre 3. Technologie de la Détente Instantanée Contrôlée

3.1. Définition

La technologie de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC) est un procédé thermomécanique basé sur la théorie de la thermodynamique instantanée, appliqué aux produits thermosensibles via des traitements haute température/haute pression et de courte durée (Allaf et Allaf, 2013). Ainsi, le procédé DIC consiste à soumettre des matrices alimentaires biologiques à des traitements sous pression de vapeur saturante de 100 à 900 kPa pendant quelques secondes, suivis d'une chute brusque contrôlée de pression à une vitesse supérieure à 500 kPa par seconde ; cela conduit à un vide final de pression absolue de 10 à 5 kPa, nettement inférieur à 101,325 kPa (pression atmosphérique). En effet, la DIC déclenche l'autovaporisation instantanée de l'eau, le refroidissement rapide des produits biologiques, l'expansion et la création de cellules dans la matrice (Allaf et Allaf, 2013).

3.2. Intérêt et avantages

Selon Allaf et Allaf (2013), Allaf *et al.* (2014) et Pech-Almeida *et al.* (2021), la DIC présente les avantages suivants :

- Elle offre une nouvelle façon d'élargir les matrices biologiques dans les opérations de séchage, en réduisant le temps de séchage et la consommation d'énergie, et améliorant l'expansion de la microstructure et la qualité globale des produits séchés ;
- Elle améliore la cinétique d'extraction des composants (des huiles essentielles, des huiles végétales et des composants antioxydants) en assurant une meilleure pénétration du solvant et une solubilisation des molécules lors de l'opération d'extraction. De plus, elle améliore la qualité globale des produits finaux en réduisant la dégradation thermique;
- Grâce à l'effet thermomécanique, elle garantit des résultats d'une grande pertinence d'élimination/destruction des micro-organismes tant sous forme végétative que sporulée;
- Dans les opérations de purification, elle est efficace dans les processus de désodorisation et de désolvation, avec des résultats intéressants sur la réduction des molécules non nutritionnelles et allergènes.

3.3. Applications en Industrie Agro-Alimentaire

La technologie de la DIC utilise une température et une pression de vapeur saturée élevée avec une courte durée de traitement pour fournir une nouvelle façon d'élargir les matrices biologiques, d'améliorer le séchage, de décontaminer et d'extraire les composés

biologiquement actifs (Pech-Almeida *et al.*, 2021). En effet, les principales applications de cette technologie dans la transformation des aliments sont les suivantes :

3.3.1. Séchage des aliments

Depuis 1988, le traitement DIC couplé au séchage à l'air convectif a montré l'importance de la modification bien contrôlée de la texture du produit séché pour éviter le problème de rétrécissement, qui est le plus gênant lors de séchage conventionnel des aliments. Ce couplage a été nommé «Swell-drying : Séchage par gonflement» qui consiste généralement en une première étape de préséchage par flux d'air jusqu'à une teneur en eau déterminée (entre 0,20 g et 0,50 g H₂O/g de solide) ; suivie d'une étape de texturation DIC (100-900 kPa/ quelques secondes, suivie d'une chute brusque contrôlée de pression) ; et une étape finale de séchage à l'air (une teneur en eau finale de 0,05 g H₂O/g de solide) (Pech-Almeida *et al.*, 2021).

3.3.1.1. Séchage des fruits et légumes

• Séchage des fruits

L'un des fruits séchés par gonflement (DIC) les plus étudiés a été la pomme (*Malus domestica*). L'étude de Mounir *et al.* (2011) a montré une réduction de temps de séchage et une amélioration de la cinétique de séchage de la poudre de granules de pomme texturée par DIC par rapport à celle non texturée. De plus, Gao *et al.* (2017) ont étudié l'effet de séchage par gonflement sur le brunissement des tranches de pomme. Ils ont prouvé que ce processus contribuait à une diminution de l'activité de polyphénol oxydase (PPO) responsable de brunissement des pommes fraîches. Xiao *et al.* (2018) ont étudié l'effet de la texturation DIC sur les caractéristiques des polysaccharides de la paroi cellulaire des tranches de pomme et leur relation avec la texture. Leur résultat a montré qu'il est possible d'obtenir des chips de pomme avec une texture croustillante et une excellente microstructure. D'autre part, Li *et al.* (2021) ont indiqué que l'effet d'expansion de la DIC a développé une texture croustillante des cubes de pomme.

D'autre part, Setyoprato *et al.* (2012) ont étudié l'effet de séchage par gonflement sur la cinétique de déshydratation, la capacité de rétention de l'eau (CRE), la capacité de rétention de l'huile (CRH) et les caractéristiques nutritionnelles des bananes (*Musa paradisiaca*). Leurs résultats ont montré que la texturation DIC a augmenté la diffusivité efficace d'eau et la CRE et diminué la CRH des échantillons texturés. En plus, ce traitement a inhibé la transformation de l'amidon de banane en sucre réduit.

Nouviaire *et al.* (2001) et Alonzo-Macías *et al.* (2014) ont étudié l'effet de la texturation DIC sur les tranches des fraises. Les résultats obtenus ont montré que la DIC a réduit le temps de séchage et augmenté le taux d'expansion des échantillons traités par rapport à ceux non traités. Egalement, les échantillons texturés ont présenté un comportement croustillant élevé. De plus, Alonzo-Macías *et al.* (2013) ont montré que la DIC a permis le développement de snacks à la fraise avec un comportement croustillant élevé et une préservation des molécules bioactives (phénols, flavonoïdes, anthocyanes) et une activité antioxydante élevée.

Le séchage par gonflement a été également appliqué pour développer des collations et des poudres de granulés expansés à partir de dattes Zaghoul (*Phoenix dactylifera* L.) (Mounir *et al.*, 2020). Le traitement DIC a augmenté le taux d'expansion et l'intensité de la couleur des échantillons. De même, la dureté, l'élasticité, la cohésion et la mastication de ces derniers étaient inférieures par rapport à ceux séchés à l'air convectif.

• Séchage des légumes

Nguyen *et al.* (2014) ont étudié l'impact de la DIC sur la cinétique de séchage et certaines propriétés physiques des carottes séchées. Les résultats ont montré que la texturation DIC a diminué le temps de séchage et la densité apparente des échantillons traités, mais augmenté leur porosité, leur expansion absolue et leur diffusivité effective de l'eau. D'autre part, Peng *et al.* (2019) ont étudié le rôle de la texturation DIC sur les polysaccharides pectiques de la paroi cellulaire de la carotte. Leur étude a montré que les caractéristiques de ces polysaccharides affectent significativement le taux d'expansion et les propriétés texturales des carottes séchées par gonflement.

Le séchage par gonflement a été également étudié sur la pomme de terre (*Solanum tuberosum*). Louka *et al.* (2002) ont montré que la texturation DIC a réduit le temps de séchage des morceaux de pommes de terre et augmenté significativement leur taux d'expansion. En outre, Iguedjtal *et al.* (2008) ont étudié les isothermes de sorption de pomme de terre séchée par gonflement. Ils ont rapporté que les échantillons traités par DIC avaient une faible activité de l'eau (A_w) montrant ainsi une forte stabilité et une longue durée de conservation.

Louka *et al.* (2004) ont également étudié l'effet de séchage par gonflement sur la tomate (*Solanum lycopersicum*). Leurs résultats ont montré que la texturation DIC permet d'une part le développement d'aliments instantanés comme les soupes, due à la formation d'une

structure pâteuse des tranches de tomate séchées après leur réhydratation, et d'autre part une bonne préservation des composés phénoliques totaux et de la capacité antioxydante de ces tranches de tomate.

Pour les oignons, une étude réalisée par Louka *et al.* (2004) a montré que les oignons séchés par gonflement (DIC) étaient trois fois plus expansés que ceux séchés à l'air convectif, avec une couleur parfaitement maîtrisée (blanche, jaunâtre, dorée, brune, caramélisée). En plus, Mounir *et al.* (2011) ont rapporté que ce traitement a amélioré la cinétique de séchage des tranches d'oignons avec une réduction de temps de séchage ainsi qu'une réduction de la contamination microbienne.

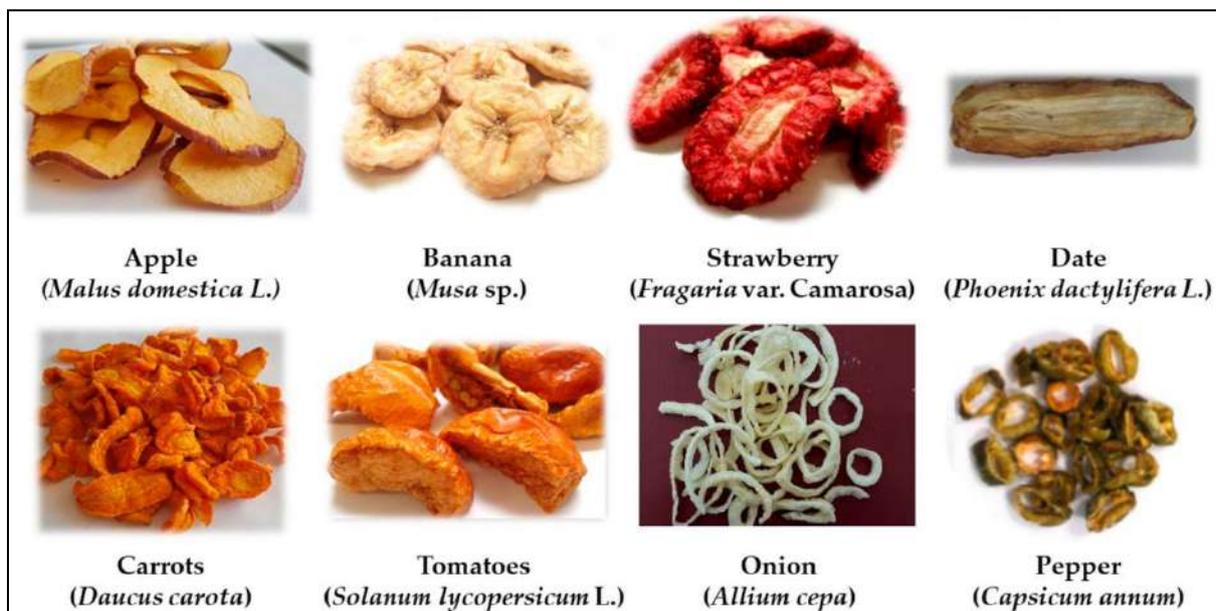


Figure 6. Exemples de produits de fruits et légumes séchés par DIC (Pech-Almeida *et al.*, 2021).

3.3.1.2. Séchage des céréales

Zarguili *et al.* (2006) ont étudié l'effet de la DIC, en appliquant différentes pressions et temps, sur les propriétés de gélatinisation de l'amidon de maïs. Ils ont montré que les deux facteurs, pression et temps, ont augmenté la gélatinisation de l'amidon de maïs. D'autre part, Maache-Rezzoug *et al.* (2009) et (2010) ont constaté que la valeur de l'enthalpie des amidons de céréales traitées par DIC (amidon de maïs standard, de maïs cireux, de pomme de terre et de blé) a été diminuée lorsque le traitement était plus dur. En plus, il y avait une corrélation positive de la pression et du temps avec l'augmentation des températures de transition, la gélatinisation et l'augmentation de la sensibilité à l'hydrolyse enzymatique de ces amidons.

Egalement, la DIC a été appliquée pour le séchage de riz (*Oryza sativa*). Pilatowski *et al.* (2010) ont rapporté que l'application de la DIC comme un traitement post-récolte de riz paddy a montré une certaine gélatinisation de l'amidon, une réduction de temps de séchage et une préservation remarquable des grains de riz contre les ruptures et les dommages en augmentant le rendement en grains blancs entiers et diminuant le taux de grains cassés. De plus, Allaf et Allaf (2013) et Chakraborty *et al.* (2019) ont indiqué que la DIC a modifié la cinétique de séchage de riz et son profil sensoriel. En effet, elle a amélioré la tendreté de riz en diminuant le temps de cuisson, préservé ses propriétés aromatiques à longue durée et prolongé sa conservation pendant plusieurs années grâce à l'élimination totale des charançons.

Yagci (2016) a évalué l'effet de la texturation DIC sur certaines propriétés physicochimiques et nutritionnelles des produits de collations au blé soufflé (*Triticum spp.*). Leur résultat a montré que l'augmentation de pression et de temps de traitement par DIC a amélioré l'expansion et les caractéristiques sensorielles des grains de blé texturés que ceux non texturés.

3.3.1.3. Séchage des aliments d'origine animale

La texturation DIC a été également appliquée aux produits d'origine animale tels que le lait, le fromage, les œufs et la viande de poulet (Pech-Almeida *et al.*, 2021).

Mounir *et al.* (2010) ont évalué l'impact de traitement DIC sur certaines caractéristiques physicochimiques de la poudre de lait. Leurs résultats ont montré une amélioration de la fonctionnalité du lait en poudre en termes de mouillabilité, de solubilité et de dispersibilité. D'autre part, l'étude de Boughellout *et al.* (2015) a montré que le traitement DIC a augmenté l'allergénicité des protéines de caséine bovine alors qu'elle a réduit celle de protéines de lactosérum.

Mounir *et al.* (2011) et El Zahar *et al.* (2015) ont évalué l'impact de la DIC sur les caractéristiques de fromage. Leurs résultats ont montré que le traitement DIC a amélioré la qualité fonctionnelle de fromage, donnant une poudre de fromage en granulés expansés avec une porosité et une surface spécifique élevée et une faible densité apparente.

Egalement, Mounir *et al.* (2012) et Mounir (2015) ont rapporté l'utilisation de la DIC comme nouveau prétraitement de poulet fraîche pour développer une texture nouvellement expansée sur la viande séchée. Leurs résultats ont montré que la DIC a augmenté le taux

d'expansion de la viande de poulet, intensifié sa cinétique de séchage et amélioré sa CRE. Après broyage, les échantillons traités ont montré des propriétés fonctionnelles plus élevées grâce à sa nouvelle microstructure expansée.

D'autre part Mounir *et al.* (2018) ont étudié l'effet de la DIC sur les différentes propriétés physicochimiques des produits à base d'œufs. Ils ont montré que les poudres d'œufs texturées par DIC ont présenté une meilleure qualité fonctionnelle (meilleure densité apparente, porosité, capacité d'absorption d'eau et de l'huile, capacité émulsifiante et moussante) que celles non texturées.

3.3.2. Extraction des composants alimentaires

La technologie de la DIC a été largement explorée comme alternative pour extraire de nombreux composés d'intérêt tels que les huiles essentielles, les antioxydants, les huiles végétales et même la rendre appropriée pour l'élimination des substances potentiellement nocives et toxiques de la matière première (Pech-Almeida *et al.*, 2021).

3.3.2.1. Extraction des huiles essentielles

De nombreuses études ont été menées sur l'utilisation de la DIC pour l'extraction des huiles essentielles de différentes plantes. Rashidi *et al.* (2018), Feyzi *et al.* (2017), Berka-Zougali *et al.* (2012), Besombes *et al.* (2010) et Allaf *et al.* (2013) ont utilisé la DIC pour l'extraction des huiles essentielles à partir d'Hysope (*Hyssopus officinalis*), graines de Bunium persicum, myrte (*Myrtus communis* L.), Lavande Grosso (*Lavandula intermedia* var. Grosso) et des écorces d'orange (*Citrus sinensis*), respectivement. Les résultats de ces études ont montré que le traitement DIC était un processus rapide et efficace pour l'augmentation de rendement d'extraction des huiles essentielles de meilleure qualité à partir de diverses plantes aromatiques utilisées.

En effet, la technologie de la DIC s'est avérée être un processus vert et durable. Cette technologie en tant que processus de prétraitement/texturation intensifie considérablement les interactions solide-fluide grâce à une porosité plus élevée de la matrice solide. Donc, une telle texturation permet au produit d'éliminer l'eau interne et d'augmenter le transfert de solvant. Ces modifications se traduisent par une augmentation de la diffusivité de l'eau et des solvants au sein de la matrice solide (Pech-Almeida *et al.*, 2021).

3.3.2.2. Extraction de composants antioxydants

La DIC pourrait être un excellent moyen de sécher les aliments tout en préservant les antioxydants. Plusieurs études ont été menées sur l'application de la DIC pour extraire des molécules bioactives. Ben Amor *et al.* (2009) ont étudié l'effet de la DIC sur la cinétique d'extraction des anthocyanes de la fleur d'hibiscus. Ils ont révélé que grâce à l'augmentation de l'alvéolation des tissus déclenchée par la DIC, le rendement d'extraction et la diffusivité effective des anthocyanes ont été améliorés. En plus, Louati *et al.* (2019), Ranjbar *et al.* (2016) et Mkaouar *et al.* (2016) ont étudié l'effet de la texturation DIC sur l'extraction des composés phénoliques d'écorces d'orange, de pelure de grenade et des feuilles d'olivier, respectivement. Ils ont rapporté que le traitement DIC a augmenté l'efficacité d'extraction des composés phénoliques grâce à une structure plus poreuse avec une meilleure capacité antioxydante. D'autre part, la DIC a été appliquée par Wang *et al.* (2014) pour induire des changements de texture du thé vert. Ils ont indiqué que la DIC a montré un meilleur comportement d'infusion des polyphénols et des acides aminés du thé après une rupture cellulaire appropriée lors de traitement.

3.3.2.3. Extraction des huiles végétales

La technologie de la DIC est apparue comme une excellente technique pour modifier la structure cellulaire et améliorer l'extraction des matières huileuses.

Allaf *et al.* (2014) ont rapporté que la DIC appliquée aux graines de colza a modifié leur structure et amélioré ainsi le rendement d'extraction de l'huile par rapport aux graines non traitées. En plus, Bouallegue *et al.* (2016), Bouallegue *et al.* (2020), Jablaoui *et al.* (2020) et Zeaiter *et al.* (2019) ont appliqué un traitement DIC aux plusieurs graines oléagineuses, aux graines de soja et aux graines de tournesol, respectivement. Les résultats de ces études ont montré que le traitement DIC était un processus d'extraction rapide qui a déclenché une amélioration de la cinétique et de rendement d'extraction avec une préservation de la qualité des huiles extraites.

3.3.3. Sécurité Alimentaire

Le traitement DIC a eu un impact positif sur la sécurité microbienne et chimique des aliments. Diverses études ont montré que les mécanismes thermomécaniques de la DIC peuvent inactiver efficacement les bactéries végétatives et sporulées. De plus, ce traitement a

réduit les allergènes dans les produits alimentaires tels que les lupins, les pistaches et les noix (Pech-Almeida *et al.*, 2021).

3.3.3.1. Décontamination microbienne

Setyoprato *et al.* (2009) ont étudié l'effet de la DIC sur la décontamination de la farine de manioc. Ils ont rapporté que ce traitement réduisait considérablement la teneur initiale de la matière première en bactéries. De plus et selon Albitar *et al.* (2011), les oignons séchés par gonflement (DIC) ont également présenté une décontamination importante que ceux non traités. D'autre part, l'étude de Debs-Louka (2000) a montré que la DIC a déclenché une destruction des spores de *Bacillus stearothermophilus*. Il est important d'indiquer que plus la quantité de vapeur générée dans la cellule est élevée et plus le temps de chute de pression est court, plus la décontamination est efficace.

3.3.3.2. Réduction des allergènes

Des études réalisées par Cuadrado *et al.* (2011), Guillamón *et al.* (2008) et Vicente *et al.* (2020) sur l'effet de la DIC sur l'allergénicité des protéines d'haricots, de pois chiches, d'arachides, de lentilles, de soja, des graines de lupin et des fruits à coque, tels que la pistache et la noix de cajou ont montré que plus le traitement DIC est sévère (combinaison de chaleur et de vapeur), meilleurs sont, les résultats pour éliminer l'allergénicité globale *in vitro*. D'autre part, Mahroug *et al.* (2020) ont étudié l'effet de la DIC sur les propriétés chimiques, fonctionnelles et immunologiques de la poudre de gluten de blé. Ils ont rapporté que le traitement DIC a donné au gluten une structure plus rigide et modifié ainsi ses propriétés fonctionnelles. Concernant l'immunoréactivité du gluten, ils ont indiqué qu'elle dépend du patient ; cependant, elle a été augmentée.

3.3.4. Réduction des composés anti-nutritionnels

Pedrosa *et al.* (2012) ont étudié l'effet de la DIC sur les composés anti-nutritionnels de soja, de lupin, de lentille, de pois chiche et d'arachide. Leur résultat a montré une réduction significative de tous les composés anti-nutritionnels des légumineuses évaluées. De plus, Cardador-Martinez *et al.* (2020) ont évalué l'évolution de la composition non nutritionnelle des graines et des germes d'haricot traités par DIC. Ils ont rapporté que le traitement DIC a réduit la disponibilité des inhibiteurs de la trypsine, des saponines et tanins des échantillons traités.

Etude expérimentale

I. Matériel et méthodes

1. Démarche et plan synoptique de la thèse

Notre travail vise à étudier l'effet d'un premier traitement physique : **l'Homogénéisation à Basses Pressions (HBP)** d'une part sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de deux variétés de farine de riz (farine de riz à grains longs (FRL) et farine de riz à grains moyens (FRM)), d'autre part montrer son effet sur la qualité technologique de pain sans gluten (PSG) à base de ces farines de riz (FRL et FRM) traitées et enrichies par la farine de la féverole (FF) (selon un rapport massique 2:1, p:p). L'effet d'un deuxième traitement physique a également été étudié : **la Détente Instantanée Contrôlée (DIC)** appliquée à une formule sans gluten (FSG) à base de farine de riz (FR) et farine de féverole (FF) (2:1, p:p), sur la qualité technologique de PSG destiné aux malades cœliaques.

Notre étude expérimentale comporte trois parties (Figure 7) :

1) *La première partie* basée sur l'étude de l'effet de traitement d'Homogénéisation à Basses Pressions (HBP) sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de FR de deux variétés (FRL et FRM). Les conditions du traitement étudiées ont été le niveau de pressions d'homogénéisation et le nombre de passages.

a. En premier lieu, nous avons traités 12 échantillons de FR dont 6 échantillons de FRL et 6 échantillons de FRM, à deux différents niveaux de pressions d'homogénéisation (30 et 50 MPa) avec un nombre de passages de 1, 2 ou 3 passages. Les échantillons de FR traités et non traités (de référence témoin) ont été caractérisés par la détermination de la distribution granulométrique (DG), densité apparente (DA), mesure des propriétés d'hydratation (capacité d'absorption de l'eau (CAE) et le volume de gonflement (VG)), capacité d'absorption de l'huile (CAH), quantification des groupements thiol (SH), mesure des propriétés émulsifiantes et l'hydrophobicité de la surface.

b. En second lieu, nous avons sélectionnés 6 échantillons de FR parmi ceux traités précédemment, 3 échantillons de FRL et 3 échantillons de FRM, dans laquelle les conditions du traitement ont été 30 et 50 MPa avec 3 passages. La sélection de ces échantillons est basée sur les résultats de l'analyse de la DG de FR qui ont reflété d'une manière remarquable les changements observés entre les échantillons traités par HBP et ceux non traités. Pour cela, et pour mieux comprendre et évaluer l'impact du traitement d'HBP sur les propriétés de ces échantillons de FRL et FRM sélectionnés, une analyse plus approfondie avec un Microscope Electronique à Balayage (MEB ou SEM : Scanning Electron

Microscopy) a été effectuée. Egalement, la composition biochimique, la teneur en amylose, la structure cristalline par Diffraction des Rayons X (DRX), la structure moléculaire par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR), les propriétés de viscosité et les propriétés thermiques de ces FR sélectionnées ont été évaluées.

2) La deuxième partie porte sur l'effet de l'utilisation de ces FR de deux variétés (FRL et FRM) traitées par HBP et enrichies par la FF (2:1, p:p) sur la qualité technologique des PSG. Il faut signaler que les échantillons de FR prévus à être utilisés en panification SG étaient les mêmes que ceux déjà sélectionnés dans la partie 1.b (30 et 50 MPa avec 3 passages), mais, au regard de la situation sanitaire mondiale causée par le virus COVID-19, le laboratoire de recherche d'accueil "Laboratoire de Céréales et leurs dérivés, Département de Sciences Alimentaires, Institut de l'Agrochimie et de Technologie alimentaire (IATA-CSIC), Valence, Espagne" était fermé pendant 3 mois, en conséquence, c'était impossible de compléter le traitement des échantillons de FR de deux variétés avec les mêmes conditions prévues pour avoir des quantités suffisantes nécessaires en panification SG. Donc, nous avons pu traiter des échantillons de FRL et FRM à de pression d'homogénéisation 30 MPa avec 3 passages, en plus des échantillons témoin non traités, aussi nous avons utilisés des échantillons de FR natifs, ce qui nous a donné un ensemble de 6 échantillons (3 échantillons de FRL et 3 échantillons de FRM). Deux formules sans gluten (FSG) ont été utilisées en panification, l'une basée sur le mélange de FRL et FF (FSG 1), et l'autre sur le mélange de FRM et FF (FSG 2) avec un rapport massique 2:1 (p:p). Une caractérisation des échantillons de FR et de FSG a été effectuée par la détermination de la teneur en amidon endommagé, la composition biochimique, la DG et la capacité de rétention d'eau (CRE). Au niveau des pâtes à PSG, une mesure de pH avant et après fermentation et un suivi des cinétiques de fermentation ont été envisagés. Pour les PSG fabriqués à base de différents échantillons des deux FSG, les caractéristiques évaluées ont été la perte du poids à la cuisson, la teneur en eau finale (humidité), la couleur de la mie, les propriétés texturales de la mie, la morphologie et la microstructure de la mie par analyse d'image et l'analyse des propriétés du rassissement des pains lors de la conservation.

3) La troisième partie vise à étudier l'effet du traitement de la FSG à base de riz et de féverole (2:1, p:p) par la Détente Instantanée Contrôlée (DIC) sur la qualité technologique de PSG. La Méthodologie des Surfaces de Réponses (MSR) a été adoptée par la réalisation d'un plan d'expérience central composite (CCD) à deux variables, X_1 température du traitement "T" (de 100 à 165°C) couplée à la pression de vapeur d'eau "P" (de 0,1 à 0,7 MPa) et X_2 le

temps du traitement ‘t’ (de 20 et 60 s). La réponse étudiée (Y) était le volume spécifique (V_{sp}) des PSG. Egalement, la structure alvéolaire de la mie a été évaluée par analyse d’image.

Lieu de déroulement des expérimentations de la thèse

La totalité des expérimentations de la partie 1 et 2 de la thèse depuis la caractérisation physico-chimique des matières premières jusqu’à l’évaluation de la qualité technologique des PSG a été réalisée au niveau du ‘Laboratoire de Recherche des Céréales et leurs dérivés, Département de Sciences Alimentaires, Institut de l’Agrochimie et de Technologie alimentaire (IATA-CSIC), Valence, Espagne’, l’université de Valence et l’université Polytechniques de Valence, dans le cadre de Programme National Exceptionnel (PNE 2018-2019) financé par le Ministère de l’Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique (MESRS), Algérie.

Concernant les expérimentations de la partie 3, le traitement des échantillons de la FSG par DIC a été effectué au niveau de la société ABCAR-DIC Process SAS, la Rochelle, France. La caractérisation physico-chimique des matières premières a été réalisée au niveau du Laboratoire des analyses privé (Ali Mendjeli, Nouvelle ville, Constantine) et au niveau des Laboratoires pédagogiques de l’I.N.A.T.A-A. Les tests de panification et la caractérisation technologique des PSG ont été réalisés au niveau du Laboratoire de recherche en Nutrition et Technologie Alimentaire (L.N.T.A) de l’I.N.A.T.A-A, U.F.M.C 1. Algérie.

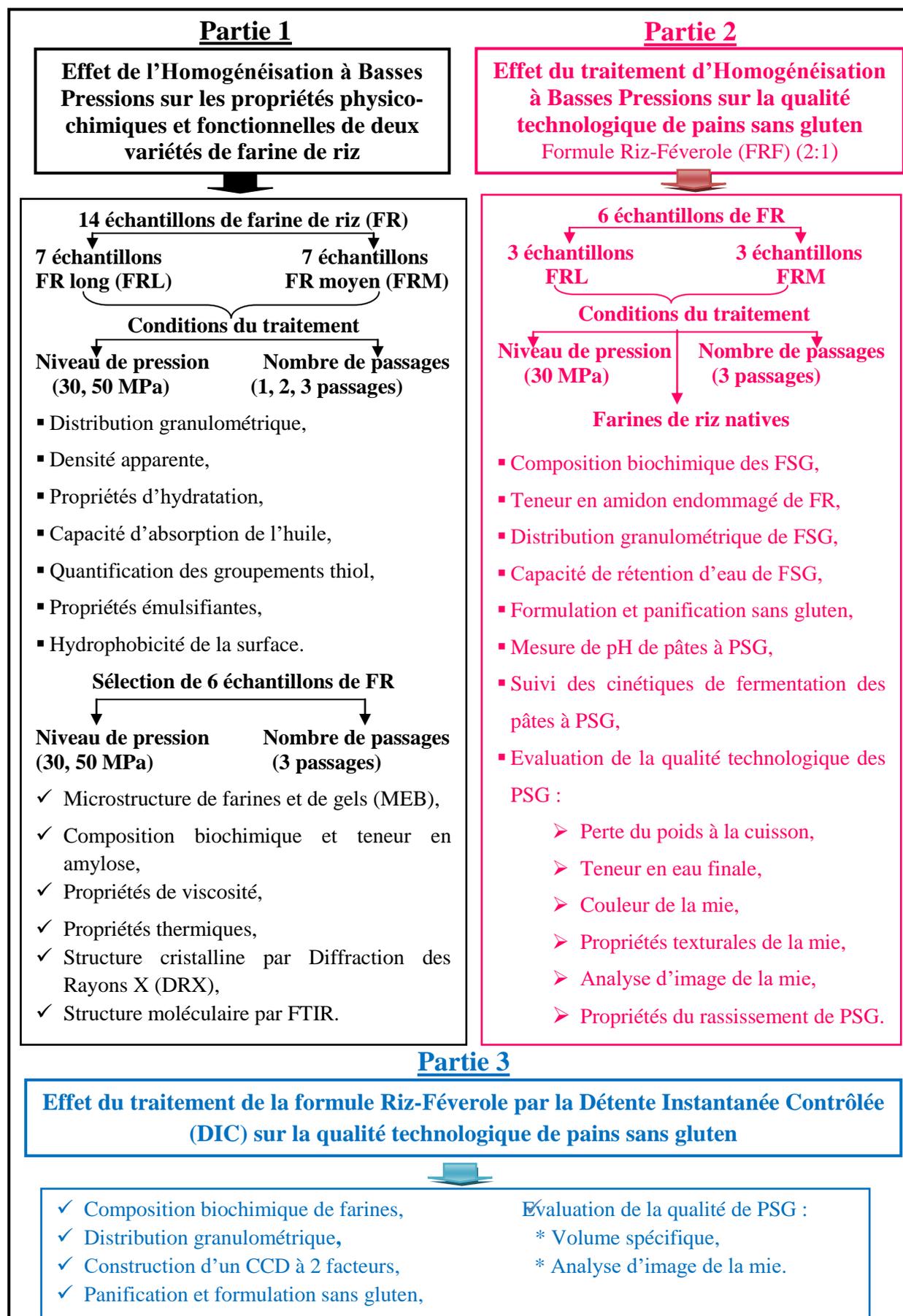


Figure 7. Schéma générale des différentes parties de la thèse

2. Matières premières utilisées en panification

2.1. Farines

Dans notre étude, nous avons utilisé la farine de blé tendre en panification témoin et des farines exemptes de gluten en panification SG, deux variétés de farine de riz et farine de féverole.

2.1.1. Farine de blé tendre

La farine de blé tendre utilisée est une farine commerciale achetée à partir du marché local Algérien et provient de la minoterie Kenza, Wilaya de Constantine, Algérie. Elle est conditionnée dans un sac étanche en papier de 5 kg. Elle a été utilisée dans les tests de panification de la partie 3 de notre thèse qui porte sur la DIC.

2.1.2. Farine de riz

Dans les expérimentations de la partie 1 et 2 de notre étude, deux variétés de farine de riz ont été utilisées. La première variété est une farine commerciale qui provient des grains de riz moyen d'origine espagnole, achetée à partir d'une entreprise locale Espagnole (Harinera La Meta. S.A., Lleida, Espagne), conditionné dans un sac en papier de 25 kg. Quant à la seconde farine, obtenue par broyage des grains de riz long de la variété *Basmati* (*Oryza sativa* L) d'origine thaïlandaise acheté au commerce local de la province de Valence (Espagne) et conditionné dans des sacs en plastique de 1 kg. Le broyage a été effectué à l'aide d'un broyeur à marteaux (Fitzmill model, Waterloo, ON, Canada).

La farine de riz utilisée dans la partie 3 provient de grains de riz long de la variété *Basmati* d'origine indienne conditionné dans des sacs en fibres synthétique de 5 kg vendu dans un marché local de la wilaya de Constantine (Algérie). Cette farine a été obtenue avec un broyeur de laboratoire (Moulinex, France), puis tamisée manuellement par un tamis de 200 μ m.

2.1.3. Farine de féverole

La farine de féverole utilisée provient des grains de féverole (*Vicia faba minor*) d'origine Egyptienne (Albehera, Egypte), achetée sous forme des grains cassés et décortiqués dans un marché local de la wilaya de Constantine (Algérie) et ensachée dans des sacs en plastique de

25 kg. Après broyage avec un broyeur de laboratoire (Moulinex, France), cette farine a été tamisée manuellement en utilisant un tamis de 200 μ m.

2.2. Autres ingrédients

Les ingrédients utilisés en panification SG de la partie 2 de la thèse ont été la levure boulangère compressée et le sel fin achetés au commerce local espagnole (Valence, Espagne), aussi, l'enzyme alpha amylase fongique d'*Aspergillus oryzae* (Fangamyl 2500 SG, Novozymes, 2880 Bagsvaerd, Denmark) et l'eau de robinet pour l'hydratation.

Pour la partie 3, la levure boulangère lyophilisée *Saccharomyces cerevisiae* (S.I. Lesaffre, France) et le sel fin iodé de cuisine, produit par l'Entreprise Nationale Algérienne de sel (E.N.A sel, Algérie) achetés au marché local de la wilaya de Constantine (Algérie) ont été utilisés en panification. Pour l'hydratation, de l'eau distillée avec un pH de $6,5 \pm 0,1$ a été utilisée.

3. Composition biochimique des farines utilisées traitées et non traitées

3.1. Détermination de la teneur en eau

La teneur en eau des farines a été déterminée selon la norme ISO 712 (ISO, 2009). La méthode consiste à réaliser un séchage de l'échantillon dans une étuve jusqu'à l'élimination complète de l'eau qu'il contient.

Une prise d'essai de 3 g de farine a été pesée et placée dans une étuve à 130°C pendant 2 h. Après refroidissement de l'échantillon séché dans un dessiccateur, son poids a été noté. Cette opération a été répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant de l'échantillon séché. Trois répétitions ont été effectuées pour chaque échantillon.

La teneur en eau ou l'humidité (H) exprimée en grammes d'eau dans 100 g de farine humide a été donnée par la formule suivante:

$$H = \frac{P_0 - P_1}{P_0} \times 100$$

Avec:

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

P_1 : masse de la prise d'essai après séchage (résidu sec) (g).

Le calcul de la teneur en eau de chaque échantillon de farine a été utilisé pour déterminer la teneur des autres constituants (protéines, cendres, lipids totaux) par rapport à la matière sèche en multipliant chaque teneur par un coefficient de $100/(100-H)$.

3.2. Dosage des protéines totales

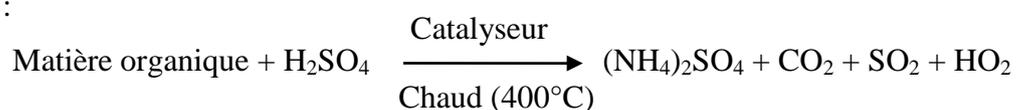
Le dosage des protéines totales des farines a été réalisé suivant deux méthodes.

La première méthode utilisée a été la méthode de combustion de Dumas selon la norme ISO 16634-2 (ISO, 2016), qui permet la détermination de la teneur en azote total des échantillons. Une prise d'essai d'environ 0,8 g de farine a été pesée et placée dans l'appareil. La combustion d'échantillon a été effectuée sous oxygène avec une température élevée. A l'aide de tubes d'oxydation et de réduction, l'azote a été quantitativement converti en N_2 . Les résultats obtenus exprimés en mg d'azote total ont été la moyenne de trois essais pour chaque échantillon. Pour déterminer la teneur en protéines des farines, le taux d'azote total obtenu a été multiplié par un facteur de conversion (5,7).

La seconde méthode utilisée pour le dosage des protéines de nos farines a été la méthode de Kjeldahl selon la norme AFNOR. N.F. V03-050 de Septembre 1970 (AFNOR, 1991). Egalement, cette méthode permet de déterminer le taux d'azote total de l'échantillon, qui sera par la suite multiplié par un coefficient de conversion (5,7) pour obtenir la teneur en protéines. Trois essais ont été effectués pour chaque échantillon. La méthode de Kjeldahl a été réalisée en 3 étapes successives :

a. Etape de minéralisation

Elle consiste à minéraliser l'azote de la farine (1 g de farine) à chaud (400°C) par l'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré (20 mL) en présence d'un catalyseur (1 g de K_2SO_4 + 1 g de CuSO_4) :



b. Etape de distillation

Une alcalinisation de sulfate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) produit lors de la minéralisation de l'azote est effectuée par la lessive de soude (NaOH) (100 mL) :



Puis, l'ammoniac libéré (NH_3) est distillé par les vapeurs d'eau de distillation et récupéré dans une solution d'acide borique (H_3BO_3) (4%), donnant ainsi du borate d'ammonium ($\text{BH}_{12}\text{N}_3\text{O}_3$).

c. Etape de titration

Elle consiste à titrer l'ammoniac produit sous forme de $\text{BH}_{12}\text{N}_3\text{O}_3$ par l'acide chlorhydrique (HCl , 0,1 N) en présence d'un indicateur coloré.

Avec la formule suivante, la teneur en azote total (A) de l'échantillon a été calculée :

$$A = \frac{14 \times N \times D \times V \times 100}{P_0 \times 1000}$$

Avec :

14 : Masse atomique en g d'azote ;

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

D : Coefficient de dilution de l'échantillon ;

V : Volume en mL de l'acide chlorhydrique utilisé pour la titration ;

P_0 : Masse de la prise d'essai (g).

La teneur en protéines (P) de l'échantillon a été déterminée en multipliant de la teneur en azote total (A) par un coefficient de conversion (K) selon la formule suivante : $P = K \times A$

3.3. Détermination de la teneur en lipides totaux

La teneur en lipides totaux des farines a été déterminée en triplicata en utilisant l'appareil Soxhlet selon la FAO (1995).

Cette méthode est basée sur l'extraction de la matière grasse des farines par un solvant organique (éther), suivie d'une évaporation du solvant et enfin une récupération de matière lipidique extraite.

Une prise d'essai de 3 g de farine a été pesée dans des cartouches, qui ont été placées par la suite dans l'unité d'extraction où la température a été réglée à 135°C correspondante à celle de l'éther. Ces cartouches ont été immergées dans des nacelles en inox, préalablement pesées vides, contenant 50 mL de l'éther. Puis, lors de l'évaporation du solvant, les cartouches ont été positionnées au-dessus, et par conséquent les farines dedans ont été rincées par ces vapeurs. A la fin de l'opération, les nacelles contenant le résidu lipidique des farines ont été récupérées et pesées pour la deuxième fois.

La teneur en lipides totaux (LT) exprimée en g pour 100 g de produit humide a été calculée comme suit :

$$LT = \frac{P_1}{P_0} \times 100$$

Avec :

P_0 : Masse de la prise d'essai avant extraction (g);

P_1 : Masse de résidu lipidique (g).

3.4. Détermination de la teneur en cendres

La teneur en cendres des farines a été déterminée en triplicata selon la norme ISO 2171 (ISO, 2010). Cette analyse a été effectuée par une incinération de 3 g de farine dans un four à moufle à 900°C pendant 3 h, jusqu'à la combustion complète de l'échantillon et l'obtention d'un résidu minéral avec un poids constant.

La teneur en cendres (C) exprimée en g pour 100 g de produit humide a été calculée comme suit :

$$C = \frac{P_1}{P_0} \times 100$$

Avec :

P_0 : Masse de la prise d'essai avant incinération (g);

P_1 : Masse de résidu minéral après incinération (g).

3.5. Détermination de la teneur en glucides

La teneur en glucides des farines a été déterminée par une différence entre 100 p.100 de produit sec et la somme des teneurs (en p.100) en protéines, en lipides totaux et en cendres.

4. Traitement de farines de riz par Homogénéisation à Basses Pressions

4.1. Préparation et traitement des échantillons

Les étapes de préparation et de traitement des échantillons de FR de deux variétés (FRL et FRM) par HBP ont été illustrées dans la figure 8. Premièrement, des suspensions ont été préparées par le mélange de FRL et FRM avec de l'eau distillée dans le ratio 1:10 (poids/Volume) à la température ambiante. Une agitation régulière et continue a été effectuée avec une spatule pour éviter la précipitation des farines. Puis, les suspensions préparées ont été traitées par HBP à deux différents niveaux de pressions (30 et 50 MPa) avec un nombre de passages de 1, 2 ou 3 passages à l'aide d'un homogénéisateur sous pression (Manton–Gaulin pilot plant homogenizer, model 15M8TBA, Espagne) (Figure 9). A la sortie de

l'homogénéisateur, la température des suspensions traitées a été vérifiée avec un thermomètre. Par la suite, les suspensions de FRL et FRM homogénéisées ont été centrifugées à 4 °C pendant 5 min à 3500×g et les surnageants ont été rejetés. Les sédiments de FRL et FRM traités ont été récupérés et congelés à -80°C pendant 24 h, puis, lyophilisés avec des pressions comprises entre 65,78 10⁻⁶ et 13,15 10⁻⁶ atm pendant 24 h. Enfin, les échantillons de FRL et FRM homogénéisés et lyophilisés ont été mis dans des bouteilles opaques en plastique hermétiquement fermées et stockées dans une chambre froide.

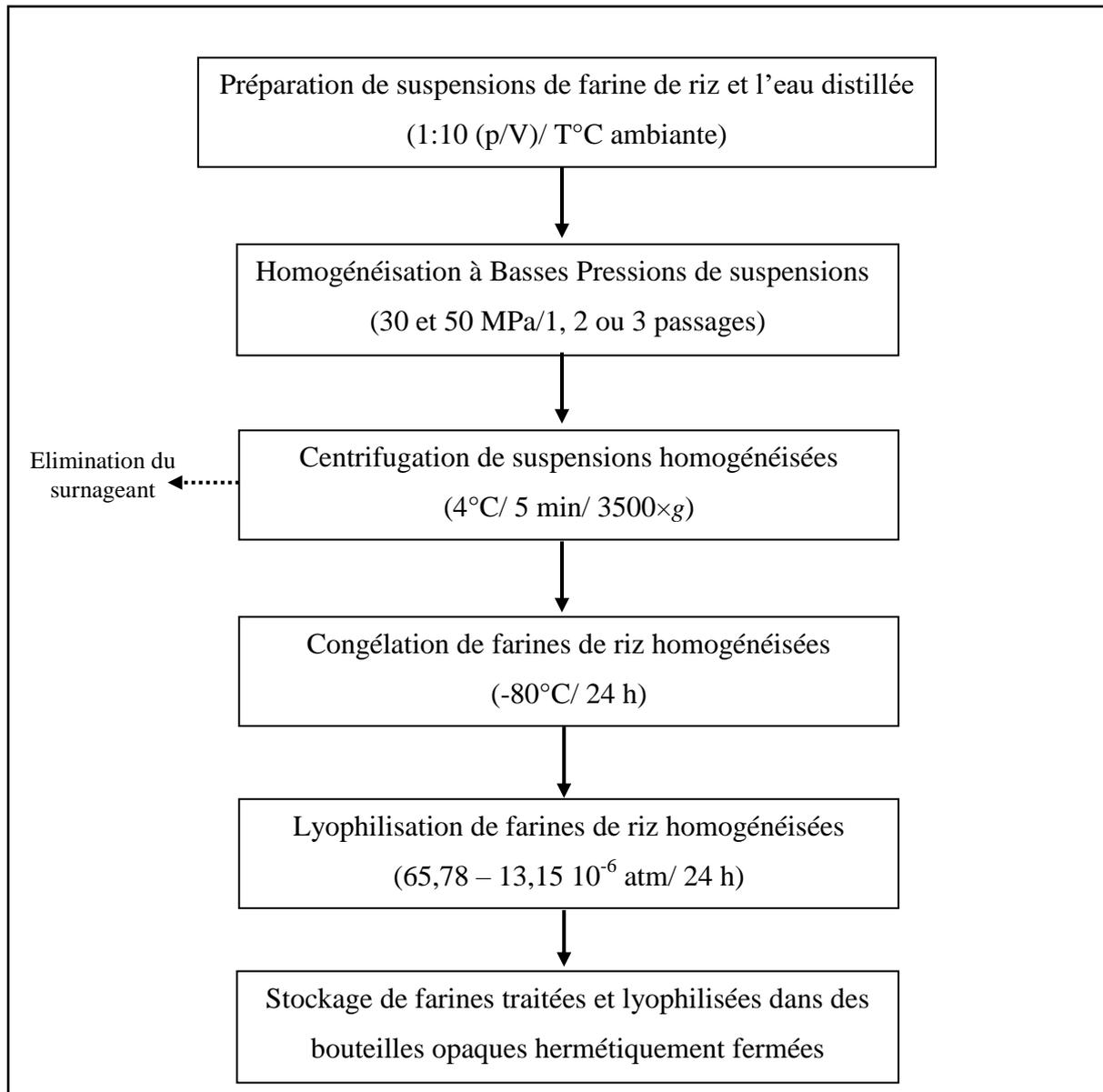


Figure 8. Etapes de préparation et du traitement de farines de riz par Homogénéisation à Basses Pressions.

4.2. Description de l'homogénéisateur sous pression utilisé

L'homogénéisateur sous pression utilisé dans notre étude (Figure 9) est composé de plusieurs éléments, un réservoir d'entrée de l'échantillon non homogénéisé, une sortie de l'échantillon homogénéisé et un manomètre pour la lecture des pressions, ainsi qu'une pompe à piston à haute pression et une tête (vanne) d'homogénéisation, qui sont les deux principaux composants d'un homogénéisateur sous pressions, d'après Roustel (2010) et Yong *et al.* (2021).

- **Pompe à pistons à haute pression :** c'est une pompe volumétrique composée de pistons alternatifs à haute résistance mécanique, par exemple en inox chromé dur pour résister aux produits abrasifs. Cette pompe permet de pressuriser l'échantillon à homogénéiser et le force à passer à travers un espace de passage (lumière) au niveau de la tête d'homogénéisation.
- **Tête d'homogénéisation :** elle est composée d'un siège annulaire, d'un clapet et d'un anneau de choc (Figure 6). Ces pièces sont conçues spécialement pour les hautes pressions et pour résister à la corosivité des produits. Lors du traitement d'homogénéisation, la pression nécessaire est déterminée par la contrainte appliquée sur le siège par le clapet d'homogénéisation.

4.3. Principe de fonctionnement de l'homogénéisateur sous pression

La pression est d'abord intensifiée par la pompe haute pression qui pressurise l'échantillon à homogénéiser. La pression générée agit comme la force motrice qui entraîne l'écoulement du fluide à travers et au-delà de la tête (vanne) d'homogénéisation (Marszalek *et al.*, 2017 ; Augusto *et al.*, 2018).

Le traitement d'homogénéisation sous pressions se déroule principalement au niveau de la tête d'homogénéisation (Figure 10), dans la quelle, le produit à homogénéiser entre au niveau du siège à une pression élevée et à faible vitesse. Puis, quand il passe forcément à travers l'orifice étroit (lumière), situé entre le siège et le clapet d'homogénéisation, la vitesse augmente rapidement et la pression chute proportionnellement (Roustel, 2010 ; Yong *et al.*, 2021). Au passage de cet orifice, l'échantillon subit une combinaison de forces mécaniques et différentes contraintes, causées par le changement rapide de pression, telles que la cavitation, la turbulence, la collision et le cisaillement qui vont provoquée une fragmentation et une

désintégration des particules de cet échantillon, diminuant ainsi leurs taille (Wang *et al.*, 2012 ; Martinez-Monteagudo *et al.*, 2017).

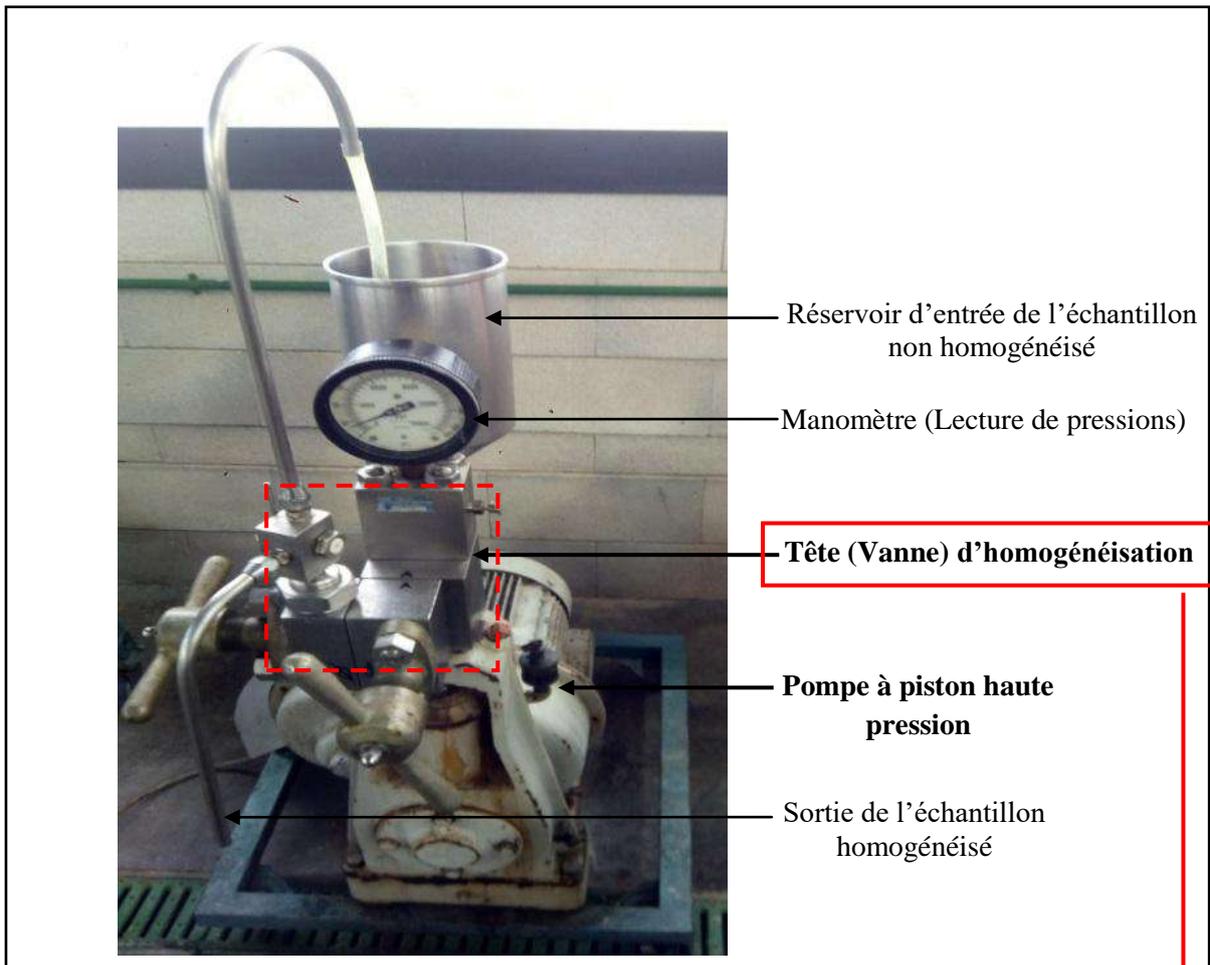


Figure 9. Présentation de l'homogénéisateur sous pressions utilisé pour le traitement de farines de riz.

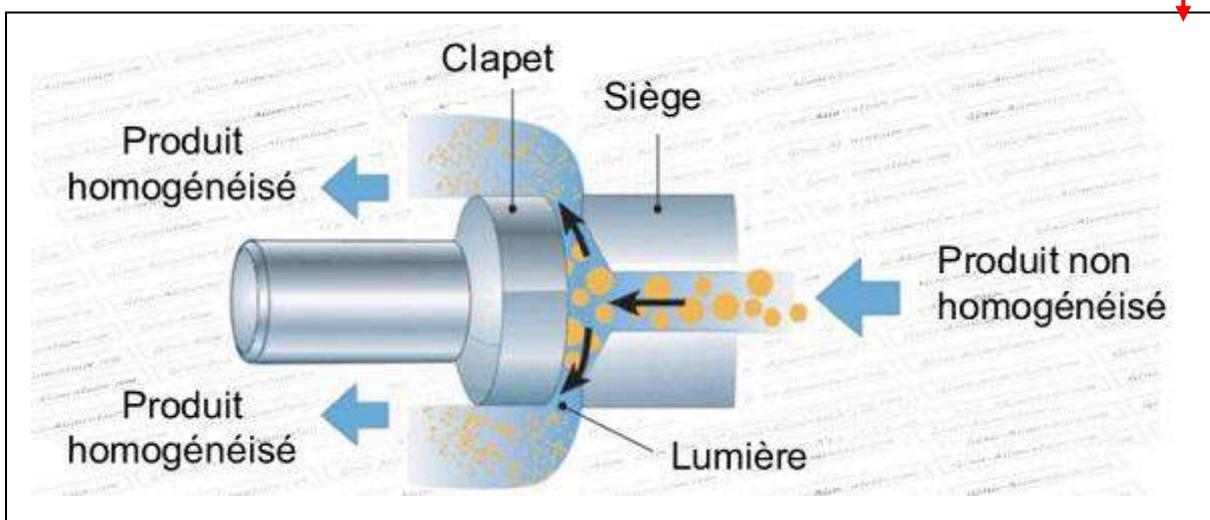


Figure 10. Principe de fonctionnement de l'homogénéisateur sous pressions.

5. Partie 1. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de farines de riz étudiées

Il est important de signaler que les échantillons de FR utilisés en premier lieu dans la partie 1 de notre étude (section 5.1 jusqu'à la section 5.7) ont été les échantillons de FRL et FRM traités par HBP à différentes conditions (FRL-T1 (traîée à 30 MPa-1 passage), FRL-T2 (traîée à 30 MPa-2 passages), FRL-T3 (traîée à 30 MPa-3 passages), FRL-T4 (traîée à 50 MPa-1 passage), FRL-T5 (traîée à 50 MPa-2 passages), FRL-T6 (traîée à 50 MPa-3 passages), FRM-T1 (traîée à 30 MPa-1 passage), FRM-T2 (traîée à 30 MPa-2 passages), FRM-T3 (traîée à 30 MPa-3 passages), FRM-T4 (traîée à 50 MPa-1 passage), FRM-T5 (traîée à 50 MPa-2 passages), FRM-T6 (traîée à 50 MPa-3 passages)), ainsi que les échantillons témoins de référence non traités (FRL-R et FRM-R).

Par la suite, et parmi ces échantillons, une sélection a été effectuée sur la base de résultats de la DG de farines (section 5.1) afin de réaliser une série des analyses plus approfondies (section 5.8 jusqu'à 5.13). Ces échantillons ont été FRL-R, FRL-T3 (traîée à 30 MPa-3 passages), FRL-T6 (traîée à 50 MPa-3 passages), FRM-R, FRM-T3 (traîée à 30 MPa-3 passages) et FRM-T6 (traîée à 50 MPa-3 passages).

5.1. Distribution granulométrique

La granulométrie (taille des particules) d'un échantillon est une propriété physique importante, constitue un paramètre critique de la transformation et de la fabrication de divers produits.

La distribution granulométrique (DG) des échantillons de FR traités et non traités a été déterminée selon la norme ISO 13320 (ISO, 2020) en utilisant l'équipement Malvern Mastersizer (Modèle 2000; Malvern Instruments Limited, Worcestershire, Royaume-Uni).

Cette méthode est basée sur la technique de diffraction laser, qui consiste à mesurer la variation angulaire de l'intensité de lumière diffusée lorsqu'un faisceau laser traverse un échantillon de particules dispersées. La lumière diffractée est recueillie par un détecteur multi-éléments. Puis, l'image de diffraction obtenue est transformée en utilisant un modèle optique et une procédure mathématique appropriée (théorie de Mie ou théorie de Fraunhofer). Pour cette analyse, une dispersion de FR et d'eau déionisée a été utilisée. L'indice de réfraction de la FR était de 1,36 (Jan *et al.*, 2015). Pour chaque échantillon, la mesure a été répétée dix fois.

Le résultat, illustré sous forme d'une courbe semi-logarithmique (Figure 11), est une distribution de particules en volume (%) (Diamètre d'une sphère de volume équivalent). En plus, les paramètres de la distribution granulométrique enregistrés ont été (Betoret *et al.*, 2009) :

***D (4,3)** : représente le diamètre moyen en volume ;

***d (0,9)** : représente la taille de particule en dessous de laquelle se trouve 90% de l'échantillon. Cet indicateur permet de suivre le taux de grosses particules;

***d (0,5)** : correspond à la taille médiane, et présente la taille à laquelle 50% de l'échantillon est plus petit et 50% plus grand ;

***d (0,1)** : représente la taille de particule en dessous de laquelle se trouve 10% de l'échantillon. Cet indicateur permet de suivre le taux de fines particules.

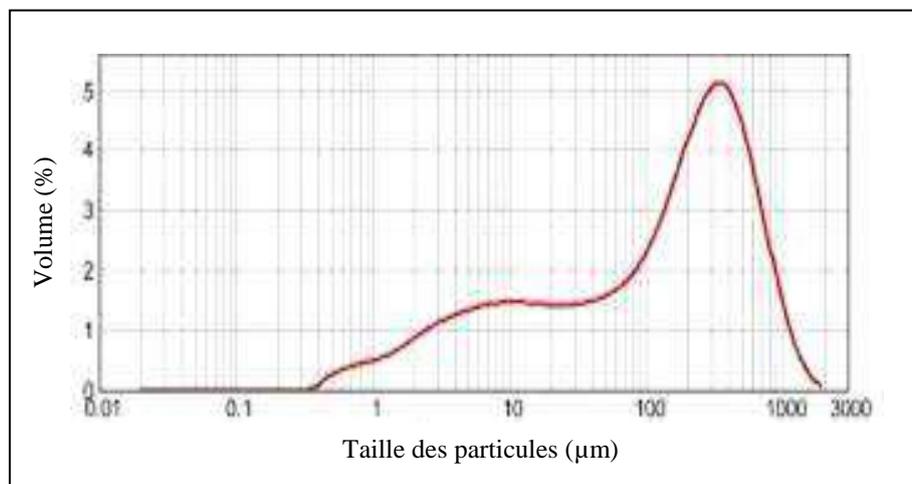


Figure 11. Courbe typique de la distribution granulométrique obtenue par diffraction laser.

5.2. Mesure de la densité apparente

La densité apparente (DA) des échantillons de FR traités et non traités a été déterminée selon la méthode décrite par Wang *et al.* (2013). Une quantité de 5 g de farine a été placée dans une éprouvette graduée (25 mL), puis elle a été pressée jusqu'à ce qu'il n'y ait plus une diminution de son volume. La DA exprimée en g/mL a été le rapport entre la masse d'échantillon et son volume. Trois essais ont été réalisés pour chaque échantillon.

5.3. Détermination des propriétés d'hydratation

5.3.1. Capacité d'absorption de l'eau

La capacité d'absorption de l'eau (CAE) des farines a été déterminée selon la méthode décrite par Cornejo et Rosell (2015 a). Un échantillon de 1 g de farine a été ajouté à 10 mL

d'eau distillée dans un tube à essai. Le mélange a été maintenu à température ambiante pendant 24 h. Trois essais ont été réalisés pour chaque échantillon. La CAE exprimée en g d'eau retenue par g d'échantillon sec a été calculée comme suit:

$$\text{CAE (g/g)} = \frac{\text{Poids de l'échantillon hydraté} - \text{poids de l'échantillon sec}}{\text{poids de l'échantillon sec}}$$

5.3.2. Volume de gonflement

Le volume de gonflement (VG) des farines a été déterminé selon la méthode décrite par Gularte et Rosell (2011). Dans un tube gradué, 1 g de farine a été ajouté à 10 mL d'eau distillée. Le mélange a été maintenu à température ambiante pendant 24 h. Trois essais ont été effectués pour chaque échantillon. Pour calculer le VG de farines exprimé en mL/g, le volume total de l'échantillon gonflé a été divisé par le poids de l'échantillon sec selon la formule suivante:

$$\text{VG (mL/g)} = \frac{\text{Volume total de l'échantillon gonflé}}{\text{poids de l'échantillon sec}}$$

5.4. Détermination de la capacité d'absorption de l'huile

La capacité d'absorption de l'huile (CAH) des farines a été déterminée selon la méthode de Lin *et al.* (1974). Une quantité de 100 mg de FR a été mélangé à 1 mL de l'huile de tournesol. Le mélange a été agité par vortex pendant 30 min, puis centrifugé à 3000×g à 4°C pendant 10 min. Après l'élimination de surnageant, les tubes ont été inversés pendant 25 min pour drainer l'huile résiduelle. Pour chaque échantillon, quatre essais ont été effectués. La CAH exprimée en g d'huile retenue par g d'échantillon sec a été calculée comme suit:

$$\text{CAH (g/g)} = \frac{\text{Poids de l'échantillon huileux} - \text{poids de l'échantillon sec}}{\text{poids de l'échantillon sec}}$$

5.5. Quantification de la teneur en groupements thiols

La détermination de la teneur en groupements thiols (SH) de FR traitées et non traitées a été réalisée par colorométrie en utilisant le réactif d'Ellman selon la méthode de Prasad Rao *et al.* (2002).

Tout d'abord, le tampon Tris-glycine (Tris-Gly) a été préparé en dissolvant 10,4 g de Tris, 6,9 g de glycine et 1,2 g de l'ÉthylèneDiamineTétraAcétique (EDTA) dans 1 L d'eau distillée, le pH a été ajusté à 8 par l'ajout de NaOH, 1N. Également, la solution chlorhydrate

de guanidinium (GuHCl)/Tris-glycine (GuHCl/Tris-Gly) a été préparée par dissolution de GuHCl (5M) dans le tampon Tris-Gly préalablement préparé. Il est important de signaler que le réactif d'Ellman doit être fraîchement préparé à chaque utilisation, en dissolvant 4 mg de l'acide 5,5'DiThiobis-2-NitroBenzoïque (DTNB) dans 1 mL de tampon Tris-Gly (pH 8) préalablement préparé.

Une quantité de 200 mg de FR a été suspendue dans 1 mL de la solution de GuHCl/Tris-Gly. Le mélange a été agité par vortex pendant 10 min, puis centrifugé à 16000×g pendant 5 min à température ambiante. Un volume de 100 µL de surnageant récupéré a été mélangé à 150 µL de la solution de GuHCl/Tris-Gly, et 50 µL de réactif d'Ellman dans une microplaque. Le mélange ainsi obtenu a été incubé à température ambiante pendant 15 min. Puis, la lecture de son absorbance a été effectuée à 412 nm au spectrophotomètre CLARIOstar (BMG LABTECH, Germany). Quatre essais ont été réalisés pour chaque échantillon. Pour déterminer la teneur en groupements thiols des farines exprimée en µmol/g, la courbe standard de la cystéine (Figure 12) a été utilisée.

Pour tracer la courbe standard de la cystéine, des solutions standards de cystéine ont été préparées en dissolvant l'hydrate d'hydrochlorure de L-cystéine (cystéine hydrochloride monohydrate) à différentes concentrations (0 mM, 1 mM, 1,5 mM, 2 mM) dans le tampon Tris-Gly (pH 8). Dans des tube à essai, 50 µL de réactif d'Ellman a été mélangé à 2,5 mL de tampon Tris-Gly (pH 8) et à 250 µL de chaque solution standard de cystéine préalablement préparée. Ensuite, le mélange obtenu a été agité pendant 5 min, puis incubé à température ambiante pendant 15 min. Un volume final de 200 µL de chaque mélange a été prélevé et mis dans une microplaque, puis son absorbance a été mesurée à 412 nm. Après avoir tracer la courbe standard de la cystéine, la teneur en groupement thiols des farines exprimée en µmol/g a été calculée selon la formule suivante:

$$\text{Teneur en groupements thiols } (\mu\text{mol/g}) = \frac{A - Y \text{ int de la courbe standard}}{\text{Pente de la courbe standard}}$$

Avec:

A: Absorbance de l'échantillon de farine de riz à 412 nm.

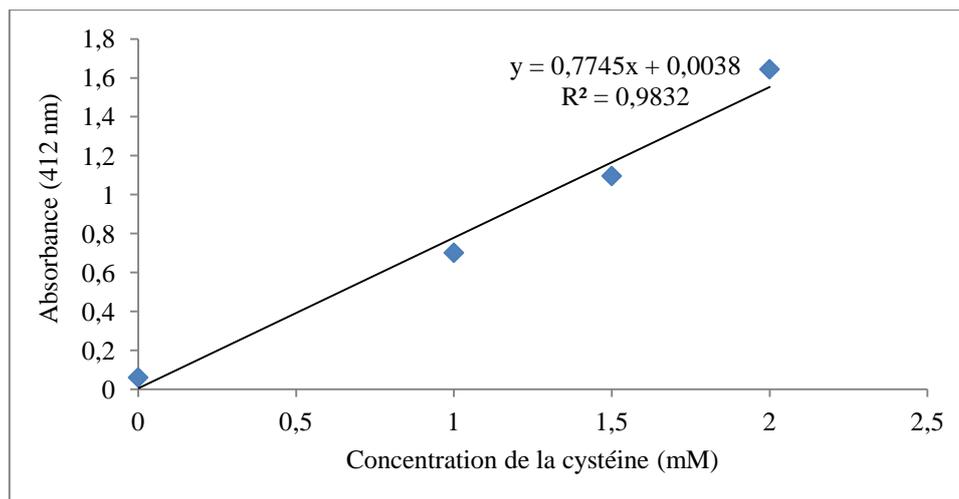


Figure 12. Courbe standard de la cystéine.

5.6. Détermination des propriétés émulsifiantes

Les propriétés émulsifiantes de FR traitées et non traitées, y compris l'activité émulsifiante (AE) et la stabilité de l'émulsion (SE) ont été déterminées selon la méthode de Pearce et Kinsella (1978). Pour la préparation de l'émulsion, 2 mL de l'huile de tournesol et 6 mL de suspension de FR préalablement préparée (0,5%, p/v) ont été ajoutés au tampon phosphate (0,1 M, pH 7). Puis, l'émulsion ainsi obtenue a été agitée par Ultra Turrax (IKA model T18 basic, Ultra Turrax, Wilmington, NC, USA) à 22,000 rpm pendant 1 min à 20°C. Par la suite, une aliquote de 30 µL de l'émulsion a été prélevée à 0 min et à 30 min, puis diluée avec 3 mL de la solution de DodécylSulfate de Sodium (SDS) (0,1%, p/v) dans une cuve. L'absorbance de ce mélange a été mesurée à 500 nm par un spectrophotomètre. Quatre répétitions ont été effectuées pour chaque échantillon.

En effet, l'AE a été exprimée comme l'absorbance mesurée à 0 min et la SE a été calculée par la formule suivante :

$$SE (\%) = \frac{\text{Absorbance lue à 30 min}}{\text{Absorbance lue à 0 min}} \times 100$$

5.7. Détermination de l'hydrophobicité de la surface des farines

L'hydrophobicité de la surface (H_o) de FR traitées et non traitée a été déterminée selon la méthode de Haskard et Li-Chan (1998), en utilisant l'acide 8-AnilinoNaphthalène-1-Sulfonique (ANS^-).

Tout d'abord, une solution mère de l' ANS^- (8×10^{-3} M) et une suspension de FR (1,5%, p/v) ont été préparées dans le tampon phosphate (10 mM, pH 7). Ensuite, dans des tubes à

essais contenant 4 mL de tampon phosphate et 20 μL de la solution mère de ANS^- , des volumes de 10, 20, 30, 40 ou 50 μL de la suspension de FR (1,5%, p/v) ont été ajoutés. Puis, les tubes ont été agités par vortex pendant 5 secondes. Immédiatement, un volume final de 300 μL de chaque tube a été mis dans une microplaque. A l'aide d'un spectrofluoromètre (CLARIOstar, BMG LABTECH, Germany), l'intensité de fluorescence (IF) d'échantillon a été mesurée à une longueur d'onde d'excitation de 390 nm et celle d'émission de 470 nm à $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$, avec une fente constante d'excitation et d'émission de 5 nm. Après avoir tracer la courbe de l'IF en fonction de la concentration de l'échantillon, la pente initiale de la courbe a été calculée par une analyse de régression linéaire, puis utilisée comme indice de l'hydrophobicité de la surface (H_o) de FR. Il faut signaler que pour chaque échantillon, chaque point utilisé pour construire une régression linéaire a été le résultat de cinq répétitions.

5.8. Microstructure de farines de riz sélectionnées et des gels correspondants

La technique de Microscopie Electronique à Balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) permet d'étudier la morphologie de la surface de matériau basée sur le principe d'interaction entre la sonde électronique projetée et l'échantillon à analyser. Cette interaction génère des électrons secondaires, de faible énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons augmentant ainsi le signal électrique reçu et permettant de reconstruire une image en trois dimensions de la surface (Gorinstein *et al.*, 2004).

La microstructure des échantillons de FR sélectionnés ainsi leurs gels correspondants (récupérés par l'analyse de propriétés de viscosité de FR (section 5.12) a été observée avec un microscope électronique à balayage (S-4800; Hitachi, Ibaraki, Japan).

Avant l'observation, les échantillons de gels lyophilisés et préalabelement coupés transversalement ainsi que ceux de FR, ont été fixés sur des disques en carbone à l'aide d'un ruban argenté. Par la suite, ces échantillons ont été pulvérisés avec de l'or dans un évaporateur à vide (JEE 400; JEOL, Tokyo, Japan). L'observation microscopique des échantillons a été effectuée à une tension d'accélération de 10 kV à deux différents grossissement: de $\times 1200$ pour les échantillons de FR et de $\times 500$ pour leurs gels correspondants.

5.9. Détermination de la teneur en amylose

La teneur en amylose des échantillons de FR sélectionnés a été déterminée en duplicata par une méthode enzymatique développée par Yun et Matheson (1990), en utilisant un kit commercial de dosage d'Amylose/Amylopectine (Megazyme International Ireland Ltd., Bray,

Co. Wicklow, Irlande) basé sur une technique de précipitation de l'amylopectine par la Concanavaleine A (Con A).

Le principe de cette méthode consiste à disperser complètement l'échantillon dans le Diméthylsulfoxyde (DMSO), puis éliminer les lipides en précipitant l'échantillon dans l'éthanol et en récupérant le culot précipité. Après dissolution de ce dernier dans un tampon d'acétate de sodium, l'amylopectine est spécifiquement précipitée par addition de Con A et éliminée par centrifugation. Alors que, l'amylose, présent dans le surnageant, est hydrolysé en D-glucose par voie enzymatique par l'utilisation de mélange amyloglucosidase (AMG)/ α -amylase, qui est par la suite analysé colorimétriquement en utilisant le réactif glucose oxydase/ peroxydase (GOPOD). Egalement, l'amidon total de l'échantillon est de manière similaire hydrolysé en D-glucose puis mesuré par GOPOD.

La détermination de la teneur en amylose des échantillons de FR avec cette méthode a été réalisée en 3 étapes successives :

a. Prétraitement de l'échantillon

Dans un tube à essais, 20 mg de FR a été dispersée dans 1 mL de DMSO. Le mélange a été agité par Ultra Turrax (IKA model T18 basic, Ultra Turrax, Wilmington, NC, USA) pendant 1 min à basse vitesse, puis chauffé dans un bain-marie bouillant pendant 15 min avec une agitation manuelle intermittente. Le mélange a été maintenu à température ambiante pendant 5 min, puis 2 mL d'éthanol à 95% (v/v) a été ajouté suivie d'une agitation par vortex pendant 1 min. Par la suite, 4 mL d'éthanol a été ajouté au contenu de tube puis agité par inversion répétée. Un précipité de farine se forma. Les tubes ont été maintenu à température ambiante pendant 15 min, puis centrifugés à $2000 \times g$ pendant 5 min à 4°C , le surnageant a été jeté et les tubes ont été égoutté sur un papier absorbant pendant 10 min pour s'assurer que tout l'éthanol a été écoulé. Le culot a été utilisé dans la détermination de l'amylose et l'amidon total des échantillons de FR selon les étapes indiquées ci-dessous.

Par la suite, 2 mL de DMSO a été ajouté aux culots de FR, les tubes ont été chauffé dans un bain-marie bouillant pendant 15 min avec une agitation manuelle intermittente. En retirant les tubes du bain-marie, 4 mL de solvant Con A (Ce tampon a été préparé par l'addition de 30 mL de solvant Con A concentré à 100 mL d'eau distillée) a été ajouté immédiatement. Le contenu de chaque tube a été mélangé manuellement soigneusement, puis transféré quantitativement dans une fiole jaugée de 25 mL par un lavage répété avec le solvant Con A. La solution ainsi obtenue a été appelée **Solution A**.

b. Précipitation de l'amylopectine par Con A et dosage de l'amylose

Dans un tube Eppendorf de microcentrifugeuse, 0,50 mL de la solution Con A a été ajouté à 1 mL de la solution A (préalablement obtenue), mélangé doucement par inversion répétée, en évitant la formation de la mousse. Ces tubes Eppendorf ont été maintenu à température ambiante pendant 1 h, puis centrifugés à 14 000 $\times g$ pendant 10 min à température ambiante. Par la suite, et dans un tube à essais, 1 mL du surnageant a été ajouté à 3 mL de tampon d'acétate de sodium (100 mM, pH 4,5), doucement mélangé puis chauffé dans un bain-marie bouillant pendant 5 min pour dénaturer la solution Con A. Après cette opération, les tubes ont été immergés dans un bain-marie à 40 °C pendant 5 min pour s'équilibrer (se stabiliser). Puis, 0,1 mL de mélange d'enzymes amyloglucosidase (AMG)/ α -amylase a été ajouté, et les tubes ont été incubés à 40 °C pendant 30 min, puis centrifugés à 2000 $\times g$ pendant 5 min à 4 °C. Dans une microplaque, et aux aliquotes de 10 μ L du surnageant, 250 μ L de réactif glucose oxydase/peroxydase (GOPOD) a été ajouté. Dans la même microplaque, le réactif blanc (préparé par l'ajout de 10 μ L de tampon d'acétate de sodium (100 mM, pH 4,5) à 250 μ L de réactif GOPOD) et les D-Glucose contrôles (préparé en double par l'ajout de 10 μ L de la solution standard de D-glucose à 250 μ L de réactif GOPOD) ont été préparé simultanément. L'incubation des échantillons a été réalisée à 50 °C pendant 20 min. Puis, leur absorbance a été mesurée à 510 nm par rapport au réactif blanc avec un spectrophotomètre CLARIOstar (BMG LABTECH, Germany).

c. Détermination de l'amidon total de l'échantillon

Dans un tube à essais, 0,5 mL de la solution A a été mélangé avec 4 mL de tampon d'acétate de sodium (100 mM, pH 4,5). Puis, 0,1 mL de mélange d'enzymes AMG/ α -amylase a été ajouté, l'incubation a été effectuée à 40 °C pendant 10 min. Par la suite, des aliquotes de 10 μ L (en double) de cette solution ont été transféré dans la même microplaque utilisée précédemment pour le dosage de l'amylose (Section 5.9.b). 250 μ L de réactif GOPOD a été ajouté et le mélange a été bien agité. L'incubation a été réalisée au même temps que les échantillons précédents à 50 °C pendant 20 min. L'absorbance a été mesurée à 510 nm.

d. Calcul de la teneur en amylose de l'échantillon

La concentration de l'amylose (%) des échantillons a été estimée comme le rapport entre l'absorbance mesurée à 510 nm du surnageant de l'échantillon précipité avec Con A et celle de l'aliquote de l'amidon total. Elle a été calculée par la formule suivante:

$$\text{Amylose (\%)} = \frac{\text{Absorbance de surnageant d'échantillon précipité avec Con A}}{\text{Absorbance d'aliquote d'amidon total}} \times \frac{6,15}{9,2} \times 100$$

Avec :

6,15 = facteur de dilution pour le Con A.

9,2 = facteur de dilution pour l'extrait d'amidon total.

5.10. Détermination des propriétés de viscosité

Les propriétés de viscosité de FR sélectionnées traitées et non traitées ont été effectuées en triplicatas selon la méthode standard AACCI (AACCI.61-02.01, 2012) en utilisant l'équipement Rapid Visco-Analyzer (RVA-4500; Perten Instruments, Hägersten, Sweden).

Une prise d'essai de 3,0 g de farine, ajustée en fonction de la teneur en eau spécifique pour chaque échantillon, a été pesée dans une canister en aluminium, ainsi un volume de 25 mL de l'eau distillée a été ajouté. Ensuite, dans l'enceinte de l'équipement le mélange a été agité à une vitesse de rotation initiale de 960 tr/min pendant 10 s, suivi d'une vitesse de 160 tr/min pendant le reste de l'opération qui a duré 13 min. Par la suite, ce mélange a subi un cycle de chauffage et de refroidissement comme suit: un premier chauffage à 50°C pendant 1 min puis un second à 95°C avec une vitesse de 12,2°C/min et maintenu à 95°C pendant 2,5 min puis refroidi à 50°C avec une vitesse de 11,8°C/min.

La combinaison des opérations d'agitation, de chauffage et de refroidissement d'échantillon a généré une courbe de viscosité qui dépend de la température et du temps (Figure 13). Les paramètres de viscosité enregistrés de cette courbe par le logiciel Thermocline (Perten Instruments, Hägersten, Sweden) ont été :

- **La viscosité maximale (peak viscosity):** représente la viscosité la plus élevée après le chauffage;
- **La viscosité minimale (trough viscosity or holding strength):** représente la viscosité la plus basse obtenue à la fin de la période de maintien à 95°C;
- **Le creux (breakdown):** correspond à la différence entre la viscosité maximale et la viscosité minimale;
- **La viscosité finale:** représente la viscosité à la fin de l'analyse. Elle indique la capacité de l'échantillon à former un gel après refroidissement;

- **Rétrogradation (setback)**: correspond à la différence entre la viscosité finale et la viscosité minimale. Elle indique la ré-association entre les molécules d'amidon pendant le refroidissement.

Comme il a été indiqué précédemment dans la section 5.8. (Microstructure de FR), à la fin de chaque mesure les gels formés de différents échantillons de FR ont été récupérés, congelés à -80°C , puis lyophilisés ($65,78 \cdot 10^{-6}$ et $13,15 \cdot 10^{-6}$ atm /24 h) dans le but d'observer leur structure par microscope électronique à balayage.

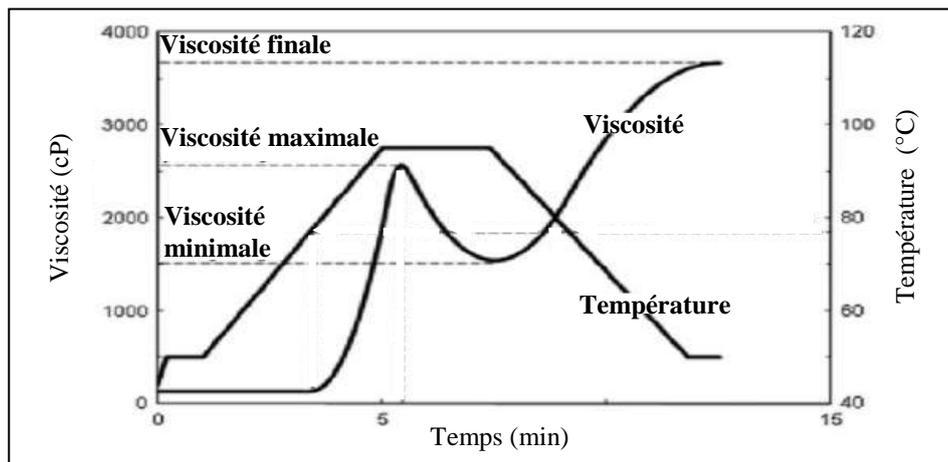


Figure 13. Courbe typique de propriétés de viscosité.

5.11. Détermination des propriétés thermiques

L'analyse Calorimétrique Différentielle à Balayage (Differential Scanning Calorimetry DSC) est une technique d'analyse thermique qui mesure les échanges de température suite aux transitions de phase en fonction de la température et du temps dans une atmosphère contrôlée. Cette technique permet de caractériser les phénomènes énergétiques qui se produisent au cours du chauffage d'un mélange de substances et de quantifier la chaleur absorbée ou libérée et les températures auxquelles ils apparaissent (Reig et Vivies, 2018).

Les propriétés thermiques des échantillons de FR sélectionnés ont été mesurées en triplicata à l'aide d'un calorimètre différentiel à balayage (TA Q 2000, TA Instruments, Newcastle, DE, USA). Une prise d'essais de 10 mg de farine a été mélangée avec 40 μL d'eau distillée dans une capsule en acier inoxydable, qui a été par la suite hermétiquement fermée. Le mélange a été maintenu à température ambiante toute la nuit pour s'équilibrer. Pour cette analyse, une capsule vide a été utilisée comme échantillon de référence. Dans le four de l'appareil, l'ensemble des capsules (Celle de référence et celles des échantillons de FR) ont été

placées au même temps et chauffées entre 30 °C et 125°C avec une vitesse de chauffage de 10 °C min⁻¹ sous atmosphère d'azote.

Le dispositif est lié à un ordinateur muni d'un logiciel Star^e, permet d'afficher et d'enregistrer des thermogrammes pour calculer les paramètres thermiques suivants: la température de début de transition (T_o), la température au sommet du pic (T_p), la température de fin de gélatinisation (T_f), ainsi que l'enthalpie de gélatinisation (ΔH).

5.12. Détermination de la structure cristalline par Diffraction des Rayons X (DRX)

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une méthode qui permet de caractériser la structure cristalline des matériaux. Le phénomène de diffraction résulte de l'interaction d'une onde électromagnétique, comme les rayons X, et la matière cristallisée (Serna *et al.*, 2014).

L'analyse par DRX des échantillons de FR sélectionnés a été réalisée en duplicata à l'aide d'un diffractomètre à poudre (Bruker, model D8 Advance, Germany). La source des rayons X utilisée pour cette analyse était la radiation du cuivre (Cu K α) de longueur d'onde $\lambda = 0,15406$ nm. Les échantillons de FR ont été dispersés directement sur des portes d'échantillon en aluminium, puis exposés à un faisceau de rayon X avec les conditions de fonctionnement de 40 kV et 30 mA. Les données de diffraction ont été enregistrées sur une gamme angulaire allant de 5° à 45° (2 θ) avec un pas angulaire de 0,02.

Le résultat de la DRX a été présenté sous forme d'un diffractogramme de rayons X (courbe ou diagramme de diffraction) dont l'intensité diffractée est exprimée en fonction de l'angle de diffraction 2 θ . Ainsi, la cristallinité relative des échantillons a été calculée par le rapport entre la surface du pic cristallin et la surface totale de diffraction (la somme de la surface du pic cristallin et celle du pic amorphe) selon la formule suivante:

$$\text{Cristallinité relative (\%)} = \frac{\text{Surface du pic cristallin}}{\text{Surface totale de diffraction}} \times 100$$

5.13. Détermination de la structure moléculaire par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) permet de déterminer la présence de certaines fonctions chimiques présentes dans la matière à analyser, par l'absorption des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques. Le principe de cette

technique repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge lorsque la longueur d'onde (l'énergie) du faisceau est égale à l'énergie de vibration de la molécule (Gennet et Let, 2004).

Dans notre étude, un spectromètre FTIR (modèle Agilent Technologies Cary, série 630) équipé par un cristal de diamant à simple réflexion totale atténuée (ATR: Attenued Total Reflexion) a été utilisé. Une petite quantité de l'échantillon de FR a été déposée directement sur le cristal ATR, puis une presse de poudre a été orientée vers la bas jusqu'à ce qu'un contact suffisant avec l'échantillon soit établi pour qu'un spectre apparaisse sur l'écran d'ordinateur connecté au spectromètre FTIR.

Les spectres FTIR ont été obtenus dans un mode d'absorbance entre $4000-650\text{ cm}^{-1}$ avec une résolution de 2 cm^{-1} . Chaque spectre a été la moyenne de 64 scans acquis pour chaque échantillon. Après chaque utilisation, un nettoyage parfait du cristal de diamant a été effectué à l'aide de l'éthanol et l'eau distillée.

6. Partie 2. Effet du traitement d'Homogénéisation à Basses Pressions sur la qualité technologique de pains sans gluten

Dans cette partie de notre étude qui porte sur la panification SG, les échantillons de deux variétés de FR utilisés ont été les FR natives (FRL-N et FRM-N), FR de référence témoin non traitées (FRL-R et FRM-R) et FR traitées par HBP à 30 MPa-3 passages (FRL-T3 et FRM-T3). La farine de févrole (FF) a également été utilisée.

Pour la panification SG, deux formules sans gluten (FSG) ont été utilisées, l'une basée sur le mélange de FRL et FF (FSG 1), et l'autre sur le mélange de FRM et FF (FSG 2) avec le rapport massique 2:1 (p:p).

6.1. Formule sans gluten étudiée

Dans notre travail de thèse, la panification SG est basée sur le mélange de FR et FF selon un rapport massique 2:1 (p:p), pour obtenir un PSG nutritionnellement équilibré en acides aminés (Micard *et al.*, 2010 ; Benatallah *et al.*, 2012). Cette FSG, basée sur la supplémentation céréales (farine de riz)-légumes secs (farine de féverole), est proposée par l'équipe de Transformation et Elaboration de Produits Agro-alimentaires (T.E.P.A.) du Laboratoire de recherche en Nutrition et Technologie Alimentaire (L.N.T.A.) de l'I.N.A.T.A.A.

La FR, l'ingrédient de base de notre FSG, a été utilisée en raison de la digestibilité de ses protéines et son goût particulier (Marco et Rosell, 2008 ; Koidis, 2016). C'est la céréale la plus adaptée en panification SG, dont les propriétés dépendent de cultivars de riz (riz à grains longs, moyens et courts). Pour cela, deux variétés de FR ont été utilisées dans notre travail, FR à grains long (FRL) et FR à grains moyens (FRM) afin d'étudier l'effet de la variété de riz sur les différentes propriétés de la FR et sur la qualité technologique des PSG.

Selon Matos et Rosell (2014) et Conte *et al.* (2019), la qualité nutritionnelle de PSG à base de FR est pauvre en protéines. En effet, et dans le but d'améliorer la qualité de nos PSG, une supplémentation avec la FF a été effectuée. Le choix de la FF est basé sur sa richesse en protéines de bonne qualité (26-39%) (Boukid *et al.*, 2019), sa composition en acides aminés bien équilibrée (Yang *et al.*, 2018) ainsi que sur les résultats positifs rapportés par des études préalablement réalisées par l'équipe T.E.P.A. (Benatallah *et al.*, 2012; Boulemkahel, 2014; Bourekoua *et al.*, 2018; Dib *et al.*, 2018, Fetouhi *et al.*, 2019) montrant la bonne faisabilité technologique de la FF dans les formulations SG.

6.2. Composition biochimique des formules sans gluten

La composition biochimique de différents échantillons de deux FSG à base de FR et FF a été calculée selon les méthodes d'analyse décrites précédemment dans la section 3, avec le rapport massique 2:1 (p:p). Les méthodes ISO ont été utilisées pour la détermination de la teneur en eau (ISO 712: 2009), en cendres (ISO 2171: 2010) et en protéines (ISO 16634-2: 2016). La teneur en lipides totaux a été déterminée selon la FAO (1995) en utilisant l'appareil Soxhlet.

6.3. Détermination de la teneur en amidon endommagé de farines de riz

La teneur en amidon endommagé des FR a été déterminée en duplicata par une méthode enzymatique selon la AACC 76-31.01 (AACC, 2000), en utilisant un kit commercial de dosage d'amidon endommagé (Megazyme International Ireland Ltd., Bray, Co. Wicklow, Irlande).

Le principe de cette méthode consiste à hydrolyser les granules d'amidon endommagé en maltosaccharides et en dextrine limite alpha avec l'alpha amylase fongique, qui vise à donner une solubilisation presque complète des granules endommagés avec une dégradation minimale des granules non endommagés. Cette réaction est achevée par l'ajout d'acide sulfurique dilué, et des aliquotes sont traitées avec la solution d'amyloglucosidase (AMG)

purifiée pour donner une dégradation complète de la dextrine dérivée de l'amidon en glucose. Ce dernier est spécifiquement mesuré colorimétriquement avec un mélange de GOPOD de haute pureté.

Une prise d'essai de 100 mg de farine a été pesée dans des tubes à essai. Ces derniers avec les tubes Eppendorf contenant une solution de l'alpha amylase fongique (50 U/ mL) ont été placés dans un bain-marie à 40°C pendant 5 min pour pré-équilibrer. 1 mL de la solution de l'alpha amylase fongique pré-équilibrée a été ajoutée à chaque tube à essai en agitant pendant approximativement 5 secondes avec l'Ultra Turrax. Les tubes ont été incubés à 40°C pendant exactement 10 min à partir du moment de l'ajout de l'enzyme. Puis, 8 mL de la solution d'acide sulfurique diluée (0,2% v/v) a été ajouté avec agitation vigoureuse pendant 5 secondes. Cela inactive l'enzyme et termine la réaction. Par la suite, les tubes ont été centrifugés à 1000 ×g pendant 5 min. Dans une microplaque, 0,1 mL d'aliquote de la solution de surnageant a été transféré, par la suite, 0,1 mL de la solution AMG a été ajouté, suivie d'une incubation à 40 °C pendant 10 min. 250 µL de la solution GOPOD a été ajouté à chaque échantillon. Dans la même microplaque, le réactif blanc (préparé par l'ajout de 10 µL de tampon d'acétate de sodium (100 mM, pH 5) et 10 µL de la solution standard de D-glucose à 250 µL de réactif GOPOD) et les D-Glucose témoins (préparé par l'ajout de 20 µL de la solution standard de D-glucose à 250 µL de réactif GOPOD) ont été préparés simultanément. L'incubation a été réalisée à 50°C pendant 20 min. Puis, l'absorbance de tous les échantillons et celle de D-glucose témoins a été mesurée à 510 nm par rapport au réactif blanc à l'aide d'un spectrophotomètre CLARIOstar (BMG LABTECH, Germany).

• Calcul de la teneur en amidon endommagé

La concentration de l'amidon endommagé (%) des échantillons a été calculée par la formule suivante:

$$\text{Amidon endommagé (\%)} = \Delta E \times F \times 90 \times \frac{1}{1000} \times \frac{100}{W} \times \frac{162}{180}$$

Avec :

ΔE = Absorbance de l'échantillon lue par rapport au réactif blanc;

$F = \frac{150 \text{ (}\mu\text{g de glucose)}}{\text{Absorbance de } 150 \mu\text{g de glucose}}$ (Conversion de l'absorbance au µg)

90 = Correction de volume ;

$\frac{1}{1000}$ = Conversion de microgrammes en milligrammes;

W = Prise d'essai d'échantillon en milligrammes;

$$\frac{162}{186} = \text{Adjustement du glucose libre au glucose anhydre (comme il se produit dans l'amidon).}$$

6.4. Distribution granulométrique de formules sans gluten

La DG des différents échantillons de deux FSG à base de FR:FF a été déterminée en triplicata selon la norme ISO 13320 (ISO, 2020) décrite précédemment dans la section 5.1, en utilisant l'équipement Malvern Mastersizer (Modèle 2000; Malvern Instruments Limited, Worcestershire, Royaume-Uni). Comme il a été déjà mentionné avant, le résultat de la distribution granulométrique est exprimé en volume (%), présenté sous forme d'une courbe semi-logarithmique. En plus des paramètres indiqués précédemment (D (4,3), d (0,9), d (0,5), d (0,1)), la largeur de la distribution exprimée par le paramètre Span a été également enregistrée et calculée par la formule suivante :

$$Span = \frac{d(0,9) - d(0,1)}{d(0,5)}$$

6.5. Détermination de la capacité de rétention d'eau de formules sans gluten

La capacité de rétention d'eau (CRE) des différents échantillons des FSG a été déterminée selon la méthode décrite par Cornejo et Rosell (2015). Un échantillon de 1 g de FSG a été ajouté à 10 mL d'eau distillée dans un tube à essai. Le mélange a été centrifugé à 2000 ×g pendant 10 min. Cinq répétitions ont été réalisés pour chaque échantillon. La CRE exprimée en g d'eau retenue par g d'échantillon sec est calculée comme suit:

$$CRE (g/g) = \frac{\text{Poids de sédiment} - \text{poids de l'échantillon sec}}{\text{poids de l'échantillon sec}}$$

6.6. Processus de panification sans gluten

Dans notre étude, le diagramme de panification SG adopté (Figure 14) est basé sur le mélange de FR et FF (FRL:FF (FSG 1), FRM:FF (FSG 2)) selon un rapport massique 2:1 (p:p), rapportée par Benatallah *et al.* (2012) et Bourekoua *et al.* (2018), pour obtenir un PSG enrichi en protéines.

Pour la préparation de PSG, les ingrédients utilisés pour 100 g de FSG ont été: FR (66,67 g), FF (33,33 g), sel (1,5 g), levure comprimée (2 g), alpha amylase fongique (0,001 g), avec une quantité d'eau déterminée en fonction de la CRE de chaque échantillon (la quantité d'eau à ajouter correspondante à la CRE calculée pour 100 g de la FSG) (Tableau 1).

Tableau 1. Composition de deux formules sans gluten à base de farine de riz-féverole.

Ingrédients	FSG 1 (FRL:FF)			FSG 2 (FRM:FF)		
	FRL-N:FF	FRL-R:FF	FRL-T3:FF	FRM-N:FF	FRM-R:FF	FRM-T3:FF
FR (g)	66,67	66,67	66,67	66,67	66,67	66,67
FF (g)	33,33	33,33	33,33	33,33	33,33	33,33
Sel (g)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Levure (g)	2	2	2	2	2	2
Amylase fongique (g)	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
Eau ajoutée (mL)	135,49	133,00	130,11	154,65	157,18	134,29

FR, farine de riz; FF, Farine de féverole; FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF: mélange de farine de riz long de référence et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée et féverole.

Les pâtes à PSG ont été préparées par le mélange des différents ingrédients: la FRF (2:1), le sel, l'alpha amylase fongique, la levure comprimée pré-dissoute dans une quantité d'eau à 25°C, la quantité d'eau nécessaire à l'hydratation, suivie d'un pétrissage pendant 6 min à une vitesse de 500 tr/min avec un mélangeur (IKA EUROSTAR 40 digital, modèle: Euro-ST 40 DS000, Allemagne). La pâte résultante a été divisée en 9 portions de 50 g chacun puis mis en moule en silicone (9 cm x 4,7 cm x 4 cm, longueur x largeur x hauteur).

La fermentation a été effectuée dans une étuve (Salva Industrial S.A., Lezo, Espagne) à 35°C et 85% d'humidité relative (HR) en présence de buée pendant un temps de fermentation nécessaire pour atteindre 75% du volume maximum de chaque formulation, qui a été préalablement déterminé par des essais préliminaires. En effet, le temps de fermentation a été de 80 min pour les formulations préparées à base de FR natives et FF (FRL-N:FF et FRM-N:FF) et celles à base de FR de référence non traitées et FF (FRL-R: FF et FRM-R: FF). Alors que, pour les formulations à base de FR traitées et FF (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF), le temps de fermentation a été de 70 min et 65 min, respectivement.

La cuisson a été réalisée dans un four électrique (RxB-606 Smart, Espagne) à 185°C, 85% HR pendant 18 min en présence de buée. Enfin, les PSG obtenus ont été démoulés et refroidis sur des étagères à température ambiante pendant 55 min, en vue de les caractériser technologiquement. Il est important de signaler que pour chaque type de pain, 2 essais indépendants ont été réalisés et 9 pains (morceaux) ont été préparés pour chaque essai.

Pour l'analyse des propriétés du rassissement, les PSG de différentes formulations préalablement refroidis ont été placés dans des sacs en polyéthylène puis conservés pendant 1, 2 et 4 jours à 25°C. Deux essais indépendants ont été réalisés pour chaque type de PSG.

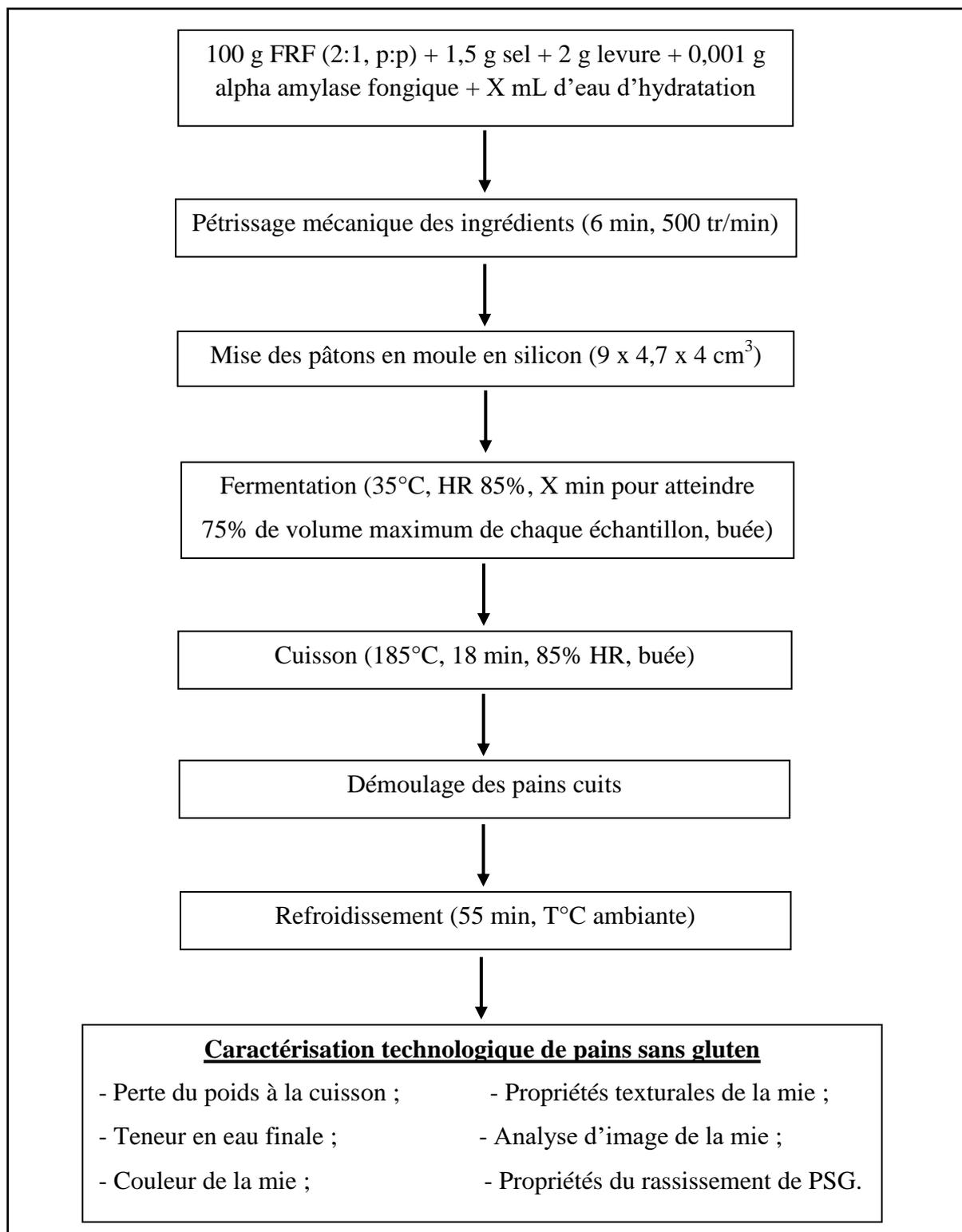


Figure 14. Diagramme de panification sans gluten adopté pour la formule riz-féverole traitée par Homogénéisation à Basses Pressions et non traitée.

6.7. Mesure de pH de pâtes à pain sans gluten avant et après fermentation

Le pH des pâtes à PSG, préparées à base de différentes formulations selon les étapes décrites précédemment dans le processus de panification (section 6.6) a été mesuré avant et après fermentation à l'aide d'un pH mètre à pénétration (Crison Instruments, S.A., Alella, Barcelone, Espagne).

6.8. Suivi des cinétiques de fermentation de pâtes à pain sans gluten

La cinétique de fermentation des pâtes à PSG de différentes formulations (préparées selon les étapes décrites précédemment dans la section 6.6) a été déterminée par la pesée d'une prise d'essai de 1 g de pâte dans une éprouvette graduée de 10 mL, puis la mise de cette dernière dans une étuve de fermentation (Salva Industrial S.A., Lezo, Espagne) à 35°C et 85% HR pendant 150 min en présence de buée. Quatre répétitions ont été effectuées pour chaque échantillon. La cinétique de fermentation a été présentée par une courbe indiquant l'évolution du volume de la pâte (mL) en fonction du temps (min).

6.9. Evaluation de la qualité technologique des pains sans gluten

6.9.1. Mesure de la perte du poids à la cuisson

La perte du poids à la cuisson de différents PSG a été déterminée par une différence entre le poids initial des pâtons avant cuisson et celui des pains cuits obtenus. Trois répétitions ont été effectuées pour chaque échantillon.

6.9.2. Détermination de la teneur en eau finale

La teneur en eau (humidité) finale de PSG a été calculée en triplicata selon la méthode AACC (méthode AACC, 44-15.02 : 1999) en deux étapes successives. La première étape consiste à un séchage des morceaux des pains dans une étuve, suivie d'une deuxième étape basée sur la mesure de l'humidité de broyat de pain séché avec un humidimètre.

Des morceaux de PSG (croûte et mie) coupés et mis dans des boîtes de Pétrie ont été séchés dans une étuve à 40°C pendant 48 h. Sachant que, le poids de l'ensemble de boîte de Pétrie et celui de l'échantillon avant et après séchage a été noté. Par la suite, avec un moulin à café les morceaux de PSG séchés ont été broyés et l'humidité d'une prise d'essai de 5 g de broyat a été mesurée avec un humidimètre.

La teneur en eau finale (humidité) de PSG exprimée en % a été calculée en fonction de l'humidité initiale (H_i) mesurée après séchage dans l'étuve et celle mesurée par l'humidimètre (H) selon les deux formules suivantes:

Calcul de l'humidité initiale de PSG (H_i) :

$$H_i (\%) = \frac{P_1 - P_2}{P_1 - P} \times 100$$

Avec:

P_1 : masse de la boîte de Pétrie et la prise d'essai avant séchage (g);

P_2 : masse de la boîte de Pétrie et la prise d'essai après séchage (g);

P : masse de la boîte de Pétrie vide (g).

Calcul de l'humidité finale de PSG (H_f) :

$$H_f = H_i + \frac{(100 - H_i) \times H}{100}$$

Avec :

H_i : humidité initiale (%);

H : humidité mesurée par l'humidimètre (%).

6.9.3. Mesure de la couleur de la mie

Selon Matos et Rosell (2012), la mesure de la couleur de la mie des PSG a été réalisée avec un Colorimètre (CR-400, Konica Minolta, New Jersey, USA) sur des tranches de pain de 1 cm d'épaisseur coupées au milieu avec un scalpel. Six répétitions ont été effectuées pour chaque échantillon de pain.

La couleur des échantillons a été déterminée avec une échelle de couleurs de la Commission Internationale de l'Eclairage CIE- $L^*a^*b^*$, dans laquelle L^* indique la luminance allant du noir (valeur 0) au blanc (valeur 100), a^* indique la teinte sur un axe allant de vert (valeurs négatives '-') au rouge (valeurs positives '+') et b^* indique la teinte sur un axe allant de bleu (valeurs -) au jaune (valeurs +). Après une calibration de colorimètre avec une plaque de calibrage blanche ($L^*=96,9$, $a^*=-0,04$, $b^*=1,84$), la cellule (l'écran) de l'appareil a été placée directement sur la tranche de pain pour mesurer en trois positions différentes les paramètres précédemment mentionnés (L^* , a^* et b^*). En plus, le degré de la différence de la couleur totale (ΔE^*) a été calculé selon la formule suivante :

$$\Delta E^* = ((L_r^* - L_i^*)^2 + (a_r^* - a_i^*)^2 + (b_r^* - b_i^*)^2)^{1/2}$$

Avec:

L_r^* , a_r^* , b_r^* : paramètres de couleur des PSG préparés avec les formulations à base de FR natives et FF (FRL-N:FF et FRM-N:FF).

L_i^* , a_i^* , b_i^* : paramètres de couleur des PSG préparés avec les formulations à base de FR de référence et FF (FRL-R:FF et FRM-R:FF) ou à base de FR traitées à 30 MPa-3 passages et FF (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF).

6.9.4. Propriétés texturales de la mie

L'analyse du profil de texture (Textural Profil Analysis TPA) de la mie des PSG a été réalisée à l'aide d'un analyseur de texture (TA-XT plus, Stable Micro Systems, UK). Six mesures ont été effectuées pour chaque échantillon de pain.

Cette analyse consiste à appliquer une double compression à l'aide d'une sonde cylindrique en aluminium de 25 mm de diamètre (sonde P/25) sur des tranches du pain de 1 cm d'épaisseur (la mie du pain) coupées au milieu avec un scalpel jusqu'à une déformation de 50 % (pénétration de sa hauteur d'origine) à une vitesse de traverse de 1 mm/s et un écart de 30 secondes entre les compressions. A l'aide de logiciel "Texture Expert", des courbes de double compression de profil d'analyse de texture (Figure 15) ont été obtenues et les paramètres de texture enregistrés ont été les suivants :

- **La dureté (hardness)** : représente le pic de la force du premier cycle de compression (Fmax) (A1) obtenue à la première déformation, exprimée en g ou en Newtons (N) ;
- **La cohésion (cohesiveness)** : représente le rapport entre l'effort pendant la compression du second cycle A2 et celui du premier cycle A1.
- **L'élasticité (springiness)** : présente la hauteur à laquelle l'échantillon retrouve sa forme initiale après la première compression par rapport à la déformation maximale.
- **La masticabilité (mastication, mâchabilité) (chewiness)** : présente le produit de la dureté, de la cohésion et de l'élasticité, et exprimée en g ou en N.
- **La résilience (resilience) (point de rupture)** : c'est le rapport entre l'effort retourné par l'échantillon quand la force compressive cesse (connu comme l'effort de récupération fourni (b) et l'effort nécessaire à la compression (connu comme l'effort de dureté fourni A1).

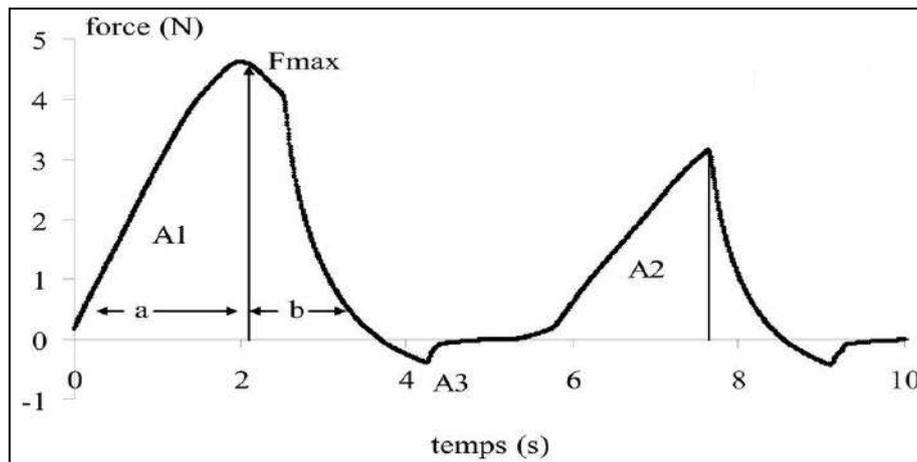


Figure 15. Courbe typique de double compression de profil d'analyse de texture.

6.9.5. Analyse d'image de la mie

La détermination de la structure interne de la mie de PSG a été évaluée par analyse d'image numérique en utilisant le logiciel Image J (Image J 1.52p, National Institutes of Health, USA) selon la méthode décrite par Espinosa-Ramírez *et al.* (2018).

Des tranches de PSG de 1 cm d'épaisseur coupées au milieu avec un scalpel ont été utilisées. Les images de ces tranches ont été capturées à l'aide d'un scanner à plat (EPSON Pefection V600 Photo, J252A, Indonésie) à une résolution de 600 dpi. La procédure d'analyse d'images des tranches de PSG a été effectuée en six répétitions pour chaque échantillon de pain et consiste à :

- identifier dans l'image scannée de pain (image en couleur) la zone d'intérêt (la mie) et recadrer la section à analyser ;
- améliorer l'image par sa conversion en niveau de vert (Type 8-bit);
- modifier et améliorer le contraste pour accentuer la différence entre les cellules (alvéoles) et le reste de la structure de la mie ;
- enfin, pour la méthode de segmentation, appliquer un algorithme prédéfini "Ostu" pour ajuster (établir) le seuil de l'image.

Cette analyse nous a permis de déterminer les paramètres morphologiques de la mie de PSG, qui ont été la surface 2D (cm²) et le rapport largeur/hauteur des tranches de pains. En plus, la microstructure de la mie des PSG a été analysée par la détermination des paramètres suivants : nombre des cellules (alvéoles) de la mie/cm², surface moyenne des alvéoles (cm²), porosité de la mie et circularité (la forme des alvéoles).

6.9.6. Analyse des propriétés du rassissement

A fin d'étudier et suivre les changements apparus sur les PSG de différentes formulations durant la conservation à température ambiante de 25°C pendant 1, 2 et 4 jours, la teneur en eau finale de ces pains a été mesurée par la méthode AACC (méthode AACC, 44-15.02 : 1999) comme décrite précédemment dans la section 6.9.3. En plus, la dureté de la mie des PSG conservés a été déterminée en utilisant l'analyseur de texture (TA-XT plus, Stable Micro Systems, UK) selon la procédure d'analyse indiquée ci-dessus dans la section 6.9.5, puis, le taux de durcissement a été calculé comme la pente (régression en ligne droite) obtenue dans une courbe représentant la dureté de la mie des différents PSG en fonction du temps.

7. Partie 3. Etude du traitement de la formule riz-féverole par Détente Instantanée Contrôlée (DIC) sur la qualité technologique de pains sans gluten

7.1. Composition biochimique

La composition biochimique de farines de riz et de féverole utilisées dans cette partie de notre étude a été déterminée selon les méthodes d'analyse décrites précédemment dans la section 3. Les méthodes ISO ont été utilisées pour la détermination de la teneur en eau (ISO 712: 2009) et en cendres (ISO 2171: 2010). La teneur en protéines a été déterminée avec la méthode de Kjeldahl selon la norme AFNOR. N.F. V03-050 de Septembre 1970 (AFNOR, 1991). La teneur en lipides totaux a été déterminée selon la FAO (1995) avec l'appareil Soxhlet. Comme il a été indiqué précédemment dans la section 6.2, le calcul de la composition biochimique des échantillons de la FSG à base de FR et FF a été effectuée selon le rapport massique 2:1 (p:p).

7.2. Distribution granulométrique

La DG des farines a été déterminée à l'aide d'une tamiseuse de laboratoire (Retsch AS 200 digit cA, Germany). Son principe consiste à faire passer une quantité d'échantillon à travers une série de tamis dont les caractéristiques sont connues, récupérer puis peser séparément les fractions retenues sur chaque tamis (AFNOR NF X 11-507).

Une prise d'essai de 100 g de farine a été déposée et répartie d'une manière uniforme au sommet d'une batterie de cinq tamis d'ouverture de mailles décroissante (200, 150, 125, 100 et 75 µm). Le tamisage a été effectué par un mouvement vibratoire automatique jusqu'à l'arrêt de la descente des particules dont les dimensions inférieures aux dimensions d'ouverture de

mailles des tamis (le passant). Alors que, le refus retenu sur chacun des tamis a été par la suite pesé et rapporté à la quantité de la prise d'essai totale pour déterminer la distribution granulométrique (DG) exprimée en % selon la formule suivante :

$$DG (\%) = \frac{P_1}{P_0} \times 100$$

Avec :

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

P_1 : masse de la fraction retenue sur chacun des tamis (g).

7.3. Traitement de la formule riz-féverole par Détente Instantanée Contrôlée (DIC)

7.3.1. Description de l'appareil DIC utilisé

Dans notre étude expérimentale, l'équipement DIC utilisé pour le traitement de la FSG à base de FR:FF (2:1) était une unité DIC à l'échelle du laboratoire (fabriquée et fournie par ABCAR-DIC Process, La Rochelle, France). Selon Allaf (2013) et Nguyen (2015), le réacteur DIC comporte quatre parties principales (Figure 16):

- **Chambre de traitement** : c'est une enceinte ou un autoclave en inox de forme cylindrique de 22 cm de diamètre et de 12 litres de volume avec une chemise chauffante, dans laquelle les produits sont traités à haute température (jusqu'à 200°C) / haute pression de vapeur d'eau (0,1 à 1 MPa). Elle est équipée d'un manomètre et munie des vannes pour contrôler le débit de vapeur et d'air comprimé ;
- **Système à vide** : c'est un réservoir à vide en inox de 1600 litres de volume avec une chemise d'eau de refroidissement, lié à une pompe à vide à anneau liquide (d'eau) capable d'assurer un vide voisin de 3 à 5 kPa ;
- **Système de connexion** : Il s'agit d'une vanne sphérique électropneumatique de grande section qui assure une connexion instantanée entre la chambre de traitement et le réservoir à vide. Elle permet d'obtenir la chute abrupte de pression (détente instantanée) vers le vide en une durée inférieure à 40 ms ;
- **Système d'acquisition et de commande automatique** : permet le stockage des données sur un ordinateur et est composé d'un système de capteurs, de cartes électroniques et de logiciel d'acquisition.

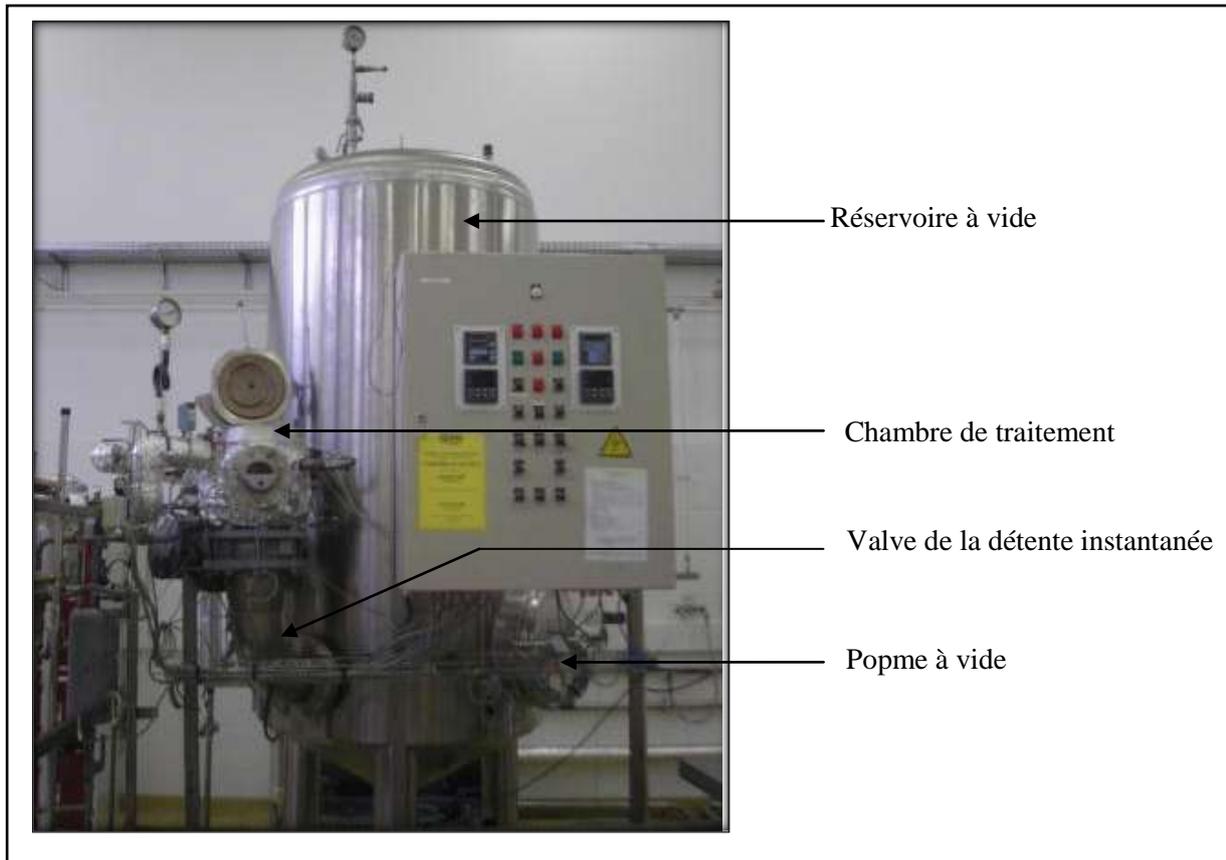


Figure 16. Présentation du réacteur DIC utilisé pour le traitement de la formule riz-féverole.

7.3.2. Principe de fonctionnement de l'appareil DIC

Le traitement des différents échantillons de la FRF (2:1) par la DIC a été effectué premièrement par la mise de 180 g d'échantillon dans un sac filtre de type café et le positionner dans la chambre de traitement à pression atmosphérique (Figure 17-phase a). Après la fermeture de l'enceinte, une première étape de vide (environ 0,005 MPa) a été établie (Figure 17-phase b) afin d'éliminer l'air présent et, ainsi, assurer un contact étroit entre la surface de l'échantillon et la vapeur d'eau saturée à injecter dans l'étape suivante (Figure 17-phase c). Comme il a été démontré par Allaf et Allaf (2014), l'utilisation de vapeur d'eau saturée permet un chauffage ultérieur extrêmement rapide par condensation. Dans notre cas, la pression de vapeur d'eau saturée injectée varierait entre 0,10 et 0,70 MPa selon un CCD spécifique que nous avons adopté sur la base du savoir-faire de l'équipe de recherche, de la littérature et d'une série d'essais préliminaires. La température de traitement a été comprise entre 100 et 165°C et le temps du traitement varierait entre 20 et 60 s (Figure 17-phase d). Après le traitement de l'échantillon, une détente abrupte de pression vers le vide (0,005 MPa) a été obtenue (Figure 17-phase e) en ouvrant la vanne instantanée électropneumatique. Cette étape de détente de pression provoque une auto-vaporisation partielle de l'eau de l'échantillon

provoquant ainsi son refroidissement. Enfin, la pression atmosphérique a été rétablie dans l'enceinte de traitement (figure 17-phase g) et l'échantillon a été récupéré, puis séché dans une étuve en vue de l'utiliser ultérieurement en panification SG.

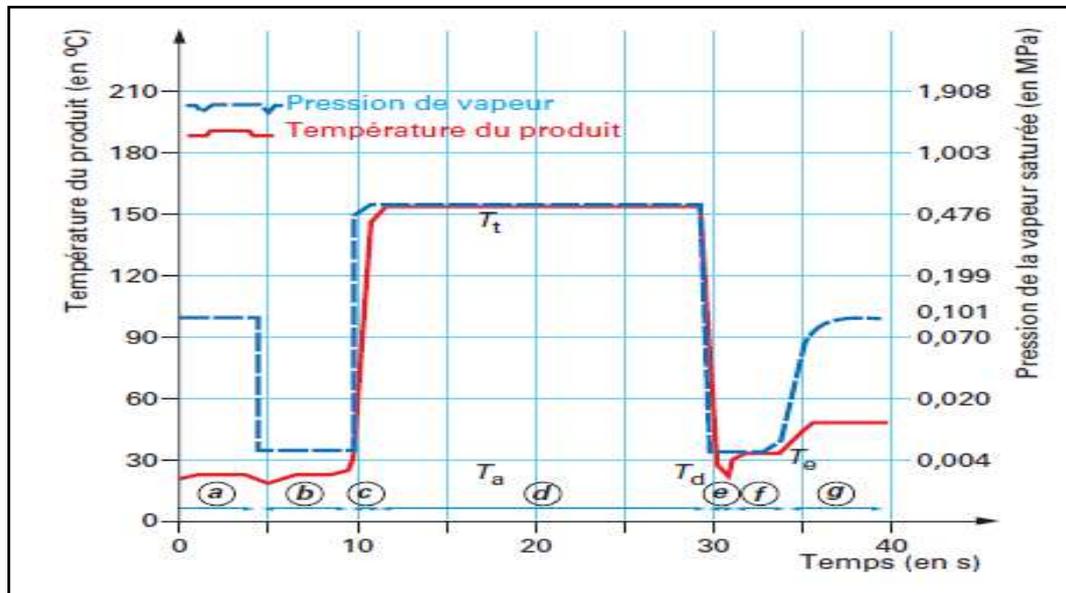


Figure 17. Evolution de la température et de la pression lors d'un traitement DIC (Allaf *et al.*, 2013).

(a) Mise du l'échantillon dans la chambre de traitement à pression atmosphérique ; (b) Instauration d'un vide initial ; (c) Injection de vapeur d'eau saturée ; (d) maintien de la pression de vapeur saturée et la température de traitement constante ; (e) Détente abrupte vers le vide ; (f) Maintien de vide ; (g) Retour à la pression atmosphérique ; T_a : Température de l'air ; T_t : Température de traitement ; T_d : Température de détente ; T_e : Température de l'échantillon.

7.3.3. Plan d'expérience adopté pour le traitement de la formule sans gluten

Afin d'étudier l'effet du traitement de la FRF par la DIC sur la qualité technologique de PSG, la Méthodologie des Surfaces de Réponses (MSR) a été adoptée par la réalisation d'un plan d'expérience de type central composite (Central Composite Design CCD) à deux facteurs (variables), X_1 : la température du traitement "T" couplée à la pression de vapeur d'eau "P" et X_2 le temps du traitement thermique "t", et à cinq niveaux ($-\alpha$, -1, 0, +1, $+\alpha$). La réponse étudiée (Y) était le volume spécifique (Vsp) de PSG.

Ce plan (CCD) nécessite la réalisation de huit expériences (dont quatre points factoriels codés (-1,-1), (-1,+1), (+1,-1) et (+1,+1); et quatre points axiaux ou étoiles codés ($-\alpha$, 0), (0, $-\alpha$), (0, $+\alpha$) et ($+\alpha$, 0)) représentant des combinaisons de trois niveaux attribués à chacun des

deux facteurs tout en prenant la réponse correspondante. Le point central (00) a été ajouté et répété cinq fois pour appuyer ce plan d'expériences ; ce qui donne un total de 13 essais.

Modèle mathématique

Le modèle mathématique postulé est un modèle de second ordre qui a été réalisé à l'aide de techniques de régression traduisant la dépendance de la réponse étudiée (Y) en fonction des deux variables codées (X_1 et X_2). Il permet d'étudier les effets linéaires, quadratiques et les effets d'interaction entre les variables selon l'équation suivante :

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

Avec :

Y : réponse étudiée ;

X_1, X_2 : formes codées des variables explicatives ;

b_0 : constante du modèle qui exprime l'effet moyen général ;

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

b_{11}, b_{22} : coefficients quadratiques ;

b_{12} : coefficient d'interaction entre les deux variables.

Niveaux des variables étudiées

Pour le CCD adopté, les cinq niveaux suivants : **$-\alpha, -1, 0, +1$ et $+\alpha$** ont été attribués pour chaque variable codée (X_i). Les $\pm\alpha$ représentent les valeurs extrêmes (max, min). Pour que le plan soit orthogonal et rotatable, la valeur de α a été fixée par le logiciel à 1,414, qui représente le rayon r du cercle sur lequel sont représentés les points expérimentaux permettant le calcul des régresseurs ($b_0, b_1, b_2, b_{11}, b_{22}, b_{12}$) des modèles mathématiques indépendamment les uns des autres.

Les données de ce plan peuvent être représentées sur un tableau, en utilisant des grandeurs codées des variables, dans ce cas il prend le nom d'une matrice d'expérience (Tableau 2).

Tableau 2. Matrice d'expérience du plan composite orthogonal centré à deux facteurs.

Essais	Matrice	
	X ₁ (T : Température)	X ₂ (t : Temps du traitement)
1	-1	-1
2	+1	-1
3	-1	+1
4	+1	+1
5	-1,414	0
6	+1,414	0
7	0	-1,414
8	0	+1,414
9	0	0
10	0	0
11	0	0
12	0	0
13	0	0

Détermination des valeurs réelles des variables

Dans notre étude expérimentale, le choix des valeurs des paramètres opératoires de la DIC (X₁ : température du traitement couplée à la pression de vapeur d'eau, et X₂ : le temps du traitement) a été déterminée sur la base du savoir-faire de l'équipe de recherche de Pr Allaf, de la littérature et d'une série d'essais préliminaires (Tableau 3).

➤ *Température du traitement couplée à une pression de vapeur d'eau*

Il est important de signaler qu'au cours du traitement d'un produit par la DIC, la température appliquée est couplée à une pression de vapeur d'eau calculée par la formule suivante :

$$P \text{ (Pa)} = 10^{\left(10.09938 - \frac{1681}{T - 43.037}\right)}$$

Les bornes de l'intervalle de la température du traitement par DIC (X₁) appliquée à la FRF ont été fixées à 100 et 165°C, ce qui correspond à une pression de vapeur comprise entre 0,10 et 0,70 MPa. Ces dernières valeurs représentent respectivement la valeur minimale (0,10 MPa) et maximale (0,70 MPa) de la pression de vapeur d'eau donnée par le réacteur DIC.

➤ **Temps du traitement**

La borne inférieure de temps de traitement a été fixée à 20 s, représente le temps minimum permettant la diffusion de la vapeur d'eau à travers les échantillons à traités. Alors que, la borne supérieure a été fixée à 60 s, correspond au temps maximale de ce traitement de type HTST (High Temperature Short Time : Haute température courte durée) selon la définition donnée par Allaf *et al.* (2013).

Tableau 3. Niveaux de deux variables de CCD adopté lors du traitement de la FSG par DIC.

Variables	Niveaux des variables				
	-1,414	-1	0	+1	+1,414
X₁: Température (°C) couplée à la pression de vapeur d'eau (MPa)	100,0	109,5	132,5	155,5	165,0
X₂: Temps du traitement (s)	20,0	25,9	40,0	54,1	60,0

Le tableau 4 représente les 13 couples (Température couplée à la pression de vapeur d'eau - temps de traitement) de CCD utilisés dans le traitement de la FRF par DIC.

Tableau 4. Valeurs réelles de deux variables de CCD adopté lors du traitement de la FSG par DIC.

Essais	Niveaux des variables	Température couplée à la pression de vapeur d'eau		X ₂ : Temps du traitement (s)
		X ₁ : T (°C)	P (MPa)	
1	(0, 0)	132,50	0,30	40,00
2	(+1,414, 0)	165,00	0,70	40,00
3	(0, +1,414)	132,50	0,30	60,00
4	(0, 0)	132,50	0,30	40,00
5	(+1, +1)	155,50	0,55	54,10
6	(+1, -1)	155,50	0,55	25,90
7	(0, 0)	132,50	0,30	40,00
8	(-1, -1)	109,50	0,15	25,90
9	(-1, +1)	109,50	0,15	54,10
10	(0, 0)	132,50	0,30	40,00
11	(-1, 414, 0)	100,00	0,10	40,00
12	(0, -1,414)	132,50	0,30	20,00
13	(0, 0)	132,50	0,30	40,00

Vérification de la validité du modèle étudié

Selon Goupy et Creighton (2006), le coefficient de détermination (R^2) est le premier paramètre qui permet de vérifier la validité du modèle. Il est défini par le rapport de la somme des carrés des réponses calculées à la somme des carrés des réponses mesurées. Le second paramètre est le manque d'ajustement (lack of fit), qui représente l'écart entre le modèle à priori et le modèle réel qui régit le phénomène étudié. On peut dire que, le modèle est adéquat s'il n'y a pas une différence significative entre les valeurs du modèle prédit et les valeurs réelles (mesurées), et que le manque d'ajustement n'est pas significatif, ainsi une valeur élevée de R^2 est obtenue.

7.4. Processus de panification adopté

Dans notre étude, les PSG ont été préparés à base de différents échantillons de la FRF (2:1, p:p) traités par DIC sous différentes conditions selon le CCD adopté (Tableau 4), comparés au pain témoin de FBT et au PSG témoin à base de la FRF non traitée.

Le diagramme de panification adopté est illustré dans la figure 18. La recette utilisée consiste à ajouter à 100 g soit de la FBT ou la FRF (66,67 g FR et 33,33 g FF) 2 g de sel et 2 g de levure boulangère lyophilisée (*Saccharomyces cerevisiae*), avec une masse d'eau nécessaire à l'hydratation. La masse d'eau à ajouter (MEA) a été déterminée selon l'humidité de chaque échantillon préalablement mesurée. Pour les 13 échantillons de la FRF traités par la DIC et celui de la FRF non traitée, la MEA a été calculée de sorte que tous les échantillons des pâtes à PSG aient la même teneur en eau finale (70 g d'eau pour 100 g de pâte à base de la FRF) (Tableau 5). Pour la pâte témoin à base de FBT, des essais préliminaires donnant le meilleur V_{sp} de pain ont permis de fixer la MEA à 61 mL d'eau pour 100 g de FBT.

Les différents ingrédients (Farine ou FRF, sel, levure, eau distillée) ont été mélangés puis pétris à température ambiante (25°C), dans un mélangeur à trois doigts (HEIDOLPH, type RZR 2020, Allemagne), avec une vitesse de 200 tours/min, en deux temps de 15 min chacun séparés par un temps de repos de 5 min.

La pâte obtenue a été divisée en trois pâtons égaux de 45g chacun puis mis en moule en silicone (9 x 4,7 x 4 cm³). Par la suite, la fermentation a été effectuée dans une étuve (MEMMERT, France) à 37°C pendant 45 min en présence de buée.

Tableau 5. Valeurs expérimentales des deux variables de CCD et masses d'eau à ajouter aux échantillons de la FRF traités par DIC pour la préparation de pains sans gluten.

Essai	Température couplée à la pression de vapeur d'eau		X ₂ : Temps du traitement (s)	MEA (mL)
	X ₁ : T (°C)	P (MPa)		
1	132,50	0,30	40,00	219,50
2	165,00	0,70	40,00	220,56
3	132,50	0,30	60,00	221,90
4	132,50	0,30	40,00	219,63
5	155,50	0,55	54,10	221,46
6	155,50	0,55	25,90	220,80
7	132,50	0,30	40,00	221,03
8	109,50	0,15	25,90	219,93
9	109,50	0,15	54,10	219,83
10	132,50	0,30	40,00	222,36
11	100,00	0,10	40,00	222,93
12	132,50	0,30	20,00	222,50
13	132,50	0,30	40,00	220,76

MEA, Masse d'eau à ajouter.

La cuisson a été réalisée dans un four électrique (SAMSUNG, Germany) à 230°C en présence de buée pendant 55 min pour les PSG de la FRF traitée par DIC, 22 min pour le PSG témoin à base de FRF non traitée et 15 min pour le pain témoin de FBT. À la sortie du four, les pains cuits ont été démoulés et laissés refroidir à température ambiante (25°C) pendant 45 min, afin de les caractériser technologiquement.

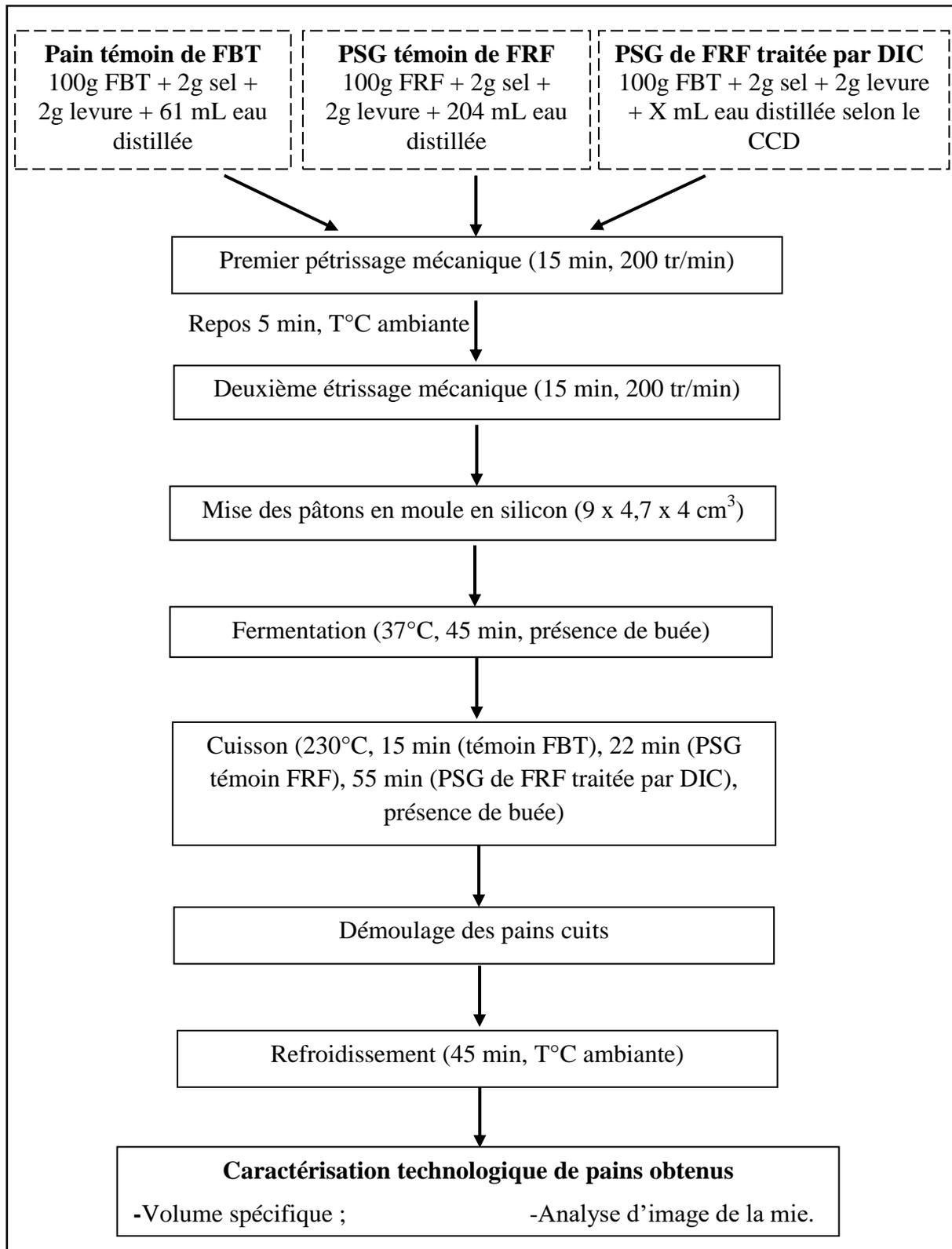


Figure 18. Diagramme de panification témoin et sans gluten adopté pour la farine de blé et la formule riz-féverole traitée par DIC.

7.5. Evaluation de la qualité technologique des pains obtenus

7.5.1. Mesure de volume spécifique

Le volume spécifique (Vsp) est l'une des caractéristiques visuelles la plus importante de l'évaluation de la qualité de pain, influençant fortement le choix du consommateur (Hager et Arendt, 2013).

Le Vsp de pains fabriqués a été déterminé selon la méthode approuvée AACC 10.05 (AACC, 2000), basée sur la Méthode de déplacement des grains sphériques. Cette mesure consiste à remplir à ras un récipient, de volume plus grand que celui de pain, avec des grains sphériques de Vsp connu ($V_{sp}=0,70 \text{ cm}^3/\text{g}$). Par la suite, et après avoir vidé ce récipient de son contenu à moitié, le pain a été placé dedans, puis recouvert par les grains sphériques préalablement utilisés. Encore une fois, la surface de récipient a été ajustée et l'excès des grains a été récupéré puis pesé.

Le Vsp de pain, exprimé en cm^3/g , a été déterminé par le rapport de son volume (V), correspond à celui des grains sphériques, et de son poids (P) donné par la formule suivante :

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

Avec:

$$V (\text{cm}^3) = P_{\text{grains en excès}} \times 0,70.$$

7.5.2. Analyse de la texture de la mie

L'analyse d'images de la mie des PSG fabriqués a été effectuée en utilisant le logiciel Image J (Image J version 1.48, National Institutes of Health, USA), selon Gonzales-Barron et Butler (2006).

Pour cette analyse, des tranches de PSG de 1 cm d'épaisseur coupées transversalement au milieu par une lame fine ont été utilisées. La prise d'image de ces tranches a été réalisée en couleurs (RGB : Red Green Blue) à l'aide d'un scanner à plat (Epson Stylus SX105) à une résolution de 300 ppp (points par pouce) puis, elles ont été enregistrées en format TIFF (Tagged Image File Format). Pour chaque échantillon, cette analyse a été réalisée en trois répétitions.

La première étape de traitement consiste à identifier dans chaque image la zone d'intérêt (la mie). À l'aide de barre de longueur connue, les valeurs de pixels ont été converties en

unités de distance (mm). Le centre de chaque image de tranche de pain a été recadré (5mm×5mm) puis convertie en image monochrome en niveaux de gris (8 bits) où les zones sombres représentent les bulles d'air (alvéoles) et celles claires correspondent au reste de la structure de la mie. Par la suite, les images ont subi un ajustement de seuil pour différencier les alvéoles correspondantes aux parties noires de l'image binaire et les cellules non gazeuses.

De cette analyse, les paramètres enregistrés ont été : le nombre des alvéoles, surface moyenne des alvéoles (mm²), pourcentage de la zone des alvéoles (%) (Rapport de la surface des alvéoles à la surface totale) et circularité qui dépend du facteur de forme, dont la valeur varie de 0,00 (de plus en plus forme allongée) à 1,0 (un cercle parfait) (Wiwart *et al.*, 2012) .

8. Analyse statistique

Dans notre travail, les résultats obtenus sont exprimés en moyenne ± écart type, qui correspondent généralement à la moyenne de trois répétitions. Mais, pour certaines analyses, les tests ont été réalisés en double (détermination de la teneur en amylose et en amidon endommagé), en quadruple (CAH), groupements thiol (SH), propriétés émulsifiantes et suivi des cinétiques de fermentation), en quintuple (hydrophobicité de la surface (Ho) et CRE) ou en sextuple (couleur et propriétés texturales de la mie de PSG).

La saisie et le traitement des données expérimentales ont été effectués avec le logiciel STATISTICA version 7 (StatSoft, Inc., Tulsa, OK, U.S.A) et Statgraphics Centurion XVII (Statpoint Technologies inc, The Plains, Virginia, USA).

Pour déterminer les différences significatives entre les résultats obtenus, un test d'Analyse de la Variance a été effectué (ANOVA à un seul facteur, ANOVA à deux facteurs et ANOVA multifactorielle) avec un seuil de signification de 0,05.

Pour indiquer la corrélation et la signification entre les analyses réalisées, le coefficient de corrélation linéaire de Pearson (r) et la valeur de P ont été déterminés à l'aide de logiciel Statgraphics Centurion XVII (Statpoint Technologies inc, The Plains, Virginia, USA).

Dans la partie 1 de notre thèse, une Analyse en Composantes Principales (ACP) a été effectuée pour discriminer les échantillons de farines de riz étudiés.

En ce qui concerne la partie 2 de la thèse et pour évaluer l'impact du traitement d'HBP sur les propriétés de farines de riz, les données expérimentales des farines de riz natives (FRL-

N et FRM-N) ont été exclues. L'analyse d'image de la mie des PSG a été réalisée par le logiciel Image J (Image J version 1.52p, National Institutes of Health, USA).

En ce qui concerne la partie 3 de la thèse, le logiciel Minitab 17 (Minitab Inc., PA State College, USA) a été utilisé pour le traitement statistique du plan CCD, la détermination du coefficient de détermination R^2 et le manque d'ajustement (lack-of-fit) pour la vérification de l'adéquation du modèle de CCD adopté. L'analyse d'image de la mie de PSG a été effectuée par le logiciel Image J (Image J version 1.48, National Institutes of Health, USA).

II. Résultats et discussion

Partie 1. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de farines de riz étudiées

1.1. Effet sur la distribution granulométrique des farines de riz

La distribution granulométrique (DG) des échantillons de FRL et FRM traités (30 et 50 MPa-1, 2 et 3 passages) et non traités est présentée dans la figure 19.

Globalement, l'application de diverses pressions d'homogénéisation (30 et 50 MPa) et de nombre de passages (1, 2 et 3) a entraîné une réduction critique de la DG de FRL et FRM par rapport à ceux de référence témoins non traités (0 MPa).

Les échantillons de FR non traités de deux variétés (FRL-R et FRM-R) ont présenté une DG presque monomodale (unimodale) avec un pic principal autour de 100-800 μm . Tandis que, les échantillons homogénéisés à basses pressions (FRL-T1 (30 MPa-1 passage), FRL-T2 (30 MPa-2 passages), FRL-T3 (30 MPa-3 passages), FRL-T4 (50 MPa-1 passage), FRL-T5 (50 MPa-2 passages), FRL-T6 (50 MPa-3 passages), FRM-T1 (30 MPa-1 passage), FRM-T2 (30 MPa-2 passages), FRM-T3 (30 MPa-3 passages), FRM-T4 (50 MPa-1 passage), FRM-T5 (50 MPa-2 passages), FRM-T6 (50 MPa-3 passages)) ont présenté trois pics différents dans la plage de 0,36 à 800 μm , un pic majeur centré à 9,0 μm , un pic mineur à environ 1,0 μm et un pic intermédiaire entre 90 et 200 μm .

Les courbes illustrées dans la figure 19 ont révélé l'impact du traitement d'HBP sur la DG des deux variétés de FR. En particulier pour la FRM, qui a montré une diminution plus importante du pic principal vers une taille de particule d'environ 10 μm (Figure 19 B). A l'inverse, dans la FRL, le pic majeur et intermédiaire ont montré un volume presque similaire pour les différents échantillons traités à différentes conditions (Figure 19 A).

Selon Clarke *et al.* (2010) et Martinez-Monteagudo *et al.* (2017), la réduction de la taille des particules des échantillons traités par Homogénéisation sous Pressions est due à leur rupture causée par des contraintes mécaniques telles que la cavitation, la turbulence, la collision et le cisaillement, appliquées au fluide lors du traitement.

Néanmoins, il a été observé qu'à une pression d'homogénéisation plus élevée de 50 MPa avec 3 passages, il y avait une augmentation de la DG des échantillons de FR, vraisemblablement en raison de l'agrégation de plus petites particules.

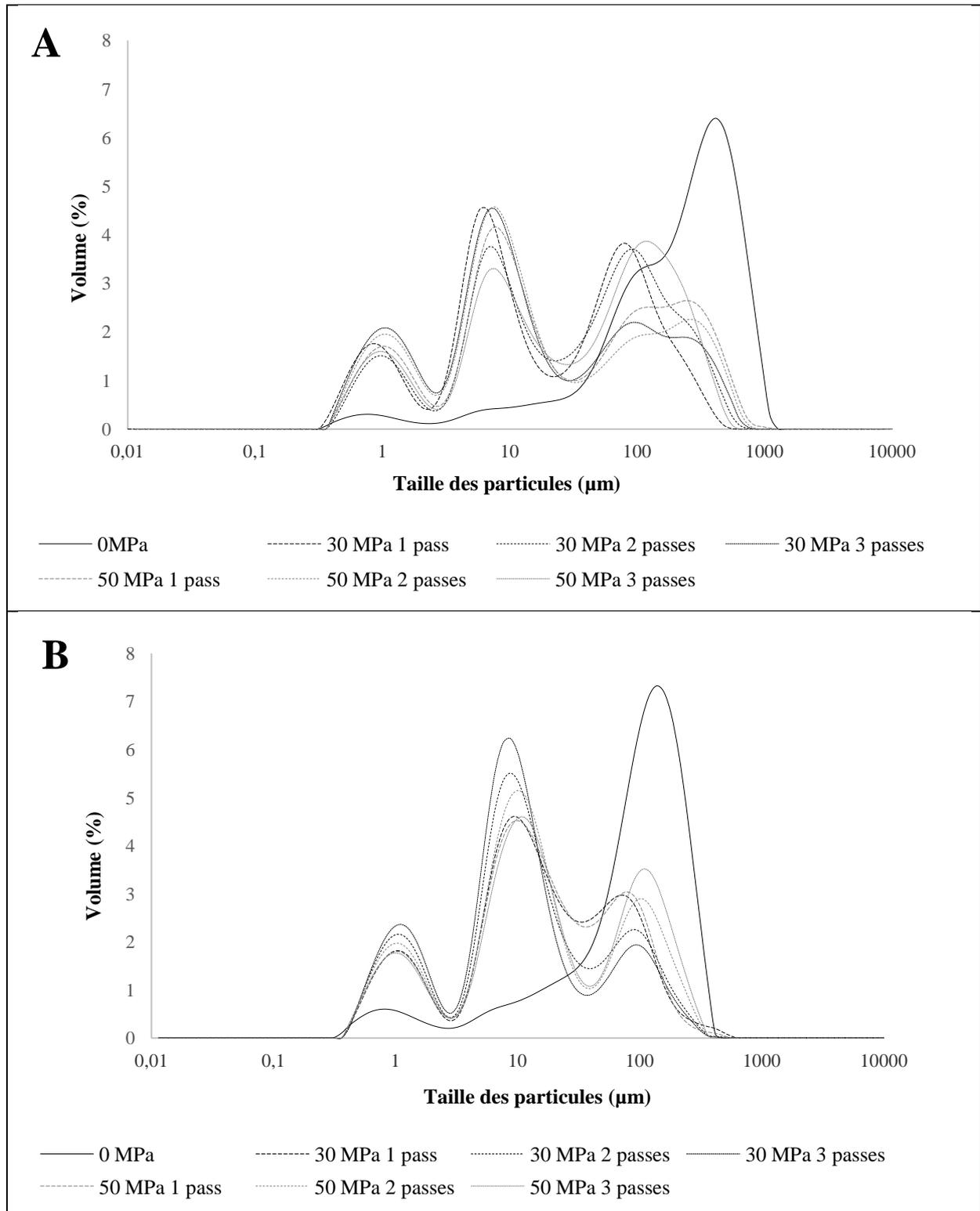


Figure 19. Impact de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur la distribution granulométrique de deux variétés de farines de riz.
(A) Farine de riz long (FRL); (B) Farine de riz moyen (FRM).

Pour une meilleure comparaison, les paramètres de la DG des échantillons de FRL et FRM ont été calculés et présentés dans le tableau 6.

Il ressort que la variété de FR et le niveau de pression d'homogénéisation ont affecté significativement ($P < 0,05$) tous les paramètres de la DG étudiés. Alors que pour le nombre de passages, des différences significatives ($P < 0,05$) ont été observées seulement en $d(0,1)$, mais il n'a pas eu d'effet significatif ($P > 0,05$) sur le diamètre moyen en volume ($D(4,3)$), $d(0,5)$ et $d(0,9)$.

Néanmoins, l'HBP a fortement diminué le $D(4,3)$ des échantillons de FRL (55,6 μm pour FRL-T1, 70,4 μm pour FRL-T2, 62,10 μm pour FRL-T3, 86,98 μm pour FRL-T4, 72,0 μm pour FRL-T5 et 73,33 μm pour FRL-T6 contre 271,7 μm pour FRL-R) et FRM (34,09 μm pour FRM-T1, 29,6 μm pour FRM-T2, 25,5 μm pour FRM-T3, 32,8 μm pour FRM-T4, 37,44 μm pour FRM-T5 et 44,8 μm pour FRM-T6 contre 107,8 μm pour FRM-R) par rapport aux échantillons témoins non traités.

Une augmentation du niveau de pression d'homogénéisation a significativement augmenté le $D(4,3)$ pour les échantillons de FRL, mais cet effet n'a pas été observé dans le cas de la FRM qu'au plus grand nombre de passages (3 passages). Aucune tendance générale n'a été observée dans ce paramètre concernant le nombre de passages.

A 30 MPa, aucune différence statistiquement significative n'a été observée dans $D(4,3)$ avec le nombre de passages pour les échantillons de FRM, mais une augmentation progressive a été observée à 50 MPa. Cette augmentation est probablement due à une agrégation de particules plus petites, qui pourrait être expliquée par la gélatinisation partielle des granules d'amidon de ces échantillons, suite à l'augmentation de la température et de la pression dans la vanne de l'homogénéisateur sous pression utilisé lors du traitement. Une explication similaire a été donnée pour l'amidon de maïs et de manioc traités par Homogénéisation sous Pressions (Wang *et al.*, 2008 ; Kasemwong *et al.*, 2011). Dans laquelle, l'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation a donné respectivement de granules d'amidon de maïs et de manioc partiellement gélatinisées, qui ont la capacité de former des agrégats, donnant un $D(4,3)$ élevé, reflétant ainsi une augmentation de leur taille.

D'autre part, l'HBP a également diminué les valeurs de $d(0,1)$ pour les différents échantillons de FRL et FRM par rapport à ceux témoins non traités. Mais aucune différence significative n'a été enregistrée entre ces échantillons.

Tableau 6. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur les paramètres de la distribution granulométrique de deux variétés de farines de riz.

Conditions du traitement		D (4,3) (µm)		d (0,1) (µm)		d (0,5) (µm)		d (0,9) (µm)		
Niveau de pression (MPa)	Nombre de passages	FRL	FRM	FRL	FRM	FRL	FRM	FRL	FRM	
0	0	271,7±13,6 a	107,8±1,5 b	27,6±6,4 a	8,5± 0,5 b	226,8±18,3 a	97,0±1,5 b	587,3±17,3 a	220,3±1,8 c	
	30	1	55,6 ±6,9 d-f	34,09±1,12 g	1,15±0,04 c	1,12±0,02 c	14,4±1,3 cd	12,9±0,8 cd	156,8±25,6 de	90,8±3,5 f
		2	70,4±3,2 cd	29,6±0,5 g	1,333±0,007 c	1,014±0,002c	28,5±2,8 cd	9,78±0,12 d	202,4±6,8 cd	92,4±0,03 f
50	3	62,10±7,06 de	25,5±0,5 g	0,994±0,005 c	0,98±0,03 c	9,8±0,4 d	8,3±0, 2 d	208,7±13,6 cd	84,1±1,3f	
	50	1	86,98±2,02 c	32,8±0,09 g	1,173±0,012 c	1,124±0,004c	15,3±0,2 cd	13,1±0,2 cd	277,8±5,5 b	91,4±3,4 f
		2	72,0±4,7 cd	37,44±1,14 fg	1,046±0,008 c	1,047±0,002c	10,49±0,12 d	11,39±0,0 8cd	250,9±18,9 bc	117,7±4,7 ef
	3	73,33±0,13 cd	44,8±1,9 e-g	1,203±0,007 c	1,11±0,02c	31,5±3,2 c	13,6±0,5 cd	205,2±4,3 cd	134,7±4,8 ef	
Valeur de P										
Variété de riz		0,0000		0,0000		0,0000		0,0000		
Pression d'Homogénéisation		0,0000		0,0465		0,0047		0,0000		
Nombre de passages		0,8156		0,0000		0,0522		0,2822		

Les valeurs avec des lettres différentes dans les colonnes de deux variétés de farineS de riz sont significativement différentes ($P < 0,05$); FRL, Farine de riz long; FRM, Farine de riz moyen; D (4,3) : diamètre moyen en volume ; d (0,1), d (0,5) et d (0,9), représentent 10%; 50% et 90% de volume qui est inférieur à la taille indiquée.

En comparant l'effet du niveau de pression d'homogénéisation après 1 passage sur $d(0,5)$ de des deux variétés de FR, il a été observé que la pression 50 MPa n'a pas induit une réduction supplémentaire de la taille des particules par rapport à 30 MPa. Pour la FRL, une augmentation significative en $d(0,5)$ a été signalée lorsque le niveau de pression est passé de 30 MPa (9,8 μm) à 50 MPa (31,5 μm) pour le nombre de passages élevé (3 passages).

De même, une agrégation de particules plus petites, révélée par la taille de particule la plus élevée à $d(0,9)$, a été produite à 50 MPa-1 passage pour la FRL (277,8 μm) et à 50 MPa-2 et 3 passages pour les échantillons de FRM (117,7 μm et 134,7 μm , respectivement).

Il est important de souligner que compte tenu de l'ampleur de la réduction de la taille des particules donnée dans le tableau 6 pour les différents échantillons de FR de deux variétés, le traitement d'HBP a eu un impact notable et plus fort sur la FRL que la FRM, même à la pression la plus basse (30 MPa) et le plus faible nombre de passage (1 passage), comme l'indique les pourcentages de réduction obtenus, ce qui pourrait être expliqué par la dureté de grains de riz et la plus grande sensibilité de la FRL à la rupture et à la fragmentation quand elle est soumise à un stress physique que celle de la FRM (Buggenhout *et al.*, 2013).

1.2. Effet sur la densité apparente

Les valeurs de la densité apparente (DA) des différents échantillons de FRL et FRM traités sous différentes conditions comparées à celles des échantillons témoins non traités sont illustrées dans le tableau 7.

L'analyse statistique a indiqué des différences significatives ($P < 0,05$) dans la DA des échantillons qui dépendent de la variété de FR, le niveau de pression d'homogénéisation et le nombre de passages.

L'HBP a réduit de manière significative ($P < 0,05$) les valeurs de DA des échantillons de FR de deux variétés (FRL et FRM) par rapport aux témoins non traités, mais aucune tendance n'a été observée avec le niveau de pression appliquée et l'effet de nombre de passage dépendait de cette dernière.

Nos résultats sont en accord avec ceux obtenus par Wang *et al.* (2012) et Wang *et al.* (2013 b), dans laquelle, les pressions 150 et 172 MPa ont diminué la DA du son de blé et de maïs. Selon Wang *et al.* (2013 b), cette diminution pourrait être expliquée par l'augmentation

Tableau 7. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur la densité apparente, les propriétés d'hydratation (capacité d'absorption d'eau et le volume de gonflement) et la capacité d'absorption de l'huile de farines de riz de deux variétés.

Conditions du traitement		DA (g/mL)		CAE (g/g)		VG (mL/g)		CAH (g/g)	
Niveau de pression d'Homogénéisation (MPa)	Nombre de passages	FRL	FRM	FRL	FRM	FRL	FRM	FRL	FRM
0	0	0,66±0,01a	0,67±0,01a	1,47±0,08 d	1,726±0,005bc	1,997±0,002 b	2,42±0,04 a	0,76±0,014 h	0,9±0,0 g
	1	0,55±0,01c	0,58±0,01b	1,77±0,05 a-c	1,77±0,02 a-c	2,498±0,0009 a	2,52±0,05 a	1,23±0,02 cd	1,21±0,03 c-e
	2	0,6±0,01b	0,52±0,01d	1,81±0,06 ab	1,74±0,02 bc	2,4975±0,0008a	2,49±0,01 a	1,070±0,009 f	1,15±0,012 d-f
30	3	0,53±0,01cd	0,52±0,01d	1,93±0,09 a	1,59±0,05 cd	2,4976±0,0012a	2,486±0,012a	1,17±0,06 d-f	1,62±0,07 a
	1	0,55±0,01c	0,55±0,01c	1,7±0,2 bc	1,70±0,12 bc	2,4979±0,0006a	2,426±0,109a	1,14±0,02 d-f	1,61±0,06 a
	2	0,55±0,01c	0,52±0,01d	1,81±0,05 ab	1,72±0,02 bc	2,4985±0,0012a	2,50±0,02 a	1,07±0,02 ef	1,343±0,107 ab
50	3	0,58±0,01b	0,52±0,01d	1,70±0,06 bc	1,60±0,07 cd	2,4984±0,0002a	2,483±0,012a	1,07±0,04 f	1,38±0,03 b
	Valeur de P								
	Variété de riz		0,0000		0,0000		0,3401		0,0000
Pression d'Homogénéisation		0,0441		0,0137		0,2765		0,1221	
Nombre de passages		0,0000		0,0897		0,7419		0,0000	

Les valeurs avec des lettres différentes dans les colonnes de deux variétés de farines de riz (FRL et FRM) sont significativement différentes ($P < 0,05$); FRL, Farine de riz long; FRM, Farine de riz moyen; DA, Densité apparent; CAE, Capacité d'absorption d'eau; VG, Volume de gonflement; CAH, Capacité d'absorption de l'huile.

significative de la porosité de l'échantillon et l'altération de sa microstructure lors du traitement par Homogénéisation Sous Pressions.

1.3. Effet sur les propriétés d'hydratation

La capacité d'absorption d'eau (CAE) et le volume de gonflement (VG) de FRL et FRM témoins non traités et ceux traités à différentes conditions sont présentés dans le tableau 7.

Nos résultats ont montré que la variété de FR et le niveau de pression d'homogénéisation ont affecté significativement ($P < 0,05$) la CAE des échantillons étudiés. Tandis que, le nombre de passage n'a pas eu d'effet sur ce paramètre ($P > 0,05$).

En ce qui concerne la CAE, l'application du traitement d'HBP a eu un effet différent sur les échantillons de FR de deux variétés (FRL et FRM). La valeur la plus faible a été enregistrée par la FRL-R (1,47 g/g).

Pour la FRL, l'HBP a augmenté de manière significative ($P < 0,05$) la CAE des échantillons traités (1,77 g/g pour FRL-T1, 1,81 g/g pour FRL-T2, 1,93 g/g pour FRL-T3, 1,70 g/g pour FRL-T4, 1,81 g/g pour FRL-T5 et 1,70 g/g pour FRL-T6) que le témoin non traité (1,47 g/g). Alors que, pour la FRM, ce traitement n'a pas changé considérablement cette propriété. A l'exception des échantillons traités à 30 et 50 MPa-3 passages, dans la quelle, les valeurs ont été diminuées significativement (1,59 g/g et 1,60 g/g, respectivement) par rapport au témoin non traité (1,726 g/g).

L'augmentation de nombre de passage a augmentée progressivement la CAE des échantillons de FRL à 30 MPa, mais, aucune tendance n'a été observée à 50 MPa. Une augmentation du niveau de pression a diminué significativement la CAE pour un nombre élevée de passages (3 passages) (1,93 g/g à 30 MPa et 1,70 g/g à 50 MPa). Nos résultats pourraient être expliqués par l'impact important du traitement d'HBP sur la DG de FR, comme il a été indiqué préalablement (Section 1.1).

Wang *et al.* (2018) ont observé qu'une pression de 150 MPa avec 2 passages a augmenté significativement les propriétés d'hydratation du son de riz. Selon Wang *et al.* (2013 b), les pressions appliquées ont provoqué une expansion des particules en suspension dans le flux liquide qui probablement détendraient leur microstructure et même créaient des micropores ou des cavités dedans. Ainsi, la destruction de la microstructure et la réduction de la taille des particules pourraient exposer une plus grande surface et des sites de fixation d'eau, ce qui

amélioreraient les propriétés d'hydratation des échantillons traités par rapport à ceux non traités (Chau *et al.*, 2006).

Concernant le VG, l'analyse statistique a montré que la variété de FR, le niveau de pression et le nombre de passage n'ont pas affecté significativement ($P > 0,05$) le VG des échantillons de FR de deux variétés (FRL et FRM). Dans le cas de FRL, le traitement d'HBP a augmenté significativement le VG des échantillons traités par rapport au témoin non traité.

1.4. Effet sur la capacité d'absorption de l'huile

L'affinité de la surface des particules de FR (FRL et FRM) traitées et non traitées pour l'absorption de l'huile a été évaluée par la détermination de la capacité d'absorption de l'huile (CAH) (Tableau 7).

La variété de FR et le nombre de passages ont affecté significativement ($P < 0,05$) la CAH des échantillons étudiés, en revanche, le niveau de pression d'homogénéisation n'a pas affecté d'une manière significative ce paramètre ($P > 0,05$).

Pour les deux variétés de FR, l'HBP a provoqué une augmentation significative de la CAH. Cependant, l'impact de traitement était grand dans le cas de FRL, dans laquelle, les valeurs enregistrées par les différents échantillons traités sous différentes conditions (30 et 50 MPa/1, 2 et 3 passages) ont été élevées de 40 à 60% (1,23 g/g pour FRL-T1, 1,07 g/g pour FRL-T2, 1,17 g/g pour FRL-T3, 1,14 g/g pour FRL-T4, 1,07 g/g pour FRL-T5 et FRL-T6) par rapport au témoin non traité (0,76 g/g). Sachant que, la valeur la plus importante a été enregistrée pour l'échantillon traité à 30 MPa-1 passage (FRL-T1 : 1,23 g/g). Concernant la FRM, une forte augmentation de la CAH d'environ 80% n'a été obtenue qu'à 30 MPa-3 passages (FRM-T3 : 1,62 g/g) ou à 50 MPa-1 passage (FRM-T4 : 1,61 g/g) par rapport au témoin non traité (0,9 g/g). Néanmoins, aucune tendance n'a été détectée avec le niveau de pression et le nombre de passages, qui dépendrait de la pression appliquée.

Nos résultats sont en accord avec ceux rapportés par Wang *et al.* (2018 b), qui ont montré que l'application d'une pression de 30 MPa avec 2 passages a augmenté la CAH du son de riz. Cette augmentation pourrait être attribuée à l'augmentation de la porosité de la surface et de l'attraction capillaire de l'échantillon traité, entraînant un meilleur piégeage physique de l'huile que l'échantillon non traité (Wang *et al.*, 2013). De plus, cette augmentation de la CAH des échantillons traités par HBP pourrait être due à la réduction de la taille de ses particules après traitement, comme il l'a indiqué Chau *et al.* (2006).

1.5. Effet sur la teneur en groupements thiols

La teneur en groupements thiols (SH) des échantillons de FR traités et non traités de deux variétés (FRL et FRM) est présentée dans le tableau 8.

Des différences significatives ($P < 0,05$) ont été trouvées dans la teneur en groupements SH en raison de la variété de FR et le niveau de pression d'homogénéisation, mais aucune différence n'a été observée par rapport au nombre de passages ($P > 0,05$).

D'une manière générale, l'HBP a augmenté significativement la teneur en groupements SH des différents échantillons de FR de deux variétés (FRL et FRM) par rapport aux témoins non traités (0,20 $\mu\text{mol/g}$ pour FRL-R et 0,32 $\mu\text{mol/g}$ pour FRM-R). A l'exception des échantillons suivants : FRL-T2 traité à 30 MPa-2 passages (0,14 $\mu\text{mol/g}$), FRM-T6 (0,30 $\mu\text{mol/g}$) et FRM-T7 (0,27 $\mu\text{mol/g}$) traités respectivement à 50 MPa-2 et 3 passages, dont les valeurs étaient faibles que celles de témoins non traités. Les valeurs les plus élevées ont été enregistrées par l'échantillon de FRL traité à 50 MPa-2 passages (FRL-T6: 0,51 $\mu\text{mol/g}$) et celui traité à 30 MPa-2 passages pour la FRM (FRM-T3: 0,86 $\mu\text{mol/g}$).

Selon Liu et Kuo (2016), l'exposition à la surface des groupements SH par la dissociation des agrégats ou la dénaturation des protéines lors du traitement d'HBP pourrait être la cause de l'augmentation de la teneur en groupement SH des échantillons traités par rapport à ceux non traités. D'autre part, la diminution observée de cette teneur pour certains échantillons pourrait être due à un effet d'agrégation des particules qui a limité l'exposition des groupements SH à la surface.

1.6. Effet sur les propriétés émulsifiantes

L'effet de l'HBP sur les propriétés émulsifiantes des échantillons de FRL et FRM, y compris l'activité émulsifiante (AE) et la stabilité de l'émulsion (SE) est présenté dans le tableau 8.

Nos résultats ont montré que la variété de FR et le niveau de pression d'homogénéisation ont présenté un impact significatif ($P < 0,05$) sur l'AE, alors que le nombre de passages n'a pas affecté significativement ce paramètre ($P > 0,05$).

Tableau 8. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 1, 2 et 3 passages) sur la teneur en groupements thiols, les propriétés émulsifiantes (Activité émulsifiante et stabilité de l'émulsion) et l'hydrophobicité de la surface des deux variétés de farines de riz.

Conditions du traitement		Groupements SH ($\mu\text{mol/g}$)		AE (AU)		SE (%)		Ho		
Niveau de pression d'Homogénéisation (MPa)	Nombre de passages	FRL	FRM	FRL	FRM	FRL	FRM	FRL	FRM	
0	0	0,20 \pm 0,02 ef	0,32 \pm 0,02 de	0,077 \pm 0,005c	0,05 \pm 0,01c	41 \pm 3 d	91,69 \pm 5,22a	40,94	330,25	
	30	1	0,48 \pm 0,02 b-d	0,31 \pm 0,06 d-f	0,091 \pm 0,005c	0,09 \pm 0,01bc	39,16 \pm 2,78de	76,06 \pm 2,7bc	172,02	650,13
		2	0,14 \pm 0,03 f	0,86 \pm 0,02 a	0,086 \pm 0,007c	0,088 \pm 0,001c	36,2 \pm 4,2 d-f	85,8 \pm 2,5ab	96,82	843,61
		3	0,28 \pm 0,03 ef	0,65 \pm 0,2 b	0,099 \pm 0,003bc	0,14 \pm 0,01ab	28,80 \pm 1,06 e-g	81,51 \pm 1,06ab	184,51	401,46
50	1	0,36 \pm 0,02 c-e	0,61 \pm 0,02 b	0,087 \pm 0,002c	0,157 \pm 0,001a	28,5 \pm 3,3 fg	84,07 \pm 1,04ab	153,84	940,15	
	2	0,516 \pm 0,009 bc	0,30 \pm 0,09 ef	0,103 \pm 0,002bc	0,156 \pm 0,007a	26,2 \pm 1,6 g	41,544 \pm 5,612d	72,29	1056,5	
	3	0,37 \pm 0,06 c-e	0,27 \pm 0,03 ef	0,080 \pm 0,004c	0,102 \pm 0,03bc	43,9 \pm 1,3 d	67,3 \pm 4,7c	34,75	1389,9	
Valeur de P										
Variété de riz		0,0000		0,0000		0,0000		/		
Pression d'Homogénéisation		0,0259		0,0381		0,0000		/		
Nombre de passages		0,1092		0,9818		0,0000		/		

Les valeurs avec des lettres différentes dans les colonnes de deux variétés de farines de riz (FRL et FRM) sont significativement différentes ($P < 0,05$); FRL, Farine de riz long; FRM, Farine de riz moyen; SH, groupements Thiols; AE, Activité émulsifiante; SE, Stabilité de l'émulsion; Ho, Hydrophobicité de la surface.

Selon Shen et Tang (2012), la détermination de l'AE d'une émulsion initialement préparée dans une solution diluée SDS, représente généralement la capacité de la protéine à favoriser la dispersion de la phase huileuse dans la phase aqueuse.

Selon le tableau 8, les valeurs de l'AE enregistrées par les échantillons de FRM ont été plus élevées que celles de FRL. Globalement, l'application du traitement d'HBP a augmenté significativement l'AE de FRM par rapport au témoin non traité (0,05), en particulier pour les échantillons traités à 30 MPa-3 passages (FRM-T4: 0,14), à 50 MPa-1 passage (FRM-T5: 0,157) et à 50 MPa-2 passages (FRM-T6: 0,156). En plus, l'augmentation de niveau de pression a augmenté significativement les valeurs de l'AE des échantillons de FRM. Alors que, aucune différence significative n'a été détectée dans l'AE de FRL, entre les échantillons traités à différentes conditions et le témoin non traité (FRL-R: 0,077), à l'exception de ceux traités à 30 MPa-3 passages (FRL-T4: 0,99) ou à 50 MPa-2 passages (FRL-T6: 0,103).

Yin *et al.* (2008) ont rapporté que l'application d'HHP (200 et 400 MPa) a significativement augmentée l'AE de l'isolat de protéine d'haricot rouge, ce qui pourrait être liée à son développement modéré après le traitement.

Concernant la stabilité de l'émulsion (SE), des différences significatives ($P < 0,05$) ont été observées en raison de la variété de FR, le niveau de pression d'homogénéisation et le nombre de passages.

Les échantillons de FRM ont montré des valeurs de SE plus élevées que celles de FRL. L'HBP a diminué significativement la SE des échantillons de deux variétés de FR (FRL et FRM) par rapport aux témoins non traités (FRL-R: 41% et FRM-R: 91,69%). Pour la FRL, cette diminution a été progressive avec l'augmentation de niveau de pression et le nombre de passages, à l'exception de l'échantillon traité à 50 MPa-3 passages (FRL-T7: 43,9%). Mais dans le cas de la FRM, aucune tendance n'a été détectée avec le niveau de pression et le nombre de passages, où les valeurs de la SE ont changé différemment dépend de ces deux facteurs.

1.7. Effet sur l'hydrophobicité de la surface des farines de riz

L'effet du traitement d'HBP sur l'hydrophobicité de la surface (H_o) des échantillons de FRL et FRM est présenté dans le tableau 8.

Les valeurs de l'Ho enregistrées par les différents échantillons de FRM ont été plus élevées que celles de FRL. Pour les deux variétés de FR (FRL et FRM), l'HBP a augmenté l'Ho des différents échantillons par rapport aux témoins non traités (40,94 pour la FRL-R et 330,25 pour la FRM-R). Pour la FRM, l'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation et le nombre de passages a augmentée progressivement les valeurs de l'Ho, à l'exception de l'échantillon homogénéisé à 30 MPa-3 passages (FRM-T4: 401,46). Alors que, pour la FRL, aucune tendance n'a été détectée avec le nombre de passage à 30 MPa et la valeur la plus élevée a été présentée par l'échantillon traité à 30 MPa-3 passages (FRL-T4: 184,51). A 50 MPa, les valeurs de Ho ont été diminuées progressivement avec l'augmentation de nombre de passages.

Yin *et al.* (2008) ont observé une augmentation significative de l'Ho de l'isolat de protéine d'haricot rouge lors d'une application des hautes pressions (200, 400 et 600 MPa). De plus, Shen et Tang (2012) ont indiqué qu'une pression de 120 MPa a augmenté significativement l'Ho de la protéine de soja que le témoin non traité. Ces auteurs ont rapporté que l'augmentation de l'Ho des échantillons traités pourrait être liée à une exposition importante à la surface de groupes hydrophobes des ses molécules initialement enfouis à l'intérieur.

1.8. Effet sur la microstructure de farines de riz sélectionnées et des gels correspondants

Afin d'étudier l'effet du traitement d'HBP sur la microstructure des échantillons de FRL et FRM sélectionnés (FRL-T3 (30 MPa-3 passages), FRL-T6 (50 MPa-3 passages), FRM-T3 (30 MPa-3 passages), FRM-T6 (50 MPa-3 passages), une analyse plus approfondie, en utilisant le MEB a été réalisée et les images correspondantes sont présentées dans la figure 20.

Selon les micrographies illustrées dans la figure 20, les échantillons de FR de référence témoins non traités de deux variétés (Figure 20 Aa pour la FRL-R et Figure 20 Ba pour la FRM-R) ont montré des fragments plus gros qui ont été largement fragmentés et décomposés en morceaux plus petits après le traitement par HBP. Ces farines ont présenté une forme polygonale avec une surface lisse, confirmant que ce traitement a modifié leur structure et réduit efficacement leur DG par rapport aux témoins non traités, comme il a été confirmé précédemment dans la figure 19 et le tableau 6 (section 1.1).

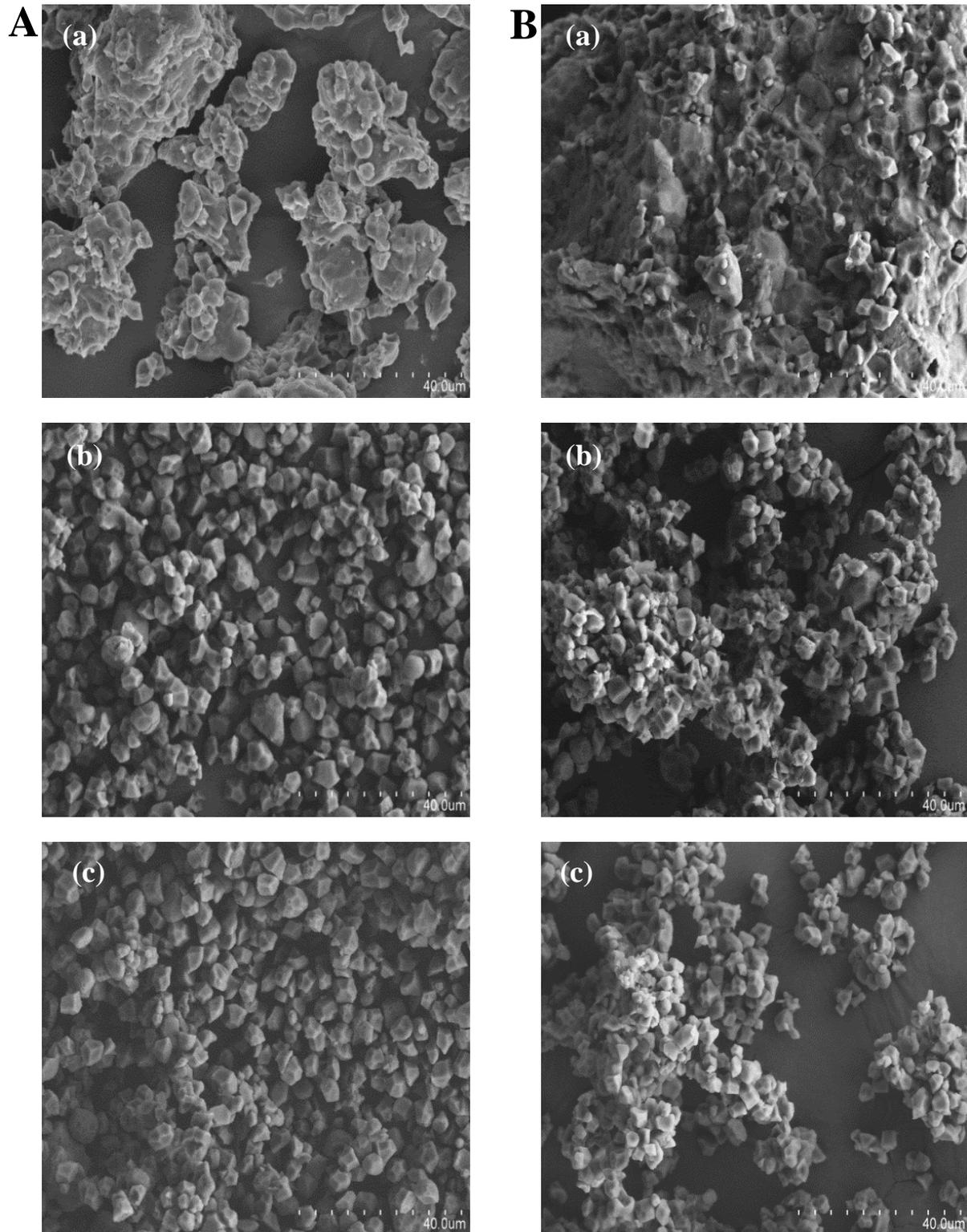


Figure 20. Microstructure de farines de riz traitées par Homogénéisation à Basses Pressions comparées aux témoins non traitées (x1200). (A) farine de riz long (FRL); (Aa) FRL de référence non traitée (0 MPa); (Ab) FRL traitée à 30 MPa-3 passages; (Ac) FRL traitée à 50 MPa-3 passages; (B) farine de riz moyen (FRM); (Ba) FRM de référence non traitée (0 MPa); (Bb) FRM traitée à 30 MPa-3 passages; (Bc) FRM traitée à 50 MPa-3 passages.

Concernant la FRL, l'échantillon homogénéisé à 30 MPa-3 passages (FRL-T3) (Figure 20 Ab) a montré plus de petites particules avec quelques unes grosses, alors que pour celui traité à 50 MPa -3 passages (FRL-T6) (Figure 20 Ac) il y avait plus de petites particules agrégées ensemble. Ce résultat est en accord avec celui obtenu précédemment dans le tableau 6, dans laquelle une légère augmentation de $D(4,3)$ a été détectée avec l'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation de 30 à 50 MPa (62,1 μm pour FRL-T3 (30 MPa-3 passages) et 73,3 μm pour FRL-T6 (50 MPa-3 passages), en plus de l'élévation de $d(0,5)$ de 9,8 μm à 31,5 μm .

Dans le cas de FRM, une petite structure fragmentée a été observée pour l'échantillon homogénéisé à 30 MPa-3 passages (FRM-T3) (Figure 20 Bb) et quelques agrégats ont été formés pour celui traité à 50 MPa-3 passages (FRM-T6) (Figure 20 Bc). Ce résultat a été confirmé par celui du tableau 6 indiquant l'augmentation considérable de $D(4,3)$ de ces échantillons de 29,6 μm à 44,8 μm avec l'augmentation du niveau de pression de 30 à 50 MPa. Ainsi, le $d(0,5)$ et $d(0,9)$ ont été augmentés de 8,3 μm et 84,1 μm à 13,6 μm et 134,7 μm , respectivement.

Comme il a été mentionné précédemment (section 1.1), une gélatinisation partielle de granules d'amidon de FRL et FRM traitées par HBP pourrait expliquer l'agrégation des petits fragments, engendrant ainsi un $D(4,3)$ élevé qu'un échantillon non traité (Wang *et al.*, 2008 ; Kasemwong *et al.*, 2011).

La figure 21 a présenté les micrographies de la matrice des gels de FRL et FRM traitées à 30 et 50 MPa-3 passages et de référence témoins non traitées (0 MPa).

Ces micrographies ont clairement montré l'effet de l'HBP sur la microstructure de ces gels de FR de deux variétés. Comme on peut le voir, les échantillons de gels de FRL et FRM de référence témoins non traitées (Figure 21 Aa et 21 Ba, respectivement) ont montré de gros trous ouverts et sphériques. Alors que, les échantillons de gels de FRL et FRM traitées à 30 MPa-3 passages (Figure 21 Ab et 21 Bb) ont présenté de très petites cavités sphériques avec quelques unes ovales dans le cas de FRM, qui deviennent encore plus petites pour les échantillons de FRL et FRM traités à 50 MPa-3 passages (Figure 21 Ac et 21 Bc, respectivement).

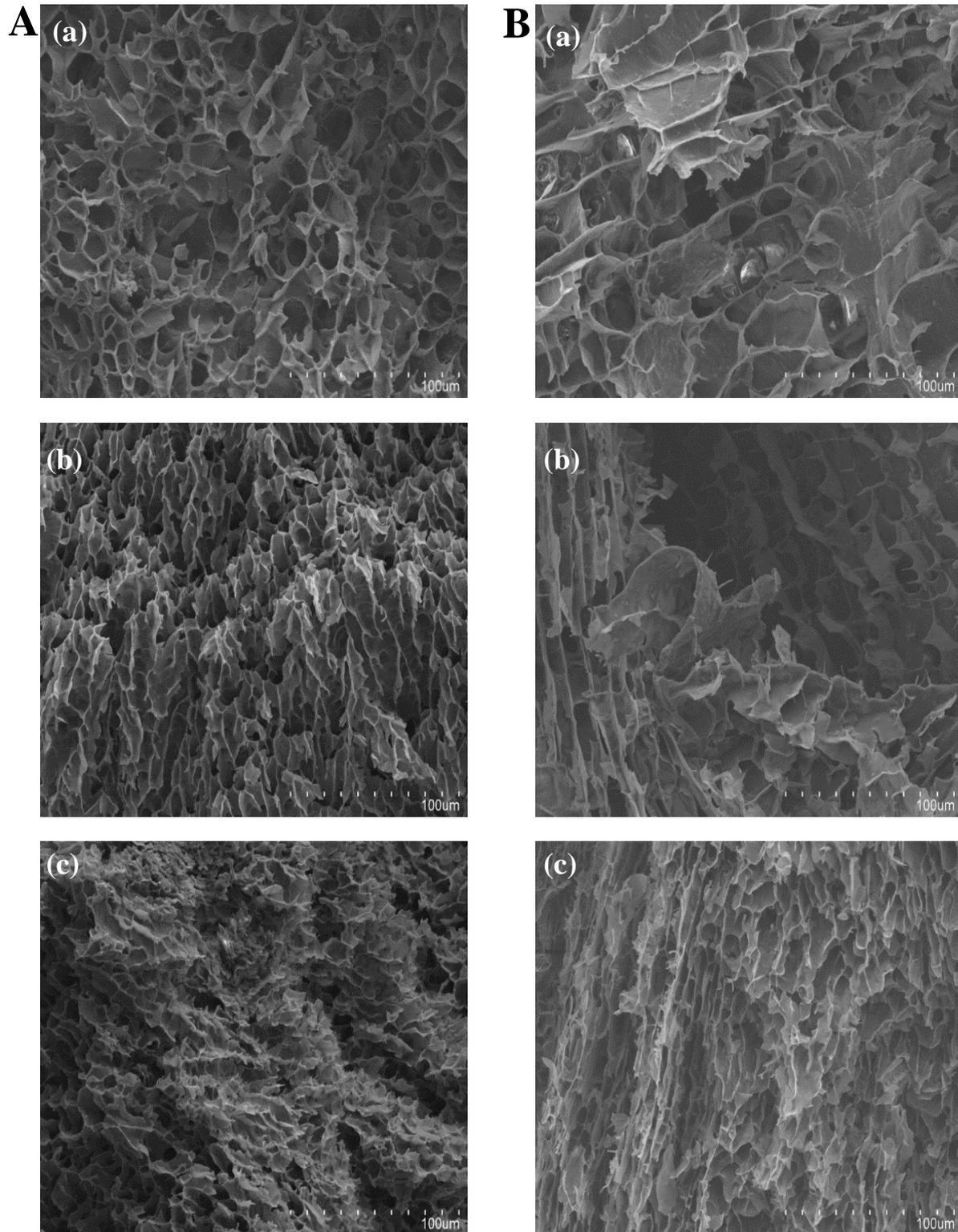


Figure 21. Microstructure de gels de farines de riz traitées par Homogénéisation à Basses Pressions et témoins non traitées (x500). (A) gels de farine de riz long (FRL); (Aa) gel de FRL de référence (0 MPa); (Ab) gel de FRL traitée à 30 MPa-3 passages; (Ac) gel de FRL traitée à 50 MPa-3 passages; (B) gels de farine de riz moyen (FRM); (Ba) gel de FRM de référence (0 MPa); (Bb) gel de FRM traitée à 30 MPa-3 passages; (Bc) gel de FRM traitée à 50 MPa-3 passages.

1.9. Effet sur la composition chimique et la teneur en amylose de farines de riz sélectionnées

La composition biochimique des différents échantillons de FRL et FRM traités et non traités est donnée dans le tableau 9.

L'analyse statistique a montré que la variété de FR et le niveau de pression d'homogénéisation ont affecté significativement ($P < 0,05$) les différents constituants des échantillons de FR, à l'exception de la teneur en protéines qui n'a pas été affecté significativement ($P < 0,05$) que par la variété de FR.

Concernant l'humidité, les valeurs les plus élevées ont été présentées par les échantillons de FRM. Pour les deux variétés de FR, il a été observé qu'il n'y avait pas une différence significative dans l'humidité des échantillons de référence témoins non traités (FRL-R et FRM-R) et ceux homogénéisés à 30 MPa-3 passages (FRL-T3 et FRM-T3). L'augmentation du niveau de pression à 50 MPa-3 passages a diminué la teneur en eau de FRL (3,22 % pour FRL-T6 contre 3,81 % pour FRL-T3), en revanche il a augmenté celle de FRM (8,17 % pour FRM-T6 contre 6,082 % pour FRM-T3).

Pour les échantillons de FRL traités, la teneur en protéines (8,529% pour FRL-T3 (30 MPa-3 passages) et 8,42% pour la FRL-T6 (50 MPa- 3 passages) et en cendres (0,2832% pour FRL-T3 (30 MPa-3 passages) et 0,3007% pour la FRL-T6 (50 MPa- 3 passages)) ont été diminués par rapport au témoin non traité (9,13% et 0,350%, respectivement). Cette diminution pourrait être due à la dispersion partielle de ces composés dans la phase liquide de suspensions préparées et de leur perte sous l'action de pression et des contraintes de cisaillement lors de processus d'HBP. A l'inverse, leur teneur en lipides a été augmentée avec l'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation (0,713% pour FRL-T6 contre 0,606% pour FRL-T3) que le témoin non traité (0,563 %).

Concernant les échantillons de FRM, l'HBP a augmenté leur teneur en protéines (8,42% pour la FRM-T3 et FRM-T6) que le témoin non traité (7,97%), mais il n'a pas affecté significativement leur teneur en lipides et en cendres.

La teneur en amylose des FR de deux variétés (FRL et FRM) témoins non traitées et ceux traitées à 30 et 50 MPa-3 passages est présentée dans le tableau 9.

Tableau 9. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) sur la composition biochimique (b.s), la teneur en amylose et la cristallinité relative de farines de riz de deux variétés.

	FRL			FRM			Valeur de P	
	0 MPa	30 MPa- 3 passages	50 MPa- 3 passages	0 MPa	30 MPa- 3 passages	50 MPa- 3 passages	Variété de riz	Niveau de pression
Humidité (%)	3,92 ± 0,04 c	3,81 ± 0,14 c	3,22 ± 0,04 d	5,91 ± 0,13 b	6,082 ± 0,113 b	8,17 ± 0,24 a	0,0000	0,0003
Protéines (%)	9,13 ± 0,04 a	8,529 ± 0,113 b	8,42 ± 0,12 b	7,97 ± 0,05 c	8,42 ± 0,12 b	8,42 ± 0,12 b	0,0003	0,2399
Lipides (%)	0,563 ± 0,002 b	0,606 ± 0,012 b	0,713 ± 0,008 a	0,373 ± 0,012 c	0,405 ± 0,014 c	0,37 ± 0,02 c	0,0000	0,0010
Cendres (%)	0,350±0,0006 a	0,2832±0,004 bc	0,3007±0,007 b	0,253± 0,004 d	0,2647±0,0005 cd	0,255 ± 0,009 d	0,0000	0,0027
Glucides (%)	89,51 ± 0,03 c	90,81 ± 0,07 b	89,55 ± 0,05 c	91,39 ± 0,07 a	90,908 ± 0,097 b	90,94 ± 0,13 b	0,0000	0,0001
Teneur en amylose (%)	19,13 ± 0,72 a	17,25 ± 0,54 ab	14,35 ± 1,54 bc	13,105 ± 1,202 c	15,52 ± 0,42 a-c	16,31 ± 1,45 a-c	0,0106	0,3106
Cristallinité relative (%)	34,95±0,22 a	34,60±0,56 a	33,5±0,84 a	35,8±1,55 a	35,5±1,13 a	34,55±0,77 a	0,1389	0,1908

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même ligne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FRL, Farine de riz long; FRM, Farine de riz moyen.

Nos résultats ont montré des différences significatives dans la teneur en amylose de différents échantillons en raison de la variété de FR ($P < 0,05$). Alors que, le niveau de pression d'homogénéisation n'a pas affecté significativement que la teneur en amylose de FRL, réduisant progressivement ses valeurs (17,25% pour FRL-T3 et 14,35% pour FRL-T6) par rapport au témoin non traité (19,13%). Aucune différence significative n'a été détectée dans la teneur en amylose des échantillons traités et non traités de FRM.

D'après la teneur en amylose enregistrée par les différents échantillons de FRL et FRM, il est possible de les classer dans la catégorie de FR de faible teneur en amylose, selon la classification rapportée par Chiang et Yeh (2002). Ces auteurs ont présenté 3 catégories de FR selon leur teneur en amylose: FR de faible teneur en amylose ($< 20\%$), teneur intermédiaire (20-25%) et teneur élevée en amylose ($> 25\%$).

1.10. Effet sur les propriétés de viscosité de farines de riz sélectionnées

Les profils de viscosité des échantillons de FRL et FRM témoins non traités et ceux homogénéisés à basses pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) sont illustrés dans la figure 22.

De cette figure, il ressort que le traitement d'HBP a diminué la viscosité des échantillons de FR de deux variétés (FRL et FRM) par rapport aux témoins non traités. L'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation a diminuée la viscosité des échantillons de FRM traités (Figure 22 B), alors qu'aucune relation directe n'a été observée pour les échantillons de FRL homogénéisés à basses pressions (Figure 22 A).

Comme il a été indiqué précédemment dans la section 1.8, une gélatinisation partielle des granules d'amidon de FR peut se produire lors du traitement d'HBP. Egalement, la réduction de la DG des échantillons de FR traités, indiquée précédemment dans la section 1.1, pourrait contribuer à la réduction de la viscosité des différents échantillons de FR traités. Hossen *et al.* (2011) ont rapporté la relation principale entre la DG et les propriétés de viscosité de farine de riz.

Les paramètres de viscosité des échantillons de FRL et FRM sont présentés dans le tableau 10. Nos résultats ont confirmé l'effet significatif de l'HBP sur les performances de FR de deux variétés (FRL et FRM) pendant le cycle de chauffage-refroidissement. Des différences significatives ($P < 0,05$) ont été observées dans tous les paramètres de viscosité étudiés en raison de la variété de FR et du niveau de pression d'homogénéisation appliqué.

En comparant les variétés de FR, les échantillons de FRL ont présenté des valeurs de viscosité plus élevées que celles des échantillons de FRM.

L'HBP a diminué la viscosité maximale de FRL et FRM par rapport aux témoins non traités. Pour la FRM, une diminution progressive a été observée lors de l'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation (3895 cP pour FRM-T3 et 3308 cP pour FRM-T6), tandis que dans le cas de FRL, aucune réduction supplémentaire n'a été provoquée par l'augmentation du niveau de pression (6031 cP pour FRL-T3 et 6716 cP pour FRL-T6). Selon Liu *et al.* (2016), la diminution de la viscosité maximale pourrait être expliquée par la réduction de la taille des particules des farine, ce qui est en accord avec les résultats de la présente étude, dans laquelle l'analyse de corrélation a indiqué une relation significativement positive ($P < 0,05$) entre la viscosité maximale et les paramètres de la DG des FR : D (4, 3) ($r = 0,92$, $P < 0,05$), d (0,9) ($r = 0,87$, $P < 0,05$), d (0,5) ($r = 0,94$, $P < 0,05$) et d (0,1) ($r = 0,91$, $P < 0,05$).

La même tendance a été observée dans la viscosité du creux (breakdown) (1365 cP pour FRM-T3 et 1012 cP pour FRM-T6), (2800 cP pour FRL-T3 et 3213 cP pour FRL-T6), liée à la stabilité des granules d'amidon pendant la cuisson, donc cette diminution a indiqué une augmentation significative ($P < 0,05$) de la stabilité de la pâte. Cet effet pourrait être lié à la réduction de la taille des particules de FRL et FRM traitées, comme l'ont rapporté Liu *et al.* (2016).

La viscosité finale et la rétrogradation (Setback) des FRL et FRM homogénéisées ont été également diminuées que les témoins non traitées, mais aucune diminution supplémentaire n'a été observée avec l'augmentation du niveau de pression de 30 à 50 MPa. Le Setback est lié à la rétrogradation de l'amylose, mais seulement dans le cas de la FRL, cette tendance pourrait être liée à la diminution de cette teneur, comme il a été indiqué précédemment dans la section 1.9, où le traitement d'HBP réduisait progressivement la teneur en amylose de FRL par rapport au témoin non traité.

Aucune différence statistiquement significative n'a été observée dans la viscosité minimale de la FRL, alors qu'une diminution progressive a été indiquée dans le cas de FRM lorsque le niveau de pression a augmenté (2530 cP pour FRM-T3 et 2296 cP pour FRM-T6).

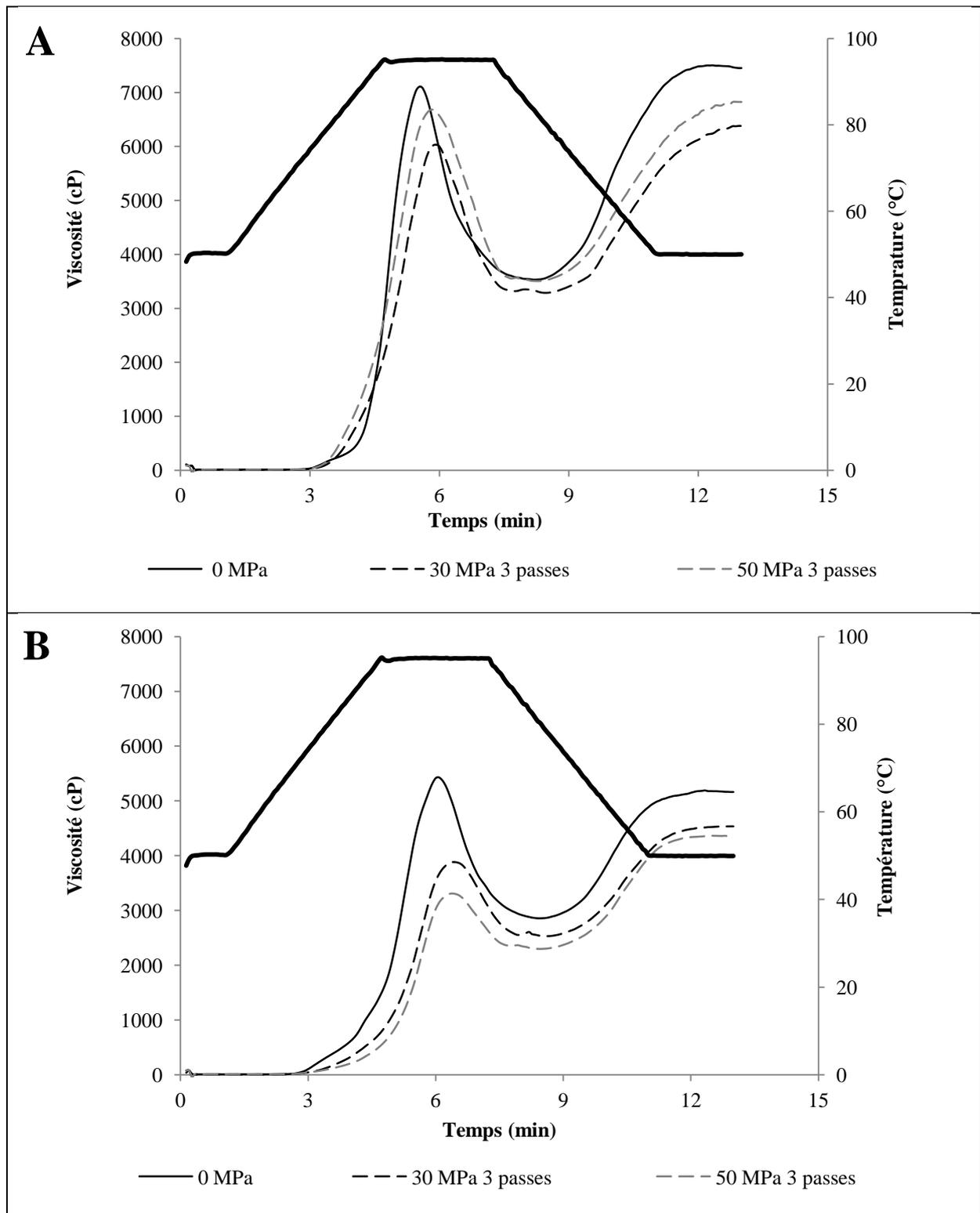


Figure 22. Profils de viscosité de farines de riz de deux variétés traitées par Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) comparées aux témoins non traitées. (A) Farine de riz long (FRL), (B) Fraine de riz moyen (FRM), (—) : Profil de température

Tableau 10. Effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) sur les propriétés de viscosité et les propriétés thermiques de farines de riz de deux variétés.

	FRL			FRM			Valeur de P	
	0 MPa	30 MPa- 3 passages	50 MPa- 3 passages	0 MPa	30 MPa- 3 passages	50 MPa- 3 passages	Variété	Pression
Propriétés de Viscosité								
Viscosité maximale	7115 ± 127 a	6031 ± 9 c	6716 ± 46 b	5438 ± 12 d	3895 ± 57 e	3308 ± 70 f	0,0000	0,0000
Viscosité minimale	3533 ± 114 a	3231 ± 10 a	3503 ± 154 a	2857 ± 5 b	2530 ± 65 bc	2296 ± 55 c	0,0000	0,0034
Breakdown	3582 ± 13 a	2800 ± 1 c	3213 ± 107 b	2581 ± 18 d	1365 ± 19 e	1012 ± 15 f	0,0000	0,0000
Viscosité finale	7453 ± 197 a	6380 ± 108 b	6824 ± 118 b	5165 ± 6 c	4536 ± 43 d	4354 ± 97 d	0,0000	0,0000
Setback	3920 ± 82 a	3149 ± 118 b	3321 ± 36 b	2308 ± 12 c	2006 ± 21 d	2058 ± 42 cd	0,0000	0,0000
Propriétés thermiques								
To (°C)	69,23 ± 0,06 c	70,94 ± 0,50 bc	70,99 ± 0,66 c	73,45 ± 0,54 a	72,91 ± 0,58 ab	73,56 ± 0,84 a	0,0000	0,0924
Tp (°C)	74,85 ± 0,31 c	76,74 ± 0,12 b	76,32 ± 0,39 b	79,12 ± 0,25 a	78,13 ± 0,39 a	78,47 ± 0,61 a	0,0000	0,1996
Tf (°C)	83,52 ± 0,56 d	84,37 ± 0,11 cd	84,38 ± 0,52 cd	89,79 ± 0,76 a	85,61 ± 0,66 bc	87,00 ± 0,705 b	0,0000	0,0068
ΔH (J/g)	10,2 ± 0,4 a	7,3 ± 0,7 bc	7,55 ± 1,08 bc	9,1 ± 0,6 ab	6,8 ± 0,4 bc	6,43 ± 1,05 c	0,0657	0,0005

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même ligne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FRL, Farine de riz long; FRM, Farine de riz moyen;

To, température de début de transition; Tp, température au sommet du pic; Tf, température de fin de gélatinisation; ΔH, enthalpie de gélatinisation.

1.11. Effet sur les propriétés thermiques de farines de riz sélectionnées

Les propriétés thermiques des échantillons de FRL et FRM traités par HBP (30 et 50 MPa-3 passages) comparés aux témoins non traités sont présentées dans le tableau 10.

Il ressort que, les paramètres liés à la gélatinisation de l'amidon de FRL et FRM ont été significativement affectés par le traitement d'HBP. En effet, les températures de début de transition (T_o), au sommet du pic (T_p) et de fin de gélatinisation (T_f) ont été significativement affectées ($P < 0,05$) par la variété de FR. Le niveau de pression d'homogénéisation ($P < 0,05$) a affecté significativement la T_f et l'enthalpie de gélatinisation (ΔH).

En comparant les variétés de FR, les échantillons de FRM ont présenté des températures de gélatinisation (T_o , T_p et T_f) plus élevées que les échantillons de FRL.

L'HBP a augmenté la T_p de FRL que le témoin non traité, mais aucune différence n'a été observée avec l'augmentation du niveau de pression (76,74°C pour FRL-T3 et 76,32°C pour FRL-T6 contre 74,85°C pour FRL-R). En revanche, aucun effet n'a été détecté dans la T_p de la FRM.

Concernant la T_f , l'HBP a diminué ce paramètre mais uniquement pour la FRM que le témoin non traité (85,61°C pour FRM-T3 et 87,00°C pour FRM-T6 contre 89,79°C pour FRM-R).

Wang *et al.* (2008) et Kasemwong *et al.* (2011) ont montré des différences relativement faibles entre la T_o et T_p des amidons de maïs et de manioc traités à 30, 60 et 100 MPa et leurs témoins non traités. Selon Buckow *et al.* (2007) et Bauer et Knorr (2004), l'application des hautes pressions supérieures à 200 MPa et 300 MPa était nécessaire pour réduire significativement les températures de gélatinisation de l'amidon de maïs et de manioc, respectivement.

En ce qui concerne le ΔH , les échantillons de FRL et FRM homogénéisés à 30 et 50 MPa-3 passages ont présenté des valeurs inférieures par rapport aux témoins non traités et aucune différence n'a été observée avec l'augmentation du niveau de pression (7,3 J/g pour FRL-T3 et 7,55 J/g pour FRL-T6 contre 10,2 J/g pour FRL-R, 6,8 J/g pour FRM-T3 et 6,43 J/g pour FRM-T6 contre 9,1 J/g pour FRM-R). Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Wang *et al.* (2008) et Kasemwong *et al.* (2011). Par conséquent, les échantillons de FRL et FRM homogénéisés à basses pressions nécessitaient une faible énergie (ΔH) que les

témoins non traités pour favoriser la gélatinisation de l'amidon, probablement en raison du besoin de moins d'énergie pour desserrer et faire fondre les doubles hélices instables pendant la gélatinisation, comme l'ont rapporté Chung *et al.* (2009) ou en raison de la gélatinisation partielle des granules d'amidon des échantillons de FRL et FRM déjà engendrée lors du traitement d'HBP.

1.12. Effet sur la structure cristalline de farines de riz sélectionnées

Les diffractogrammes (diagrammes de diffraction) des Rayons X des échantillons de FRL et FRM homogénéisés à basses pressions (30 et 50 MPa-3 passages) comparés aux témoins non traités (MPa) sont présentés dans la figure 23.

D'après cette figure, les échantillons témoins de FRL (FRL-R) (Figure 23 A) et FRM (FRM-R) (Figure 23 B) ont présenté un modèle typique de type A avec des pics principaux aux angles de diffraction 15° , 17° , 18° et 23° (2θ). Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Wang *et al.* (2008) ; Kasemwong *et al.* (2011) ; Thirumdas *et al.* (2016) et Kraithong *et al.* (2018). Selon Otegbayo *et al.* (2013), les farines de céréales de riz, de maïs et de blé ont présentés un profil typique de diffraction des rayons X de type A.

Il ressort que les échantillons de FRL et FRM homogénéisés à basses pressions (FRL-T3 (30 MPa-3 passages), FRL-T6 (50 MPa-3 passages), FRM-T3 (30 MPa-3 passages), FRM-T6 (50 MPa-3 passages)) ont montré également un modèle typique de type A similaire à celui des échantillons témoins, indiquant que le traitement d'HBP n'a pas modifié le modèle de diffraction des rayons X de ces FR étudiées.

Globalement, les échantillons de FRM (Figure 23 B) ont présentés des intensités de pics plus élevées que la FRL. Pour ces échantillons, des différences mineures dans l'intensité des pics ont été détectées entre le témoin et les échantillons homogénéisés à basses pressions.

Tandis que, dans le cas de FRL (Figure 23 A), les échantillons homogénéisés à basses pressions ont montré des intensités de pics de diffraction plus élevées que le témoin non traité, mais elles ont été diminuées avec l'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation. Les valeurs enregistrées par les différents échantillons de FRL à différents angles de diffraction (2θ) ont été les suivantes : à 15° : 2006 pour la FRL-T3, 1806 pour la FRL-T6 contre 1744 pour la FRL-R, à 17° : 2224 pour la FRL-T3, 2175 pour la FRL-T6 contre 2070 pour FRL-R, à 18° : 2317 pour la FRL-T3, 2102 pour FRL-T6 contre 1923 pour la FRL-R, à 23° : 1989 pour la FRL-T3, 1770 pour la FRL-T6 contre 1708 pour la FRL-R.

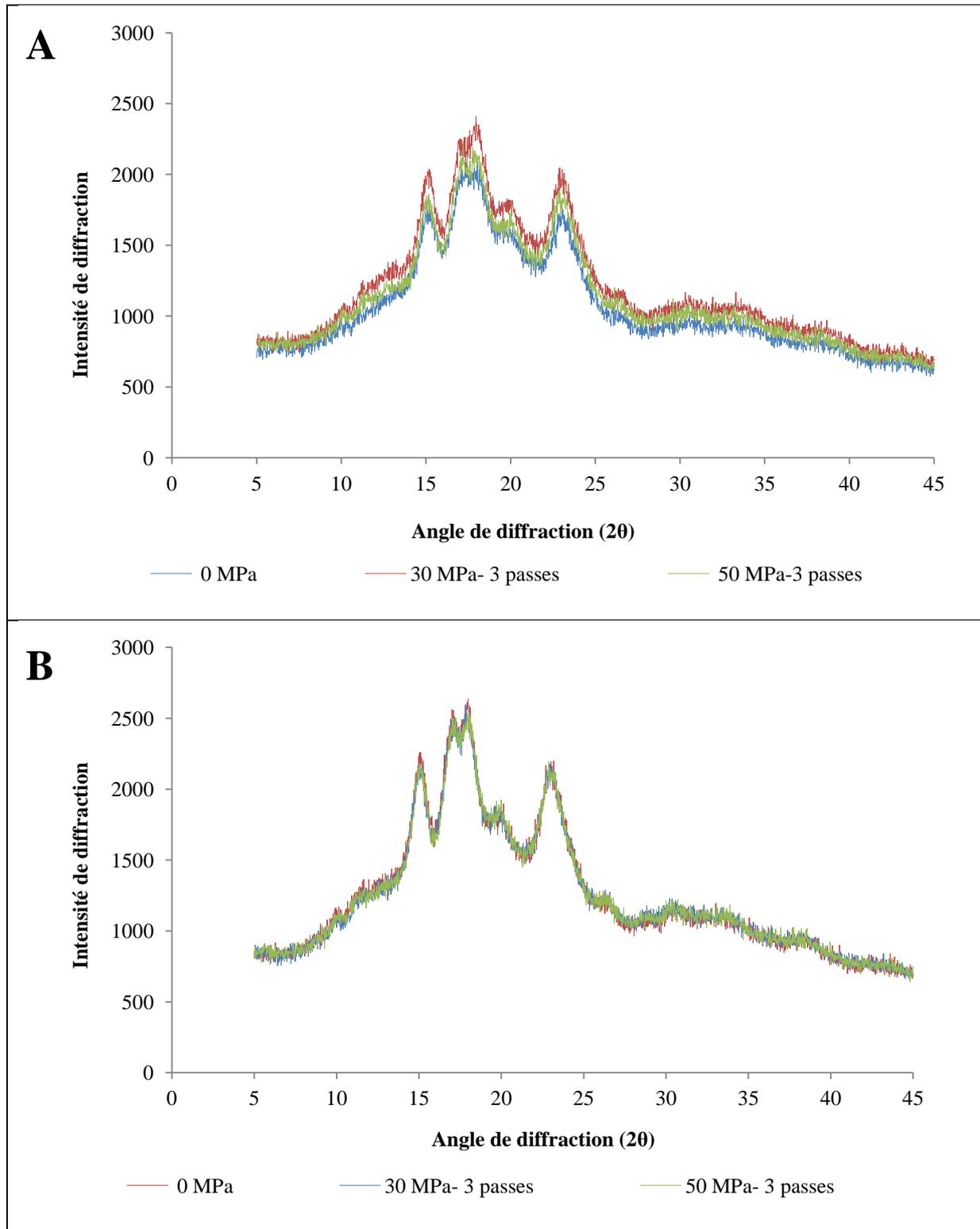


Figure 23. Diagrammes de Diffraction des Rayons X de farines de riz traitées par Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) comparées aux témoins non traitées. (A) Farine de riz long (FRL), (B) Fraine de riz moyen (FRM).

D'autre part, Wang *et al.* (2008) et Kasemwong *et al.* (2011) ont indiqué que l'application des hautes pressions (140 et 150 MPa) a diminuée l'intensité des pics de diffraction des échantillons de l'amidon de maïs et de manioc à différentes angles de diffraction (15° , 17° , 18° et 23° (2θ)) que les témoins non traités, en raison de la perte évidente de leur structure cristalline.

En ce qui concerne la cristallinité relative (Tableau 9), nos résultats ont montré qu'il n'y avait pas de différences significatives dans les valeurs enregistrées par les différents échantillons de FRL et FRM homogénéisés à basses pressions (30 et 50 MPa-3 passages) et les témoins non traités en raison de la variété de FR et le traitement d'HBP. Ce résultat pourrait être expliqué par la perte limitée de la structure cristalline de FRL et FRM lors du traitement par HBP, comme il a été rapporté Wang *et al.* (2008) et Kasemwong *et al.* (2011) pour l'amidon de maïs et de manioc traités à 30, 60 et 100 MPa.

1.13. Effet sur la structure moléculaire de farines de riz sélectionnées

Les spectres FTIR des échantillons de FRL et FRM témoins et ceux homogénéisés à basses pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) sont présentés dans la figure 24.

Pour les deux variétés de FR (FRL et FRM), le traitement d'HBP (30 et 50 MPa- 3 passages) a augmenté l'intensité d'absorbance des échantillons par rapport aux témoins non traités. En comparant les deux variétés de FR, les spectres FTIR des échantillons de FRM homogénéisés à basses pressions ont montré des changements plus visibles que dans le cas de la FRL, atteignant des intensités de pics plus élevées, suggérant ainsi une modification plus importante dans leur structure.

Plus précisément, le changement le plus important a été observé dans la bande 993 cm^{-1} , liée à l'étirement de l'anneau de glucose anhydre C=O (Thirumdas *et al.*, 2016), où l'intensité d'absorbance pour la FRM a été passée fortement de 0,176 unité pour le témoin (FRM-R) à 0,490 et 0,545 unités pour la FRM-T3 (30 MPa- 3 passages) et la FRM-T6 (50 MPa- 3 passages), respectivement. Pour la FRL, l'intensité de pic a été passée de 0,215 unité pour le témoin non traité (FRL-R) à 0,392 et 0,403 unité pour la FRL-T3 et FRL-T6, respectivement. Des résultats similaires ont été rapportés par Thirumdas *et al.* (2016) lorsque la farine de riz a été traitée par plasma de basse température, présentant une augmentation de l'étirement C=O dans la même région de longueur d'onde.

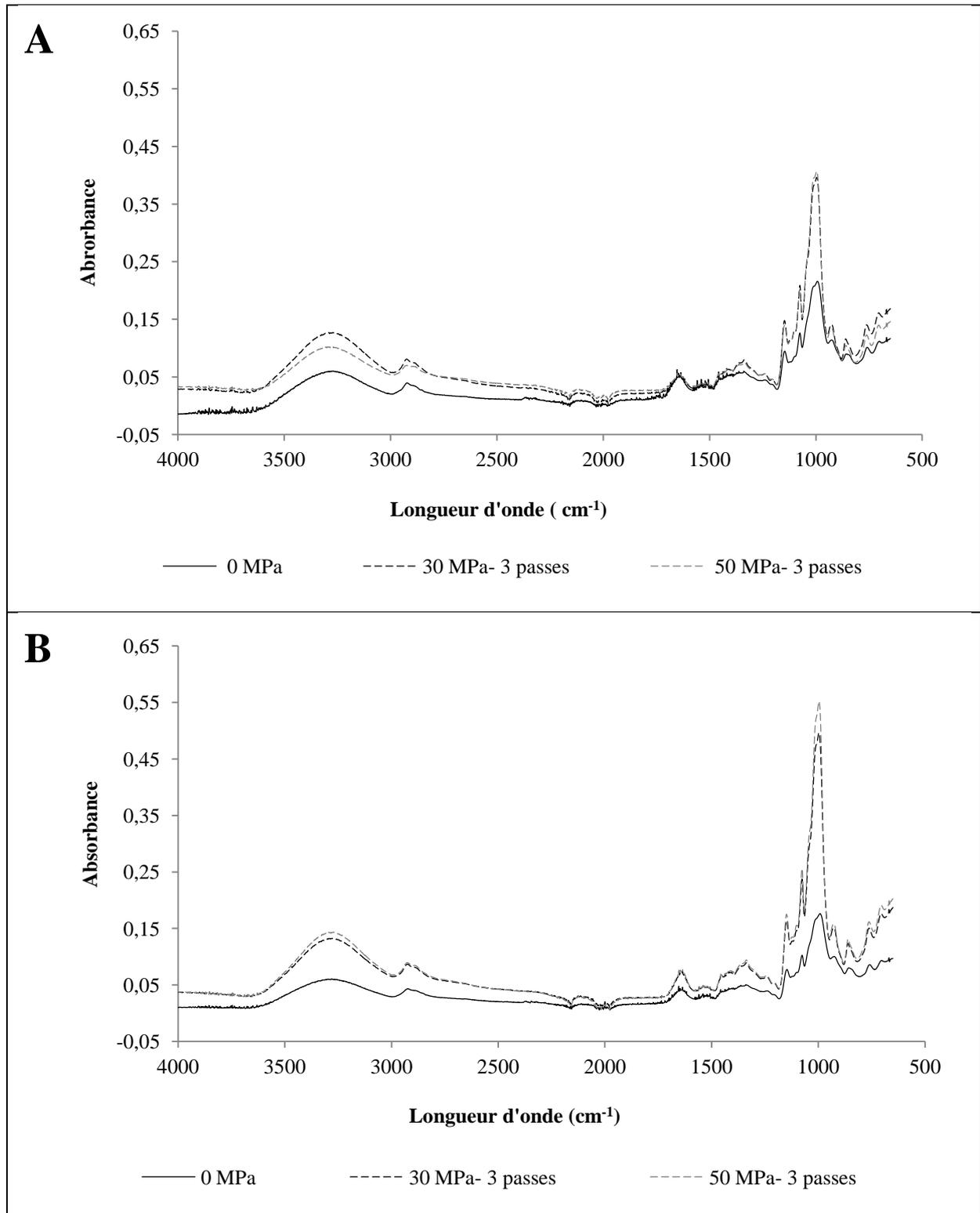


Figure 24. Spectres FTIR de farines de riz de deux variétés traitées par Homogénéisation à Basses Pressions (30 et 50 MPa- 3 passages) comparées aux témoins non traitées.
(A) Farine de riz long (FRL), (B) Fraine de riz moyen (FRM)

De plus, l' HBP a augmenté l'intensité d'absorbance à 1076 et 1147 cm^{-1} liée aux liaisons C-C et C-O, respectivement (Wang *et al.*, 2018 a), pour les deux variétés de FR (FRL et FRM) par rapport aux témoins non traités et l'augmentation du niveau de pression a engendrée des différences mineures entre les échantillons homogénéisés.

La bande 1654 cm^{-1} , correspondante à l'eau absorbée (H-O-H) dans la région amorphe de l'amidon (Wang *et al.*, 2018 a), a montré une diminution de l'intensité d'absorbance pour la FRL (0,062 unités pour la FRL-R contre 0,054 et 0,056 unités pour FRL-T3 et FRL-T6, respectivement), mais pour la FRM l'intensité a été augmentée (0,074 unité pour la FRM-T3 et 0,076 unité pour la FRM-T6) que le témoin non traité (0,047 unité pour la FRM-R).

Une augmentation de l'intensité d'absorbance des échantillons de FRL et FRM homogénéisés a également été observée à environ 2800-3000 cm^{-1} , correspond à l'étirement C-H. Bien que cette augmentation soit due à l'HBP mais aucune corrélation avec le niveau de pression a été détectée.

De grandes différences ont été également trouvées entre les échantillons de FRL et FRM traités et non traités dans les groupes hydroxyle (OH) observés dans la plage 3000-3500 cm^{-1} (Thirumdas *et al.*, 2016; Wang *et al.*, 2018 a). En particulier à 3270 cm^{-1} , l'intensité d'absorbance a été augmentée de 0,060 unités pour la FRL-R à 0,126 et 0,102 unités pour la FRL-T3 et FRL-T6, respectivement. Ainsi que pour la FRM, l'augmentation était de 0,059 unités pour la FRM-R à 0,132 et 0,143 unités pour la FRM-T3 et FRM-T6, respectivement.

Par conséquent, l'analyse par spectroscopie FTIR a confirmé les changements de la structure des constituants de FRL et FRM due au traitement d'HBP et l'étendue de ces changements dépendait de la variété de farine de riz utilisée.

1.14. Discrimination de farines de riz par Analyse en Composantes Principales

Une analyse en composantes principales (ACP) a été construite avec les différentes variables expérimentales des échantillons de FRL et FRM témoins non traités (0 MPa) et ceux traités à 30 et 50 MPa- 3 passages, afin de les discriminer (Figure 25).

D'après cette carte de ressemblance, les deux composantes principales (CP1 et CP2) expliquent 77 % de la variance totale (CP1 : 59% et CP2 :18 %).

La première composante principale (CP1) permet de discriminer les FR en fonction de la variété, où la FRL est principalement associée à des valeurs plus élevées des propriétés de

viscosité (viscosité maximale, viscosité minimale, breakdown, viscosité finale et setback), des paramètres de la DG (D (4,3), d(0,1), d(0,5) et d(0,9)) et également à des teneurs élevées en lipides, protéines et en amylose.

La seconde composante principale (CP2) permet de distinguer les FR témoins (0 MPa) et celles traitées par HBP (30 et 50 MPa- 3 passages), indépendamment du niveau de pression d'homogénéisation appliqué. Les FR témoins (0 MPa) ont été situées dans l'axe négatif de CP2, en raison de la DG, de la DA et de la cristallinité. A l'inverse, les FR homogénéisées à basses pressions (30 et 50 MPa-3 passages) ont été regroupées dans l'axe positif de CP2, en raison de leurs propriétés d'hydratation (CAE et le VG), leur CAH, leur AE et leur teneur en groupements thiols (SH).

Par conséquent, l'ACP a clairement montré la discrimination de FR étudiées en fonction de la variété (RFL et FRM) et en fonction de l'effet d'HBP (FR témoins et celles traitées par HBP), mais la discrimination était difficile en raison du niveau de pression appliqué.

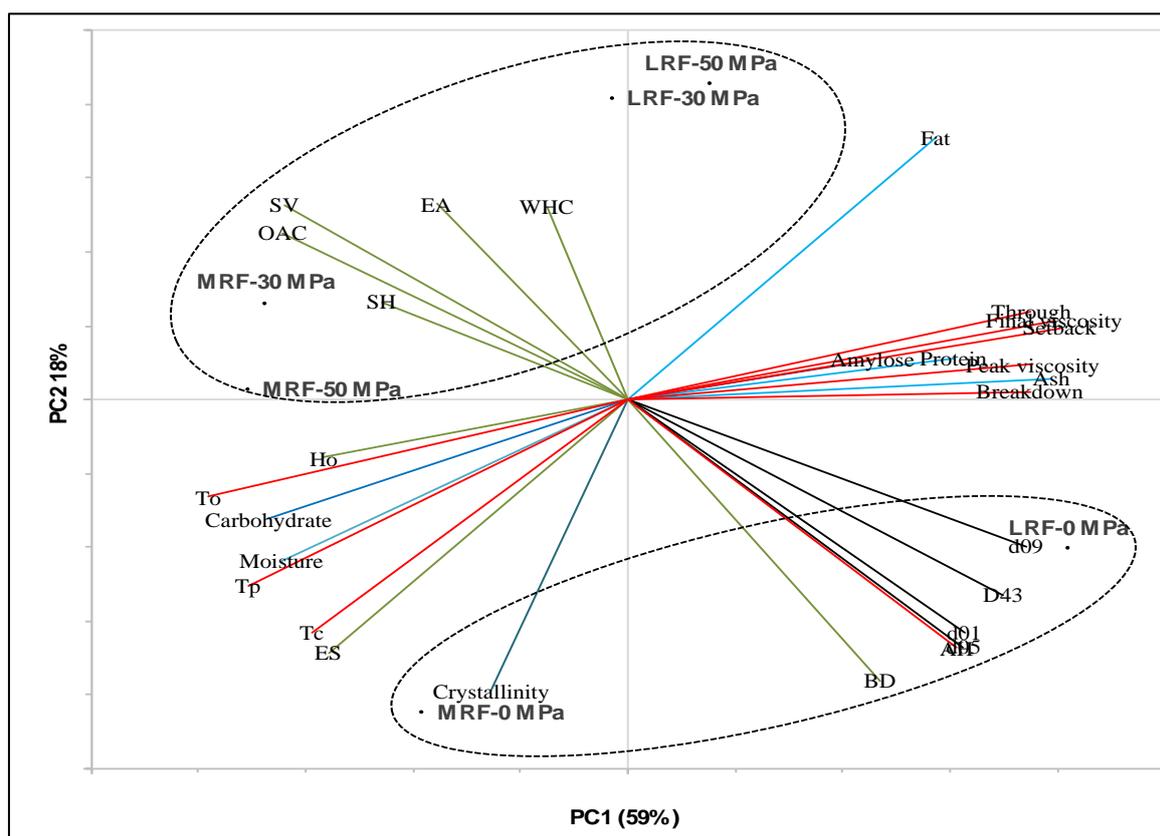


Figure 25. Carte de ressemblance issue de l'Analyse en Composantes Principales (ACP) sur les propriétés physico-chimiques de deux variétés de farines de riz témoins et celles traitées par Homogénéisation à Basses Pressions.

Partie 2. Effet du traitement d'Homogénéisation à Basses Pressions sur la qualité technologique de pains sans gluten

2.1. Effet sur la composition biochimique de formules sans gluten

La composition biochimique des échantillons de deux FSG contenant la FRL:FF (FRL-N:FF, FRL-R:FF et FRL-T3:FF) et la FRM:FF (FRM-N:FF, FRM-R:FF et FRM-T3:FF) est indiquée dans le tableau 11.

Nos résultats ont montré que la variété de FR a affecté significativement ($P < 0,05$) la composition biochimique des différents échantillons des deux FSG étudiées. Alors que, le traitement d'HBP a affecté de manière significative ($P < 0,05$) seulement la teneur en lipides et en cendres de ces échantillons.

Les échantillons de deux FSG contenant les FR de référence (FRL-R:FF et FRM-R:FF) et les FR traitées à 30 MPa-3 passages (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont dévoilé des teneurs en humidité (6,31% pour FRL-R:FF et 7,64% pour FRM-R:FF) (6,24% pour FRL-T:FF et 7,75% pour FRM-T:FF), en lipides (0,948% pour FRL-R:FF et 0,821% pour FRM-R:FF) (0,976% pour FRL-T:FF et 0,84% pour FRM-T:FF) et en cendres (1,1432% pour FRL-R:FF et 1,079% pour FRM-R:FF) (1,098% pour FRL-T:FF et 1,0862% pour FRM-T:FF) plus faibles que ceux contenant les FR natives (FRL-N:FF et FRM-N:FF). Cette diminution de la teneur de ces différents constituants pourrait être la conséquence de la solubilisation partielle de ces constituants dans les suspensions préparées lors du traitement par HBP et à leur élimination ultérieure dans le surnageant après la centrifugation.

Compte tenu de traitement, des différences de composition n'ont été observées que pour la FSG à base de FRL (FRL-T3:FF), qui après traitement avait une teneur en protéines (16,45%) et en cendres (1,098%) plus faibles que l'échantillon de référence témoin non traitée (FRL-R:FF) (16,85% et 1,1432%, respectivement), ce qui pourrait être expliqué par la perte de ces constituants de FR sous l'action de pression et de contrainte de cisaillement lors de processus d'HBP. Au contraire, la teneur en lipides (0,976%) et en glucides (81,47%) de cet échantillon (FRL-T3:FF) ont augmenté après traitement par rapport au témoin non traité (FRL-R:FF) (0,948% et 81,05%, respectivement).

Tableau 11. Composition biochimique (b.s) de deux formules sans gluten à base de farines de riz (natives, de référence non traitées et traitées):farine de féverole (2:1, p:p)

	Humidité (%)	Protéines (%)	Lipides (%)	Cendres (%)	Glucides (%)
FSG 1 (FRL:FF)					
FRL-N:FF	10,95 ± 0,02 b	16,87 ± 0,14 a	1,15 ± 0,002 a	1,33 ± 0,001 a	80,63 ± 0,14 d
FRL-R:FF	6,31 ± 0,02 d	16,85 ± 0,02 a	0,94 ± 0,001 c	1,14 ± 0,0004 c	81,05 ± 0,03 c
FRL-T3:FF	6,24 ± 0,08 d	16,45 ± 0,07 b	0,97 ± 0,008 b	1,09 ± 0,002 d	81,47 ± 0,06 b
FSG 2 (FRM:FF)					
FRM-N:FF	11,36 ± 0,01 a	16,34 ± 0,07 bc	0,91 ± 0,005 d	1,16 ± 0,001 b	81,56 ± 0,07 b
FRM-R:FF	7,64 ± 0,08 c	16,08 ± 0,03 c	0,82 ± 0,007 e	1,07 ± 0,002 e	82,01 ± 0,04 a
FRM-T3:FF	7,75 ± 0,07 c	16,38 ± 0,07 bc	0,84 ± 0,01 e	1,08 ± 0,0003 e	81,68 ± 0,06 b
Valeur de P					
Variété	0,0000	0,0005	0,0000	0,0000	0,0001
Traitement	0,7516	0,2521	0,0085	0,0001	0,2722

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$) ; FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et de féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

2.2. Effet sur la teneur en amidon endommagé de farines de riz

La teneur en amidon endommagé des FR de deux variétés FRL (FRL-N, FRL-R et FRL-T3) et FRM (FRM-N, FRM-R et FRM-T3) est présentée dans le tableau 12.

L'analyse statistique a montré qu'il n'y a pas une différence significative ($P > 0,05$) due à la variété de FR. Au contraire, le traitement d'HBP a significativement ($P < 0,05$) augmenté la teneur en amidon endommagé de ces farines, en particulier pour l'échantillon de FRM-T3 (7,45%) par rapport à celui de FRL-T3 (6,65%).

L'impact différent de l'HBP sur la teneur en amidon endommagé des deux variétés de FR (FRL et FRM) pourrait être justifié par nos résultats obtenus précédemment dans la partie 1 de notre étude, dans lequel les changements de la majorité des propriétés physico-chimiques et fonctionnelles des FR (groupements SH, CAH, propriétés émulsifiantes comprenant l'AE et la SE, l'hydrophobicité de la surface et les propriétés thermiques des farines) causés par ce

traitement étaient plus remarquables dans le cas de FRM que la FRL. Egalement, les spectres FTIR de nos échantillons des FR traitées ont montré un changement plus évident dans la FRM par rapport à la FRL, atteignant des intensités plus élevées, indiquant une modification plus importante de la structure de FRM que celle de FRL. En plus, les diffractogrammes de rayons X ont montré des pics d'intensité de FRM plus élevés par rapport à ceux de FRL.

Pour les deux variétés de FR, l'augmentation de la teneur en amidon endommagé des échantillons traités par rapport à ceux non traités pourrait être expliqué par les dommages résultant de la pression et de la contrainte de cisaillement appliquées aux granules d'amidon de ces farines lors du traitement d'HBP, ce qui a entraîné une altération de la structure de ces granules d'amidon et leur fragmentation en particules plus petites, comme il a été confirmé précédemment dans la partie 1 de notre étude par les micrographes de MEB (SEM). Des résultats similaires ont été observés lors de l'application d'HHP aux amidons de manioc et de maïs (Che *et al.*, 2007 ; Wang *et al.*, 2008).

Tableau 12. Teneur en amidon endommagé de farines de riz de deux variétés.

	FRL			FRM			Valeur de <i>P</i>	
	FRL-N	FRL-R	FRL-T3	FRM-N	FRM-R	FRM-T3	Variété	Traitement
Amidon endommagé (%)	5,51±0,16 c	5,46±0,14c	6,65±0,26b	5,56±0,09c	5,47±0,01c	7,45±0,27a	0,1217	0,0008

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même ligne sont significativement différentes ($P < 0,05$) ; FRL-N, Farine de riz long native; FRL-R, farine de riz long de référence témoin (0 MPa); FRL-T3, farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages); FRM-N, farine de riz moyen native; FRM-R, farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa); FRM-T3, farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages).

2.3. Effet sur la distribution granulométrique de formules sans gluten

La DG des échantillons de deux FSG à base de FRL et FRM natives (FRL-N:FF et FRM-N:FF), de référence (témoin non traitées 0 MPa) (FRL-R:FF et FRM-R:FF) et celles homogénéisées à basse pression (30 MPa- 3 passages) (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) est illustrée dans la figure 26.

Les échantillons de deux FSG contenant les FR de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF) ont présenté une DG similaire à ceux contenant les FR natives (FRL-N:FF et FRM-N:FF), en particulier dans le cas de la FSG à base de FRM:FF. Leur DG a montré une

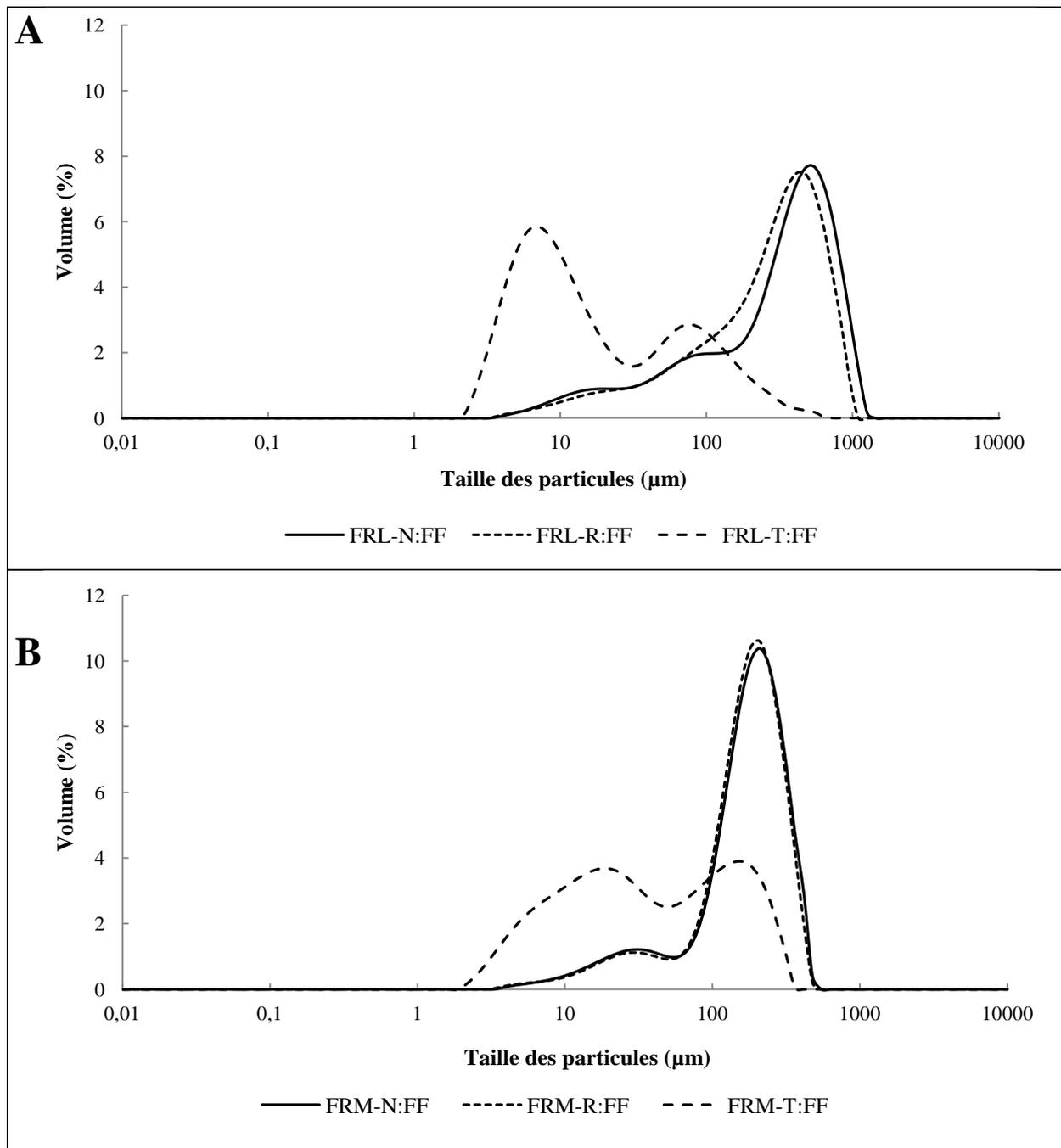


Figure 26. Impact du traitement d'Homogénéisation à Basse Pression appliqué aux farines de riz sur la distribution granulométrique des deux formules sans gluten.

(A) Formule sans gluten à base de farine de riz long (FRL) et féverole (FF), (B) Formule sans gluten à base de farine de riz moyen (FRM) et féverole (FF), FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

distribution presque monomodale avec un pic principal allant de 400 à 550 μm pour la FSG à base de FRL:FF et à environ 200 μm pour la FSG à base de FRM:FF. Pour les deux FSG, un petit épaulement a été observé indiquant une fraction de farine avec une granulométrie inférieure à 100 μm .

À l'inverse, les échantillons de deux FSG contenant les FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont montré un changement significatif vers une DG plus faible. L'HBP appliqué aux FRL et FRM, ingrédients de base de deux FSG, a réduit considérablement leur DG comme cela était représenté dans la partie 1 de notre étude (Section 1.1). Il est important de noter que la DG de ces échantillons de deux FSG à base de FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) a révélée deux fractions principales. Pour l'échantillon FRL-T3:FF (Figure 26 A), le pic principal est centré à 6,6 μm et le pic mineur à environ 80 μm , tandis que pour celui à base de FRM-T3:FF ((Figure 26 B), les deux pics ont montré un volume similaire et sont situés à environ 20 μm et 160 μm , respectivement.

Les paramètres de la DG des échantillons des deux FSG à base de FRL:FF et FRM:FF sont présentés dans le tableau 13.

Les différences observées dans les paramètres de la DG ($D(4,3)$, $d(0,1)$, $d(0,5)$, $d(0,9)$ et span) des différents échantillons ont confirmé l'impact significatif ($P < 0,05$) du traitement d'HBP, alors que la variété de FR n'a affecté de manière significative ($P < 0,05$) que les valeurs de span.

Il ressort de ce tableau que l'échantillon de la FSG à base de FRL de référence (FRL-R:FF) a présenté d'une manière générale des valeurs de paramètres granulométriques significativement plus faibles ($D(4,3) = 300,99 \mu\text{m}$, $d(0,5) = 274,59 \mu\text{m}$, $d(0,9) = 608,08 \mu\text{m}$) que celle contenant la FRL native (FRL-N:FF) ($D(4,3) = 351,83 \mu\text{m}$, $d(0,5) = 328 \mu\text{m}$, $d(0,9) = 715,42 \mu\text{m}$). Au contraire, aucune différence significative n'a été observée entre les échantillons de la FSG à base de FRM native (FRM-N:FF) et de référence non traitée (FRM-R:FF). Les différentes performances de la FSG contenant la FRL-R par rapport à celle contenant la FRM-R pourraient être le résultat d'une grande sensibilité de la FRL à la rupture et à la fragmentation quand elle est soumise à un stress physique (Buggenhout *et al.*, 2013).

Pour les échantillons de deux FSG à base de FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF), les valeurs de différents paramètres granulométriques : $D(4,3)$ (36,18 μm pour FRL-T3:FF et 65,152 μm pour FRM-T3:FF), $d(0,1)$ (4,08 μm pour FRL-T3:FF et 5,69 μm pour FRM-

T3:FF), d (0,5) (11,77 μm pour FRL-T3:FF et 30,97 μm pour FRM-T3:FF) et d (0,9) (104,28 μm pour FRL-T3:FF et 177,47 μm pour FRM-T3:FF) ont fortement diminué par rapport à ceux contenant de FR de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF). Au contraire, les valeurs de span de ces échantillons ont été plus élevées que les témoins (8,93 pour FRL-T3:FF contre 2,08 pour FRL-R/ FF et 5,55 pour FRM-T3:FF contre 1,56 pour FRM-R:FF).

Tableau 13. Paramètres de la distribution granulométrique des échantillons de deux formules sans gluten à base de farines de riz (natives, de référence non traitées et traitées): farine de féverole (2:1, p:p).

	D (4,3) (μm)	d (0,1) (μm)	d (0,5) (μm)	d (0,9) (μm)	Span
FSG 1 (FRL:FF)					
FRL-N:FF	351,83 \pm 14,06 a	33,08 \pm 2,11 b	328,22 \pm 12,89 a	715,42 \pm 24,64 a	2,08 \pm 0,04 c
FRL-R:FF	300,99 \pm 3,46 b	37,59 \pm 1,38 a	274,59 \pm 4,88 b	608,08 \pm 4,25 b	2,08 \pm 0,03 c
FRL-T3:FF	36,18 \pm 0,43 e	4,08 \pm 0,06 c	11,77 \pm 0,95 e	104,28 \pm 0,48 e	8,93 \pm 0,004 a
FSG 2 (FRM:FF)					
FRM-N:FF	172,44 \pm 0,50 c	33,82 \pm 1,47 b	167,47 \pm 0,34 c	302,82 \pm 0,39 c	1,61 \pm 0,02 c
FRM-R:FF	167,82 \pm 0,71 c	36,36 \pm 0,83ab	163,08 \pm 0,64 c	290,77 \pm 0,79 c	1,56 \pm 0,006 c
FRM-T3:FF	65,15 \pm 0,71 d	5,69 \pm 0,07 c	30,97 \pm 0,42 d	177,47 \pm 1,96 d	5,55 \pm 0,07 b
Valeur de P					
Variété	0,0644	0,7801	0,0636	0,0695	0,0075
Traitement	0,0003	0,0000	0,0000	0,0031	0,0000

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$) ; FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

2.4. Effet sur les performances panifiables de formules sans gluten

2.4.1. Effet sur la capacité de rétention d'eau de formules sans gluten

La capacité de rétention d'eau (CRE) des différents échantillons de deux FSG à base de FRL:FF et FRM:FF a été déterminé puis utilisée comme la quantité d'eau nécessaire à la préparation des différents PSG (Tableau 14). Selon Espinosa-Ramírez *et al.* (2018), ce

paramètre est un indicateur approprié pour optimiser la quantité d'eau nécessaire à l'hydratation des ingrédients utilisés en panification SG.

D'après nos résultats, des différences significatives ($P < 0,05$) ont été observées dans les valeurs de la CRE des échantillons de deux FSG en raison de la variété de FR et du traitement d'HBP.

D'une manière générale, les échantillons de la FSG contenant la FRM:FF ont présenté des valeurs de CRE plus élevées (1,55 g/g pour FRM-N:FF et 1,57 g/g pour FRM-R:FF et 1,34 g/g pour FRM-T:FF) que ceux de la FSG à base de FRL:FF (1,35 g/g pour FRL-N:FF et 1,33 g/g pour FRL-R:FF et 1,30 g/g pour FRL-T:FF). Selon De la Héra *et al.* (2013), une corrélation négative a été montrée entre la CRE et la teneur en protéines des farines, mais dans la présente étude, des différences mineures ont été observées dans la teneur en protéines des différents échantillons de deux FSG étudiées.

L'HBP a diminué la CRE des échantillons de la FSG à base de FRM:FF (1,57 g/g pour FRM-R:FF et 1,34 g/g pour FRM-T:FF) mais n'a pas changé celle des échantillons à base de FRL:FF (1,33 g/g pour FRL-R:FF et 1,30 g/g pour FRL-T:FF). Cette diminution pourrait être expliquée par les changements importants des différentes propriétés de la FRM après traitement par rapport à celles de la FRL, comme il a été montré précédemment dans la partie 1 de notre étude. L'effet du traitement d'HBP sur la CRE des échantillons a montré une corrélation positive avec les paramètres de la DG (D (4,3), d (0,1), d (0,5) et d (0,9)) ($r > 0,97$) et une corrélation négative avec la valeur de span ($r = -0,96$), ainsi plus la DG est hétérogène, plus la CRE est importante.

Tableau 14. Capacité de rétention d'eau de formules sans gluten, pH des pâtes à pain sans gluten avant et après fermentation et leurs temps de fermentation.

	CRE (g/g)	pH avant fermentation	pH après fermentation	Temps de fermentation
FSG1 (FRL:FF)				
FRL-N:FF	1,35 ± 005 b	5,99 ± 0,04 a	5,41 ± 0,10 ab	80 ± 0 a
FRL-R:FF	1,33 ± 0,07 b	5,93 ± 0,01 ab	5,34 ± 0,04 ab	80 ± 0 a
FRL-T3:FF	1,30 ± 0,09 b	5,98 ± 0,08 a	5,55 ± 0,15 a	70 ± 0 b
FSG 2 (FRM:FF)				
FRM-N:FF	1,55 ± 0,03 a	5,79 ± 0,01 cd	5,29 ± 0,08 b	80 ± 0 a
FRM-R:FF	1,57 ± 0,12 a	5,76 ± 0,04 d	5,36 ± 0,07 ab	80 ± 0 a
FRM-T3:FF	1,34 ± 0,08 b	5,87 ± 0,01 bc	5,49 ± 0,15 ab	65 ± 0 b
Valeur de P				
Variété	0,0102	0,0059	0,7966	0,3739
Traitement	0,0257	0,0549	0,0749	0,0074

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FSG, Formule sans gluten; CRE, Capacité de rétention d'eau; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

2.4.2. Effet sur le pH de pâtes à pain sans gluten avant et après fermentation

Les valeurs de pH des pâtes à PSG à base de différents échantillons de deux FSG (FRL:FF et FRM:FF) avant et après fermentation sont présentés dans le tableau 14.

Selon les résultats de ce tableau, une différence significative ($P < 0,05$) a été enregistrée dans les valeurs de pH des pâtes à PSG avant fermentation en raison de la variété de FR, dans laquelle les pâtes à PSG à base de la FRL:FF ont montré des valeurs plus élevées (5,99 pour FRL-N:FF, 5,93 pour FRL-R:FF et 5,98 pour FRL-T3:FF) que celles à base de FRM:FF (5,79 pour FRM-N:FF, 5,76 pour FRM-R:FF et 5,87 pour FRM-T3:FF). Alors que, aucune différence significative ($P > 0,05$) n'a été observée dans les valeurs de pH due au traitement d'HBP.

Cependant, ni la variété de farine de riz ni le traitement d'HBP n'ont affecté de manière significative ($P > 0,05$) les valeurs de pH des pâtes à PSG de deux FSG (FRL:FF et FRM:FF) après fermentation (Tableau 14).

2.4.3. Effet sur les cinétiques de fermentation de pâtes à pain sans gluten

Les courbes des cinétiques de fermentation des pâtes à PSG à base de différents échantillons de deux FSG (FRL:FF et FRM:FF) sont illustrées dans la Figure 27.

D'après cette figure, les pâtes à PSG à base de la FSG contenant la FRL:FF (Figure 27 A) ont montré pendant la fermentation des volumes d'expansion plus élevés (2,2 mL pour FRL-N:FF, 1,9 mL pour FRL-R:FF et 2,4 mL pour FRL-T3:FF) que celles à base de la FSG contenant la FRM:FF (2,2 mL pour FRM-N:FF, 1,8 mL pour FRM-R:FF et 2,0 mL pour FRM-T3:FF) (Figure 27 B).

Dans le cas des pâtes à PSG contenant les FR de deux variétés traitées à 30 MPa-3 passages (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF), l'expansion de la pâte s'est écoulée pendant 10 min, alors que pour celles contenant les FR natives (FRL:FF et FRM:FF) ou de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF), le temps de l'expansion était de 20 min. Cette augmentation de volume initial de ces pâtes à PSG était associée aux FR traitées (FRL et FRM) dont la composition en amidon endommagé est élevée à cause du traitement d'HBP contrairement à celles de FR natives (FRL-N:FF et FRM-N:FF) et de références non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF), comme il a été précédemment décrit dans la section 2.2. En plus, l'augmentation de volume initiale de ces pâtes à PSG pourrait être liée à un changement de la structure interne des granules d'amidon, comme il a été montré dans la partie 1 de notre étude, où le traitement d'HBP a provoqué une gélatinisation partielle de l'amidon de ces FR (FRL et FRM) par rapport à celles non traitées.

D'autre part, Martínez *et al.* (2014) ont rapporté que lors de l'extrusion des farines, les granules d'amidon ont perdu leur intégrité et la gélatinisation a favorisé l'interaction avec l'eau et les autres ingrédients, améliorant ainsi le volume des pâtes à pain pendant la fermentation.

De plus, les pâtes à PSG de deux FSG contenant les FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont atteint un volume maximal d'expansion (2,4 mL pour FRL-T3:FF et 2,0 mL pour FRM-T3:FF) après 130 et 120 min, respectivement. Concernant les pâtes à PSG contenant les FR natives (FRL:FF et FRM:FF) et de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF), des

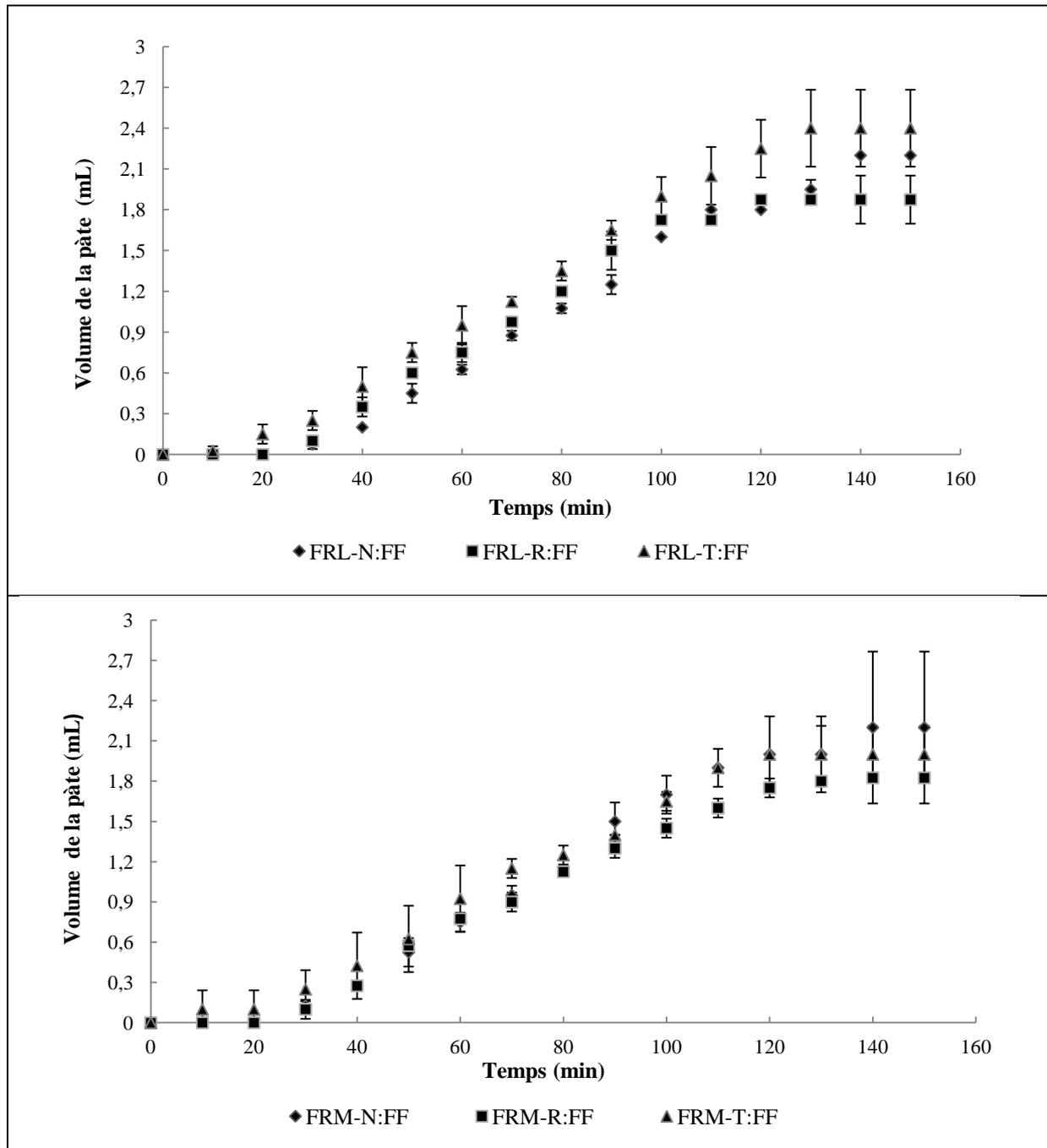


Figure 27. Impact du traitement d'Homogénéisation à Basses Pressions appliqué aux farines de riz sur les cinétiques de fermentation des pâtes à pain sans gluten des deux formules.

(A) Formule sans gluten à base de farine de riz long (FRL) et féverole (FF); FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

différences mineurs ont été observées dans leurs cinétiques de fermentation, donc aucun changement n'a été produit lors de la préparation des suspensions et la lyophilisation de ces échantillons.

Pour cela, le temps de fermentation de chaque échantillon de pâtes à PSG a été adapté de façon à ce que son volume d'expansion maximum atteindrait les 75 % (Tableau 14). D'après nos résultats, une différence significative ($P < 0,05$) a été trouvée dans le temps de fermentation des échantillons due au traitement d'HBP. Alors que, la variété de FR n'a pas affectée significativement ce paramètre ($P > 0,05$).

Les pâtes à PSG contenant les FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont montré des temps de fermentation plus courts, 70 et 65 min, respectivement que celles contenant les FR natives (FRL-N:FF et FRM-N:FF) et de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF), ces dernières ont présentés un temps de fermentation plus long de 80 min. Cette différence pourrait être expliquée par la forte teneur en amidon endommagé de ces FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) par rapport à celles natives et de référence non traitées, comme il a été déjà montré précédemment (section 2.2). D'après Devi *et al.* (2009), l'amidon endommagé de farine de riz joue un rôle important dans la pâte à PSG. Il est hydrolysé et converti en sucres simples utilisés par la levure boulangère pour produire plus de dioxyde de carbone afin de générer des cellules gazeuses au sein de la pâte, augmentant sa levée et donnant ainsi un volume plus élevé.

2.5. Effet sur les caractéristiques des pains sans gluten

L'effet du traitement d'HBP appliqué aux FRL et FRM sur les caractéristiques de la qualité de PSG est présenté dans les tableaux 15, 16, 17 et 18 et la figure 28.

2.5.1. Effet sur la perte de poids à la cuisson

D'après les résultats du tableau 15, l'analyse statistique a indiqué des différences significatives ($P < 0,05$) dans la perte de poids à la cuisson des PSG seulement en raison du traitement d'HBP.

Nos résultats ont montré que les pâtes à PSG de deux FSG à base de FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) présentent une faible rétention d'eau qui pourrait être expliquée par la réduction de la DG de ces échantillons (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) par rapport à celles contenant les FR natives (FRL-N:FF et FRM-N:FF) et de références non traitées (FRL-R:FF

et FRM-R:FF). En effet, ces pâtes à PSG contenant les FR traitées ont présenté une perte à la cuisson plus élevée, et cela était indépendant de la quantité d'eau à ajouter lors de la préparation des PSG.

Tableau 15. Perte de poids à la cuisson et la teneur en eau finale des pains sans gluten de deux formules à base de farines de riz (natives, de référence non traitées et traitées): farine de féverole (2:1, p:p).

	Perte de poids à la cuisson (g/100g)	Teneur en eau finale (g/100g)
FSG 1 (FRL:FF)		
FRL-N:FF	27,42 ± 1,54 a	46,75 ± 0,82 b
FRL-R:FF	26,94 ± 1,51 a	43,29 ± 0,75 c
FRL-T3:FF	25,24 ± 1,42 b	46,50 ± 0,72 b
FSG 2 (FRM:FF)		
FRM-N:FF	27,44 ± 1,54 a	48,61 ± 0,73 a
FRM-R:FF	26,76 ± 1,51 a	46,51 ± 0,61 b
FRM-T3:FF	23,84 ± 1,34 c	46,95 ± 1,27 b
Valeur de P		
Variété	0,0588	0,00007
Traitement	0,0000	0,0007

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

2.5.2. Effet sur la teneur en eau finale

Selon le tableau 15, la variété de FR et le traitement d'HBP ont affecté de manière significative ($P < 0,05$) la teneur en humidité des PSG.

Les teneurs en humidité des PSG à base de la FSG contenant la FRM native (FRM-N:FF) et de références témoin non traitée (FRM-R:FF) ont été plus élevées (48,61% pour FRM-N:FF et 46,51% pour FRM-R:FF) que celles de la FSG contenant la FRL-N:FF (46,75%) et la FRL-R:FF (43,29%).

La teneur en eau de PSG à base de FRL-T3:FF a été augmenté (46,50), tandis que celle de PSG à base de FRM-T3:FF n'a pas été changé (46,95%) par rapport aux PSG à base des FR de référence témoins non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF).

Ces résultats ne pouvaient pas être expliqués par la quantité d'eau à ajouter pour chaque échantillon de deux FSG, car aucune corrélation n'a été observée entre la teneur en humidité de ces PSG et la CRE des FSG, ni avec leur DG.

2.5.3. Effet sur la couleur de la mie

La couleur de la mie est un paramètre important pour l'évaluation de la qualité de PSG. Matos et Rosell (2014) ont reporté que ce paramètre est assez variable selon les ingrédients utilisés dans les différentes recettes en panification SG.

Les paramètres de la couleur (a^* , b^* , L^* et ΔE) de la mie des PSG à base de différents échantillons de deux FSG (FRL-N:FF, FRL-R:FF, FRL-T3:FF, FRM-N:FF, FRM-R:FF et FRM-T3:FF) sont présentés dans le tableau 16.

Selon nos résultats, les paramètres, a^* , b^* et ΔE^* , étaient significativement ($P < 0,05$) affectés par la variété de FR et le traitement d'HBP, à l'exception de L^* (Luminance) qui n'était significativement pas affecté que par la variété de FR.

Concernant la luminance (L^*) de la mie, les PSG à base de la FSG contenant la FRM:FF ont présenté des valeurs plus élevées (69,79 pour FRM-N:FF, 70,44 pour FRM-R:FF et 70,04 pour FRM-T3:FF) que ceux de la FSG contenant la FRL:FF (une couleur plus sombre) (60,50 pour FRL-N:FF, 63,32 pour FRL-R:FF et 65,16 pour FRL-T3:FF). Une corrélation négative a été trouvée entre la luminance (L^*) des PSG et les paramètres granulométriques (D (4,3) et d (0,9) des deux FSG (FRL:FF et FRM:FF).

La mie de tous les PSG préparés pour notre étude a montré des valeurs négatives de a^* révélant une teinte dans la zone du vert. Les valeurs de a^* les plus élevées ont été enregistrées par les PSG fabriqués à base de la FSG contenant la FRL:FF (-2,10 pour FRL-N:FF contre -2,66 pour FRM-N:FF, -1,85 pour FRL-R:FF contre -2,81 pour FRM-R:FF et -2,35 pour FRL-T3:FF contre -3,02 pour FRM-T3:FF). Le traitement d'HBP a diminué de manière significative ($P < 0,05$) les valeurs de a^* de la mie des PSG à base de deux FSG par rapport à ceux contenant les FR de référence non traitées (-2,35 pour FRL-T3:FF contre -1,85 pour FRL-R:FF et -3,02 pour FRM-T3:FF contre -2,81 pour FRM-R:FF).

Tableau 16. Profil de couleur de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole (2:1, p:p).

	<i>L</i> *	<i>a</i> *	<i>b</i> *	ΔE^*
FSG 1 (FRL:FF)				
FRL-N:FF	60,50 ± 2,70 c	-2,10 ± 0,23 ab	15,67 ± 1,10 b	/
FRL-R:FF	63,32 ± 3,49 b	-1,85 ± 0,72 a	16,19 ± 0,78 b	3,49 ± 0,87 b
FRL-T3:FF	65,16 ± 3,57 b	-2,35 ± 0,39 bc	14,21 ± 1,28 c	5,75 ± 0,91 a
FSG 2 (FRM:FF)				
FRM-N:FF	69,79 ± 1,63 a	-2,66 ± 0,30 cd	18,16 ± 0,76 a	/
FRM-R:FF	70,44 ± 1,64 a	-2,81 ± 0,13 de	17,52 ± 0,73 a	1,76 ± 0,52 c
FRM-T3:FF	70,04 ± 3,50 a	-3,02 ± 0,28 e	16,32 ± 0,46 b	3,33 ± 0,91 b
Valeur de P				
Variété	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Traitement	0,4635	0,0073	0,0000	0,0000

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$); *L**, Luminance; *a**, (+) rouge et (-) vert; *b**, (+) jaune et (-) bleu; ΔE^* , différence de la couleur totale; FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et farine de féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et farine de féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et farine de féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et farine de féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et farine de féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et farine de féverole.

Des valeurs positives pour le paramètre *b** (teinte jaune) ont été affichées pour la mie de tous les PSG fabriqués. Les valeurs étaient plus élevées pour les PSG à base de la FSG contenant la FRM:FF que ceux contenant la FRL:FF (18,16 pour FRM-N:FF contre 15,67 pour FRL-N:FF, 17,52 pour FRM-R:FF contre 16,19 pour FRL-R:FF et 16,32 pour FRM-T3:FF contre 14,21 pour FRM-T3:FF). L'HBP des FR a conduit à un jaunissement des PSG significativement ($P < 0,05$) inférieure à celui des PSG préparés à base des FR non traitées. Cette dissimilitude de couleur pourrait être expliquée par l'effet de l'HBP sur les caractéristiques de FR traitées par rapport à celles non traitées, comme il a été montré dans la partie 1 de notre étude (changement des propriétés physico-chimiques, fonctionnelles et structurales des FR après traitement).

Globalement, le traitement d'HBP a augmenté de manière significative ($P < 0,05$) la différence de la couleur totale (ΔE^*) de la mie des PSG, en particulier pour ceux fabriqués à

base de la FSG contenant la FRL-T:FF (5,75 pour FRL-T3:FF contre 3,49 pour FRL-R:FF et 3,33 pour FRM-T3:FF contre 1,76 pour FRM-R:FF).

2.5.4. Effet sur les propriétés texturales de la mie

Les propriétés texturales de la mie des PSG à base de différents échantillons de deux FSG (FRL-N:FF, FRL-R:FF, FRL-T3:FF, FRM-N:FF, FRM-R:FF et FRM-T3:FF) sont présentés dans le tableau 17.

D'après nos résultats, le traitement d'HBP appliqué au FRL et FRM a affecté d'une manière significative ($P < 0,05$) la dureté, la cohésion, la masticabilité et la résilience de la mie des PSG, à l'exception de l'élasticité ($P > 0,05$). Concernant la variété de FR, des différences significatives ($P < 0,05$) ont été trouvées dans tous ces paramètres de texture à l'exception de la cohésion ($P > 0,05$).

Concernant la dureté de la mie, les valeurs enregistrées par les PSG à base de la FSG contenant la FRL:FF ont été inférieures (134 g pour FRL-N:FF, 281 g pour FRL-R:FF et 168 g pour FRL-T3:FF) par rapport à celles des PSG à base de la FRM:FF (445 g pour FRM-N:FF, 766g pour FRM-R:FF et 320g pour FRM-T3:FF).

La mie des PSG à base de FR de référence témoin non traitée (FRL-R:FF et FRM-R:FF) de deux FSG a été plus dure (plus ferme) que celle des PSG contenant les FR natives (FRL-N:FF et FRM-N:FF). Cette différence pourrait être due aux pertes produites lors de la préparation des suspensions des FR (pour la FRL-R et FRM-R) et de l'élimination des composés hydrosolubles dans le surnageant après la centrifugation. Quoi qu'il en soit, la coupe transversale des tranches des PSG (Figure 28) indique que l'élimination de ces composés a amélioré la structure de la mie de ces PSG à base de FR traitées, en particulier pour ceux préparés avec la FSG contenant la FRL:FF (Figure 28 A). Nos résultats ont montré que le traitement d'HBP appliqué au FRL et FRM a diminué significativement la dureté de la mie des PSG de deux FSG par rapport à ceux contenant les FR témoin de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF) (168 g pour FRL-T3:FF contre 281 g pour FRL-R:FF et 320 g pour FRM-T3:FF contre 766 g pour FRM-R:FF).

Tableau 17. Propriétés texturales de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole.

	Dureté (g)	Elasticité	Cohésion	Masticabilité (g)	Résilience
FSG 1 (FRL:FF)					
FRL-N:FF	134 ± 15 d	0,966 ± 0,034 bc	0,627 ± 0,057 c	101 ± 49 d	0,328 ± 0,031 d
FRL-R:FF	281 ± 59 c	0,982 ± 0,016 ab	0,681 ± 0,043 b	191 ± 53 c	0,347 ± 0,012 bc
FRL-T3:FF	168 ± 17 d	0,993 ± 0,008 a	0,833 ± 0,025 a	138 ± 16 d	0,438 ± 0,013 a
FSG 2 (FRM:FF)					
FRM-N:FF	445 ± 69 b	0,951 ± 0,030 c	0,640 ± 0,047 c	282 ± 50 b	0,324 ± 0,031 d
FRM-R:FF	766 ± 123 a	0,982 ± 0,014 ab	0,680 ± 0,043 b	485 ± 72 a	0,330 ± 0,007 cd
FRM-T3:FF	320 ± 47 c	0,968 ± 0,011 bc	0,795 ± 0,037 a	247 ± 46 b	0,365 ± 0,015 b
Valeur de P					
Variété	0,0000	0,0263	0,1253	0,0000	0,0000
Traitement	0,0000	0,9736	0,0000	0,0000	0,0000

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

D'autre part, les valeurs de la cohésion de la mie des PSG à base des FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont été plus élevées (0,833 pour FRL-T3:FF contre 0,681 pour FRL-R:FF et 0,795 pour FRM-T3:FF contre 0,680 pour FRM-R:FF) que ceux contenant les FR témoin de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF).

Néanmoins, nos PSG contenant les FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont eu une mie plus molle et plus cohésive par rapport à ceux contenant les FR de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF). Une tendance similaire a été observée par Ozturk et Mert (2018 a) et Ozturk et Mert (2018 b), lors de l'utilisation de farine de gluten de maïs traitée par hautes pressions (500 et 125 MPa) en panification SG. Les auteurs ont expliqué ce comportement basé sur les modifications structurelles induites par le traitement d'HBP, comme la rupture et la séparation des liaisons hydrophobes des acides aminés, qui favorisent les interactions amidon-protéines dans la pâte (Ozturk et Mert, 2018 a).

De plus, selon Ozturk et Mert (2018 b), la faible dureté et la forte cohésion, qui sont des propriétés souhaitables en panification SG, pourraient être liées à la réduction de la DG de FR traitées causée par l'HBP, qui a généré une structure uniforme des échantillons. De même, nos résultats obtenus dans la partie 1 de notre étude (section 1.1) ont confirmé que le traitement d'HBP (30 et 50 MPa) appliqué aux FR de deux variétés (FRL et FRM), qui sont les ingrédients de base de nos deux FSG, était suffisant pour induire une réduction de la taille de leurs particules, et simultanément des changements dans leurs structures et leurs propriétés physico-chimiques et fonctionnelles.

En ce qui concerne l'élasticité de la mie des PSG, l'absence d'un effet significatif du traitement d'HBP sur ce paramètre, voire l'augmentation légère observée dans le cas de PSG à base de FRL-T3:FF (0,993) par rapport à celui contenant la FRL-R:FF (0,982), était souhaitable, car ce paramètre est lié à la structure élastique et aérée des pains frais (Matos et Rosell, 2012).

Des différences notables ont été trouvées dans la masticabilité de la mie des PSG, dans le quel le traitement d'HBP a diminué significativement les valeurs de ce paramètre de la mie des PSG à base de FR traitées par rapport à ceux contenant les FR de référence non traitées (138 g pour FRL-T3:FF contre 191 g pour FRL-R:FF et 247 g pour FRM-T3:FF contre 485 g pour FRM-R:FF).

De même, la cohésion la plus élevée observée dans les PSG contenant les FR traitées a indiqué une structure de mie plus intégrée, ainsi qu'une plus grande capacité de récupération après compression. Cette dernière propriété a été traduite par des valeurs de résilience plus élevées (0,438 pour FRL-T3:FF contre 0,347 pour FRL-R:FF et 0,365 pour FRM-T3:FF contre 0,330 pour FRM-R:FF). En effet, nos PSG à base des FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont été remarquablement les meilleurs pains que les PSG à base des FR de référence témoin non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF).

2.5.5. Effet sur les paramètres morphologiques de la mie

L'analyse d'images de la mie de nos PSG a permis de quantifier ses paramètres morphologiques présentés dans le tableau 18.

❖ Effet sur la surface 2-D

Nos résultats ont montré des différences significatives ($P < 0,05$) dans la surface 2-D de tranches des PSG, liée au volume de pain, en raison de la variété de FR et le traitement d'HBP.

Les tranches de PSG à base de la FSG contenant la FRL:FF ont eu une surface 2-D plus élevée que celle à base de la FRM:FF (8,74 cm² pour FRL-N:FF contre 7,93 cm² pour FRM-N:FF, 8,65 cm² pour FRL-R:FF contre 8,16 cm² pour FRM-R:FF et 9,37 cm² pour FRL-T3:FF contre 8,14 cm² pour FRM-T3:FF).

Le traitement d'HBP a augmenté significativement la surface 2-D de PSG contenant la FRL-T3:FF (9,37 cm²) par rapport à celui contenant la FRL-R:FF (8,65 cm²), mais aucune différence significative n'a été observée entre les PSG à base de FRM-T3:FF et FRM-R:FF.

❖ Effet sur le rapport largeur/hauteur

Concernant le rapport largeur/hauteur, lié à la forme des PSG, des différences significatives ont été trouvées dues à la variété de FR et au traitement d'HBP ($P < 0,05$).

Les valeurs les plus élevées de ce paramètre ont été enregistrées par les PSG à base de la FSG contenant la FRM:FF (1,60 pour FRM-N:FF contre 1,37 pour FRL-N:FF, 1,62 pour FRM-R:FF contre 1,50 pour FRL-R:FF et 1,47 pour FRM-T:FF contre 1,37 pour FRL-T:FF).

Le traitement d'HBP a diminué significativement les valeurs de rapport largeur/hauteur pour les PSG à base de FR traitées par rapport à celles des PSG contenant les FR de référence non traitées (1,37 pour FRL-T3:FF contre 1,50 pour FRL-R:FF et 1,47 pour FRM-T3:FF contre 1,62 pour FRM-R:FF). En effet, ces PSG à base de FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont montré une forme significativement meilleure que ceux à base des FR non traitées.

Tableau 18. Paramètres morphologiques de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole (2:1, p:p).

	Surface 2-D (cm ²)	Rapport largeur/hauteur
FSG 1 (FRL:FF)		
FRL-N:FF	8,74 ± 0,30 b	1,37 ± 0,07 c
FRL-R:FF	8,65 ± 0,53 b	1,50 ± 0,11 b
FRL-T3:FF	9,37 ± 0,19 a	1,37 ± 0,07 c
FSG 2 (FRM:FF)		
FRM-N:FF	7,93 ± 0,18 c	1,60 ± 0,07 a
FRM-R:FF	8,16 ± 0,37 c	1,62 ± 0,07 a
FRM-T3:FF	8,14 ± 0,43 c	1,47 ± 0,09 b
Valeur de P		
Variété	0,0001	0,0037
Traitement	0,0416	0,0005

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

2.5.6. Effet sur la microstructure de la mie

L'impact du traitement d'HBP sur la structure de la mie des PSG à base de différents échantillons de deux FSG (FRL:FF et FRM:FF) est clairement perceptible dans la section transversale des tranches de ces PSG (Figure 28).

Sur la base des images de ces PSG, il a été possible de confirmer l'amélioration de la structure de la mie des PSG lors de l'utilisation des FR homogénéisées à basse pression.

Comme on peut le voir, les PSG préparés à base de la FSG contenant la FRL:FF (Figure 28 A), soit native (FRL-N:FF) soit de référence non traitée (FRL-R:FF), avaient une structure friable avec un gros trou central, ce qui ne permet pas de déterminer et de quantifier les différents paramètres de la microstructure de ces PSG (Nombre des alvéoles/cm², surface moyenne des alvéoles, porosité et circularité), comme il a été indiqués dans le tableau 19, qui a définitivement disparu après l'utilisation de FRL traitée (FRL-T3:FF). Alors que, pour les

PSG à base de la FSG contenant la FRM:FF (Figure 28 B), les changements apparus dans la structure de la mie de PSG à base de FRM-T3:FF étaient moins perceptibles par rapport à ceux contenant les FRM-R:FF et FRM-N:FF, mais d'une manière générale une amélioration de la microstructure de la mie a été observée grâce au traitement d'HBP.

Schober *et al.* (2008) ont rapporté que le traitement de l'Homogénéisation sous Pressions augmente la solubilisation des protéines, ce qui stabilise les cellules gazeuses dans la structure de la pâte à pain. En effet, la mie des PSG contenant les FR traitées (FRL-T3:FF et FRM-T3:FF) ont présenté une structure régulière et continue sans trous internes, confirmant que l'HBP pourrait être une alternative physique pour améliorer les caractéristiques panifiables des FR, indépendamment de la variété de riz utilisé.

D'après le tableau 19, le PSG à base de la FRL-T3:FF a présenté un nombre d'alvéoles plus élevé (21 alvéoles/ cm²) par rapport aux différents PSG à base de la FRM:FF (16 pour FRM-N:FF, 13 pour FRM-R:FF et 14 pour FRM-T3:FF). Néanmoins la surface moyenne des alvéoles reste faible (1,24 cm² pour FRL-T3:FF contre 1,69 cm² pour FRM-N:FF, 1,82 cm² pour FRM-R:FF et 1,97 cm² pour FRM-T3:FF) avec une forme différente (0,54) à celle de ces PSG à base de différents échantillons de la FSG contenant la FRM:FF.

En ce qui concerne les différents PSG contenant la FRM:FF (FRM-N:FF, FRM-R:FF ou FRM-T3:FF), d'une manière générale aucune différence significative n'a été observée dans tous leurs paramètres de la microstructure de la mie.

Tableau 19. Microstructure de la mie des pains sans gluten de deux formules à base de farine de riz (native, de référence non traitée et traitée): farine de féverole (2:1, p:p).

	Alvéoles/cm ²	Surface moyenne des alvéoles (cm ²)	Porosité (%)	Circularité
FSG 1 (FRL:FF)				
FRL-N:FF	n.d.*	n.d.*	n.d.*	n.d.*
FRL-R:FF	n.d.*	n.d.*	n.d.*	n.d.*
FRL-T3:FF	21 ± 2 a	1,24 ± 0,21 b	26,1 ± 3,1	0,54 ± 0,02 a
FSG 2 (FRM:FF)				
FRM-N:FF	16 ± 2 b	1,69 ± 0,25 ab	26,0 ± 1,9	0,46 ± 0,03 b
FRM-R:FF	13 ± 2 c	1,82 ± 0,74 ab	23,7 ± 9,9	0,48 ± 0,05 b
FRM-T3:FF	14 ± 1 bc	1,97 ± 0,64 a	26,7 ± 7,3	0,48 ± 0,03 b
Valeur de P				
Variété	/	/	/	/
Traitement	/	/	/	/

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; n.d.*; Non détecter.

2.5.7. Effet sur les propriétés du rassissement

Les propriétés du rassissement des PSG à base de différents échantillons de deux FSG (FRL-N:FF, FRL-R:FF, FRL-T3:FF, FRM:FF, FRM-N:FF, FRM-R:FF et FRM-T3:FF) ont été évalué en enregistrant les changements apparus dans leur teneur en eau finale durant le stockage (1^{er}, 2^{ème} et 4^{ème} jours à la température ambiante 25°C), ainsi le taux de durcissement de la mie (Tableau 20).

Nos résultats ont montré que la variété de FR a affectée significativement ($P < 0,05$) la teneur en eau finale des PSG de deux FSG pendant le 2^{ème} et le 4^{ème} jour de stockage, en effet, les PSG contenant la FRM:FF ont montré des valeurs plus élevées que ceux à base de FRL:FF. En revanche, aucune différence significative n'a été trouvée en raison du traitement d'HBP ($P > 0,05$).

Concernant le taux de durcissement de la mie des PSG, il n'a été significativement affecté ($P < 0,05$) que par la variété de FR, dans la quelle, les valeurs les plus élevées ont été enregistrées par les PSG contenant la FRM:FF que ceux à base de FRL:FF.

Il est important de souligner que, lors de 4^{ème} jour de stockage, des colonies microbiennes ont été observées dans les PSG contenant les FR natives (FRL-N:FF et FRM-T:FF) et de référence non traitées (FRL-R:FF et FRM-R:FF). Alors que, aucune colonie n'a été observée dans les PSG à base de FRL-T3:FF et la FRM-T3:FF. Malgré la teneur en eau similaire pour les différents PSG, cette absence de colonies pourrait être expliquée par une faible disponibilité d'eau dans les PSG à base de FR traitées, ce qui a limité la croissance microbienne dans ces PSG que ceux à base des FR natives et de référence non traitées.

Tableau 20. Teneur en eau et taux de durcissement des pains sans gluten de deux formules à base de farines de riz (native, de référence, traitée): farine de féverole durant le stockage (1, 2 et 4 jour/ 25°C).

	Teneur en eau finale (g/100g)			Taux de durcissement (g/jour)
	1 jour	2 jour	4 jour	
FSG 1 (FRL:FF)				
FRL-N:FF	46,06 ±0,20 ab	45,30±0,34 ab	44,68±0,81 bc	30 ± 12 ab
FRL-R:FF	43,98±0,31 b	43,37± 0,64 b	43,08±0,21 c	112 ± 39 b
FRL-T3:FF	45,60 ±0,46 ab	46,13± 0,66 a	44,44±0,12 ab	107 ± 9 b
FSG 2 (FRM:FF)				
FRM-N:FF	47,97±0,36 a	47,46±0,18 a	48,71±0,88 a	130 ± 38 b
FRM-R:FF	46,49 ±1,07 ab	46,90±0,03 a	46,23±0,31 ab	286 ± 24 a
FRM-T3:FF	45,92± 0,94 ab	46,76±1,13 a	46,95±0,80 ab	323 ± 26 a
Valeur de P				
Variété	0,1113	0,0146	0,0012	0,0003
Traitement	0,4266	0,0600	0,0962	0,4945

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même colonne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FSG, Formule sans gluten; FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM-N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

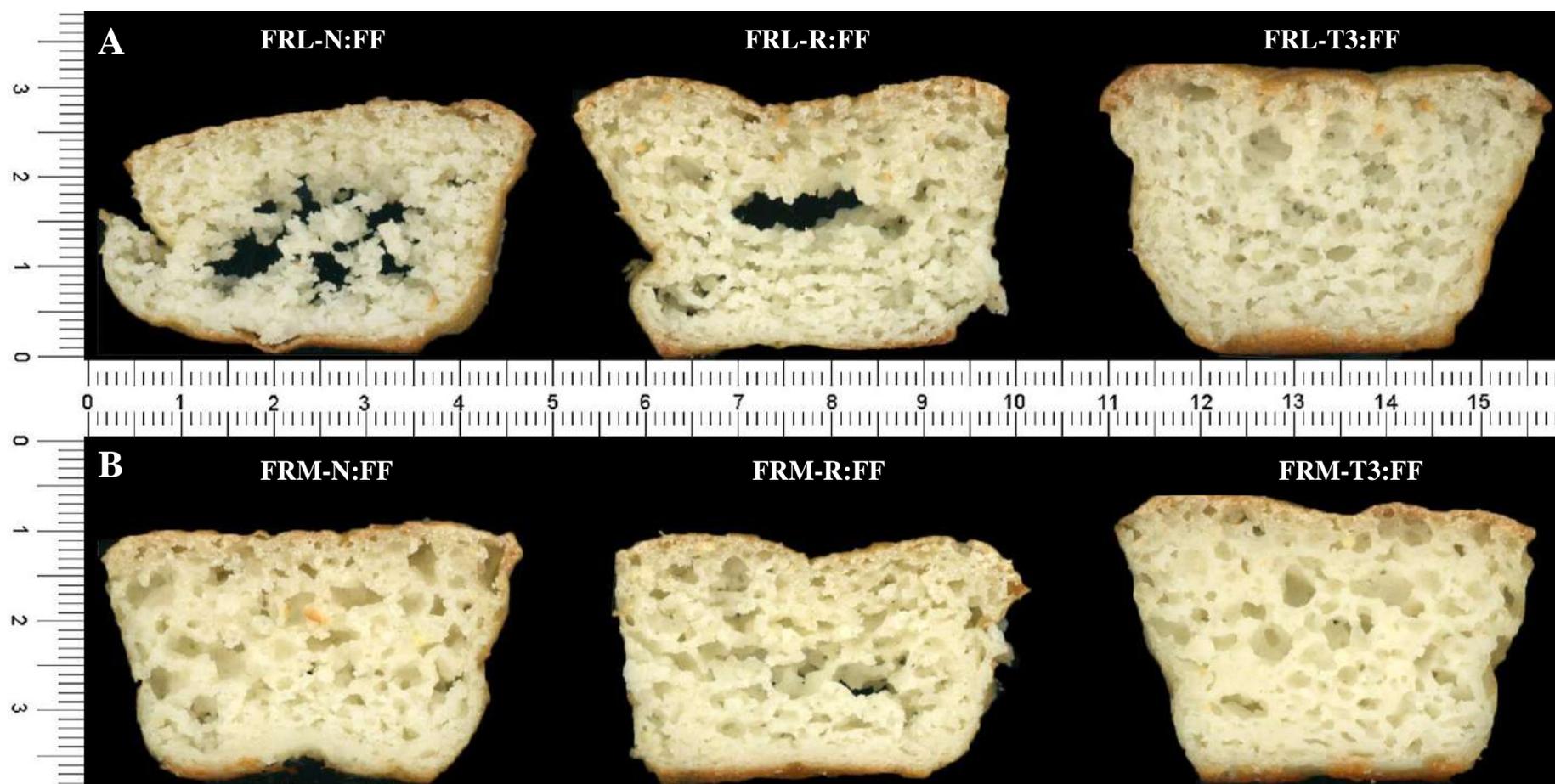


Figure 28. Coupe transversale de tranches des pains sans gluten de deux formules à base de farines de riz long (A) et farine de riz moyen (B). FRL-N:FF, mélange de farine de riz long native et féverole; FRL-R:FF, mélange de farine de riz long de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRL-T3:FF, mélange de farine de riz long traitée (30 MPa-3 passages) et féverole; FRM- N:FF, mélange de farine de riz moyen native et féverole; FRM-R:FF, mélange de farine de riz moyen de référence témoin (0 MPa) et féverole; FRM-T3:FF, mélange de farine de riz moyen traitée (30 MPa-3 passages) et féverole.

Partie 3. Effet de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC) sur la qualité technologique de pains sans gluten

3.1. Composition biochimique des farines et de la formule sans gluten étudiée

Les résultats de la composition biochimique (% ms) de farine de blé tendre (FBT), farine de riz (FR) et farine de féverole (FF) ainsi que celle de la formule sans gluten (FSG) à base de FR:FF (2:1, p:p) (FRF) sont récapitulés dans le tableau 21.

Tableau 21. Composition biochimique de la farine de blé tendre, farine de riz, farine de féverole et de la formule sans gluten étudiée.

	FBT	FR	FF	FRF¹
Humidité (%)	13,25 ± 0,45 a	10,83 ± 0,01 b	10,54 ± 0,04 b	10,73
Protéines (%)	12,64 ± 0,62 b	6,37 ± 0,02 c	29,41 ± 0,03 a	14,05
Lipides (%)	1,94 ± 1,56 a	0,33 ± 0,01 b	1,99 ± 0,01 a	0,88
Cendres (%)	0,20 ± 0,18 c	0,59 ± 0,03 b	3,18 ± 0,02 a	1,45
Glucides* (%)	85,22	92,71	65,42	83,61

Les valeurs avec des lettres différentes dans la même ligne sont significativement différentes ($P < 0,05$); FBT, Farine de blé tendre; FR, Farine de riz; FF, Farine de féverole; FRF, Formule Riz-Féverole; ¹, Valeurs obtenues par calcul avec le ratio 2:1 (FR:FF, p:p); *, Glucides totaux déterminés par soustraction.

Teneur en eau

La teneur en eau est un facteur déterminant de la qualité des farines, car elle a un effet sur leur préservation lors de stockage. En plus, sur le plan technologique, elle est utile pour déterminer la quantité d'eau à ajouter en panification (Feillet, 2000).

La FBT utilisée dans notre étude a présenté une teneur en eau de 13,25 %, qui a été en dessous de la limite maximale (15,5%) fixée par le *Codex Alimentarius* (FAO, 1995), ce qui a permis sa bonne conservation. Les teneurs en eau enregistrées par les farines et la FSG ont été respectivement 10,83 % pour la FR, 10,54 % pour la FF et 10,73 % pour la FRF. Ces valeurs ont été inférieures à la limite de 15% fixée par la norme Codex STAN 152-1985 (Rév.1-1995) pour les produits de mouture de riz et de légumes secs pour assurer leur bonne conservation.

Teneur en protéines

La teneur en protéines des farines a un effet significatif sur les propriétés rhéologiques de la pâte et sur la qualité du pain (Marinciu et Saulescu, 2008).

La teneur en protéines de FBT était de 12,64% (ms), cette valeur était incluse dans l'intervalle rapporté par Atwell (2001) qui varie de 7 à 14%. La teneur en protéines de FR était de 6,37% (ms), ce résultat est conforme aux teneurs rapportées par Jeantet *et al.* (2007), qui sont comprises entre 6,3 et 7,1%. Alors que, la FF est caractérisée par une teneur en protéine élevée de 29,41% (ms) et est située bien dans l'intervalle donné par Cuq *et al.* (2003) soit de [23-38,1] %. Le calcul de la teneur en protéines de la FRF (2:1, p:p) a indiqué une valeur de 14,05% (ms), montrant une amélioration par rapport à celle de FR due à l'incorporation de FF dans notre FSG.

Teneur en lipides

Comme tous les constituants de la farine, les lipides jouent un rôle important dans le développement de la qualité rhéologique de la pâte ainsi que celle technologique et organoleptique du pain (Goesaert *et al.*, 2005).

La teneur en lipides de FBT était de 1,94% (ms), ce résultat concorde avec ceux établis par Atwell (2001), qui rapporte un intervalle de [1 à 2]%. Pour les farines sans gluten, la FR a présenté une teneur en lipides faible de 0,33% (ms), qui était incluse dans l'intervalle donné par Vierling (2008) de [0,3 à 0,5] %. Alors que, la FF a montré une valeur de 1,99% (ms), qui est située dans l'intervalle rapporté par Boutin et Dronne (2008) de [1,5 à 2]%. Comme résultat de la supplémentation (FR:FF), la FRF a montré une élévation de la teneur en lipides à 0,88% (ms) par rapport à celle de FR.

Teneur en cendres

Parmi les caractéristiques fondamentales des farine, leurs teneurs en cendres, qui exprime sa pureté et correspond à sa teneur en minéraux. Ainsi, il permet d'identifier les différents types de farines pour les destiner à la fabrication de différents produits céréaliers (Rival, 2005).

La FBT a présenté une teneur en cendres de 0,20% (ms). Cette valeur reste inférieure à celles données par Boudreau et Menard (1992), qui préconisent des teneurs en cendres allant

de 0,40 % à 0,60 % pour les farines panifiables. La teneur en cendres enregistrée par la FR était de 0,59% (ms). Cette valeur est située dans l'intervalle donné par Vierling (2008), qui était de [0,3 à 0,8]%. Alors que, la FF est caractérisée par une richesse en matières minérales avec un taux de cendres de 3,18% (ms). La FRF a montré une teneur en cendres de 1,45% (ms).

D'après nos résultats de la composition biochimique, nous pouvons constater que l'incorporation de la FF dans notre FSG à base de FR a amélioré significativement sa qualité nutritionnelle.

3.2. Distribution granulométrique des farines

La distribution granulométrique (DG) de farines utilisées en panification témoin (FBT) et sans gluten (FR et FF) est présentée dans le tableau 22.

Tableau 22. Distribution granulométrique de farines utilisées en panification.

Classes des fractions (μm)	FBT (%)	FR (%)	FF (%)
≥ 200	8,18 \pm 0,21	9,72 \pm 0,04	10,09 \pm 0,15
] 150 - 200]	19,10 \pm 0,07	35,91 \pm 0,29	16,63 \pm 0,92
] 125 - 150]	18,52 \pm 0,29	24,78 \pm 0,04	18,05 \pm 0,86
] 100 - 125]	28,30 \pm 0,39	16,75 \pm 0,66	14,89 \pm 0,67
] 75 - 100]	23,45 \pm 0,38	12,29 \pm 0,91	20,17 \pm 0,75
<75	1,44 \pm 0,47	0,00	17,35 \pm 0,80
Total	98,99	99,45	97,18

FBT, Farine de blé tendre; FR, Farine de riz; FF, farine de féverole.

De ce tableau, il ressort que les trois farines étudiées ont présenté plus de 87 % des particules de dimension $< 200 \mu\text{m}$, avec 90,81 % pour la FBT, 89,73 % pour la FR et 87,09 % pour la FF.

Pour la FBT, la majorité de la répartition granulométrique a été présentée par la classe]100-125] μm avec 28,30 %. Alors que, pour la FR, la plupart de la répartition a été portée par la classe]150-200] μm avec 35,91 %. Quand à la FF, une distribution plutôt équilibrée entre toutes les classes granulométrique inférieures à $200 \mu\text{m}$ a été observée, avec un pourcentage élevé de 20,17 % présenté par la classe]75-100] μm .

D'après nos résultats de la DG, une hétérogénéité dans la répartition granulométrique de farines étudiées a été détectée qui pourrait être expliquée par l'impact direct des opérations unitaires appliquées sur les grains de ces farines notamment le broyage, ainsi que la composition, la texture et l'humidité de ces substrats (Melcion, 2000).

3.3. Effet de la DIC sur le volume spécifique des pains sans gluten

3.3.1. Validité du modèle du plan d'expérience

Avant de passer à l'exploitation des résultats du plan CCD, nous devons d'abord tester sa validité. Les coefficients de régression avec leurs significations obtenus par l'analyse de variance (ANOVA) testant l'effet linéaire, quadratique et interaction entre les deux facteurs (X_1) la température de traitement couplée à la pression de vapeur d'eau et (X_2) le temps de traitement, sont présentés dans le tableau 23.

Tableau 23. Coefficients de régression pour le modèle du plan CCD de volume spécifique des pains sans gluten à base de la formule riz-féverole traitée par DIC

Modèle de terme	Volume spécifique (cm ³ /g)	
	Valeurs	Valeur P
Constante	-0,48	0,000
X1	0,0567	0,117
X2	-0,0301	0,033
X1X1	-0,000159	0,469
X2X2	0,001068	0,093
X1X2	-0,000562	0,248
Manque d'ajustement	NS	NS
R ²	73%	/

X_1 , température de traitement couplée à la pression de vapeur d'eau; X_2 , temps de traitement; X_1X_1 , X_2X_2 , coefficients quadratiques; X_1X_2 : interaction entre les deux facteurs; R^2 : coefficient de détermination ; NS: non significatif ($p > 0,05$).

De ce tableau, nous avons remarqué la présence d'un effet linéaire négative de temps de traitement (X_2) sur le V_{sp} de PSG de la FRF traitée par DIC avec une valeur de p de 0,033 inférieure à 0,05, cela indique que l'effet linéaire de variable de temps de traitement (X_2) est

significatif. Alors que, les autres termes de modèles ne sont pas significatifs, montrant des valeurs de p supérieures à 0,05.

D'après nos résultats, la valeur observée du coefficient de détermination (R^2) a montré que le modèle peut expliquer des variations totales de la réponse à 73% pour le Vsp des PSG à base de la FRF traitée par DIC. Cela veut dire que le modèle choisi était représentatif du système et confirme aussi la corrélation existante entre la réponse choisie (Y : Vsp) et les facteurs sélectionnés (X_1 : la température de traitement couplée à la pression de vapeur d'eau et X_2 le temps du traitement). En plus, l'adéquation de modèle utilisé est confirmée par une valeur du manque d'ajustement non significative ($P > 0,05$) pour la réponse mesurée (Vsp).

3.3.2. Surface de réponse de l'effet de la DIC sur le volume spécifique des pains sans gluten

Le Vsp est l'une des caractéristiques visuelles les plus importantes pour l'évaluation de la qualité du pain (Hager et Arendt, 2013).

L'effet de traitement de la DIC sur le Vsp de PSG à base de la FRF est représenté sous forme d'une surface de réponse illustrée dans la figure 29.

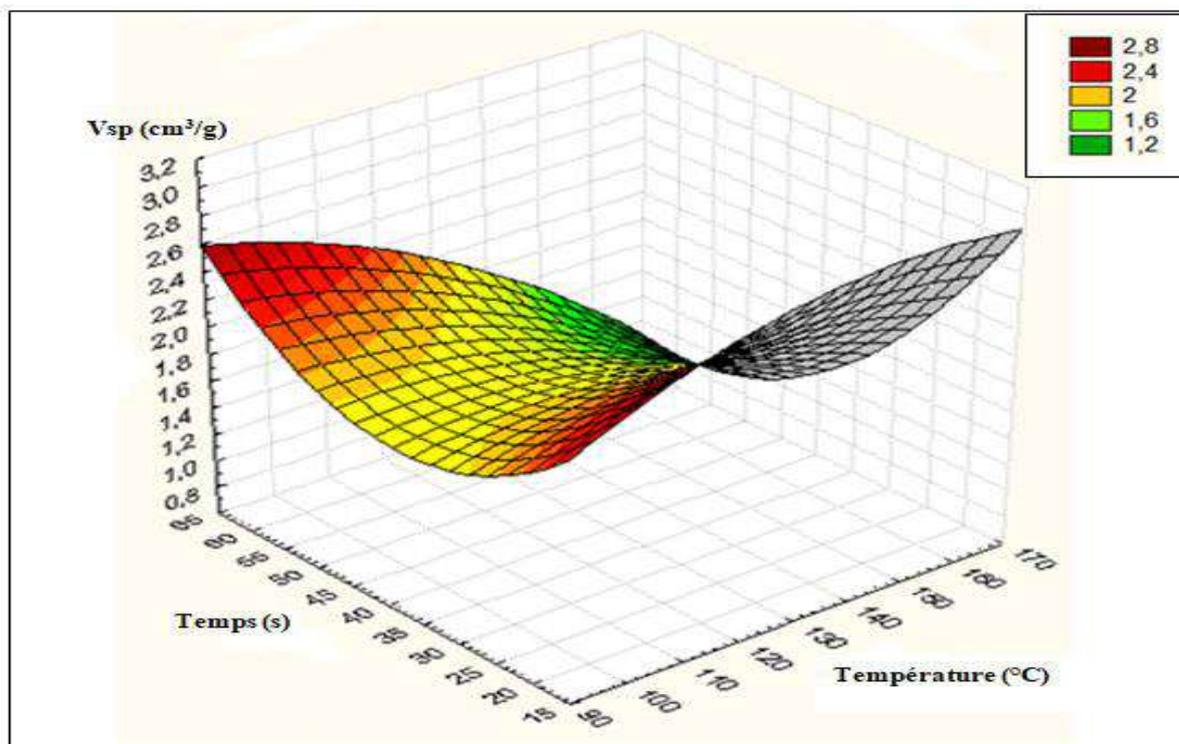


Figure 29. Surface de réponse de l'effet de traitement de la DIC sur le volume spécifique des pains sans gluten à base de la formule riz-féverole.

Cette surface de réponse a montré que les valeurs de V_{sp} des PSG à base de la FRF traitée par DIC en fonction des couples (température/pression-temps) sont variées de 1,2 à 2,8 cm^3/g . Sachant que, le V_{sp} le plus élevé était inférieur à celui du pain témoin de FBT ($3,03 \pm 0,10 \text{ cm}^3/\text{g}$), mais il était supérieur à celui du PSG témoin de la FRF non traitée ($2,45 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$). D'après ce graphique (figure 29), les V_{sp} les plus élevés ont été enregistrés pour une large gamme de température et de pression de vapeur d'eau, couplées à un temps de traitement court, également pour des valeurs de température et de pression de vapeur d'eau basses avec un temps de traitement long.

3.3.3. Optimisation de volume spécifique des pains sans gluten

Dans notre étude, l'optimisation consiste à délimiter les domaines optima pour la réponse étudiée (V_{sp}). Pour cela, la courbe de niveau des V_{sp} de PSG de la FRF traitée par DIC en fonction des couples (température/pression-temps) est illustrée dans la figure 30.

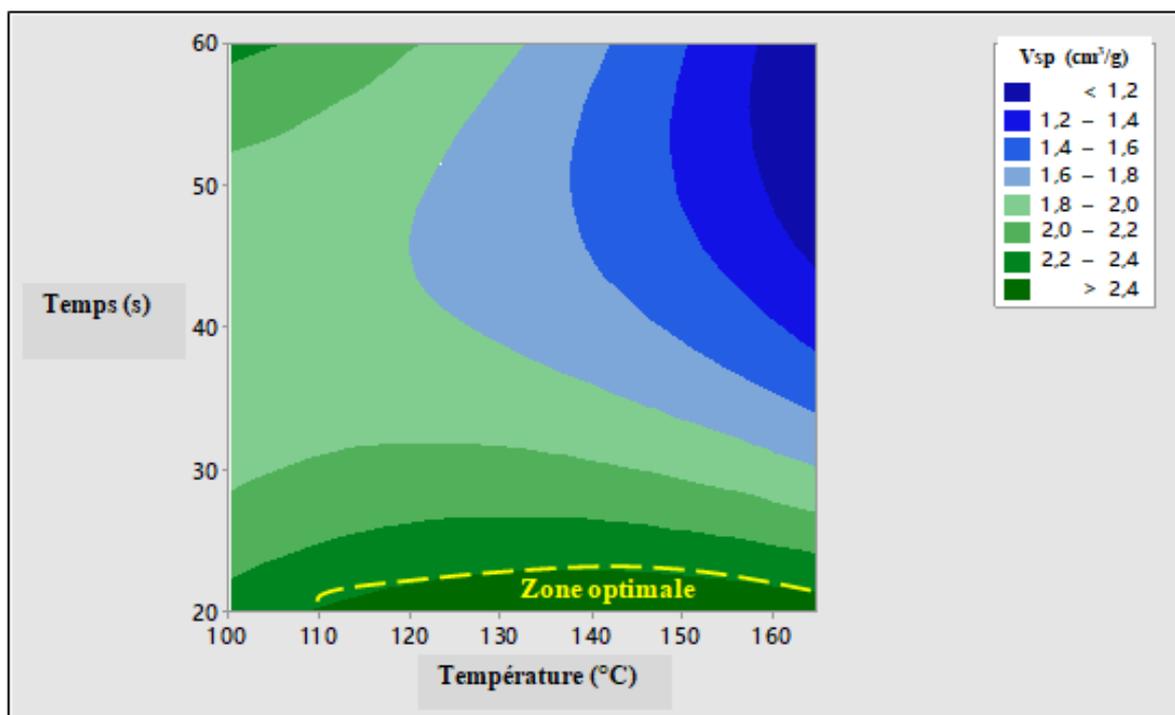


Figure 30. Courbe de niveau des volumes spécifiques de pains sans gluten de la formule riz-féverole traitée par DIC en fonction des couples (température/pression-temps).

Cette figure a montré que les valeurs les plus élevées de V_{sp} de PSG de la FRF traitée par DIC ($> 2,4 \text{ cm}^3/\text{g}$) sont situées dans la zone optimale incluant des températures de traitement comprises entre 110 et 165°C, couplées à des pressions de vapeur d'eau de 0,15 à 0,7 MPa respectivement, et un temps de traitement court allant de 20 à 22 s.

En effet, en vue de confirmer les résultats de l'optimisation de V_{sp} des PSG de la FRF traitée par DIC, nous avons sélectionné des couples (température/pression-temps) à l'intérieur et en dehors de la zone optimale délimitée et de présenter leurs V_{sp} (Tableau 24).

Tableau 24. Points de confirmation de volumes spécifiques de pains sans gluten de la formule riz-féverole traitée par DIC à l'intérieur et en dehors de la zone optimale délimitée.

	Couples (Température/pression-temps)			Volume spécifique (cm^3/g)
	Température (T) couplée à la pression de vapeur d'eau (P)		t : temps de traitement	
	T ($^{\circ}\text{C}$)	P (MPa)	(s)	
A l'intérieur de la zone optimale	132,5	0,30	20	$2,70 \pm 0,04$
	142,5	0,39	20	$2,58 \pm 0,09$
En dehors de la zone optimale	109,5	0,15	25,9	$2,11 \pm 0,03$
	132,5	0,30	40	$1,76 \pm 0,04$
	155,5	0,55	54,1	$1,61 \pm 0,05$
	132,5	0,30	60	$1,35 \pm 0,03$
	165	0,70	40	$1,18 \pm 0,04$

De ce tableau, il ressort que tous les PSG de la FRF traitée par DIC à l'intérieur et en dehors de la zone optimale délimitée ont présenté des V_{sp} inférieurs à celui du pain témoin de FBT ($V_{sp} = 3,03 \pm 0,10 \text{ cm}^3/\text{g}$). Cela est dû à l'absence de protéine structurale «gluten» dans la FR, l'ingrédient de base utilisé dans notre FSG. Kawamura-Konishi *et al.* (2013) ont montré l'incapacité des protéines de farine de riz à former un réseau viscoélastique tridimensionnel similaire à celui du gluten de blé, ce qui traduit par une faible rétention gazeuse donnant ainsi un pain à faible V_{sp} .

➤ *A l'intérieur de la zone optimale*

Le PSG à base de la FRF traitée par DIC à $132,5 \text{ }^{\circ}\text{C} / 0,3 \text{ MPa}$ pendant 20 s a donné le V_{sp} le plus élevé de $2,7 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$ et selon la classification des k-moyens, il a été classé dans la même classe de pain témoin de FBT ($V_{sp} = 3,03 \pm 0,10 \text{ cm}^3/\text{g}$). En plus, ce PSG a montré une amélioration de V_{sp} par rapport au PSG témoin à base de la FRF non traitée ($2,45 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$) avec un gain de 10,20%. Par conséquent, il est considéré le PSG optimum de notre présente étude. D'autre part, le PSG issu de la FRF traitée par DIC à $142,5 \text{ }^{\circ}\text{C} / 0,39 \text{ MPa}$

pendant 20 s a donné un V_{sp} de $2,58 \pm 0,09 \text{ cm}^3/\text{g}$ supérieur à celui de PSG témoin à base de la FRF non traitée.

L'augmentation de V_{sp} de ces PSG à base de FRF traitée par DIC avec ces conditions de traitement ($132,5 \text{ °C}/0,3 \text{ MPa}-20 \text{ s}$ et $142,5 \text{ °C}/0,39 \text{ MPa}-20 \text{ s}$) par rapport au PSG témoin de la FRF non traitée pourrait être expliquée par l'effet de la DIC sur les propriétés de la farine de riz, l'ingrédient de base utilisé dans notre FSG, comme l'ont indiqué Habba et Allaf (1997), Duong *et al.* (2008), Pilatowski *et al.* (2010), Allaf et Allaf (2013) et Chakraborty *et al.* (2019), dans laquelle la qualité et les propriétés de riz traité par DIC a été améliorée par rapport à celles de l'échantillon témoin non traité. Par conséquent, l'amélioration de V_{sp} de ces PSG à base de la FRF traitée par DIC pourrait être attribuée aux impacts de la DIC en termes de texturation, d'expansion et de refroidissement instantané. En effet, la chute instantanée de pression vers le vide a provoqué une autovaporisation brutale de l'eau de l'échantillon traité, induisant un refroidissement important ainsi qu'une modification de sa structure. De plus, Delgado-rosas *et al.* (2006) ont montré que le traitement DIC appliqué à la poudre de maltodextrine a généré effectivement un échantillon avec des alvéoles et une structure poreuse rapport à celui non traité.

Selon Prameswari *et al.* (2018), une relation a été détectée entre la quantité d'eau à ajouter en panification et la capacité d'absorption d'eau (CAE) de farine; par conséquent, les caractéristiques du pain ont été affectées. En effet, dans notre présente étude, l'augmentation de V_{sp} de PSG optimum à base de FRF traitée par DIC par rapport à celui de PSG témoin pourrait être liée à l'effet positif de la quantité d'eau élevée ajoutée lors de sa préparation, comme il a été mentionné précédemment dans la partie matériel et méthodes (Partie 3. Section 7.4). Nos résultats sont en accord avec ceux rapportés par Setyoprato *et al.* (2009), qui ont constaté que la CAE de farine de manioc traitée par DIC était supérieure à celle de farine non traitée. Ils ont expliqué leurs résultats par le changement de la microstructure de l'échantillon traité par DIC, basant sur la mesure de volume poreux total et la surface spécifique.

D'autre part, la structure de l'amidon de farine de riz pourrait être affectée et modifiée par le traitement DIC comme rapporté Onyango (2016), dans le quel ce traitement physique (DIC) est l'une des méthodes utilisées pour synthétiser l'amidon modifié physiquement. De plus, cet auteur a indiqué que la teneur en amidon endommagé des farines traitées physiquement était supérieure à celle des farines non traitées, et donc leur CAE augmentée, ce

qui pourrait être la raison de l'amélioration de V_{sp} de notre PSG optimum à base de FRF traitée par DIC que celui de PSG témoin.

Egalement, il est important de noter que l'incorporation de farine de féverole dans notre FSG a amélioré sa teneur en protéines (14,05%) que celle de farine de riz (6,37%), comme il a été indiqué précédemment (Section 3.1). Selon Verni *et al.* (2019), la farine de féverole se caractérise par une teneur élevée en protéines (26-39%) de bonne qualité, et son mélange avec les protéines de céréales permet d'obtenir une composition bien équilibrée en acides aminés. Par conséquent, l'amélioration de V_{sp} de notre PSG optimum à base de la FRF traitée par DIC pourrait être expliquée par l'effet positif de traitement DIC sur la structure et les propriétés de protéines de farine de féverole par rapport à celui de la FRF non traitée.

➤ *En dehors de la zone optimale*

Concernant les points sélectionnés en dehors de la zone optimale délimitée (Tableau 24), les valeurs de V_{sp} relevées ont été inférieures à ceux de pain témoin de FBT ($V_{sp} = 3,03 \pm 0,10 \text{ cm}^3/\text{g}$) et de PSG témoin ($2,45 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$). Elles sont variées de $1,18 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$ à $2,11 \pm 0,03 \text{ cm}^3/\text{g}$ pour les PSG à base de FRF traitée par DIC à $165 \text{ °C}/0,70 \text{ MPa} - 40 \text{ s}$ et $109,5 \text{ °C}/ 0,15 \text{ MPa} - 25,9 \text{ s}$, respectivement. En effet, l'augmentation de température (l'augmentation de pression de vapeur d'eau) et de temps de traitement par DIC a entraînée une diminution de V_{sp} de PSG à base de la FRF.

Il est possible d'observer que, pour la même température de traitement (même pression de vapeur d'eau), l'augmentation de temps a provoqué une diminution de V_{sp} de PSG. Par exemple, pour les conditions de traitement de $132,5 \text{ °C}/ 0,3 \text{ MPa}$ et 40 s , le V_{sp} était de $1,76 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$, alors que pour un temps de 60 s , il est devenue $1,35 \pm 0,03 \text{ cm}^3/\text{g}$. D'autre part, la diminution de V_{sp} des PSG a été générée par l'augmentation de température (augmentation de pression de vapeur d'eau) pour le même temps de traitement. A titre d'exemple, pour un temps de traitement de 40 s et une température de $132,5 \text{ °C}/ 0,3 \text{ MPa}$, le V_{sp} était de $1,76 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$, alors qu'à $165 \text{ °C}/ 0,7 \text{ MPa}$, il a été diminué à $1,18 \pm 0,03 \text{ cm}^3/\text{g}$. Cette diminution de V_{sp} pourrait être expliquée par l'effet négatif de ces conditions intenses et sévères de traitement DIC (température/pression-temps) sur les différentes propriétés de la FRF.

3.4. Effet de la DIC sur la structure des mies de pains sans gluten

L'aspect de la mie de PSG optimum à base de la FRF traitée par DIC comparé à celui de pain témoin de FBT et PSG témoin est illustré dans la figure 31, montrant la section transversale des tranches de ces pains.

D'après cette figure, notre PSG optimum à base de la FRF traitée par DIC (c) a montré une mie bien développée et une structure alvéolaire incluant une majorité des alvéoles de grande de taille proches à celle de PSG témoin (b). En revanche, le pain témoin de FBT (a) a présenté une répartition alvéolaire homogène de petite de taille.

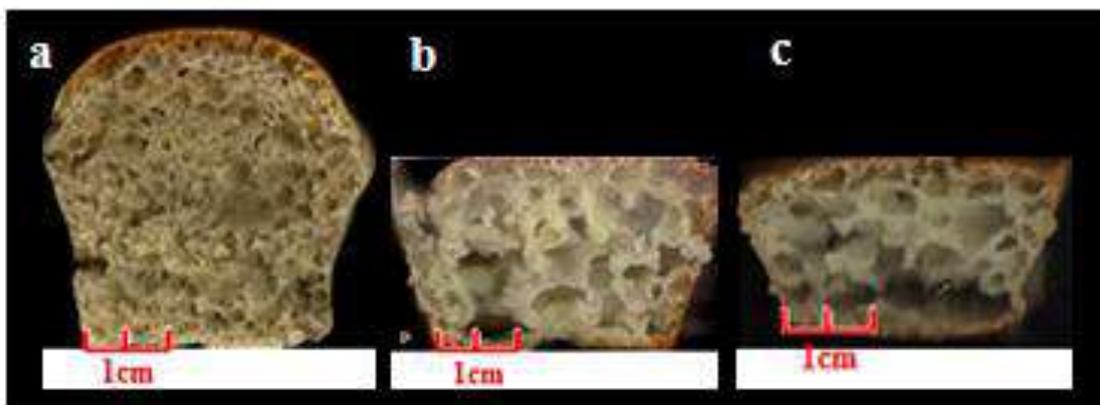


Figure 31. Coupe transversale de tranches de pain témoin de farine de blé tendre (a), de pain sans gluten témoin (b) et de pain sans gluten optimum à base de la formule riz-féverole traitée par DIC.

Les résultats de l'analyse d'images de la mie des trois pains ont révélé que le nombre total des alvéoles de notre PSG optimum à base de la FRF traitée par DIC (28 alvéoles) était supérieur à celui de PSG témoin (14 alvéoles), mais il reste inférieur à celui de pain témoin de FBT (110 alvéoles).

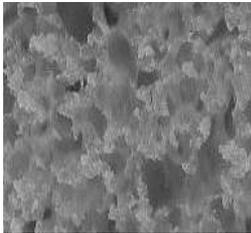
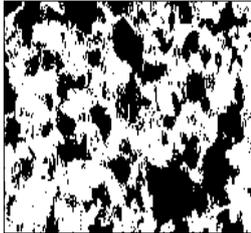
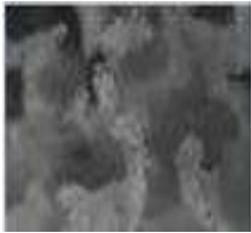
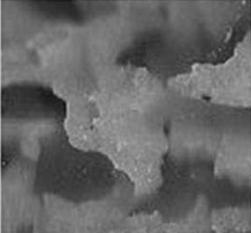
Concernant la surface moyenne des alvéoles, les valeurs enregistrées ont été respectivement $0,81 \pm 0,2 \text{ mm}^2$ pour le PSG optimum de la FRF traitée par DIC, $0,19 \pm 0,5 \text{ mm}^2$ pour le PSG témoin et $0,096 \pm 0,62 \text{ mm}^2$ pour le pain témoin de FBT. Dans ce cas, la surface moyenne des alvéoles de PSG optimum était supérieure à celle de PSG témoin et de pain témoin de FBT. Donc, le traitement de la FRF par DIC a facilité la création de bulles d'air et favorisé leur développement lors de la fermentation par rapport au PSG témoin. Cela pourrait être lié à sa CRE lors de la préparation de la pâte, comme il a été déjà mentionné

précédemment, ainsi qu'à la chute instantanée de la pression vers le vide et à l'autovaporisation rapide de l'eau de la FRF lors de traitement par DIC, ce qui pourrait modifier la texture et le comportement fonctionnel de l'échantillon traité.

Les trois pains ont présenté tous une forme circulaire des alvéoles avec des valeurs proches de 1, qui ont été respectivement $0,93 \pm 0,01$ pour le PSG optimum de la FRF traitée par DIC, $0,80 \pm 0,07$ pour le PSG témoin et $0,87 \pm 0,01$ pour le pain témoin de FBT. Par conséquent, le traitement DIC n'a pas affecté la forme des alvéoles de PSG optimum que les deux autres pains, témoin de FBT et PSG témoin.

D'autre part et selon le tableau 25, les alvéoles de la mie de notre PSG optimum à base de la FRF traitée par DIC et celles de PSG témoin ont été plus ouvertes que le témoin de FBT.

Tableau 25. Représentation des images de la mie de pain sans gluten optimum à base de la formule riz-féverole traitée par DIC, de pain sans gluten témoin et de pain témoin de farine de blé tendre.

Type de pain	Image en couleur	Image en niveau de gris	Image binaire
Pain témoin de FBT			
PSG témoin de la FRF non traitée			
PSG optimum de la FRF traitée par DIC			

FBT, Farine de blé tendre ; PSG, Pain sans gluten ; FRF, Formule riz-féverole ; DIC, Détente instantanée contrôlée.

*Conclusion générale et
perspectives*

Notre présente thèse avait pour objectifs d'étudier en panification sans gluten (SG) d'une part l'effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (HBP) sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de deux variétés de farines de riz (farine de riz long (FRL) et farine de riz moyen (FRM)) et d'autre part, voir l'effet de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC) sur les propriétés technologiques d'une formule sans gluten (FSG) à base de riz et de féverole (FRF).

Les résultats de la première partie de notre étude, portant sur l'effet de l'HBP sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de FRL et FRM, ont montré que l'application de diverses pressions d'homogénéisation (30 et 50 MPa) et nombres de passages (1, 2 et 3 passages) a entraîné une réduction critique de la distribution granulométrique (DG) de FRL et FRM, diminuant ainsi les valeurs des paramètres granulométrique étudiés ($D(4,3)$, $d(0,1)$, $d(0,5)$ et $d(0,9)$). Une augmentation de niveau de pression et de nombre de passages (50 MPa-3 passages) a significativement augmenté la DG de FRL et FRM, en raison de l'agrégation de particules plus petites. L'analyse de corrélation a montré le rôle déterminant de la réduction de la DG de FRL et FRM après traitement par l'HBP dans le changement de leurs différentes propriétés. En plus, l'HBP a diminué significativement la densité apparente et la stabilité d'émulsion de FRL et FRM. Ce traitement a affecté différemment la capacité d'absorption d'eau et le volume de gonflement des deux variétés, en augmentant ceux de la FRL, mais sans modifier ceux de la FRM. D'autre part, la capacité d'absorption de l'huile, la teneur en groupements thiol, l'hydrophobicité de la surface de la FRL et de la FRM et l'activité émulsifiante seulement de la FRM ont été significativement augmentées par HBP.

Sur la base de résultats de la DG, les échantillons de FRL et FRM traités par HBP à 30 et 50 MPa-3 passages ont été sélectionnés pour le reste de cette première partie de notre travail. La microstructure des échantillons de FRL et FRM sélectionnés a été modifiée par HBP, en montrant des fragments de plus petite taille, confirmant ainsi la réduction de leur DG. L'effet de l'HBP sur la composition chimique de deux variétés de FR était différent, dans la quelle la teneur en protéines et en cendres de la FRL ont été diminuées, mais sa teneur en lipides a été augmentée avec l'élévation du niveau de pression, alors qu'aucun impact n'a été observé sur la teneur en cendres et en lipides de la FRM, en revanche sa teneur en protéines a été augmentée par rapport au témoin non traité. La teneur en amylose de la FRL a été diminuée progressivement par l'augmentation du niveau de pression d'homogénéisation, mais aucune différence significative n'a été détectée dans le cas de la FRM. Nos résultats ont montré que l'HBP n'a pas modifié le modèle de Diffraction des Rayons X de FRL et FRM, qui était un

modèle typique de type A similaire à celui des témoins non traités. Les diffractogrammes ont montré que l'HBP a augmenté les intensités de pics de diffraction de la FRL, en revanche des différences mineures ont été détectées entre les échantillons de la FRM traitée et non traitée. La cristallinité relative de la FRL et de la FRM n'a pas été affectée. D'autre part, les spectres FTIR ont montré l'effet de l'HBP dans le changement de la structure des constituants de la FRL et de la FRM, en augmentant significativement leur intensité d'absorbance, notamment pour la FRM. L'HBP a diminué significativement la viscosité de la FRL et de la FRM par rapport aux témoins non traités. Les propriétés thermiques de la FRL et de la FRM ont été significativement affectées par l'HBP. L'analyse en composantes principales (ACP) a clairement montré la discrimination des échantillons de FR, dans la quelle la première composante principale (CP1) a permis de différencier les FR selon la variété (FRL et FRM) et la seconde composante principale (CP2) a permis de distinguer les FR témoins (0 MPa) et celles traitées par HBP (30 et 50 MPa-3 passages).

Les résultats de la deuxième partie de notre thèse, portant sur la panification SG à base des FR traitées par HBP (30 MPa-3 passages) supplémentées par la FF sans l'utilisation d'additifs, ont montré que l'HBP a augmenté significativement la teneur en amidon endommagé de la FRL et de la FRM, en particulier pour cette dernière. De plus, ce traitement appliqué aux FRL et FRM a réduit considérablement la DG des deux FSG étudiées (FRL:FF et FRM:FF (2:1, p:p)). Au niveau des pâtes à PSG à base des FR traitées (FRL-T:FF et FRM-T:FF), le pH avant et après fermentation n'a pas changé. Lors de la fermentation, ces pâtes ont présenté un volume d'expansion plus élevé et un temps de fermentation plus court que les témoins à base des FR non traitées. Les résultats de la qualité des PSG ont montré que l'HBP a augmenté la teneur en eau finale de PSG à base de la FRL-T:FF, mais n'a pas changé celle de PSG à base de la FRM-T:FF. La couleur de la mie des PSG a été significativement affectée par l'HBP, dans la quelle les valeurs de a^* (teinte verte) et b^* (teinte jaune) ont été diminuées, en revanche celles de la différence de la couleur totale (ΔE^*) ont été augmentées par rapport aux PSG contenant les FR témoins non traitées. Concernant les propriétés texturales de la mie, nos résultats ont montré que l'HBP a diminué significativement la dureté et la masticabilité de la mie des PSG à base de deux FSG (FRL:FF et FRM:FF) et a augmenté sa cohésion et sa résilience, donnant ainsi une mie plus molle et plus cohésive. D'autre part, ces PSG à base de la FRL-T:FF et de la FRM-T:FF ont présenté une forme significativement meilleure que celle des PSG à base des FR non traitées, car les valeurs de rapport largeur/hauteur, lié à la forme de pain, ont diminué après traitement. Une amélioration de la

microstructure de la mie des PSG a été également observée grâce au traitement par HBP, en particulier pour le PSG à base de la FRL-T:FF qui a présenté un nombre d'alvéoles plus élevé que celui à base de FRM-T:FF. Durant la conservation, aucun impact significatif de l'HBP n'a été observé sur la teneur en eau finale et le taux de durcissement de la mie des PSG. Lors de 4^{ème} jour de conservation, contrairement aux PSG contenant les FR natives et témoins non traitées aucune colonie microbienne n'a été trouvée dans les PSG à base de la FRL-T:FF et de la FRM-T:FF. En général, la FSG contenant la FRL-T:FF a conduit à une meilleure qualité de PSG. En effet, les PSG à base des FR traitées (FRL-T:FF et FRM-T:FF) ont été remarquablement les meilleurs pains comparativement à ceux contenant les FR témoins non traitées. Par conséquent, l'HBP appliquée aux FRL et FRM pourrait être un traitement physique adéquat pour modifier et améliorer les propriétés panifiables de farines de riz utilisées en panification SG.

Les résultats de la troisième partie de notre travail, se rapportant à l'effet de la DIC sur la qualité technologique de PSG à base la FRF (2:1, p:p), ont montré que l'incorporation de la FF dans notre FSG a amélioré sa teneur en protéines (14,05%), en lipides (0,88%) et en cendres (1,45%) en comparaison avec celle de la FR seule. La validation statistique du modèle du plan d'expérience (CCD) choisi a été confirmée par l'obtention d'une valeur de coefficient de détermination (R^2) de 73% et un manque d'ajustement non significatif ($P > 0,05$). Les résultats d'optimisation obtenus par la méthodologie de surface de réponse (MSR) ont montré une zone optimale incluant des température comprises entre 110 et 165°C, correspondantes à des pressions de vapeur d'eau de 0,15 et 0,7 MPa et des temps de traitement courts allant de 20 à 22 s. Nos résultats de la panification SG ont montré que l'optimum de notre étude a été obtenu avec la FRF traitée par DIC à 132,5 °C/0,3 MPa pendant 20 s, donnant ainsi le volume spécifique (V_{sp}) le plus élevé ($2,7 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$). Selon la classification des k-moyens, ce PSG a été classé dans la même classe de pain témoin de farine de blé tendre et a montré une amélioration de V_{sp} par rapport au PSG témoin ($2,45 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$) avec un gain de 10,20%. Il a également donné une mie bien développée avec des alvéoles de grande de taille, caractérisées par un nombre total et une surface moyenne supérieurs à ceux de PSG témoin. Cependant, la forme de ces alvéoles n'a pas été affectée par le traitement DIC. Par conséquent, le traitement DIC était un moyen efficace et considérable dans l'amélioration de la qualité technologique de PSG à base de la FRF (2:1, p:p).

En perspectives à ce travail, il serait intéressant :

- d'approfondir dans l'étude de l'effet de la DIC sur les propriétés physico-chimiques, fonctionnelles et structurale de la Formule Riz-Féverole ;
- de traiter par Homogénéisation à Basses Pressions (HBP) et par DIC d'autres farines et formules sans gluten à base de céréales et de légumineuses, telles que la farine de maïs, la Formule Riz-Lentille, la Formule Riz-Pois chiches, la Formule Maïs-Féverole, la Formule Maïs-Lentille, la Formule Maïs-Pois chiches, ainsi que d'étudier leur aptitude en panification sans gluten ;
- d'appliquer d'autres traitements physiques tels que les Ultrasons et les Micro-ondes aux différents ingrédients sans gluten et étudier leur aptitudes technologique en panification.

*Références
bibliographiques*

- AACC. (2000).** Approved methods of the American Association of Cereal Chemists (AACC). Method 76-31.01, Starch damage. 11th ed. St. Paul, Minnesota, U.S.A.
- AACC. (2012).** Approved methods of the American Association of Cereal Chemists (AACC). Methods 30-10.01 and 61-02.01. 9th ed. St. Paul, Minnesota, U.S.A.
- AFNOR. (1991).** Normes : NF V 03-050 (Septembre 1970), In recueil des normes françaises, contrôle de la qualité des produits alimentaires, Céréales et produits céréaliers, AFNOR/DGCCRF, 3ème édition, Paris, 360p.
- Aguayo, E., Tarazona-Díaz, M. P., Martínez-Sánchez, A., García-González, A. (2017).** Influence of moderate high-pressure homogenization on quality of bioactive compounds of functional food supplements. *Journal of Food Quality*, 2, 1-11.
- Albitar, N., Mounir, S., Besombes, C., Allaf, K. (2011).** Improving the Drying of Onion Using the Instant Controlled Pressure Drop Technology. *Drying Technology*, 29, 993-1001.
- Allaf, T. (2013).** Application de la Détente Instantanée Contrôlée pour l'Eco-Extraction des Produits Naturels : Intensification & Combinaison. Thèse de doctorat, Université d'Avignon et des pays de Vaucluse, France.
- Allaf, T., Allaf, K. (2013).** Instant Controlled Pressure Drop (D.I.C.) in Food Processing: From Fundamental to Industrial Applications; Springer: New York, NY, USA,
- Allaf, T., Tomao, V., Besombes, C., Chemat, F. (2013).** Thermal and mechanical intensification of essential oil extraction from orange peel via instant autovaporization. *Chemical Engineering and Processing Process Intensification*, 72, 24-30.
- Allaf T., Allaf, K. (2014).** Closing Remarks: Instantaneity and Autovaporization. In: Allaf T., Allaf K, editors. Instant Controlled Pressure Drop (D.I.C.) in Food Processing, From Fundamental to Industrial Applications. *Food Engineering Series*, Springer, N.Y, 177-178.
- Allaf, T., Fine, F., Tomao, V., Nguyen, C., Ginies, C., Chemat, F. (2014).** Impact of instant controlled pressure drop pre-treatment on solvent extraction of edible oil from rapeseed seeds. *OCL*, 21, A301.
- Alonzo-Macías, M., Cardador-Martínez, A., Mounir, S., Montejano-Gaitán, G., Allaf, K. (2013).** Comparative Study of the Effects of Drying Methods on Antioxidant Activity of Dried Strawberry (*Fragaria Var. Camarosa*). *Journal of Food Research*, 2, 92-107.
- Alonzo-Macías, M., Montejano-Gaitán, G., Allaf, K. (2014).** Impact of Drying Processes on Strawberry (*Fragaria var. Camarosa*) Texture: Identification of Crispy and Crunchy Features by Instrumental Measurement. *Journal of Texture Studies*, 45, 246-259.

- Atwell, W. A. (2001).** An overview of wheat development, cultivation, and production. *Cereal Foods World*, 46(2), 59-62.
- Augustin, M. A., Sanguansri, P., Htoon, A. (2008).** Functional performance of a resistant starch ingredient modified using a microfluidizer. *Innovative Food Science and Emerging Technology*, 9, 224-231.
- Augusto, P. E. D., Tribst, A. A. L., Cristianini, M. (2018).** “High hydrostatic pressure and high-pressure homogenization processing of fruit juices,” In : Rajauria, G., Tiwari, B. K. Fruit juices, San Diego, CA: Academic Press, 393-421.
- Bauer, B. A., Knorr, D. (2004).** Electrical conductivity: A new tool for the determination of high hydrostatic pressure-induced starch gelatinization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 5, 437–442.
- Ben Amor, B., Allaf, K. (2009).** Impact of texturing using instant pressure drop treatment prior to solvent extraction of anthocyanins from Malaysian Roselle (*Hibiscus sabdariffa*). *Food Chemistry*, 115, 820-825.
- Benatallah L. (2009).** Couscous et pain sans gluten pour malades coeliaques : aptitude technologique de formules à base de riz et de légumes secs. Thèse de Doctorat, INATAA, Université des Frères Mentouri, Constantine, 158 p.
- Benatallah, L., Zidoune, M. N., Michon, C. (2012).** Optimization of HPMC and water addition for a gluten-free formula with rice and field bean based on rheological properties of doughs. *International Review of Chemical Engineering*, 4, 474-481.
- Berka-Zougali, B., Ferhat, M. A., Hassani, A., Chemat, F., Allaf, K. (2012).** Comparative Study of Essential Oils Extracted from Algerian *Myrtus communis* L. Leaves Using Microwaves and Hydrodistillation. *International Journal of Molecular Sciences*, 13, 4673-4695.
- Besombes, C., Berka-Zougali, B., Allaf, K. (2010).** Instant controlled pressure drop extraction of lavandin essential oils: Fundamentals and experimental studies. *Journal of Chromatography A*, 1217, 6807-6815.
- Betoret, E., Betoret, N., Carbonell, J. V., Fito, P. (2009).** Effects of pressure homogenization on particle size and the functional properties of citrus juices. *Journal of Food Engineering*, 92, 18-23.
- Betoret, E., Betoret, N., Sentandreu, E., Fito, P. (2012).** Homogenization pressures applied to citrus juice manufacturing. Functional properties and application. *Journal of Food Engineering*, 111 (1), 28-33.

- Betoret, E., Mannozi, C., Dellarosa, N., Laghi, L., Rocculi, P., Dalla Rosa, M. (2017).** Metabolomic studies after high pressure homogenization processed low pulp mandarin juice with trehalose addition. Functional and technological properties. *Journal of Food Engineering*, 200, 22-28.
- Bitik, A., Sumnu, G., Oztop, M. (2019).** Physicochemical and structural characterization of microfluidized and sonicated legume starches. *Food and Bioprocess Technology*, 12(7), 1144-1156.
- Bouallegue, K., Allaf, T., Ben Younes, R., Allaf, K. (2016).** Texturing and Instant Cooling of Rapeseed as Pretreatment Prior to Pressing and Solvent Extraction of Oil. *Food Bioprocess Technology*, 9, 1521-1534.
- Bouallegue, K., Allaf, T., Ben Younes, R., Téllez-Pérez, C., Besombes, C., Allaf, K. (2020).** Pressure, temperature and processing time in enhancing *Camelina sativa* oil extraction by Instant Controlled Pressure-Drop (DIC) texturing pre-treatment. *Grasas Y Aceites*, 71, 365.
- Boudreau, A., Menard, G. (1992).** Le blé : éléments fondamentaux et transformation. Donini Johnson, Canada, ISBN, 135-141.
- Boughellout, H., Choiset, Y., Rabesona, H., Chobert, J. M., Haertle, T., Mounir, S., Allaf, K., Zidoune, M. N. (2015).** Effect of instant controlled pressure drop (DIC) treatment on milk protein's immunoreactivity. *Food Agricultural Immunology*, 26, 71-81.
- Boukid, F., Vittadini, E., Lusuardi, F., Ganinoa, T., Carini, E., Morreale, F., Pellegrini, N. (2019).** Does cell wall integrity in legumes flours modulate physiochemical quality and in vitro starch hydrolysis of gluten-free bread? *Journal of Functional Foods*, 59,110-118.
- Boulemkahel, S. (2014).** Panification sans gluten à base de riz et féverole : effet améliorant d'une adjonction combinée HPMC-Xanthane. Mémoire de magistère, INATAA, Université des Frères Mentouri, Constantine, 100 p.
- Bourekoua, H., Benatallah, L., Zidoune, M. N., Rosell, C. M. (2016).** Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT - Food Science and Technology*, 73, 342-350.
- Bourekoua, H., Rózyło, R., Benatallah, L., Wójtowicz, A., Łysiak, G., Zidoune, M. N., Sujak, A. (2018).** Characteristics of gluten-free bread: quality improvement by the addition of starches/hydrocolloids and their combinations using a definitive screening design. *European Food Research and Technology*, 244(2), 345-354.
- Boutin, J. P., Dronne, Y. (2008).** La filière protéagineuse : Quels défis ? Edition Quae, 147p.

- Buckow, R., Heinz, V., Knorr, D. (2007).** High pressure phase transition kinetics of maize starch. *Journal of Food Engineering*, 81, 469-475.
- Buggenhout, J., Brijs, K., Celus, I., Delcour, J. A. (2013).** The breakage susceptibility of raw and parboiled rice: A review. *Journal of Food Engineering*, 117(3), 304-315.
- Calligaris, S., Foschia, M., Bartolomeoli, I., Maifreni, M., Manzocco, L. (2012).** Study on the applicability of high-pressure homogenization to produce banana juices. *LWT - Lebensmittel-Wissenschaft and Technologie*, 45, 117-121.
- Capriles, V. D., Areas, J. A. G. (2014).** Novel approaches in gluten-free bread making: Interface between food science, nutrition, and health. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 13(5), 871-890.
- Cardador-Martínez, A., Martínez-Tequitlalpan, Y., Gallardo-Velazquez, T., Sánchez-Chino, X. M., Martínez-Herrera, J., Corzo-Ríos, L. J., Jiménez-Martínez, C. (2020).** Effect of Instant Controlled Pressure-Drop on the Non-Nutritional Compounds of Seeds and Sprouts of Common Black Bean (*Phaseolus vulgaris* L.). *Molecules*, 25, 1464.
- Chakraborty, S., Gautam, S. P., Das, P. P., Hazarika, M. K. (2019).** Instant Controlled Pressure Drop (DIC) Treatment for Improving Process Performance and Milled Rice Quality. *Journal of the Institution of Engineers (India) Series A*, 100, 683-695.
- Chau, C. F., Wen, Y. L., Wang, Y. T. (2006).** Effect of micronozation on the characteristics and physicochemical properties of insoluble fibre. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86, 2380-2386.
- Che, L., Li, D., Wang, L., Özkan, N., Chen, X. D., Mao, Z. (2007).** Effect of high-pressure homogenization on the structure of cassava starch. *International Journal of Food Properties*, 10 (4), 911-922.
- Chiang, P. Y., Yeh, A. I. (2002).** Effect of soaking on wet-milling of rice. *Journal of Cereal Science*, 35, 85-94.
- Chung, H. J., Liu, Q., Hoover, R. (2009).** Impact of annealing and heat-moisture treatment on rapidly digestible, slowly digestible and resistant starch levels in native and gelatinized maize, pea and lentil starches. *Carbohydrate Polymers*, 75(3), 436-447.
- Cikrikci, S., Demirkesen, I., Mert, B. (2016).** Production of hazelnut skin fibres and utilisation in a model bakery product. *Quality Assurance and Safety of Crops & Foods*, 8(2), 195-206.
- Ciron, C. I. E., Gee, V. L., Kelly, A. L., Auty, M. A. E. (2011).** Effect of microfluidization of heat-treated milk on rheology and sensory properties of reduced fat yoghurt. *Food Hydrocolloids*, 25(6), 1470-1476.

- Clarke, A., Prescott, T., Khan, A., Olabi, A. G. (2010).** Causes of breakage and disruption in a homogenizer. *Applied Energy*, 87, 3680-3690.
- Collar, C. (2019).** Gluten-Free Dough-Based Foods and Technologies. In : Taylor, J., Duodu, K. G. Sorghum and Millets, pp. 331-354. AACC International Press.
- Collar, C., Angioloni, A. (2014).** Pseudocereals and teff in complex breadmaking matrices. Impact on lipid dynamic. *Journal of Cereal Science*, 59, 145-154.
- Conte, P., Fadda, C., Drabinska, N., & Krupa-Kozak, U. (2019).** Technological and nutritional challenges, and novelty in gluten-free breadmaking: a Review. *Polish Journal of Food and Nutrition Science*, 69, 5-21.
- Conte, P., Fadda, C., Piga, A., Collar, C. (2016).** Techno-functional and nutritional performance of commercial breads available in Europe. *Food Science & Technology International*, 22(7), 621-633.
- Cook, E. J., Lagace, A. P. (1985).** Apparatus for forming emulsions. Biotechnology Development Corps, assignee. United States of America Patent, No 4, 533, 254.
- Cornejo, F. Caceres, P. J., Martínez-Villaluenga, C., Rosell, C. M., Frias, J. (2014).** Effects of germination on the nutritive value and bioactive compounds of brown rice breads. *Food Chemistry*, 173, 298-304.
- Cornejo, F., Rosell, C. M. (2015).** Physicochemical properties of long rice grain varieties in relation to gluten free bread quality. *LWT- Food Science and Technology*, 62, 1203-1210.
- Crépon, K., Marget, P., Peyronnet, C., Carrouée, B., Arese, P., Duc, G. (2010).** Nutritional value of faba bean (*Vicia faba* L.) seeds for feed and food. *Field Crops Research*, 115(3), 329-339.
- Cuadrado, C., Cabanillas, B., Pedrosa, M. M., Muzquiz, M., Haddad, J., Allaf, K., Rodriguez, J., Crespo, J. F., Burbano, C. (2011).** Effect of Instant Controlled Pressure Drop on IgE Antibody Reactivity to Peanut, Lentil, Chickpea and Soybean Proteins. *International Archives of Allergy and Immunology*, 156, 397-404.
- Cuq, B., Abecassis, J., Guilbert, S. (2003).** State diagrams to help describe wheat bread processing. *International Journal of Food Science & Technology*, 38(7), 759-766.
- Dalgleish, D. G., Tosh, S. M., West, S. (1996).** Beyond homogenization: The formation of very small emulsion droplets during the processing of milk by a microfluidizer. *Netherlands Milk and Dairy Journal*, 50(2), 135-148.
- De La Hera, E., Gomez, M., Rosell, C. M. (2013).** Particle size distribution of rice flour affecting the starch enzymatic hydrolysis and hydration properties. *Carbohydrate polymers*, 98 (1), 421-427.

- De La Hera, E., Rosell, C. M., Gomez, M. (2014).** Effect of water content and flour particle size on gluten-free bread quality and digestibility. *Food Chemistry*, 151, 526–531.
- Debs-Louka, E. (2000).** Microorganisms Destruction by Controlled Thermal Mechanical Process in Solid or Powdery Products. Application on Spices and Aromatic Herbs. Ph.D. Thesis, Université de La Rochelle, La Rochelle, France.
- Delgado-rosas, M., Sobolik, V., Allaf, K. (2006).** Texturation de la poudre de maltodextrine par détente instantanée contrôlée. Sciences des Aliments. *International Journal of Food science and Technology*, 26(1), 103-111.
- Demirkesen, I., Vilgis, T. A., Mert B. (2018).** Effect of microfluidization on the microstructure and physical properties of a novel yoghurt formulation. *Journal of Food Engineering*, 237, 69-77.
- Devi, A. F, Fibrianto, K., Torley P. J., Bhandari, B. (2009).** Physical properties of cryomilles rice starch. *Journal of Cereal Science*, 49, 278-284.
- Dib, A., Wójtowicz, A., Benatallah, L., Zidoune, M.N., Mitrus, M., Sujak, A. (2018).** Optimization of rice-Field bean gluten free pasta improved by the addition of hydrothermally treated rice flour. *Italian Journal of Food Science*, 30(2), 226-248.
- Dong, X., Zhao, M., Shi, J., Yang, B., Li, J., Luo, D., Jiang, G., Jiang, Y. (2011).** Effects of combined high-pressure homogenization and enzymatic treatment on extraction yield, hydrolysis and function properties of peanut proteins. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 12, 478-483.
- Duan, D., Tu, Z., Wang, H., Sha, X., Zhu, X. (2017).** Physicochemical and rheological properties of modified rice amylose by dynamic high-pressure microfluidization. *International Journal of Food Properties*, 20(4), 734-744.
- Duong, T. C., Al Haddad, M., Rezzoug, Z., Laurent Lefevre, L., Allaf, K. (2008).** Dehydration by successive pressure drops for drying paddy rice treated by instant controlled pressure drop. *Drying Technology*, 26(4), 443-451.
- El Zahar, K., Mounir, S., Allaf, T., Allaf, K. (2015).** Fundamental modeling, functional attributes, porosity, cohesivity index (Hausner ratio) and compressibility of expanded-granule powder of Egyptian Ras pure cheese. *LWT Food Science and Technology*, 64, 297-307.
- Erinc, H., Mert, B., Tekin, A. (2018).** Different sized wheat bran fibers as fat mimetic in biscuits: Its effects on dough rheology and biscuit quality. *Journal of Food Science and Technology*, 55(10), 3960-3970.

- Espinosa-Ramírez, J., Garzon, R., Serna-Saldivar, S. O., Rosell, C. M. (2018).** Mimicking gluten functionality with β -conglycinin concentrate: Evaluation in gluten free yeast-leavened breads. *Food Research International*, 106, 64-70.
- Falade, K. O., Christopher, A. S. (2015).** Physical, functional, pasting and thermal properties of flours and starches of six Nigerian rice cultivars. *Food Hydrocolloid*, 44, 478-490.
- FAO. (1982).** Les graines de légumineuses dans l'alimentation humaine « étude FAO : Alimentation et Nutrition (20) ». Rome. 152 p.
- FAO. (1995).** Norme codex pour la semoule et la farine de blé dur. CODEX STAN 178-1991, Révision 1995, 3p.
- FAO. (2013).** FAO statistical yearbook world food and agriculture. Food and Agriculture Organization of the United Nations.
- Feillet, P. (2000).** Le grain de blé : composition et utilisation. Institut National de la Recherche Agronomique, INRA, Paris, 303p.
- Fetouhi, A., Benatallah, L., Nawrocka, A., Szymańska-Chargot, M., Bouasla, A., Tomczyńska-Mleko, M., Sujak, A. (2019).** Investigation of viscoelastic behaviour of rice-field bean gluten-free dough using the biophysical characterization of proteins and starch: a FT-IR study. *Journal of Food Science and Technology*, 56(3), 1316-1327.
- Feyzi, E., Eikani, M. H., Golmohammad, F., Tafaghodinia, B. (2017).** Extraction of essential oil from *Bunium persicum* (Boiss.) by instant controlled pressure drop. *Journal of Chromatography A*, 1530, 59-67.
- Gallagher, E., Gormley, T. R., Arendt, E. K. (2003).** Crust and crumb characteristics of gluten free breads. *Journal of Food Engineering*, 56(2-3), 153-161.
- Gallagher, E., Gormley, T. R., Arendt, E. K. (2004).** Recent advances in the formulation of gluten-free cereal-based products. *Trends in food Science & Technology*, 15, 143-152.
- Gao, K., Zhou, L., Bi, J., Yi, J., Wu, X., Zhou, M., Wang, X., Liu, X. (2017).** Evaluation of browning ratio in an image analysis of apple slices at different stages of instant controlled pressure drop-assisted hot-air drying (AD-DIC). *Journal of Science and Food Agriculture*, 97, 2533-2540.
- Ge, Z., Zhang, Y., Jin, X., Wang, W., Wang, X., Liu, M., Zhang, L., Zong, W. (2021).** Effects of dynamic high-pressure microfluidization on the physicochemical, structural and functional characteristics of *Eucommia ulmoides* Oliver seed meal proteins. *LWT-Lebensmittel-Wissenschaft and Technologie*, 138, 110766.

- Gebremariam, M. M., Zarnkow, M., Becker, T. (2012).** Teff (*Eragrostis tef*) as a raw material for malting, brewing and manufacturing of gluten-free foods and beverages: a review. *Journal of Food Science and Technology*, 1-15.
- Gennet, D., Ley, C. (2004).** Introduction à la spectroscopie Infrarouge (I.R.). Culture Science Chimie.
- Goesaert, H., Brijs, K., Veraverbeke, W. S., Courtin, C. M., Gebruers, K., Delcour, J. A. (2005).** Wheat flour constituents: how they impact bread quality, and how to impact their functionality. *Trends in Food Science & Technology*, 16(1-3), 12-30.
- Gomez, M., Sciarini, L. S. (2015).** Gluten-free bakery products and pasta. In : Arranz, E., Fernandex, B. F., Rosell, C. M. (Eds.). Advances in the understanding of gluten related pathology and the evolution of gluten-free foods, pp. 565-604. Omnia Science.
- Gonzales-Barron, U., Butler, F. (2006).** A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of bread crumb features by digital image analysis. *Journal of Food Engineering*, 74(2), 268-278.
- Gorinstein, S., Pawelzik, E., Delgado-Licon, E., Yamamoto, K., Kobayashi, S., Taniguchi, H., Trakhtenberg, S. (2004).** Use of scanning electron microscopy to indicate the similarities and differences in pseudocereal and cereal proteins. *International Journal of Food Science & Technology*, 39(2), 183-189.
- Goupy, J., Creighton, L. (2006).** Introduction aux plans d'expériences. *Donud*. 336p.
- Guan, Y., Zhou, L., Bi, J., Yi, J., Liu, X., Chen, Q., Wu, X., Zhou, M. (2016).** Change of microbial and quality attributes of mango juice treated by high pressure homogenization combined with moderate inlet temperatures during storage. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 36, 320-329.
- Gui, Y., Chen, G., Tian, W., Yang, S., Chen, J., Wang, F., Li, Y. (2022).** Normal rice flours perform better in gluten-free bread than glutinous rice flours. *Journal of Food Science*, 87(2), 554-566.
- Guiberti, G., Gallo, A., Fiorentini, L., Fortunati, P., Masoero, F. (2016).** *In vitro* starch digestibility and quality attributes of gluten-free tagliatelle prepared with teff flour and increasing level of a new developed beancultivars. *Starch Starke*, 68, 374-378.
- Guillamón, E., Burbano, C., Cuadrado, C., Muzquiz, M., Pedrosa, M. M., Sánchez, M., Cabanillas, B., Crespo, J. F., Rodriguez, J., Haddad, J. (2008).** Effect of an Instantaneous Controlled Pressure Drop on *in vitro* Allergenicity to Lupins (*Lupinus albus* var *Multolupa*). *International Archives of Allergy and Immunology*, 145, 9-14.

- Gularte, M. A., Gómez, M., Rosell, C. M. (2012).** Impact of legume flours on quality and *in vitro* digestibility of starch and protein from gluten-free cakes. *Food and Bioprocess Technology*, 5, 3142-3150.
- Gularte, M. A., Rosell, C. M. (2011).** Physicochemical properties and enzymatic hydrolysis of different starches in the presence of hydrocolloid. *Carbohydrate Polymers*, 85(1), 273-244.
- Habba, A., Allaf, K. (1997).** Instrumental measurement of the cooked rice texture, comparative study between the viscoelastograph and the texturometer, First European Congress Chemical Engineering, Florence, Italy.
- Hager, A. S., Arendt, E. K. (2013).** Influence of hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), xanthan gum and their combination on loaf specific volume, crumb hardness and crumb grain characteristics of gluten-free breads based on rice, maize, teff and buckwheat. *Food Hydrocolloids*, 32(1), 195-203.
- Hager, A. S., Wolter, A., Czerny, M., Bez, J., Zannini, E., Arendt, E. K., Czerny, M. (2012).** Investigation of product quality, sensory profile and ultrastructure of breads made from a range of commercial gluten-free flours compared to their wheat counterparts. *European Food Research and Technology*, 235(2), 333-344.
- Hamada, S., Suzuki, K., Aoki, N., Suzuki, Y. (2013).** Improvements in the qualities of gluten-free bread after using a protease obtained from *Aspergillus oryzae*. *Journal of Cereal Science*, 57, 91-97.
- Han, H. M., Cho, J. H., Kang, H. W., Koh, B. K. (2012).** Rice varieties in relation to rice bread quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92, 1462-1467.
- Haskard, C. A., Li-Chan, E. C. Y. (1998).** Hydrophobicity of bovine serum albumin and ovalbumin determined using uncharged (PRODAN) and anionic (ANS⁻) fluorescent probes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 2671-2677.
- He, Z. Y., Tao, Y. d., Zeng, M. M., Zhang, S., Tao, G. J., Qin, F. (2016).** High pressure homogenization processing, thermal treatment and milk matrix affect *in vitro* bioaccessibility of phenolics in apple, grape and orange juice to different extents. *Food Chemistry*, 200, 107-116.
- Hossen, M. S., Sotome, I., Takenaka, M., Isobe, S., Nakajima, M., Okadome, H. (2011).** Starch damage and pasting properties of rice flours produced by dry jet grinding. *Cereal Chemistry*, 88(1), 6-11.

- Iguedjtal, T., Louka, N., Allaf, K. (2008). Sorption isotherms of potato slices dried and texturized by controlled sudden decompression. *Journal of Food Engineering*, 85, 180-190.
- ISO. (2009).** Method 712: Cereals and cereal products. Determination of moisture content.
- ISO. (2010).** Method 2171: Cereals, pulses and by-products. Determination of ash yield by incineration.
- ISO. (2016).** Method 16634-2: Food products-Determination of the total nitrogen content by combustion and the calculation of the crude protein content of cereals, pulses and milled cereal products.
- ISO. (2020).** Méthode 13320 : Analyse granulométrique-Méthode par diffraction laser.
- Jablaoui, C., Besombes, C., Jamoussi, B., Rhazi, L., Allaf, K. (2020).** Comparison of expander and Instant Controlled Pressure-Drop DIC technologies as thermomechanical pretreatments in enhancing solvent extraction of vegetal soybean oil. *Arabic Journal of Chemistry*, 13, 7235-7246.
- Jan, S., Rafiq, S. I., Saxena, D. C. (2015).** Effect of Physical Properties on Flow ability of Commercial Rice Flour/Powder for Effective Bulk Handling. 3rd International conference on Advancement in Engineering & Technology (ICAET), Sangrur Punjab, India.
- Jeanet, R., Croguennec, T., Schuck, P., Brule, G. (2007).** Science des aliments, biochimie, microbiologie, procédés et produits. Volume 02. Technologie des produits alimentaires. Edition Tec et Doc. Lavoisier, 456p.
- Karaca, A. C., Low, N., Nickerson, M. (2011).** Emulsifying properties of chickpea, faba bean, lentil and pea proteins produced by isoelectric precipitation and salt extraction. *Food Research International*, 44(9), 2742-2750.
- Kasemwong, K., Ruktanonchai, U. R., Srinuanchai, W., Itthisoponkul, T., Srirot, K. (2011).** Effect of high-pressure microfluidization on the structure of cassava starch granule. *Biosynthesis Nutrition Biomedical*, 63, 160-170.
- Kawamura-Konishi, Y., Shoda, K., Koga, H., Honda, Y. (2013).** Improvement in gluten-free rice bread quality by protease treatment. *Journal of Cereal Science*, 58(1), 45-50.
- Koidis, A. (2016).** Developing food products for consumers on a gluten-free diet. In: Osborn, S., Morley, W. *Developing Food Products for Consumers with Specific Dietary Needs* (pp. 201-214). Woodhead Publishing.
- Koo, C. K., Chung, C., Picard, R., Ogren, T., Mutilangi, W., McClements, D. J. (2018).** Modulation of physical properties of microfluidized whey protein fibrils with chitosan. *Food Research International*, 113, 149-155.

- Kraithong, S., Lee, S., Rawdkuen, S. (2018). Physicochemical and functional properties of Thai organic rice flour. *Journal of Cereal Science*, 79, 259-266.
- Kubo, M. T. K., Augusto, P. E. D., Cristianini, M. (2013). Effect of high pressures homogenization (HPH) on the physical stability of tomato juice: creep and recovery behaviours. *Food Research International*, 51, 170-179.
- Kumar, A., Badgajar, P. C., Mishra, V., Sehrawat, R., Babar, O. A., Upadhyay, A. (2019). Effect of microfluidization on cholesterol, thermal properties and (in vitro and in vivo) protein digestibility of milk. *LWT - Lebensmittel-Wissenschaft and Technologie*, 116(8), 108523.
- Lamacchia, C., Camarca, A., Picascia, S., Di Luccia, A., Ginafrani, C. (2014). Cereal based gluten-free food: how to reconcile nutritional and technological properties of wheat proteins with safety for celiac disease patients. *Nutrients*, 6(2), 575-590.
- Li, M., Dai, M., Huang, Y., Jin, R., Shang, D. (2019). Effects of high pressure homogenization on rheological properties of rice starch. *CyTA - Journal of Food*, 17(1), 716-723.
- Li, X., Bi, J., Jin, X., Lyu, J., Wu, X., Li, B., Li, X. (2021). Study on the mechanism of volume expansion and texture formation of apple cube dried by instant controlled pressure drop drying (DIC). *Journal of Food Engineering*, 293, 110379.
- Li, Y., Wang, R., Liang, R., Chen, J., He, X., Chen, R., Liu, W., Liu, C. (2018). Dynamic high-pressure microfluidization assisting octenyl succinic anhydride modification of rice starch. *Carbohydrate Polymers*, 193, 336-342.
- Liu, C. M., Liang, R. H., Dai, T. T., Ye, J. P., Zeng, Z. C., Luo, S. J., & Chen, J. (2016). Effect of dynamic high pressure microfluidization modified insoluble dietary fiber on gelatinization and rheology of rice starch. *Food Hydrocolloids*, 57, 55-61.
- Liu, H. H., Kuo, M. I. (2016.) Ultra-high pressure homogenization effect on the proteins in soy flour. *Food Hydrocolloids*, 52, 741-748.
- Louati, I., Bahloul, N., Besombes, C., Allaf, K., Kechaou, N. (2019). Instant controlled pressure-drop as texturing pretreatment for intensifying both final drying stage and extraction of phenolic compounds to valorize orange industry by-products (*Citrus sinensis* L.). *Food Bioproducts Processing*, 114, 85-94.
- Louka, N., Allaf, K. (2002). New Process for Texturizing Partially Dehydrated Biological Products Using Controlled Sudden Decompression to the Vacuum: Application on Potatoes. *Journal of Food Sciences*, 67, 3033-3038.

- Louka, N., Allaf, K. (2004). Expansion ratio and color improvement of dried vegetables texturized by a new process “Controlled Sudden Decompression to the vacuum”: Application to potatoes, carrots and onions. *Journal of Food Engineering*, 65, 233-243.
- Maache-Rezzoug, Z., Maugard, T., Zarguili, I., Bezzine, E., El Marzouki, M. N., Loisel, C. (2009). Effect of instantaneous controlled pressure drop (DIC) on physicochemical properties of wheat, waxy and standard maize starches. *Journal of Cereal Sciences*, 49, 346-353.
- Maache-Rezzoug, Z., Zarguili, I., Loisel, C., Doublier, J. L. (2010). Study of DIC hydrothermal treatment effect on rheological properties of standard maize (SMS), waxy maize (WMS), wheat (WTS) and potato (PTS) starches. *Journal of Food Engineering*, 99, 452-458.
- Mahroug, H., Benatallah, L., Takács, K., Bouab, H., Zidoune, M. N., Allaf, K. (2020). Impact of Instant Controlled Pressure Drop (DIC) Treatment on Chemical, Functional and Immunological Properties of Wheat Gluten. *Arabic Journal of Science Engineering*, 45, 575-586.
- Marco, C., Rosell, C. M. (2008). Breadmaking performance of protein enriched, gluten-free breads. *European Food Research and Technology*, 227, 1205-1213.
- Marinciu, C., Saulescu, N. N. (2008). Cultivar effects on the relationships between grain protein concentration and yield in winter wheat. *Romanian Agriculture Research*, 25, 19-27.
- Marszalek, K., Wozniak, L., Kruszewski, B., Skapska, S. (2017). The effect of high pressure techniques on the stability of anthocyanins in fruit and vegetables. *International Journal of Molecules Sciences*, 18, 277.
- Martin, J., Geisel, T., Maresch, C., Krieger, K., Stein, J. (2013). Inadequate nutrient intake in patients with celiac disease: Results from a German dietary survey. *Digestion*, 87(4), 240-246.
- Martínez, M. M., Oliete, B., Román, L., Gómez, M. (2014). Influence of the addition of extruded flours on rice bread quality. *Journal of Food Quality*, 37, 83-94.
- Martinez-Monteagudo, S., Yan, B., Balasubramaniam, V.M. (2017). Engineering process characterization of high-pressure homogenization- from laboratory to industrial scale. *Journal of Food Engineering*, 117, 426-436.
- Matos, M. E., Rosell, C. M. (2012). Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten free breads. *European Food Research and Technology*, 235, 107-117.

- Matos, M. E., Rosell, C. M. (2014). A review: understanding gluten free dough for reaching breads with physical quality and nutritional balance. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 95, 653-661.
- Medvid, I., Shydlovska, O., ishchenko, T. (2021). Influence of the combination of emulsifiers on the properties of rice gluten-free dough and the quality of bread. *Food and Environment Safety Journal*, 20(3), 172-181.
- Melcion, J. P. (2000). La granulométrie de l'aliment : principe, mesure et obtention. *Productions animales*, 13(2), 81-97.
- Meng, S., Ma, Y., Cui, J., Sun, D. W. (2014). Preparation of corn starch–fatty acid complexes by high-pressure homogenization. *Starch – Stärke*, 66(9-10), 809-817.
- Mert, B. (2012). Using high pressure microfluidization to improve physical properties and lycopene content of ketchup type products. *Journal of Food Engineering*, 109(3), 579-587.
- Mert, B., Tekin, A., Demirkesen, I., Kocak, G. (2014). Production of microfluidized wheat bran fibers and evaluation as an ingredient in reduced flour bakery product. *Food and Bioprocess Technology*, 7(10), 2889-2901.
- Mert, I. K. (2019). The applications of microfluidization in cereals and cereal-based products : An overview. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, DOI :10.1080/10408398.2018.1555134
- Mesa, J., Hinestroza-Cardoba, L. I., Barrera, C., Segu, L., Betoret, E., Betoret, N. (2020). High homogenization pressures to improve food quality, functionality and sustainability. *Molecules*, 25, 3305.
- Micard, V., Brossard, C., Champ, M., Crenon, I., Jourdheuil-Rahmani, D., Minier, C., Petitot, M. (2010). Aliment mixte «blé dur-légumineuse» : influence de la structuration de leurs constituants sur leurs qualités nutritionnelles et organoleptiques. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 45, 237- 245
- Mkaouar, S., Gelicus, A., Bahloul, N., Allaf, K., Kechaou, N. (2016). Kinetic study of polyphenols extraction from olive (*Olea europaea* L.) leaves using instant controlled pressure drop texturing. *Separation and Purification Technology*, 161, 165-171.
- Morreale, F., Angelino, D., Pellegrini, N. (2018 a). Designing a score-based method for the evaluation of the nutritional quality of the gluten-free bakery products and their gluten-containing counterparts. *Plant Foods for Human Nutrition (Dordrecht, Netherlands)*, 73(2), 154-159.

- Morreale, F., Garzón, R., Rosell, C. M. (2018 b). Understanding the role of hydrocolloids viscosity and hydration in developing gluten-free bread. A study with hydroxypropylmethylcellulose. *Food Hydrocolloids*, 77, 629-635.
- Mounir, S. (2015). Texturing of Chicken Breast Meat as an Innovative Way to Intensify Drying: Use of a Coupled Washing/Diffusion CWD Phenomenological Model to Enhance Kinetics and Functional Properties. *Drying Technology*, 33, 1369-1381.
- Mounir, S., Allaf, K. (2018). Response surface methodology (RSM) as relevant way to study and optimize texturing by instant controlled pressure drop DIC in innovative manufacturing of egg white and yolk powders. *Drying Technology*, 36, 990-1005.
- Mounir, S., Allaf, T., Mujumdar, A.S., Allaf, K. (2012). Swell Drying: Coupling Instant Controlled Pressure Drop DIC to Standard Convection Drying Processes to Intensify Transfer Phenomena and Improve Quality—An Overview. *Drying Technology*, 30, 1508-1531.
- Mounir, S., Besombes, C., Al-Bitar, N., Allaf, K. (2011). Study of instant controlled pressure drop DIC treatment in manufacturing snack and expanded granule powder of Apple and Onion. *Drying Technology*, 29, 331-341.
- Mounir, S., Schuck, P., Allaf, K. (2010). Structure and attribute modifications of spray-dried skim milk powder treated by DIC (Instant Controlled Pressure Drop) technology. *Dairy Science Technology*, 90, 301-320.
- Mounir, S., Téllez-Pérez, C., Sunooj, K. V., Allaf, K. (2020). Texture and color characteristics of swell-dried ready-to-eat Zaghoul date snacks: Effect of operative parameters of instant controlled pressure drop process. *Journal of Texture Studies*, 51, 276-289.
- Muzaffar, K., Sofi, S. A., Mir, M. B., Bhat, N. A., Jan, R., Singh, A., Majid, D. (2021). Technological Aspects of Gluten Free Bread. In : Mir, S.A., Shah, M.A., Hamdani, A.M. (eds) *Gluten-free bread technology*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-73898-3_3.
- Ngemakwe, P. H. N., Le Roes-Hill, M., Jideani, V. A. (2014). Advances in gluten-free bread technology. *Food Science and Technology International*, 21(4), 256-276.
- Nguyen, T. H. (2015). Etude expérimentale et modélisation du procédé de séchage des végétaux. Thèse de doctorat, Université de La Rochelle. France.
- Nguyen, T. H., Lanoisellé, J. L., Allaf, K. (2014). Effect of Instant Controlled Pressure Drop DIC Treatment on the Properties of Dried Carrot. In *Proceedings of the 19th International Drying Symposium (IDS 2014)*, Lyon, France, 24-27 August 2014.

- Nouviaire, A., Louka, N., Rezzoug, S., Allaf, K. (2001). Séchage-texturation des fraises par le procédé de Détente Instantanée Contrôlée couplé au séchage par convection. Optimisation à l'aide de la méthodologie des plans d'expériences. *Sciences des Aliments*, 21, 177-192.
- Olson, D. W., White, C. H., Richter, R. L. (2004). Effect of pressure and fat content on particle sizes in microfluidized milk. *Journal of Dairy Science*, 87(10), 3217-3223.
- Onyango, C. (2016). Starch and modified starch in bread making: A review. *African Journal of Food Science*, 10(12), 344-351.
- Otegbayo, B., Oguniyan, D., Akinwumi, O. (2013). Physicochemical and functional characterization of yam starch for potential industrial applications. *Starch-Stärke*, 66, 235-250.
- Ozturk, O. K., Mert, B. (2018 a). The use of microfluidization for the production of xanthan and citrus fiber-based gluten-free corn breads. *LWT - Food Science and Technology*, 96, 34-41.
- Ozturk, O. K., Mert, B. (2018 b). The effects of microfluidization on rheological and textural properties of gluten-free corn breads. *Food Research International*, 105, 782-792.
- Ozturk, O. K., Turasan, H. (2021). Latest developments in the applications of microfluidization to modify the structure of macromolecules leading to improved physicochemical and functional properties. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 25, 1-23.
- Paquin, P., Giasson, J. (1989). Microfluidization as an homogenization process for cream liqueur. *Lait*, 69(6), 491-498.
- Patrignani, F., Siroli, L., Braschi, G., Lanciotti, R. (2020). Combined use of natural antimicrobial based nanoemulsions and ultra-high-pressure homogenization to increase safety and shelf-life of apple juice. *Food Control*, 111, 107051.
- Patrignani, F., Vannini, L., Kamdem, S. L. S., Lanciotti, R., Guerzoni, M. E. (2009). Effect of High Pressure Homogenization on *Saccaromyces Cerevisiae* inactivation and physicochemical features in apricot and carrot juices. *International Journal of Food Microbiology*, 136, 26-31.
- Pearce, K. N., Kinsella, J. E. (1978). Emulsifying properties of proteins: Evaluation of a turbidimetric technique. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26), 716-723.
- Pech-Almeida, J. L., Téllez-Pérez, C., Alonzo-Macías, M., Teresa-Martínez, G. D., Allaf, K., Allaf, T., Cardador-Martínez, A. (2021). An Overview on Food Applications of the Instant Controlled Pressure-Drop Technology, an Innovative High Pressure-Short Time Process. *Molecules*, 26, 6519.

- Pedrosa, M. M., Cuadrado, C., Burbano, C., Allaf, K., Haddad, J., Gelencsér, E.; Takács, K., Guillamón, E., Muzquiz, M. (2012). Effect of instant controlled pressure drop on the oligosaccharides, inositol phosphates, trypsin inhibitors and lectins contents of different legumes. *Food Chemistry*, 131, 862-868.
- Peng, J., Bi, J., Yi, J., Wu, X., Zhou, M., Zhao, Y., Liu, J. (2019). Characteristics of cell wall pectic polysaccharides affect textural properties of instant controlled pressure drop dried carrot chips derived from different tissue zone. *Food Chemistry*, 293, 358-367.
- Pilatowski, I., Mounir, S., Haddad, J., Cong, D. T., Allaf, K. (2010). The Instant Controlled Pressure Drop Process as a New Post-harvesting Treatment of Paddy Rice: Impacts on Drying Kinetics and End Product Attributes. *Food Bioprocess Technology*, 3, 901-907.
- Prameswari, I. K., Manuhara, G.J., Amanto, B. S., Atmaka, W. (2018). Effect of water volume based on water absorption and mixing time on physical properties of tapioca starch-wheat composite bread. *Journal of Physics: Conference Series*, 1022, 012029.
- Prasada Rao, U. J. S., Vatlasa, C. N., Haridas Rao, P. (2002). Changes in protein characteristics during the processing of wheat into flakes. *European Food Research and Technology*, 215, 322-326.
- Ranjbar, N., Eikani, M. H., Javanmard, M., Golmohammad, F. (2016). Impact of instant controlled pressure drop on phenolic compounds extraction from pomegranate peel. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 37, 177-183.
- Rashidi, S., Eikani, M. H., Ardjmand, M. (2018). Extraction of *Hyssopus officinalis* L. essential oil using instant controlled pressure drop process. *Journal of Chromatography A*, 1579, 9-19.
- Ray, H., Georges, F. (2010). A genomic approach to nutritional, pharmacological and genetic issues of faba bean (*Vicia faba*): prospects for genetic modifications. *GM Crops*, 1, 99-106.
- Reig, B., Vivies, S. (2018). Protocole d'utilisation du calorimètre différentiel à balayage (DSC). *Rapport LAAS n° 18273*, 31p. hal-01867592.
- Renzetti, S., Rosell, C. M. (2016). Role of enzymes in improving the functionality of proteins in non-wheat dough systems. *Journal of Cereal Science*, 67, 35-45.
- Rival, A. (2005). Le pain chez soi. France agricole, 129 p.
- Ronda, F. Pérez-Quirce, S., Villanueva, M. (2017). Chapter 12 - Rheological Properties of Gluten-Free Bread Doughs: Relationship with Bread Quality. In : Jasim Ahmed, J., Ptaszek, P., Basu, S. *Advances in Food Rheology and its Applications*. A volume in Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Elsevier, pp. 297-334.

- Rosell, C. M., Barro, F., Sousa, C., Mena, M. C. (2014). Cereals for developing gluten-free products and analytical tools for gluten detection. *Journal of Cereal Science*, 59(3), 354-364.
- Roustel, R. (2010). Homogénéisation à haute pression des dispersions alimentaire liquide. Sciences de l'ingénieur- Opérations unitaires du génie industriel alimentaire, Réf : 42430210.
- Rózyło, R., Dziki, D., Gawlik-Dziki, U., Cacak-Pietrzak, G., Mis, A., Rudy, S. (2015). Physical properties of gluten-free bread caused by water addition. *International Agrophysics*, 29(3), 353-364.
- Schober, T. J., Bean, S. R., Boyle, D. L., Park, S. H. (2008). Improved viscoelastic zein-starch doughs for leavened gluten-free breads: Their rheology and microstructure. *Journal of Cereal Science*, 48, 755-767.
- Serna, F., Lagneau, J., Carpentier, J. M. (2014). La diffraction des rayons X: une technique puissante pour résoudre certains problèmes industriels et technologiques. *Diffraction des rayons X et Catalyse, Chimie Nouvelle*, N°116.
- Setyoprato, P., Fatmawati, A., Allaf, K. (2009). Texturing by Instant Controlled Pressure Drop DIC in the Production of Cassava Flour: Impact on Dehydration Kinetics, Product Physical Properties and Microbial Decontamination. In Proceedings of the World Congress on Engineering and Computer Science, San Francisco, CA, USA, 20–22 October 2009.
- Setyoprato, P., Fatmawati, A., Sutrisna, P. D., Savitri, E., Allaf, K. (2012). The dehydration kinetics, physical properties and nutritional content of banana textured by instantaneous controlled pressure drop. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, 7, 726-732.
- Shen, L., Tang, C. H. (2012). Microfluidization as a potential technique to modify surface properties of soy protein isolate. *Food Research International*, 48, 108-118.
- Singh, A. K., Bharati, R.C., Pedpati, A. (2013). An assessment of faba bean (*Vicia faba* L.) current status and future prospect. *African Journal of Agriculture and Research*, 8(50), 6634-6641.
- Song, X., Zhou, C., Fu, F., Chen, Z., Wu, Q. (2013). Effect of high-pressure homogenization on particle size and film properties of soy protein isolate. *Industrial Crops and Products*, 43, 538-544.
- Sozer, N., Melama, L., Silbir, S., Rizzello, C. G., Flander, L., Poutanen, K. (2019). Lactic Acid Fermentation as a Pre-Treatment Process for Faba Bean Flour and Its Effect on

- Textural, Structural and Nutritional Properties of Protein-Enriched Gluten-Free Faba Bean Breads. *Foods*, 8, 431.
- Strawbridge, K. B., Ray, E., Hallett, F. R., Tosh, S. M., Dalgleish, D. G. (1995). Measurement of particle size distributions in milk homogenized by a microfluidizer: estimation of populations of particles with radii less than 100 nm. *Journal of Colloid and Interface Science*, 171(2), 392-398.
- Thirumdas, R., Deshmukh, R. R., Annapure, U. S. (2016). Effect of low temperature plasma on the functional properties of basmati rice flour. *Journal of Food Science and Technology*, 53(6), 2742–2751.
- Toth, M., Vatai, G., Koris, A. (2020). Gluten-free bread from ingredients and nutrition point of view : A Mini-Review. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 32(9), 634-639.
- Tsatsaragkou, K., Yiannopoulos, S., Kontogiorgi, A., Poulli, E., Krokida, M., Mandala, I. (2012). Mathematical approach of structural and textural properties of gluten free bread enriched with carob flour. *Journal of Cereal Science*, 56, 603-609.
- Tsoukala, A., Papalamprou, E., Makri, E., Doxastakis, G., Braudo, E. E. (2006). Adsorption at the air-water interface and emulsification properties of grain legume protein derivatives from pea and broad bean. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 53(2), 203-208.
- Tunick, M. H., Van Hekken, D. L., Cooke, P. H., Smith, P. W., Malin, E. L. (2000). Effect of high pressure microfluidization on microstructure of mozzarella cheese. *LWT - Food Science and Technology*, 33(8), 538-544.
- Verma, D. K., Srivastav, P. P. (2017). Proximate Composition, Mineral Content and Fatty Acids Analyses of Aromatic and Non-Aromatic Indian Rice. *Rice Science*, 24, 21-31.
- Verni, M., Coda, R., Rizzello, C. G. (2019). The use of faba bean flour to improve the nutritional and functional features of cereal-based foods: Perspectives and future strategies. In: Preedy, V. R., Watson, R. R. Flour and breads and their fortification in health and disease prevention. Second Edition. Academic Press, 37, 465-475.
- Vicente, F., Sanchiz, A., Rodríguez-Pérez, R., Pedrosa, M., Quirce, S., Haddad, J., Besombes, C., Linacero, R., Allaf, K., Cuadrado, C. (2020). Influence of Instant Controlled Pressure Drop (DIC) on Allergenic Potential of Tree Nuts. *Molecules*, 25, 1742.
- Vierling, E. (2008). Aliments et boissons- Filières et produits. Science des aliments. 3ème édition. 277p.
- Vilariño, M., Métayer, J. P., Crépon, K., Duc, G. (2009). Effects of varying vicine, convicine and tannin contents of faba bean seeds (*Vicia faba* L.) on nutritional values for broiler chicken. *Animal Feed Science and Technology*, 150(1), 114-121.

- Villanueva, M., Harasym, J., Muñoz, J. M., Ronda, F. (2019). Rice flour physically modified by microwave radiation improves viscoelastic behavior of doughs and its bread-making performance. *Food Hydrocolloids*, 90, 472-481.
- Wang, B., Dong, L., Wang, L. J., Chiu, Y. L., Chen, X. D., Mao, Z. H. (2008). Effect of high-pressure homogenization on the structure and thermal properties of maize starch. *Journal of Food Engineering*, 87, 436-444.
- Wang, T., Sun, X., Zhou, Z., Chen, G. (2012). Effects of microfluidization process on physicochemical properties of wheat bran. *Food Research International*, 48(2), 742-747.
- Wang, T., Raddatz, J., Chen, G. (2013 a). Effects of microfluidization on antioxidant properties of wheat bran. *Journal of Cereal Science*, 58, 380-386.
- Wang, T., Sun, X., Raddatz, J., Chen, G. (2013 b). Effects of microfluidization on microstructure and physicochemical properties of corn bran. *Journal of Cereal Science*, 58(2), 355-361.
- Wang, Y., Xu, P., Feng, L., Yang, X., Qian, L. (2014). Impact of instantaneous controlled pressure drop on microstructural modification of green tea and its infusion quality. *Journal of Food Science Technology*, 51, 51-58.
- Wang, X. M., Zhu, X. M., Zhang, N. H., Tu, Z. C., Wang, H., Liu, G. X., Ye, Y. H. (2018 a). Morphological and structural characteristics of rice amylose by dynamic high-pressure microfluidization modification. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42, e13764.
- Wang, L., Wu, J., Luo, X., Li, Y., Wang, R., Li, Y., Li, J. Chen, Z. (2018 b). Dynamic High-Pressure Microfluidization Treatment of Rice Bran: Effect on Pb (II) Ions Adsorption In Vitro. *Journal of Food Science*, 83(7), 1980-1989.
- Wu, T., Wang, L., Lia, Y., Qiana, H., Liu, L., Tong, L., Zhou, X., Wang, L., Zhou, S. (2019). Effect of milling methods on the properties of rice flour and gluten-free rice bread. *LWT – Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie*, 108, 137-144.
- Xiao, M., Yi, J., Bi, J., Zhao, Y., Peng, J., Hou, C., Lyu, J., Zhou, M. (2018). Modification of CellWall Polysaccharides during Drying Process Affects Texture Properties of Apple Chips. *Journal of Food Quality*, 2018, 4510242
- Yagcı, S. (2016). Effects of instant controlled pressure drop process on physical and sensory properties of puffed wheat snack. *Journal of Science and Food Agriculture*, 97, 1768-1773.
- Yang, J., Liu, G., Zeng, H., Chen, L. (2018). Effects of high pressure homogenization on faba bean protein aggregation in relation to solubility and interfacial properties. *Food Hydrocolloids*, 83, 275-286.

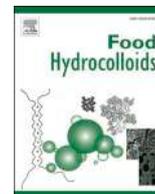
- Yano, H. (2010). Improvements in the bread-making quality of gluten-free rice batter by glutathione. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 58, 7949-7954.
- Yano, H. (2017 b). NARO Annual Report (in Japanese), NARO, Tsukuba. http://www.naro.affrc.go.jp/project/results/popular/result060/2017/17_054.html
- Yano, H. (2019). Recent practical researches in the development of gluten-free breads. *npj Science of Food*, 3,7.
- Yano, H., Fukui, A., Kajiwara, K., Kobayashi, I., Yoza, K., Satake, A., Villeneuve, M. (2017 a). Development of gluten-free rice bread: pickering stabilization as a possible batter-swelling mechanism. *LWT-Food Science and Technology*, 79, 632-639.
- Yildiz, E., Demirkesen, I., Mert, B. (2016). High pressure microfluidization of agro by-product to functionalized dietary fiber and evaluation as a novel bakery ingredient. *Journal of Food Quality*, 39(6), 599-610.
- Yin, S. W., Tang, C. H., Wen, Q. B., Yang, X. Q., Li, L. (2008). Functional properties and in vitro trypsin digestibility of red kidney bean (*Phaseolus vulgaris L.*) protein isolate: Effect of high-pressure treatment. *Food Chemistry*, 110, 938-945.
- Yong, S. X. M., Song, C. P., Choo W. S. (2021). Impact of High-Pressure Homogenization on the extractability and stability of phytochemicals. *Frontiers, Sustainable Food Systems*, 4, 593259.
- Yun, S. H., Matheson, N. K. (1990). Estimation of Amylose Content of Starches after Precipitation of Amylopectin by Concanavalin-A. *Starch/Starke*, 42, 302-305.
- Zamora, A., Ferragut, V., Jaramillo, P., Guamis, B., Trujillo, A. (2007). Effects of ultra-high pressure homogenization on the cheese-making properties of milk. *Journal of Dairy Science*, 90, 13-23.
- Zarguili, I., Maache-Rezzoug, Z., Loisel, C., Doublier, J. L. (2006). Influence of DIC hydrothermal process conditions on the gelatinization properties of standard maize starch. *Journal of Food Engineering*, 77, 454-461.
- Zeaiter, A., Besombes, C., Rhazi, L., Haddarah, A., Hamieh, T., Allaf, K. (2019). How does instant autovaporization deepen the cold press-extraction process of sunflower vegetal oil? *Journal of Food Engineering*, 263, 70-78.
- Zheng, Y., Guo, Z., Zheng, B., Zeng, S., Zeng, H. (2020). Insight into the formation mechanism of lotus seed starch-lecithin complexes by dynamic high-pressure homogenization. *Food Chemistry*, 315, 126245.

Zoumpopoulou, G., Tsakalidou, E. (2019). Gluten-free products. In : Galanakis, C. M. The Role of Alternative and Innovative Food Ingredients and Products in Consumer Wellness, pp. 213-237.

Valorisation Scientifique

Article 1

***Effect of Low Pressures Homogenization
on the physico-chemical and functional
properties of rice flour***



Effect of low pressures homogenization on the physico-chemical and functional properties of rice flour

S. Boulemkahel^{a,b}, E. Betoret^a, L. Benatallah^b, C.M. Rosell^{a,*}

^a Food Science Department, Institute of Agrochemistry and Food Technology (IATA-CSIC), C/Agustin Escardino, 7, Paterna, 46980, Valencia, Spain

^b Laboratoire de Génie Agro-Alimentaire, Institut de La Nutrition, de L'Alimentation et des Technologies Agroalimentaires (GéniAAl-INATAA), Université des Frères Mentouri Constantine 1, 325 Route de Ain El Bey, Constantine, 25017, Algeria

ARTICLE INFO

Keywords:

Homogenization pressures
Flour
Rice
Starch
Physico-chemical
Functional
Structural
Thermal
Rheological properties

ABSTRACT

Research was conducted to explore the use of low pressure homogenization for extending functionality of rice flours. The impact of low pressure homogenization (0, 30, 50 MPa and 0, 1, 2, 3 passes) on the particle size distribution of long (LRF) and medium (MRF) rice grain flour was evaluated. The pressure level and the number of passes resulted in a lower particle size in both rice flours. Higher pressures and 3 passes led to an increase in the particle size due to aggregation of smaller particles. The effect of low pressure homogenization (0, 30 or 50 MPa - 3 passes) on the physicochemical (composition, bulk density, thiol groups, hydration, emulsifying properties, hydrophobicity, crystallinity) thermal and pasting properties was analyzed. Homogenization increased swelling, oil absorption capacity and surface hydrophobicity of LRF and MRF samples even at 30 MPa. The bulk density and the emulsion stability of samples decreased by pressure. However, the emulsifying activity and thiol groups did not change in LRF, while increased in MRF particularly at 30 MPa. SEM micrographs revealed the microstructure changes, but no significant differences were observed in starch crystallinity. FTIR spectra suggested the modification of the flour constituents, particularly in MRF, reaching higher intensities. The disintegration and modification of the large molecules, increasing availability of binding sites, and partial gelatinization of starch granules, led to flours with different pasting performances. Correlation analysis confirmed that the particle size reduction played a determinant role in the structural and physicochemical changes of both rice flour varieties used.

1. Introduction

Rice (*Oryza Sativa* L.) flour produced from broken kernels is really appreciated for developing gluten free foods with easy digestibility (Matos & Rosell, 2013). Nevertheless, in developing gluten free foods, the functional properties of the rice flours play a crucial role in their processing performance. In fact, those are greatly dependent on the kernel rice type (long, medium and short-grain rice), particularly on their differences in the amylose:amylopectin ratio of the starch (Yu, Ma, Menager, & Sun, 2012). In addition, particle size distribution of the rice flour affects the water hydration properties, whose increase with the reduction of particle size, but below 80 µm molecular and structural changes might occur on their grain components (De La Hera, Gomez, & Rosell, 2013). Particularly for breadmaking, rice flours with particle size lower than 150 µm are desirable (Han, Cho, Kang, & Koh, 2012).

Apart from the intrinsic properties of the rice flours associated to

variety and milling process, different physical treatments have been proposed for extending rice flour functional properties. For instance, germination (at 28 °C and 100% RH for 12, 24 and 48 h) has been applied to brown rice to increase the bioactive compounds content and starch pasting properties (Cornejo & Rosell, 2015). Extrusion is also a useful technique for increasing the hydration ability of rice flour, and consequently, higher viscosity in cold solution (Martínez, Oliete, Román, & Gómez, 2014). Even heat moisture treatment combined with microwave radiation has been also applied to modify the rheological and pasting properties of rice flours (Villanueva, Harasym, Muñoz, & Ronda, 2019).

Homogenization pressures technology is a non-thermal treatment based on the application of pressure to a liquid system allowing the reduction of the solid particles (Betoret, Betoret, Sentandreu, & Fito, 2012). During the homogenization treatment, the fluid undergoes mechanical forces and elongation stresses, pressures, shearing, turbulence

* Corresponding author.

E-mail address: rosell@iata.csic.es (C.M. Rosell).

<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106373>

Received 27 May 2020; Received in revised form 9 September 2020; Accepted 28 September 2020

Available online 28 September 2020

0268-005X/© 2020 The Authors.

Published by Elsevier Ltd.

This is an open access article under the CC BY-NC-ND license

(<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

and cavitation caused by rapid changes in pressure when the material passes through the homogenization chamber (Wang, Sun, Zhou, & Chen, 2012). Depending on the pressures range applied, homogenization pressures can be categorized into low (5–50 MPa), high (100–200 MPa) and ultra-high (250–400 MPa) pressures (Aguayo, Tarazona-Díaz, Martínez-Sánchez, & García-González, 2017). Several studies have shown that the application of homogenization pressures affected the physical properties of fruit juices (Betoret et al., 2017). In addition, this processing leads to the physico-chemical improvement of many macromolecules such as soy proteins (Liu & Kuo, 2016; Shen & Tang, 2012) and starch (Augustin, Sanguansri, & Htoon, 2008; Kasemwong, Ruktanonchai, Srinuanchai, Itthisoponkul, & Srirot, 2011). Likewise, homogenization pressures (159 and 172 MPa) have been also applied in the production of dietary fiber from wheat bran (Wang et al., 2012). The application of this technology on isolated rice amylose changes its surface characteristics giving more uniform particle size, and 100 MPa is sufficient to completely destroy the crystalline structure and modify the interactions between rice amylose and other molecules (Wang, Zhu, et al., 2018).

Till now, high pressures technology has been applied for isolating compounds from wheat bran or rice but no further exploration has been carried out. The application of this technology, even at milder conditions (low pressures homogenization), could be an alternative for modifying rice flour properties and extend their applications. Therefore, the objective of our present work was to structurally modify rice flour by using low pressures homogenization. For that purpose, the effect of low pressures homogenization and the number of passes were investigated, evaluating the physico-chemical, functional, technological, structural, thermal and rheological properties of flour, and checking the impact of the type of rice using long and medium rice flours.

2. Materials and methods

2.1. Materials

Flours from two rice varieties were used. Commercial rice flour from medium grain rice was purchased from local Spanish company (Harinera La Meta. S.A., Lleida, Spain). Long grain rice (cv *Basmati*) was acquired from local supermarket (Valencia, Spain) and ground in a hammer mill (Fitzmill model, Waterloo, ON, Canada) using a 800 µm screen. The medium rice grain flour (MRF) contained 12.00% moisture and 8.36% protein content, while long rice grain flour (LRF) had moisture and protein content of 10.90% and 9.15%, respectively. All chemicals were of analytical grade.

2.2. Sample preparation and pressure homogenization

A suspension of flours with distilled water 1:10 (w:w) was homogenized with a Manton–Gaulin pilot plant homogenizer (model 15M8TBA) at 0, 30 or 50 MPa and 0, 1, 2, or 3 passes. Suspensions were then centrifuged at 3500×g for 5 min and the supernatant was discarded. The sediments were frozen at –80 °C during 24 h and freeze-dried at a pressure between 65.78 10^{–6} and 13.15 10^{–6} atm during 24 h. The freeze-dried samples were recovered and stored in opaque plastic bottles hermetically closed until further analysis.

2.3. Analysis of particle size distribution

Particle size distribution was determined by using Malvern Mastersizer equipment (Model 2000; Malvern Instruments Limited, Worcestershire, U.K.). The analysis was done in liquid by laser diffraction technique and the particle size distribution obtained was based on volume (Betoret, Betoret, Carbonell, & Fito, 2009). The refractive index of rice flour was 1.36 (Jan, Rafiq, & Saxena, 2015). Particle size distribution parameters included volume-weighted mean diameter (D (4,3)) (Eq. (1)), and d (0.9), d (0.5), and d (0.1), which represent 90%, 50%,

and 10% of the volume that is smaller than the size indicated, respectively. The measurement was carried out in ten replicates.

$$D(4,3) = \frac{\sum d_i \cdot V_i}{\sum V_i} \quad (1)$$

2.4. Chemical properties

Moisture, ash and proteins content were determined following the ISO methods: moisture (ISO, 2009), ash (ISO, 2010), and proteins (ISO, 2016). Fat content was quantified following the AACCI method (AACCI, 2012). Total carbohydrates content was estimated by subtracting the total percentage of the other components from one hundred. Amylose content was determined by using a commercial Amylose/Amylopectin assay kit (Megazyme International Ireland Ltd., Bray, Co. Wicklow, Ireland) based on Concanavalin A precipitation.

2.5. Bulk density

The bulk density (BD) of rice flour samples was measured following the method described by Wang, Raddatz, and Chen (2013). Rice flour (5.0 g) was poured into a calibrated graduated cylinder (25 mL). Then, it was pressurized until there was no further decrease in its volume. The BD was expressed as dry weight per volume unit of sample (g mL^{–1}).

2.6. Quantification of thiol groups

The amount of thiol (SH) groups was measured following the method of Prasada Rao, Vatlasa, and Haridas Rao (2002). 200 mg of rice flour amount was suspended in 1.0 mL of GuHCl/Tris-Gly solution, mixed in the vortex mixer for 10 min and centrifuged at 16,000×g for 5 min. 100 µL of the clear supernatant was added to 150 µL of GuHCl/Tris-Gly solution and 50 µL of Ellman's reagent. The absorbance of the mixture was read at 412 nm, and cysteine used to prepare the standard curve. The values provided were the average of four replicates and expressed as a mean ± standard deviation.

2.7. Water and oil absorption properties

The water holding capacity (WHC) was measured following the method reported by Cornejo and Rosell (2015). Briefly, WHC was determined by mixing flour (1.000 ± 0.005 g) and distilled water (10 mL), and the mixture was kept at room temperature for 24 h. WHC was calculated by Eq. (2):

$$\text{WHC (g/g)} = \frac{(\text{sediment weight after draining supernatant} - \text{sample weight})}{\text{sample weight}} \quad (2)$$

The swelling volume (SV) was determined according to the method described by Gularte and Rosell (2011). In a graduated cylinder, flour (1.000 ± 0.005 g) was mixed with distilled water (10 mL) and kept at room temperature for 24 h. To calculate the SV, the total volume of the swollen sample was divided by the powder weight.

Rice flour (100.0 ± 0.2 mg) was mixed with 1.0 mL of vegetable oil to determine the oil absorption capacity (OAC). The content was mixed for 30 min and then centrifuged at 3000×g and 4 °C for 10 min. After removing the supernatant, tubes were inverted for 25 min to drain the residual oil. OAC was calculated by Eq. (3):

$$\text{OAC (g/g)} = \frac{(\text{sediment weight after draining oil} - \text{sample weight})}{\text{sample weight}} \quad (3)$$

2.8. Emulsifying properties

Emulsifying activity (EA) and emulsion stability (ES) were

determined following the method of [Pearce and Kinsella \(1978\)](#). The emulsion was prepared using 2 mL refined sunflower oil and 6 mL rice flour suspension (0.5%) in 0.1 M phosphate buffer (pH 7.0). Then, it was shaken and mixed in a T18 basic Ultra Turrax (Wilmington, NC, USA) at 22,000 rpm for 1 min at 20 °C. An aliquot of 30 µL of the emulsion was taken at 0 min and 30 min and diluted with 3 mL of sodium dodecylsulphate (SDS) solution (0.1%, w/v). The absorbance was read at 500 nm. The EA was expressed as the absorbance measured at 0 min and the ES was expressed as $ES (\%) = (Abs_{30 \text{ min}}/Abs_{0 \text{ min}}) \times 100$. Four replicates were carried out for each measurement and the values were expressed as a mean \pm standard deviation.

2.9. Surface hydrophobicity

The surface hydrophobicity (Ho) was determined according to the method of [Haskard and Li-Chan \(1998\)](#), using 1-anilino-8-naphthalene sulfonate (ANS⁻). Stock solution of 8×10^{-3} M ANS⁻ and 1.5% (w/v) rice flour solution were prepared in 10 mM phosphate buffer (pH 7.0). Volumes of 10, 20, 30, 40 or 50 µL of rice flour solution (1.5%) were added to successive samples containing 4 mL of phosphate buffer and 20 µL of ANS⁻ stock solution. The mixture was stirred in a vortex mixer for 5 s. Fluorescence intensity (FI) was measured at wavelengths of 390 nm (excitation) and 470 nm (emission) using a spectrofluorometer (CLARIOstar, BMG LABTECH, Germany) at 20 ± 0.5 °C, with a constant excitation and emission slit of 5 nm. The initial slope of the FI versus sample concentration plot was calculated by linear regression analysis and used as an index of Ho. Each point used to construct linear regression was the result of five replicates.

2.10. X-ray diffraction pattern

An X-ray diffractometer (XRD) (Bruker, model D8 Advance, Germany) was used for the X-ray diffraction analysis of rice flour samples. The X-ray source was Cu K α radiation ($\lambda = 0.15406$ nm) and the operating conditions used were 40 kV and 30 mA. The data collection was carried out over the 2θ range from 5° to 45° with 0.02° step size. The relative crystallinity was calculated by Eq. (4), and the values provided were the average of two replicates and expressed as a mean \pm standard deviation.

$$\text{Relative crystallinity (\%)} = (\text{total crystalline peak area/crystalline and amorphous peak}) \times 100 \quad (4)$$

2.11. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy

FTIR spectra of rice flour samples were obtained using an infrared spectrophotometer Fourier transform model Agilent Technologies Cary 630 FTIR. The spectrum was obtained in an absorbance mode from 4000 to 650 cm⁻¹ at a resolution of 2 cm⁻¹. Each spectrum was the average of 64 scans.

2.12. Determination of pasting properties by Rapid Visco-Analyzer

The pasting properties of rice flours samples were measured using the AACCI standard method (AACCI.61-02.01, 2012) with a Rapid Visco-Analyzer (RVA-4500; Perten Instruments, Hägersten, Sweden). Rice flour (3.0 g \pm 0.1 g), corrected according to the specific moisture content of each sample, and 25 mL of distilled water were added to the aluminium RVA canister. The mixture was heated to 50 °C for 1 min and then heated to 95 °C at a rate of 12.2 °C min⁻¹. After holding at 95 °C for 2.5 min, the mixture was cooled to 50 °C at a rate of 11.8 °C min⁻¹. The initial speed for mixing was 960 rpm for 10 s, followed by 160 rpm paddle speed throughout the rest of measurement. Pasting parameters were extracted from the RVA plots using ThermoLine software for

Windows (Perten Instruments, Hägersten, Sweden). Parameters included: peak viscosity, trough viscosity or holding strength, breakdown (peak viscosity-trough viscosity), final viscosity and setback (final viscosity-trough viscosity). Gels were freeze-dried (at a pressure between 65.78 10⁻⁶ and 13.15 10⁻⁶ atm during 24 h) for further microscopy analysis.

2.13. Differential scanning calorimetric (DSC) measurement

A differential scanning calorimeter (DSC) (TA Q 2000, TA Instruments, Newcastle, DE, USA) was used. 10 mg rice flour was mixed with 40 mg distilled water into stainless steel DSC pan that were hermetically sealed and left to equilibrated overnight at room temperature. An empty pan was used as reference and the heating range of the samples was from 30 °C to 125 °C at a rate of 10 °C min⁻¹ under nitrogen atmosphere. Parameters recorded were onset temperature (To), peak temperature (Tp) and conclusion temperature (Tc), as well as the enthalpy of gelatinization (ΔH).

2.14. Scanning electron microscopy (SEM)

The microstructure of rice flour samples and their corresponding gels was observed using Scanning Electron Microscope (SEM; S-4800; Hitachi, Ibaraki, Japan). Samples were coated with gold using a vacuum evaporator (JEE 400; JEOL, Tokyo, Japan). Observation was performed at an accelerating voltage of 10 kV with a magnification of 1200 \times for flours and 500 \times for gels.

2.15. Statistical analysis

All analysis were carried out in triplicate, unless otherwise indicated, and experimental values showed as means \pm standard deviation. To determine the significant differences of the results an Analysis of Variance test was carried out (One-way ANOVA and Multifactor ANOVA) with confidence level of 95% ($P < 0.05$) using STATISTICA 7 Software. To indicate correlation between the analysis performed and their significance, Pearson correlation coefficient (r) and P -value were determined using Statgraphics Centurion (Statpoint Technologies inc, The Plains, Virginia, USA). Additionally, a principal component analysis (PCA) was carried out to detect possible discrimination among samples.

3. Results and discussion

3.1. Effect of low pressure homogenization on particle size distribution

Preliminary assays were carried out to select the conditions (pressure level and number of passes) for rice flour treatments and those were applied to both types of rice, long (LRF) and medium (MRF) rice grain flours. The particle size distribution ([Table 1](#)) and the functional properties (results not shown) of the different flours were evaluated, but only results of the particle size distribution are displayed because they reflected better the changes in the flours. The particle size distribution of the control and treated samples is presented in [Fig. 1](#). The application of diverse homogenization pressures and the number of passes resulted in a critical shift to lower particle size distribution in both types of rice flours. Untreated samples presented an almost monomodal distribution with a main peak around 100–800 µm, whereas pressure homogenized samples showed three different peaks within the range 0.36 and 800 µm. Specifically, homogenized flours displayed a major peak centered at 9.0 µm, a minor peak was at around 1.0 µm, and an intermediate peak that ranged from 90 to 200 µm. The plots of the two types of flours revealed the impact of low pressure homogenization on both flour types. Particularly, MRF showed greater decrease in the major peak, which shifted to a particle size around 10 µm. Conversely, in LRF major and intermediate peaks showed similar volume. According to [Clarke, Prescott, Khan, and Olabi \(2010\)](#), the reduction of particle size was due to the

Table 1

Effect of homogenization pressures (30 or 50 MPa) and different number of passes (from 0 up to 3) on the particle size distribution parameters of long (LRF) and medium (MRF) rice flour.

Homogenization pressure (MPa)	Number of passes	D (4,3) (μm)		d (0.1) (μm)		d (0.5) (μm)		d (0.9) (μm)	
		LRF	MRF	LRF	MRF	LRF	MRF	LRF	MRF
0	0	271.7 \pm 13.6 a	107.8 \pm 1.5 b	27.6 \pm 6.4 a	8.5 \pm 0.5 b	226.8 \pm 18.3 a	97.0 \pm 1.5 b	587.3 \pm 17.3a	220.3 \pm 1.8 c
30	1	55.6 \pm 6.9 d-f	34.09 \pm 1.12 g	1.15 \pm 0.04c	1.12 \pm 0.02c	14.4 \pm 1.3 cd	12.9 \pm 0.8 cd	156.8 \pm 25.6de	90.8 \pm 3.5 f
	2	70.4 \pm 3.2 cd	29.6 \pm 0.5 g	1.333 \pm 0.007c	1.014 \pm 0.002c	28.5 \pm 2.8 cd	9.78 \pm 0.12 d	202.4 \pm 6.8 cd	92.4 \pm 0.03 f
	3	62.10 \pm 7.06 de	25.5 \pm 0.5 g	0.994 \pm 0.005c	0.98 \pm 0.03c	9.8 \pm 0.4 d	8.3 \pm 0.2 d	208.7 \pm 13.6 cd	84.1 \pm 1.3f
50	1	86.98 \pm 2.02 c	32.8 \pm 0.09 g	1.173 \pm 0.012c	1.124 \pm 0.004c	15.3 \pm 0.2 cd	13.1 \pm 0.2 cd	277.8 \pm 5.5 b	91.4 \pm 3.4 f
	2	72.0 \pm 4.7 cd	37.44 \pm 1.14 fg	1.046 \pm 0.008c	1.047 \pm 0.002c	10.49 \pm 0.12 d	11.39 \pm 0.08cd	250.9 \pm 18.9 bc	117.7 \pm 4.7 ef
	3	73.333 \pm 0.104 cd	44.8 \pm 1.9 e-g	1.203 \pm 0.007c	1.11 \pm 0.02c	31.5 \pm 3.2 c	13.6 \pm 0.5 cd	205.2 \pm 4.3 cd	134.7 \pm 4.8 ef
P -value									
Variety		0.0000		0.0000		0.0000		0.0000	
Pressure		0.0000		0.0465		0.0047		0.0000	
Passes number		0.8156		0.0000		0.0522		0.2822	
Variety * Pressure		0.0526		0.0003		0.4767		0.0235	
Variety * passes number		0.256		0.0000		0.0001		0.1352	
Pressure* passes number		0.0141		0.0000		0.0000		0.0605	
Variety *Pressure *passes		0.0000		0.0000		0.0000		0.0001	

The letters following the numbers within columns of both varieties denote significant differences ($P < 0.05$). LRF, long rice flour; MRF, Medium rice flour; D (4, 3), volume mean diameter; d (0. 1); d (0.5); and d (0. 9), 10%; 50%; and 90% of the volume that is smaller than the size indicated.

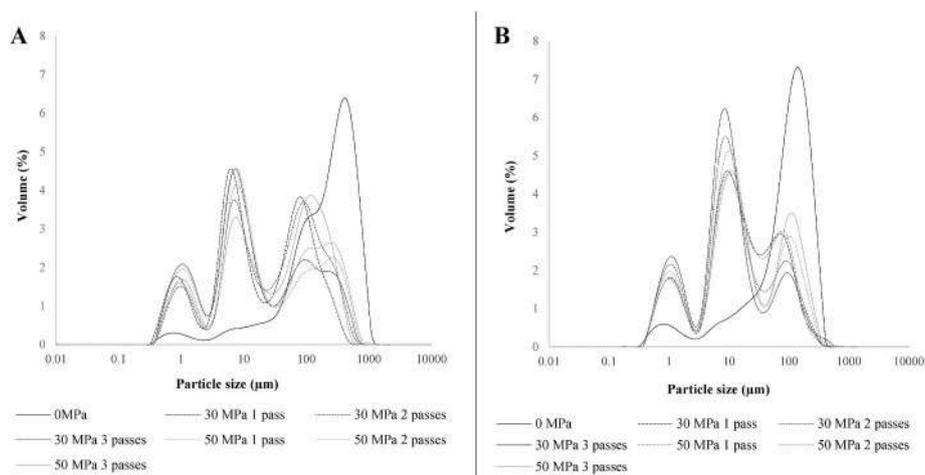


Fig. 1. Effect of homogenization pressures (0, 30 or 50 MPa) and different number of passes (from 0 up to 3) on the particle size distribution of long (A) and medium (B) rice flour.

breakage and disruption of particles caused by the shear stress applied to the fluid during homogenization pressures processing. Nevertheless, it was observed that at higher pressure (50 MPa) and the highest number of passes, there was an increase of the particle size distribution, presumably as a result of aggregation of smaller particles.

For better comparison the particle size distribution parameters were calculated (Table 1). The type of flours and the level of homogenization pressure significantly ($P < 0.05$) affected all the particle size distribution parameters. Concerning the number of passes, significant differences ($P < 0.05$) were observed in d (0.1), but passes did not affect d (0.5), the volume mean diameter (D (4,3)), and neither the d (0.9). Nonetheless, the low pressure homogenization strongly decreased the D (4,3) of LRF and MRF samples compared to the control samples. An increase in homogenization pressure level significantly increased the D (4,3) of LRF but that effect was only observed on MRF at the highest number of passes. No general trend was observed in this parameter regarding the

number of passes. In fact, in MRF at 30 MPa no statistically significant differences of D (4,3) were observed with the number of passes, but a progressive increase was exhibited at 50 MPa, likely due to an aggregation of smaller particles. This aggregation may be explained by the partial gelatinization of rice starch granules, as a result of the temperature and pressure increase in the valve of the homogenizer. Similar explanation was given for maize and cassava starch (Kasemwong et al., 2011; Wang et al., 2008).

When comparing the effect of the pressure level after 1 pass of both types of flours on d (0.5), it was observed that 50 MPa did not induce further reduction of the particle size. For LRF, significant increase was reported in d (0.5) when the pressure level increased from 30 MPa to 50 MPa for the highest number of passes. Likewise, an aggregation of smaller particles indicated by the highest particle size at d (0.9) occurred at 50 MPa-1 pass for LRF and at 50 MPa- 2 and 3 passes for MRF samples. It must stress that considering the extent of the reduction in the particles

size given in Table 1, the low pressure homogenization had stronger impact on the LRF than on MRF, even at the lowest pressure and on 1 pass, as indicated the percentages of reduction obtained, which might be associated with the hardness of the grain.

Given the overview of the impact of the pressure and different number of passes with the two different rice flours, a deeper analysis, using SEM was carried out with the flours subjected to two different pressures (30 MPa and 50 MPa) and 3 passes (Fig. 2A). Control samples of LRF (Fig. 2 Aa) and MRF (Fig. 2 Ad) showed bigger fragments that were broken down with low pressure homogenization. Flours were largely fragmented into smaller pieces showing polygonal shape with smooth surface, confirming that the treatment effectively reduced the particle size distribution of both rice flours (Fig. 1, Table 1). Concerning LRF, the homogenized sample at 30 MPa for 3 passes (Fig. 2 Ab) showed more small particles with few big ones, but at 50 MPa for 3 passes (Fig. 2 Ac) there was more small particles aggregated, which agrees with the slight increase of D (4,3) from 62.1 μm at 30 MPa to 73.3 μm at 50 MPa, as well as the d (0,5) increased from 9.8 μm to 31.5 μm (Table 1). For the MRF homogenized sample at 30 MPa for 3 passes (Fig. 2 Ae), a fragmented structure was observed and some aggregates were observed at 50 MPa (Fig. 2 Af). Again, D (4,3) of MRF increased greatly from 29.6 μm to 44.8 μm , and also d (0,5) and d (0,9) increased from 8.3 μm to 84.1 μm at 30 MPa for 3 passes to 13.6 μm and 134.7 μm at 50 MPa for 3 passes, respectively. As it has been mentioned above, partial gelatinization could explain the fragments aggregation. These treatments were selected for further flours characterization.

3.2. Chemical composition and amylose content of control and homogenized rice flours

The chemical composition of both rice flours is given in Table 2. The statistical analysis indicated that the type of flour and the level of homogenization pressure significantly ($P < 0.05$) affected the different

compounds of rice flour samples, with the exception of protein content which was only significantly ($P < 0.05$) affected by type of rice. For moisture content, higher values were displayed by MRF than LRF samples. It was observed that there was no significant difference on the moisture content of control and homogenized samples at 30 MPa for the two rice flour varieties. The increase in homogenization pressure decreased the moisture content of LRF and increased that of MRF samples. In the treated LRF samples, protein and ash contents decreased compared to the control sample, probably due to partial dispersion of those compounds in the liquid phase and their lost under the action of pressure and shear stresses during the homogenization pressure process. Conversely, fat content increased with the increase in homogenization pressure level. On the other hand, this treatment increased the protein content of MRF samples but did not have a significant effect on its fat and ash content. Amylose content was significantly different between rice varieties but the level of homogenization pressure only affected significantly at LRF, progressively reducing its content (Table 2).

3.3. Effect of low pressure homogenization on bulk density and thiol groups

The statistical analysis indicated significant differences ($P < 0.05$) on the BD due to the variety of flour and the level of homogenization pressure (Table 2). Low pressure homogenization decreased significantly ($P < 0.05$) the BD values of LRF and MRF samples compared to the control samples, but no trend was observed with the level of pressure. These results agree with those obtained by Wang et al. (2012) and Wang et al. (2013) when wheat and maize bran were subjected to higher pressures (150 and 172 MPa). According to Otegbayo, Oguniyan, and Akinwumi (2013), rice flour with large particle size leads to higher BD, this relationship was observed in LRF but no in the case of MRF samples. The correlation analysis indicated a negative significant relationship between BD and particle size parameter D (4,3) ($r = -0.82$, $P < 0.05$).

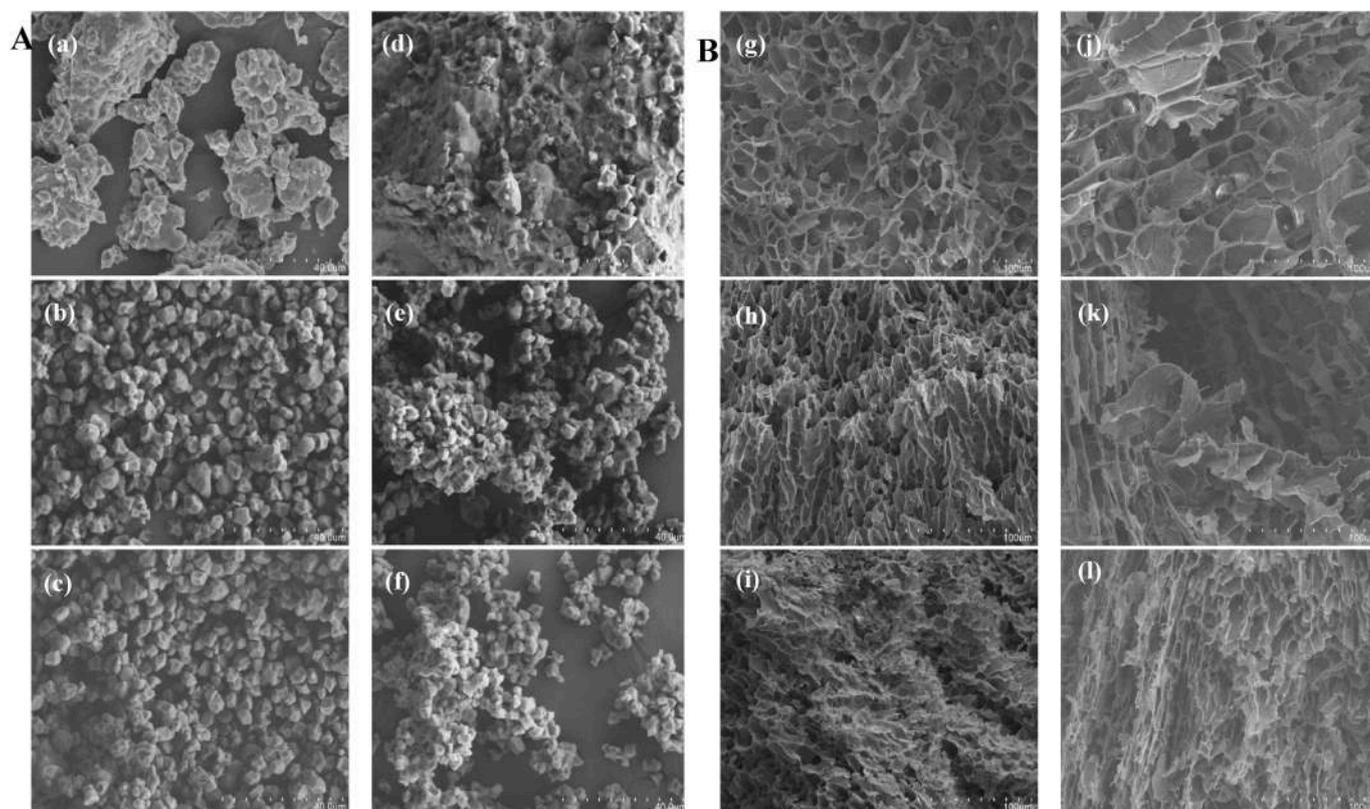


Fig. 2. Scanning electron micrograph of rice flours (A) and gels (B) under different low pressure homogenization conditions: 0, 30 and 50 MPa-3 passes. (A) (a–c) LRF; (d–f) MRF ($\times 1200$), (B) (g–i) LRF gels; (j–l) MRF gels ($\times 500$). LRF and MRF were the abbreviations for long and medium rice flours, respectively.

Table 2

Chemical composition (d.m.), amylose content, crystallinity and physical properties of control and homogenized long (LRF) and medium (MRF) rice flour.

LRF	MRF			P-value					
	0 MPa	30 MPa	50 MPa	0 MPa	30 MPa	50 MPa	Variety	Pressure	Variety * Pressure
Chemical composition									
Moisture (%)	3.92 ± 0.04 c	3.81 ± 0.14 c	3.22 ± 0.04 d	5.91 ± 0.13 b	6.082 ± 0.113 b	8.17 ± 0.24 a	0.0000	0.0003	0.0000
Proteins (%)	9.13 ± 0.04 a	8.529 ± 0.113 b	8.42 ± 0.12 b	7.97 ± 0.05 c	8.42 ± 0.12 b	8.42 ± 0.12 b	0.0003	0.2399	0.0003
Fat (%)	0.563 ± 0.002 b	0.606 ± 0.012 b	0.713 ± 0.008 a	0.373 ± 0.012 c	0.405 ± 0.014 c	0.37 ± 0.02 c	0.0000	0.0010	0.0003
Ash (%)	0.3500 ± 0.0006 a	0.2832 ± 0.004 bc	0.3007 ± 0.007 b	0.253 ± 0.004 d	0.2647 ± 0.0005 cd	0.255 ± 0.009 d	0.0000	0.0027	0.0008
Carbohydrates (%)	89.51 ± 0.03 c	90.81 ± 0.07 b	89.55 ± 0.05 c	91.39 ± 0.07 a	90.908 ± 0.097 b	90.94 ± 0.13 b	0.0000	0.0001	0.0000
Amylose content (%)	19.13 ± 0.72 a	17.25 ± 0.54 ab	14.35 ± 1.54 bc	13.105 ± 1.202 c	15.52 ± 0.42 a-c	16.31 ± 1.45 a-c	0.0106	0.3106	0.0025
Crystallinity (%)	34.95 ± 0.22 a	34.60 ± 0.56 a	33.5 ± 0.84 a	35.8 ± 1.55 a	35.5 ± 1.13 a	34.55 ± 0.77 a	0.1389	0.1908	0.9880
Physical properties									
BD (g mL ⁻¹)	0.66 ± 0.01 a	0.53 ± 0.01 c	0.58 ± 0.01 b	0.67 ± 0.01 a	0.52 ± 0.01 c	0.52 ± 0.01 c	0.0011	0.0000	0.0001
SH groups (μmol g ⁻¹)	0.20 ± 0.02 b	0.28 ± 0.03 b	0.37 ± 0.06 b	0.32 ± 0.02 b	0.6 ± 0.2 a	0.27 ± 0.03 b	0.0035	0.0016	0.0006
WHC (g g ⁻¹)	1.47 ± 0.08 c	1.93 ± 0.09 a	1.70 ± 0.06 b	1.726 ± 0.005 b	1.59 ± 0.05 bc	1.60 ± 0.07 bc	0.0619	0.0040	0.0000
SV (mL g ⁻¹)	1.997 ± 0.002 c	2.4976 ± 0.0012 a	2.4984 ± 0.0002a	2.42 ± 0.04 b	2.486 ± 0.012 a	2.483 ± 0.012 a	0.0000	0.0000	0.0000
OAC (g g ⁻¹)	0.760 ± 0.014 e	1.17 ± 0.06 c	1.07 ± 0.04 c	0.9 ± 0.0 d	1.62 ± 0.07 a	1.38 ± 0.03 b	0.0000	0.0000	0.0003
EA (AU)	0.077 ± 0.005 ab	0.099 ± 0.003 ab	0.080 ± 0.004 ab	0.05 ± 0.01 b	0.14 ± 0.01 a	0.102 ± 0.03 ab	0.2301	0.0315	0.1686
ES (%)	41 ± 3 c	28.80 ± 1.06 d	41.5 ± 1.3 c	91 ± 5 a	81.51 ± 1.06 a	67 ± 4 b	0.0000	0.0018	0.0012
Hydrophobicity (Ho)	40.94	184.51	34.75	330.25	401.46	1389.9			

Values with different letters in the same row are significantly different ($P < 0.05$). LRF, long rice flour; MRF, Medium rice flour; BD, Bulk density; SH, Thiol; WHC, Water holding capacity; SV, Swelling volume; OAC, Oil absorption capacity; EA, Emulsifying activity; ES, Emulsion stability.

The thiol groups were significantly affected by the type of flour and pressure (Table 2). The low pressure homogenization tend to increase the SH groups of MRF when subjected to 30 MPa but decreased at 50 MPa. While, in the case of LRF no statistically significant differences were observed between control and treated samples. According to Liu and Kuo (2016), the exposure of surface SH-groups by the aggregates dissociation or denaturation of protein may be the cause of the increase in SH groups after homogenization pressure treatment.

3.4. Effect of low pressure homogenization on water and oil absorption properties of the rice flours

The type of rice and the level of pressure significantly ($P < 0.05$) modified the SV, but the WHC was only affected by the pressure level (Table 2). Homogenization increased significantly ($P < 0.05$) the SV of LRF and MRF samples, likely due to the large impact on the particle size reduction. According to Wang et al. (2013), the pressures caused an expansion of the particles suspended in the liquid stream that may relax its microstructure and even create micropores or cavities within the particles, exposing larger surface area for hydration. Nevertheless, in the present study, no significant correlation was found between particle size parameters and WHC or SV.

Regarding oil absorption (Table 2), significant ($P < 0.05$) differences in the OAC were observed due to the variety and the level of homogenization pressure. The low pressure homogenization induced a significant increase of the OAC in both varieties of rice flour. However, the impact of the treatment was great on MRF than LRF, in which the OAC augmented around 80% when MRF subjected to low pressure homogenization at 30 MPa-3 passes. No trend was observed with the intensity of the pressure. Wang, Wu, et al. (2018) reported that the application of 30 MPa on two passes increased the OAC of rice bran, which was likely related with the increase in surface porosity and capillary attraction, resulting in improved physical trapping of oil (Wang et al., 2013). Moreover, particle size reduction might be responsible of that effect, since a negative significant correlation was found between particle size parameters and OAC, specifically Pearson correlation coefficients were as follow: D (4,3) ($r = -0.97$, $P < 0.05$), d (0.1) ($r = -0.99$, $P < 0.05$), d (0.5) ($r = -0.96$, $P < 0.05$) and d (0.9) ($r = -0.96$, $P < 0.05$).

3.5. Effect of low pressure homogenization on emulsifying properties and surface hydrophobicity

The level of homogenization pressure had significant ($P < 0.05$) impact on EA and ES, but the type of rice only affected significantly ($P < 0.05$) the ES (Table 2). The low pressure homogenization only increased significantly the EA of MRF when treated at 30 MPa. Yin, Tang, Wen, Yang, and Li (2008) reported that the application of high pressures 200 and 400 MPa increased significantly the EA of red kidney bean protein isolate, which was related to its moderate unfolding. Regarding the ES values, they were higher in MRF than LRF samples, and with the pressure treatment tended to decrease in MRF, but no trend was observed in LRF. A positive significant relationship was observed between BD and ES ($r = 0.89$, $P < 0.05$) and a negative one with EA ($r = -0.84$, $P < 0.05$), showing the relation with the compaction ability. In fact, surface hydrophobicity (Ho) of MRF was higher than that of LRF samples. Low homogenization pressure increased the Ho of MRF but in the case of LRF, it only increased when treated at 30 MPa. The increase might be related to major exposure of hydrophobic groups initially buried inside the molecules after the application of high pressures, as has been reported for soy protein exposed to 120 MPa (Shen & Tang, 2012).

3.6. X-ray diffraction patterns of low pressure homogenized rice flours

LRF and MRF control samples showed a typical A-type pattern with main peaks at around 15°, 17°, 18° and 23° (2θ) as other cereal flours from rice, waxy, maize and wheat (Otegbayo et al., 2013). MRF samples showed higher intensity peaks than LRF samples (results not shown). There were no significant differences in the crystallinity of homogenized samples compared to their respective controls (Table 2), because of the limited loss of the crystalline structure, as it was reported by Wang et al. (2008) and Kasemwong et al. (2011) for maize and cassava starch treated at 30, 60 and 100 MPa.

3.7. Fourier transform infrared (FTIR) analysis of homogenized rice flours

FTIR spectra of the LRF and MRF samples treated at 30 and 50 MPa

for 3 passes showed an increase in the intensity of peaks compared to their controls (Fig. 3). Comparing the type of rice, changes were more noticeable in MRF than in LRF, reaching higher intensities, suggesting more extensive modification of the structure in MRF. Specifically, the largest change was observed in the band at 993 cm^{-1} , related to anhydrous glucose ring C=O stretching (Thirumdas, Deshmukh, & Annature, 2016), where the absorbance intensity for MRF increased from 0.176 units in the control to 0.490 and 0.545 units when treated at 30 and 50 MPa, respectively. For LRF the intensity increased from 0.215 units in the control to 0.392 and 0.403 units after treatment at 30 and 50 MPa, respectively. Similar findings were also reported by Thirumdas et al. (2016) when rice flour was treated by low temperature plasma, exhibiting an increase in C=O stretching within the same wavelength region. In addition, low pressure homogenization promoted an increase in the absorbance at 1076 and 1147 cm^{-1} in both varieties, which was related to C-C and C-O bonds, respectively (Wang, Zhu, et al., 2018). The band at 1654 cm^{-1} , corresponding to the water absorbed (H-O-H) in the amorphous region of starch (Wang, Zhu, et al., 2018), showed a decrease in LRF (0.062 units in control vs 0.054 and 0.056 units for 30 and 50 MPa) but for MRF increased from 0.047 units to 0.074 and 0.076 units after treating at 30 and 50 MPa. An increase in both varieties was also observed in the C-H stretch, displayed around $2800\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$, although the modification was due to the low pressure homogenization but without any relationship with the level of pressure. Great differences were also exhibited in the hydroxyl groups (OH) observed in the range $3000\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$ (Thirumdas et al., 2016; Wang, Zhu, et al., 2018). The absorption intensity at 3270 cm^{-1} for the controls of LRF (0.060 units) and MRF (0.059 units) was enhanced to 0.126 and 0.102 units for LRF at 30 and 50 MPa, respectively, and to 0.132 and 0.143 units for homogenized MRF at the same treatment conditions. Therefore, FTIR confirmed the changes in the structure of the rice flour constituents and the extent of those changes were dependent on the rice variety.

3.8. Effect of low pressure homogenization on pasting properties

Apparent viscosity of homogenized samples decreased after low pressure homogenization treatment compared to the control samples (Fig. 4). As it has been mentioned before in SEM micrographs, partial gelatinization might happen during low pressure treatment. Besides to that, the reduction in particle size distribution might also contribute to the results, since Hossen et al. (2011) reported the relationship between particle size distribution and pasting properties of rice flour. Apparent viscosity plots also showed that in MRF the extent of viscosity reduction was related to the level of pressure applied, whereas no direct relationship was observed in the apparent viscosity of low pressure homogenized LRF. Pasting parameters confirmed that low pressure

homogenization significantly ($P < 0.05$) affected the performance of flours during heating-cooling cycle (Table 3), being significant the effect of the level of pressure and the flour variety. Apparent viscosity of control and homogenized samples of LRF was higher than that of MRF samples. Peak viscosity of MRF showed a progressive decrease when increasing the pressure level but in the case of LRF the pressure intensity was not accompanied of a further peak viscosity reduction. The same trend was observed in the breakdown, related to the stability of the starch granules during cooking, thus that decrease indicated a significant ($P < 0.05$) increase in the paste stability. This effect might be related to the particle size reduction, as reported Liu et al. (2016). Final viscosity and setback were also reduced in the homogenized flours, but again, no further decrease was observed with the increase of the pressure level from 30 to 50 MPa. Setback is related to the retrogradation of amylose, but only in the case of LRF that trend could be related to decrease in the amount of amylose. According to Liu et al. (2016), the decrease in PV might be explained by the particle size reduction, which agrees with results of present study, in which the correlation analysis indicated a positive significant ($P < 0.05$) relationship between PV and particles size parameters $D(4,3)$ ($r = 0.92$, $P < 0.05$), $d(0.9)$ ($r = 0.87$, $P < 0.05$), $d(0.5)$ ($r = 0.94$, $P < 0.05$) and $d(0.1)$ ($r = 0.91$, $P < 0.05$). No statistically significant differences were observed in trough viscosity of LRF, but a progressive decrease was indicated for MRF when the pressure level increased.

3.9. Effect of low pressure homogenization on thermal properties of rice flours

The parameters related to starch gelatinization were significantly affected by the low pressure homogenization (Table 3). In fact, the onset (T_o), the peak (T_p) and the conclusion (T_c) temperatures were significantly affected ($P < 0.05$) by the variety of flour, and the homogenization pressure level significantly ($P < 0.05$) modified the T_c and the enthalpy of gelatinization (ΔH). MRF samples exhibited higher gelatinization temperatures (T_o , T_p and T_c) than LRF samples. Low pressure homogenization increased the T_p of LRF, but without observing any effect with the pressure level. Concerning T_c , homogenization decreased this parameter but only in MRF. Wang et al. (2008) and Kasemwong et al. (2011) reported relatively small differences in T_o and T_p for maize and cassava starches treated at 30, 60 and 100 MPa and their respective controls. According to Buckow, Heinz, and Knorr (2007) and Bauer and Knorr (2004), the application of pressures higher than 300 MPa and 200 MPa was necessary to reduce significantly the gelatinization temperatures of maize and cassava starch, respectively.

ΔH of homogenized LRF and MRF samples at 30 and 50 MPa for 3 passes decreased compared to the control samples. Nevertheless, the

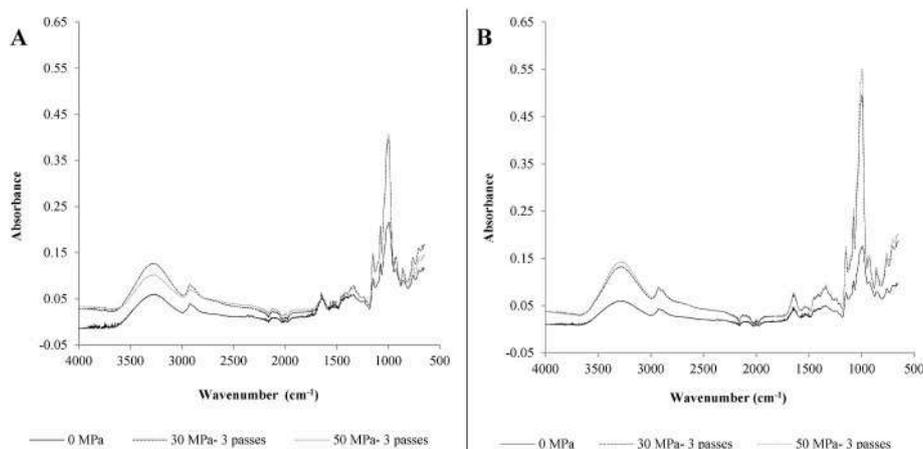


Fig. 3. FTIR spectra of control and homogenized long (A) and medium rice flour (B) at 0, 30 and 50 MPa-3 passes.

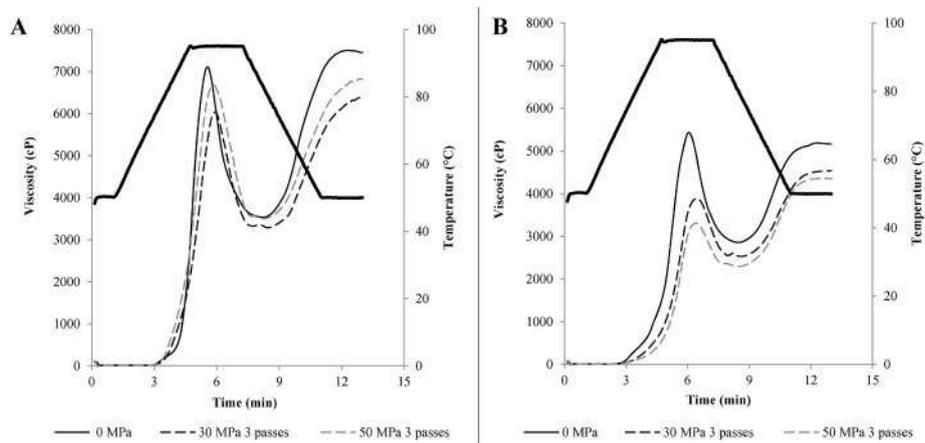


Fig. 4. Viscosity profiles of control and homogenized long (A) and medium (B) rice flour. Thick solid line indicates the temperature settings during the heating-cooling cycle.

Table 3
Pasting and thermal properties of control and homogenized long (LRF) and medium (MRF) rice flour.

	LRF			MRF			P-value		
	0 MPa	30 MPa	50 MPa	0 MPa	30 MPa	50 MPa	Variety	Pressure	Variety * Pressure
Pasting properties									
Peak viscosity	7115 ± 127 a	6031 ± 9 c	6716 ± 46 b	5438 ± 12 d	3895 ± 57 e	3308 ± 70 f	0.0000	0.0000	0.0000
Trough viscosity	3533 ± 114 a	3231 ± 10 a	3503 ± 154 a	2857 ± 5 b	2530 ± 65 bc	2296 ± 55 c	0.0000	0.0034	0.0077
Breakdown	3582 ± 13 a	2800 ± 1 c	3213 ± 107 b	2581 ± 18 d	1365 ± 19 e	1012 ± 15 f	0.0000	0.0000	0.0000
Final viscosity	7453 ± 197 a	6380 ± 108 b	6824 ± 118 b	5165 ± 6 c	4536 ± 43 d	4354 ± 97 d	0.0000	0.0000	0.0192
Setback	3920 ± 82 a	3149 ± 118 b	3321 ± 36 b	2308 ± 12 c	2006 ± 21 d	2058 ± 42 cd	0.0000	0.0000	0.0050
Thermal properties									
To (°C)	69.23 ± 0.06 c	70.945 ± 0.502 bc	70.99 ± 0.66 c	73.45 ± 0.54 a	72.91 ± 0.58 ab	73.56 ± 0.84 a	0.0000	0.0924	0.0454
Tp (°C)	74.850 ± 0.312 c	76.74 ± 0.12 b	76.32 ± 0.39 b	79.12 ± 0.25 a	78.13 ± 0.39 a	78.476 ± 0.618 a	0.0000	0.1996	0.0006
Tc (°C)	83.52 ± 0.56 d	84.372 ± 0.113 cd	84.38 ± 0.52 cd	89.79 ± 0.76 a	85.61 ± 0.66 bc	87.00 ± 0.705 b	0.0000	0.0068	0.0002
ΔH (J/g)	10.2 ± 0.4 a	7.3 ± 0.7 bc	7.55 ± 1.08 bc	9.1 ± 0.6 ab	6.8 ± 0.4 bc	6.43 ± 1.05 c	0.0657	0.0005	0.7863

Values with different letters in the same row are significantly different ($P < 0.05$). LRF, long rice flour; MRF, Medium rice flour; To, Onset temperature; Tp, Peak temperature; Tc, Conclusion temperature; ΔH gel, Enthalpy of gelatinization.

effect was more ascribed to the homogenization process, since no differences were observed with the intensity of the treatment. These results agree with those obtained by Wang et al. (2008) and Kasemwong et al. (2011). Therefore, homogenized LRF and MRF samples required lower energy (ΔH) to favor the gelatinization of starch, probably due to the need for less energy to loosen and melt the unstable double helices during gelatinization as reported Chung, Liu, and Hoover (2009) or the already partial gelatinization of the samples during the treatment.

Fig. 2, B showed the SEM micrographs of LRF and MRF gel matrices. SEM micrographs clearly exhibited the effect of low pressure homogenization on the gels microstructure. First difference was observed between the flour varieties, observing a tighter structure with smaller cell voids in the LRF (Fig. 2B g) and MRF LRF (Fig. 2B j). Secondly, the low pressure homogenization changes the open and spherical big holes observed in the control samples to very small spherical cavities, with some oval ones for MRF gel samples, that become even smaller at the highest pressure (50 MPa).

3.10. Principal component analysis

A principal component analysis (PCA) was constructed with the experimental variables to identify possible discrimination among the rice flours type and the impact of low pressure homogenization (Fig. 5). Two components explained 77% of the samples' variability. Component 1 explained 59% whereas Component 2 described 18% of the variation. The score plot showed that rice flours were discriminated according to the rice variety and the pressure treatment. Component 1 allowed

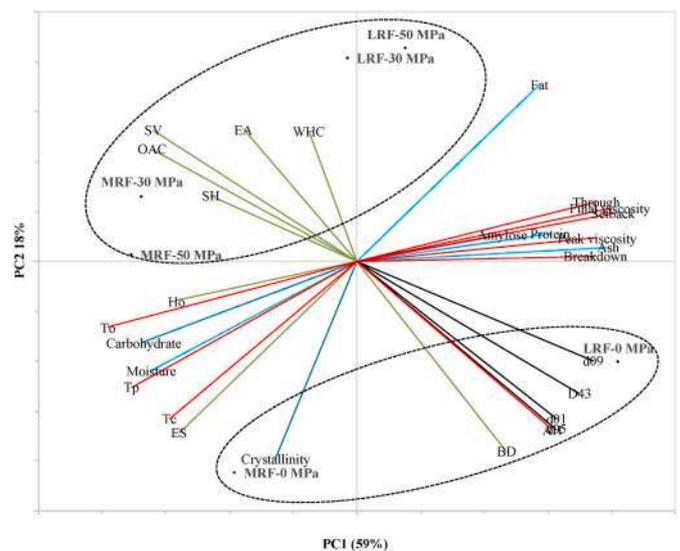


Fig. 5. Principal Component Analysis (PCA) of the rice grain flours and experimental variables. Samples are labeled as in the text (highlighted in bold). Dotted lines are showing controls and low pressure homogenized samples.

discrimination of the rice flours according to the type of rice, with LRF mainly associated to higher values of pasting parameters, particle size distribution and also high content of fat, protein and amylose. Component 2 discriminate among control flours and low pressure treated flours, independently on the level of pressure applied. Control flours (MRF and LRF) were located in the negative axis of PC2, due to the particle size distribution and crystallinity. Conversely, homogenized flours were grouped in the positive axis of PC2, owing to their water and oil hydration properties, emulsifying activity and thiol groups. Therefore, PCA clearly showed the rice flours discrimination between homogenized flours and control flours, but treated flours were hardly discriminated by the intensity of the pressure applied.

4. Conclusions

Low pressure homogenization (30 MPa and 50 MPa) applied to two different varieties of rice flour (long and medium) allowed changing the structure of the flour and in consequence the physico-chemical, properties. Pressures levels of 30 and 50 MPa were sufficient to break down the microstructure, diminishing the particle size, and the extent of that reduction was dependent on the type of flour, being more affected the LRF.

In fact, correlation analysis confirmed that the particle size reduction induced by homogenization pressures play a determinant role in the change of different properties of the both rice flour varieties used in our present study. The application of low pressure homogenization brought about the disintegration and modification of the large molecules, increasing availability of binding sites, and partial gelatinization of starch granules, leading to flours with different pasting performances. Main changes were associated to water and oil hydration properties that indicated an increase of the flours hydrophobicity dependent on the type of flour and pressure intensity. Low homogenization pressure did not affect the starch crystallinity, FTIR spectra suggested the modification of the flour constituents, particularly in the case of MFR. In fact, gels obtained from low pressure homogenized flours displayed more compact structure with small voids.

Funding sources

This work was supported by Spanish Ministry of Science and Innovation (RTI 2018-095919-B-C21), the European Regional Development Fund (FEDER) and Generalitat Valenciana (Prometeo 2017/189). E. Betoret thanks for her postdoctoral grant Juan de la Cierva Incorporación (IJCI-2016-29679). S. Boulemkahel gratefully acknowledges the Algerian Ministry of Higher Education and Scientific Research (MESRS) for the PNE scholarship.

CRediT authorship contribution statement

S. Boulemkahel: Data curation, Formal analysis, Investigation, Methodology, Writing - original draft. **E. Betoret:** Conceptualization, Data curation, Formal analysis, Investigation, Methodology, Supervision, Writing - original draft. **L. Benattallah:** Funding acquisition, Writing - review & editing. **C.M. Rosell:** Conceptualization, Funding acquisition, Methodology, Supervision, Writing - review & editing.

Appendix A. Supplementary data

Supplementary data to this article can be found online at <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106373>.

References

- AACCI. (2012). *Approved methods of the American association of cereal chemists. Methods 30-10.01 and 61-02.01* (9th ed.) St. Paul, Minnesota, U.S.A.
- Aguiayo, E., Tarazona-Díaz, M. P., Martínez-Sánchez, A., & García-González, A. (2017). Influence of moderate high-pressure homogenization on quality of bioactive

- compounds of functional food supplements. *Journal of Food Quality*, 2, 1–11. <https://doi.org/10.1155/2017/2856125>
- Augustin, M. A., Sanguansri, P., & Htoon, A. (2008). Functional performance of a resistant starch ingredient modified using a microfluidizer. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 9, 224–231. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2007.11.003>
- Bauer, B. A., & Knorr, D. (2004). Electrical conductivity: A new tool for the determination of high hydrostatic pressure-induced starch gelatinization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 5, 437–442. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2004.02.005>
- Betoret, E., Betoret, N., Carbonell, J. V., & Fito, P. (2009). Effects of pressure homogenization on particle size and the functional properties of citrus juices. *Journal of Food Engineering*, 92, 18–23. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.10.028>
- Betoret, E., Betoret, N., Sentandreu, E., & Fito, P. (2012). Homogenization pressures applied to citrus juice manufacturing. Functional properties and application. *Journal of Food Engineering*, 111(1), 28–33. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.01.035>
- Betoret, E., Mannozi, C., Dellarosa, N., Laghi, L., Rocculi, P., & Dalla Rosa, M. (2017). Metabolomic studies after high pressure homogenization processed low pulp Mandarin juice with trehalose addition. Functional and technological properties. *Journal of Food Engineering*, 200, 22–28. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2016.12.011>
- Buckow, R., Heinz, V., & Knorr, D. (2007). High pressure phase transition kinetics of maize starch. *Journal of Food Engineering*, 81, 469–475. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.11.027>
- Chung, H. J., Liu, Q., & Hoover, R. (2009). Impact of annealing and heat-moisture treatment on rapidly digestible, slowly digestible and resistant starch levels in native and gelatinized maize, pea and lentil starches. *Carbohydrate Polymers*, 75(3), 436–447. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.08.006>
- Clarke, A., Prescott, T., Khan, A., & Olabi, A. G. (2010). Causes of breakage and disruption in a homogenizer. *Applied Energy*, 87, 3680–3690. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2010.05.007>
- Cornejo, F., & Rosell, C. M. (2015). Physicochemical properties of long rice grain varieties in relation to gluten free bread quality. *LWT- Food Science and Technology*, 62, 1203–1210. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.01.050>
- De La Hera, E., Gomez, M., & Rosell, C. M. (2013). Particle size distribution of rice flour affecting the starch enzymatic hydrolysis and hydration properties. *Carbohydrate Polymers*, 98(1), 421–427. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.06.002>
- Gularte, M. A., & Rosell, C. M. (2011). Physicochemical properties and enzymatic hydrolysis of different starches in the presence of hydrocolloid. *Carbohydrate Polymers*, 85(1). <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.02.025>, 273–244.
- Han, H. M., Cho, J. H., Kang, H. W., & Koh, B. K. (2012). Rice varieties in relation to rice bread quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92, 1462–1467. <https://doi.org/10.1002/jsfa.4727>
- Haskard, C. A., & Li-Chan, E. C. Y. (1998). Hydrophobicity of bovine serum albumin and ovalbumin determined using uncharged (PRODAN) and anionic (ANS⁻) fluorescent probes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 2671–2677. <https://doi.org/10.1021/jf970876y>
- Hossen, M. S., Sotome, I., Takenaka, M., Isobe, S., Nakajima, M., & Okadome, H. (2011). Starch damage and pasting properties of rice flours produced by dry jet grinding. *Cereal Chemistry*, 88(1), 6–11. <https://doi.org/10.1094/cchem-04-10-0061>
- ISO. (2009). *Method 712: Cereals and cereal products. Determination of moisture content*. ISO. (2010). *Method 2171: Cereals, pulses and by-products. Determination of ash yield by incineration*.
- ISO. (2016). *Method 16634-2: Food products-Determination of the total nitrogen content by combustion and the calculation of the crude protein content of cereals, pulses and milled cereal products*.
- Jan, S., Rafiq, S. I., & Saxena, D. C. (2015). *Effect of physical properties on flow ability of commercial rice flour/powder for effective bulk handling. 3rd international conference on advancement in engineering & technology (ICAET)*. Sangru Punjab, India.
- Kasemwong, K., Ruktanonchai, U. R., Srinuanchai, W., Itthisoponkul, T., & Srirot, K. (2011). Effect of high-pressure microfluidization on the structure of cassava starch granule. *Biosynthesis Nutrition Biomedical*, 63, 160–170. <https://doi.org/10.1002/star.201000123>
- Liu, H. H., & Kuo, M. I. (2016). Ultra-high pressure homogenization effect on the proteins in soy flour. *Food Hydrocolloids*, 52, 741–748. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.08.018>
- Liu, C. M., Liang, R. H., Dai, T. T., Ye, J. P., Zeng, Z. C., Luo, S. J., et al. (2016). Effect of dynamic high pressure microfluidization modified insoluble dietary fiber on gelatinization and rheology of rice starch. *Food Hydrocolloids*, 57, 55–61. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.01.015>
- Martínez, M. M., Oliete, B., Román, L., & Gómez, M. (2014). Influence of the addition of extruded flours on rice bread quality. *Journal of Food Quality*, 37, 83–94. <https://doi.org/10.1111/jfq.12071>
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2013). Quality indicators of rice-based gluten-free bread-like products: Relationships between dough rheology and quality characteristics. *Food and Bioprocess Technology*, 6(9), 2331–2341. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0903-9>
- Otegbayo, B., Oguniyan, D., & Akinwumi, O. (2013). Physicochemical and functional characterization of yam starch for potential industrial applications. *Starch Staerke*, 66, 235–250. <https://doi.org/10.1002/star.201300056>
- Pearce, K. N., & Kinsella, J. E. (1978). Emulsifying properties of proteins: Evaluation of a turbidimetric technique. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26), 716–723. <https://doi.org/10.1021/jf048581p>
- Prasada Rao, U. J. S., Vatlasa, C. N., & Haridas Rao, P. (2002). Changes in protein characteristics during the processing of wheat into flakes. *European Food Research and Technology*, 215, 322–326. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2003.10.004>

- Shen, L., & Tang, C. H. (2012). Microfluidization as a potential technique to modify surface properties of soy protein isolate. *Food Research International*, 48, 108–118. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.03.006>
- Thirumdas, R., Deshmukh, R. R., & Annature, U. S. (2016). Effect of low temperature plasma on the functional properties of basmati rice flour. *Journal of Food Science & Technology*, 53(6), 2742–2751. <https://doi.org/10.1007/s13197-016-2246-4>
- Villanueva, M., Harasym, J., Muñoz, J. M., & Ronda, F. (2019). Rice flour physically modified by microwave radiation improves viscoelastic behavior of doughs and its bread-making performance. *Food Hydrocolloids*, 90, 472–481. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.12.048>
- Wang, B., Dong, L., Wang, L. J., Chiu, Y. L., Chen, X. D., & Mao, Z. H. (2008). Effect of high-pressure homogenization on the structure and thermal properties of maize starch. *Journal of Food Engineering*, 87, 436–444. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.12.027>
- Wang, T., Raddatz, J., & Chen, G. (2013). Effects of microfluidization on antioxidant properties of wheat bran. *Journal of Cereal Science*, 58, 380–386. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2013.07.010>
- Wang, T., Sun, X., Zhou, Z., & Chen, G. (2012). Effects of microfluidization process on physicochemical properties of wheat bran. *Food Research International*, 48(2), 742–747. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.06.015>
- Wang, L., Wu, J., Luo, X., Li, Y., Wang, R., Li, Y., et al. (2018 b). Dynamic high-pressure microfluidization treatment of rice bran: Effect on Pb (II) ions adsorption in vitro. *Journal of Food Science*, 83(7), 1980–1989. <https://doi.org/10.1007/s13197-016-2203-2>
- Wang, X. M., Zhu, X. M., Zhang, N. H., Tu, Z. C., Wang, H., Liu, G. X., et al. (2018 a). Morphological and structural characteristics of rice amylose by dynamic high-pressure microfluidization modification. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42, Article e13764. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13764>
- Yin, S. W., Tang, C. H., Wen, Q. B., Yang, X. Q., & Li, L. (2008). Functional properties and in vitro trypsin digestibility of red kidney bean (*Phaseolus vulgaris L.*) protein isolate: Effect of high-pressure treatment. *Food Chemistry*, 110, 938–945. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.02.090>
- Yu, S., Ma, Y., Menager, L., & Sun, D. W. (2012). Physicochemical properties of starch and flour from different rice cultivars. *Food and Bioprocess Technology*, 5(2), 626–637. <https://doi.org/10.1007/s11947-010-0330-8>

Article 2

***Development of gluten free bread using
Low-Pressure Homogenized rice flour
supplemented with faba bean flour***

RESEARCH ARTICLE

Development of gluten-free bread using low-pressure homogenized rice flour supplemented with faba bean flour

Souad Boulemkahel^{1,2} | Raquel Garzon¹ | Leila Benatallah² | Cristina M. Rosell¹ 

¹Food Science Department, Institute of Agrochemistry and Food Technology (IATA-CSIC), Valencia, Spain

²Laboratoire de Génie Agro-Alimentaire, Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agroalimentaires (GéniAAI-INATAA), Université des Frères Mentouri Constantine 1, Constantine, Algérie

Correspondence

Cristina M. Rosell, Food Science Department, Institute of Agrochemistry and Food Technology (IATA-CSIC), Valencia, Spain.

Email: crosell@iata.csic.es

Funding information

This work was supported by Spanish Ministry of Science and Innovation (RTI2018-095919-B-C21), the European Regional Development Fund (FEDER), and Generalitat Valenciana (Prometeo 2017/189). S. Boulemkahel gratefully acknowledges the Algerian Ministry of Higher Education and Scientific Research (MESRS) for the PNE scholarship.

Abstract

Background and objectives: Low-pressure homogenization (30 MPa-3 passes) applied to long (LRF) and medium (MRF) rice grain flours was tested as physical method for improving gluten-free breads (GFB) without additives. Rice flours were blended with faba bean flour (FBF) in the ratio 2:1 (w:w).

Findings: Low-pressure homogenization increased damaged starch content of rice flours and decreased the particle size distribution of blends, leading to higher volumes during batters' fermentation. Homogenization treatment improved the GFB texture profile, decreasing hardness and increasing cohesiveness and resilience. The crumb structure, particularly that of GFB from LRF:FBF blends, was greatly improved by the treatment, and better shape (lower width/height ratio) was obtained. No significant differences were found on the hardening rate of stored GFB, when using homogenized rice flours.

Conclusions: In general, long rice homogenized flour revealed the greatest capacity to improve the GFB quality. Low-pressure homogenization of long or medium rice flour can be an adequate physical treatment to improve breadmaking properties of rice flours.

Significance and novelty: The study confirms the suitability of low-pressure homogenized LRF and MRF blended with FBF as raw ingredient in GF bread-making without additives.

KEYWORDS

crumb texture, faba bean flour, particle size, porosity, powder blends, proofing

1 | INTRODUCTION

The design of gluten-free breads (GFBs) has been a challenge during the last two decades, and many recipes have been successful mimicking the mechanical functionality of gluten proteins (Espinosa-Ramírez et al., 2018; Renzetti & Rosell, 2016). Then, scientific efforts shifted

to increase the nutritional quality of GFB, often poor in proteins, due to the low protein content of rice and corn flours (Conte et al., 2019; Matos & Rosell, 2014). The inclusion of nutritious GF ingredients such as leguminous flours, known by their richness in proteins, has been one of the most common alternatives to improve the GFB nutritional value (Boukid et al., 2019). There are many

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs License, which permits use and distribution in any medium, provided the original work is properly cited, the use is non-commercial and no modifications or adaptations are made.

© 2021 The Authors. *Cereal Chemistry* published by Wiley Periodicals LLC on behalf of Cereals & Grains Association

examples of using legumes in GFB, without pretending being exhaustive, some present and past examples are the following: 20% corn flour and 80% chickpea flour (Rostamian et al., 2014), 87% rice flour and 13% soybean protein isolate (Marco & Rosell, 2008), 80% rice flour and 20% cannellini bean flour (Boukid et al., 2019), or with 85% rice flour and 15% carob flour (Tsatsaragkou et al., 2012). However, in spite of the efforts, recipes are still based on complex ingredients and additives blends having the hydrocolloids a major role. Because of that, it remains a challenge to obtain GFB that are technologically acceptable, nutritionally well-balance, and meeting the concept of simplicity and green label.

In GF breadmaking, one of the most suitable commodities is rice (*Oryza sativa* L.) flour, but its properties are dependent on the rice's cultivars (long-, medium-, and short-grain rice). It has been reported that rice flour from short grain shows better GFB properties than those from long rice grain flour (LRF) (De la Hera et al., 2013). However, Cornejo and Rosell (2015) indicated that the LRF is recommended in GF breadmaking giving breads with similar characteristics than those from short rice grain flour. Besides to differences on grain origin, divergences might be related to the particle size distribution of rice flours. Han et al. (2012) advised the use of rice flours with particle size lower than 150 μm , but De la Hera et al. (2014) recommended the coarse fraction (132–200 μm) of rice flour. Therefore, previous studies have pointed out the importance of rice flour origin and also the particle size distribution when making GFB.

Although native rice flour does not have the ability to hold the carbon dioxide produced during fermentation and baking, several studies have been performed to physically modify the functional properties of rice flour, to avoid the use of strengthening agents like hydrocolloids. Thermal treatments like the pregelatinization of rice flour modify the rheological and pasting properties of rice flours, leading to GFB with higher specific volume and softer crumb (Bourekoua et al., 2016; Marco & Rosell, 2008), even assisted by microwave radiation (MW-20% and MW-30%) (Villanueva, Harasym, Muñoz, & Ronda., 2019). On the other hand, Cornejo et al. (2014) used germinated brown rice flour to modify the flour functional properties and improve the bioactive compounds content of GFB. Extrusion has been also applied to rice flour, changing the GFB quality that was dependent on the flour fractions used (fine or coarse) (Martínez, Oliete, Román & Gomez, 2014). Boulemkahel et al. (2021) indicated the important contribution of instant controlled pressure drop (DIC) treatment applied to rice flour–faba bean (*Vicia faba*) flour (FBF) formula in the improvement of specific volume and crumb structure of GFB. Furthermore, other

nonthermal treatment recently applied to flours is the low-pressure homogenization (20–80 MPa) treatment that improved the rheological properties (including shear stress versus. shear rate and apparent viscosity versus. shear rate and thixotropy) of rice starch (Li et al., 2019). Likewise, low-pressure homogenization (30 and 50 MPa-3 passes) applied to flours from two different rice varieties (long and medium) reduces the flour particle size and structure and resulted in changes of their physicochemical properties (Boulemkahel et al., 2021), which could be useful for obtaining GFB. In fact, Ozturk and Mert (2018a, 2018b) indicated that pressure-treated corn gluten meal resulted in GFB with improved specific volume and textural properties. Hence, the initial hypothesis is that low-pressure homogenized rice flours could be used as ingredient for making GFB without using food additives.

Therefore, the objective of this study was the design of nutritionally well-balanced GFB based on low-pressure homogenized rice flour supplemented with FBF. For that purpose, blends of rice flours, previously treated at low-pressure homogenization (0 or 30 MPa-3 passes), and FBF were used to make GFB using a basic recipe. FBF was selected because of its high protein content (26%–39%), well-balanced amino acid composition (Yang et al., 2018), and previous reported studies on GFB made with rice flour:FBF in the ratio 2:1 (w:w) (Benatallah et al., 2012; Bourekoua et al., 2016). In addition, to check the impact of the rice type in GFB quality, flours from long and medium rice varieties were used in the study and the quality of the resulting breads evaluated.

2 | MATERIALS AND METHODS

2.1 | Materials

Commercial rice flour from medium grain rice was purchased from local Spanish company (Harinera La Meta. S.A., Lleida, Spain). Long grain rice (cv *Basmati*) was acquired in the local supermarket (Valencia, Spain) and ground in a hammer mill (Fitzmill model, Waterloo, ON, Canada) using an 800- μm screen to obtain flour. The medium rice grain flour (MRF) contained 12.0% moisture and 8.36% protein content, whereas LRF had 10.9% moisture and 9.15% protein content. FBF was obtained after grinding dry, and peeled bean seeds were purchased from Alamir Company (Albehera, Egypt) using a 200- μm screen. FBF was characterized by 11.1% moisture and 32.31% protein content. The gluten-free formula (GFF) used was based on the mixture of rice flour and FBF in the ratio 2:1 (w:w). A fungal alpha amylase from *Aspergillus oryzae* (Fungamyl 2500 SG, Novozymes, 2880 Bagsvaerd,

Denmark) was used to provide fermentable sugars during leavening stage. Compressed baker's yeast and salt were acquired in the local market. All chemicals were of analytical grade.

2.2 | Low-pressure homogenization treatment of rice flours

Suspensions of LRF and MRF with distilled water 1:10 (w:w) were homogenized with a Manton–Gaulin pilot plant homogenizer (model 15M8TBA) at 0 MPa (reference-R) or 30 MPa for three passes (treated-T), as previously reported by Boulemkahel, Betoret, et al. (2021). The homogenized suspensions were then centrifuged at 3500 ×g for 5 min, and the supernatants were removed. The sediments were frozen at −80°C during 24 hr and freeze-dried at a pressure between 65.78 10^{−6} and 13.15 10^{−6} atm during 24 hr. Freeze-dried flours of the reference (R-LRF and R-MRF) and treated (T-LRF and T-MRF) flours were stored in opaque plastic bottles hermetically closed until further characterizations.

2.3 | Chemical composition

The ISO methods (ISO, 2016) were used to determine the moisture, ash, and protein contents of rice and FBF blends in the ratio 2:1 (w:w): moisture (ISO 712), ash (ISO 2171), and proteins (ISO 16634–2, following Dumas combustion method by determining the total nitrogen content). The AACC method (AACCI, 2020) was followed to quantify the flours' fat content. Total carbohydrates content was evaluated by difference. Two replicates were performed for each sample.

The damaged starch content of rice flours was determined by using a commercial Starch Damage assay kit (Megazyme International Ireland Limited., Bray, Co. Wicklow, Ireland) following the AACC method (AACCI, 2020). Each sample was analyzed in duplicate.

2.4 | Particle size distribution

Particle size distribution of the blends of rice flour:FBF at the ratio 2:1 (w:w) was analyzed by using Malvern Mastersizer equipment (Mastersizer Scirocco 2000; Malvern Instruments Ltd., Worcestershire, U.K.). The laser diffraction technique was used, and the particle size distribution obtained was expressed by volume (Boulemkahel, Betoret, et al., 2021). The parameters recorded were volume-weighted mean diameter (D (4,3))

(Equation 1), d (0.9), d (0.5), and d (0.1), which denote 90%, 50%, and 10% of the volume that is smaller than the size indicated, respectively, as well as the span value (Equation 2). The measurement was done in three replicates for each sample.

$$D(4,3) = \sum d_i \cdot V_i / \sum V_i \quad (1)$$

$$\text{Span} = d(0.9) - d(0.1) / d(0.5) \quad (2)$$

2.5 | Water binding capacity

The water binding capacity (WBC) of the flour blends was measured according to the method reported by Espinosa-Ramírez et al. (2018). WBC was determined by adding flour (1.000 ± 0.005 g) to distilled water (10 ml), and then the resulting mixture was centrifuged at 2.000 ×g for 10 min. WBC results were expressed as grams of water retained per gram of dry sample. Five replicates were carried out for each sample.

2.6 | Breadmaking process

A recipe based on rice flour:FBF in the ratio 2:1 (w:w), reported by Benatallah et al. (2012) and Bourekoua et al. (2016), was used, to obtain protein-enriched GFB. Rice flours used in the blends comprised the following: native flours from long (LRF) and medium (MRF) rice varieties, reference flours (R-LRF and R-MRF), and low-pressure homogenized flours (T-LRF and T-MRF). GFB recipe, based on 100-g flours blend, contained fungal alpha amylase (0.001 g), salt (1.5 g), compressed yeast (2 g), and the amount of water calculated with the WBC. Batters were prepared by mixing the solids with the slurry of water and yeast for 6 min at 500 rpm using a mixer (IKA EUROSTAR 40 digital, Model: Euro-ST 40 DS000, Germany). The resulting batter was poured (50 g) into silicon molds (9 cm × 4.7 cm × 4 cm, length × width × height). Proofing took place in a cabinet (Salva Industrial S.A., Lezo, Spain) at 35°C and 85% relative humidity (RH) during the time required to reach 75% of the maximum volume. Preliminary experiments were carried out to assess the maximum batter volume reached during fermentation. Baking was carried out in a convection oven (FM RxB-606 Smart, Córdoba, Spain) at 185°C, 85% RH for 18 min, and then GFB were cooled down at room temperature for 55 min before any further analysis. For staling studies, breads were put into polyethylene bags and stored for 1, 2, and 4 days at 25°C. Two independent trials were carried out for each sample.

TABLE 1 Proximate composition (D.W.) of flour blends and damaged starch content of rice flours

	LRF			MRF			p value	
	LRF:FBF	R-LRF:FBF	T-LRF:FBF	MRF:FBF	R-MRF:FBF	T-MRF:FBF	Variety	Treatment
Moisture (%)	10.95 ± 0.02 b	6.31 ± 0.02 d	6.24 ± 0.08 d	11.36 ± 0.01 a	7.64 ± 0.08 c	7.75 ± 0.07 c	0.0000	0.7516
Proteins (%)	16.87 ± 0.14 a	16.85 ± 0.02 a	16.45 ± 0.07 b	16.34 ± 0.07 bc	16.08 ± 0.03 c	16.38 ± 0.07 bc	0.0005	0.2521
Fat (%)	1.159 ± 0.002 a	0.948 ± 0.001 c	0.976 ± 0.008 b	0.915 ± 0.005 d	0.821 ± 0.007 e	0.84 ± 0.01 e	0.0000	0.0085
Minerals (%)	1.336 ± 0.001 a	1.1432 ± 0.0004 c	1.098 ± 0.002 d	1.166 ± 0.001 b	1.079 ± 0.002 e	1.0862 ± 0.0003 e	0.0000	0.0001
Carbohydrates (%)	80.63 ± 0.14 d	81.05 ± 0.03 c	81.47 ± 0.06 b	81.56 ± 0.07 b	82.01 ± 0.04 a	81.68 ± 0.06 b	0.0001	0.2722
Damaged starch (%)	5.51 ± 0.16 c	5.46 ± 0.14 c	6.65 ± 0.26 b	5.56 ± 0.09 c	5.47 ± 0.01 c	7.45 ± 0.27 a	0.1217	0.0008

Note: Values with different letters in the same row are significantly different ($p < .05$). Native (LRF and MRF), reference (R-LRF and R-MRF), and treated (T-LRF and T-MRF) rice flours from both varieties were used. Abbreviations: FBF, faba bean flour; LRF, long rice flour; MRF, medium rice flour.

2.7 | pH measurement and proofing kinetics of GFB batters

The pH of the GFB batters before and after proofing was measured using a penetration pH meter (Crison Instruments, S.A., Alella, Barcelona, Spain).

Proofing kinetics of GFB batters were recorded during 150 min using a graduated cylinder (10 ml), containing 1-g batter that was placed into the proofing cabinet (Salva Industrial S.A., Lezo, Spain) at 35°C and 85% RH. Four replications were performed for each sample.

2.8 | Characterization of fresh and stored GFBs

Baking weight loss was determined by difference between the weight of the batters before baking and fresh breads. Bread moisture content was calculated based on the AACC method (AACCI, 2020) in two successive steps. These measurements were performed in three breads from each batch.

Texture profile analysis (TPA) of the bread crumbs was carried out using a Texture Analyzer TA-XT plus (Stable Micro Systems, UK) equipped with a 5-kg load cell. Two central slices of 10-mm thickness were used. A double compression test was applied up to 50% strain (penetration of its original height) at a cross head speed of 1 mm/s and 30-s gap between compressions, using a 25-mm aluminum cylindrical probe (probe P/25). The texture parameters recorded were hardness (g), cohesiveness, chewiness (g) resilience, and springiness. Texture expert software was used to obtain the data, and the values were the mean of six measurements.

The GFB crumb color was performed using a Colorimeter CR-400, Konica Minolta (New Jersey, USA) after standardization with a white calibration plate ($L^* = 96.9$; $a^* = -0.04$; $b^* = 1.84$). Color was determined using CIE- $L^*a^*b^*$ scale, in which L^* indicates lightness, a^* indicates hue on a green (–) to red (+) axis, and b^* indicates hue on a blue (–) to yellow (+) axis. Total color difference (ΔE^*) was calculated following Equation (3).

$$\Delta E^* = \left((L_r^* - L_i^*)^2 + (a_r^* - a_i^*)^2 + (b_r^* - b_i^*)^2 \right)^{1/2} \quad (3)$$

where L_r^* , a_r^* , and b_r^* indicated the color parameters of GFB based on native rice flours (LRF:FBF and MRF:FBF) and L_i^* , a_i^* , and b_i^* indicated the color parameters of GFB containing the reference (R-LRF:FBF and R-MRF:FBF) or treated (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) rice flours. Six replicates were averaged for each bread sample.

High resolution images (600 ppi) of GFB slices were captured using a scanner (EPSON Perfection V600 Photo,

J252A, Indonesia), and Image J software (Image J 1.52p, National Institutes of Health, USA) was used to evaluate the morphological parameters including 2-D slice area and width/height ratio. Likewise, parameters measured to analyze crumb microstructure were the following: cell/cm², mean cell area, porosity, and circularity. Six replicates were made for each sample.

For staling analysis, the moisture content of the stored GFB was measured as indicated above (AACCI, 2020), and the hardening rate was calculated as the slope (straight line regression) obtained in a hardness-time plot. Four replicates were carried out for each sample.

2.9 | Statistical analysis

The experimental values were expressed as means \pm standard deviation. To determine the significant differences of the results, an analysis of variance test was carried out (ANOVA and Multifactor ANOVA) with confidence level of 95% ($p < .05$) using Statgraphics Centurion XVII software (Bitstream, Cambridge, N). To evaluate the impact of treatment, experimental data from native rice flours were excluded.

3 | RESULTS AND DISCUSSION

3.1 | Proximate composition of flour blends and damaged starch content of rice flours

The chemical composition of the flours' blends, based on the native, reference (0 MPa), and low-pressure homogenized (30 MPa-3 passes) LRF and MRF blended with FBF (2:1), is shown in Table 1. The statistical analysis of multiple factors (MANOVA) was applied to identify if the significant effect was due to either the rice flour variety or the treatment. The variety of the rice flours significantly ($p < .05$) affected the proximate composition of the blends. The low-pressure homogenization treatment significantly ($p < .05$) affected the fat and mineral contents of blends. Flour blends containing reference (R-LRF:FBF and R-MRF:FBF) and treated rice flours (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) showed lower moisture, fat, and mineral contents than the blends containing the native rice flours (LRF:FBF and MRF:FBF). This reduction might be due to the partial solubilization of constituents in the slurries prepared for the homogenization treatment and their further removal in the supernatants. Considering the treatment, differences in composition were only observed on the blends containing LRF that after treatment had lower protein and mineral contents than the blends containing

the reference, which could be attributed to the protein and mineral lost under the action of pressure and shear stresses during the homogenization pressure process. In opposite, fat and carbohydrate contents increased after homogenization pressure treatment.

The treatment significantly ($P < 0.05$) increased the amount of damage starch in both rice varieties, particularly in T-MRF (Table 1). An increase in the damage starch was expected due to the pressure and the shear stress on starch granules during the low-pressure homogenization that led to structure alteration and the fragmentation of rice flours into smaller particles (Boulemkahel, Betoret, et al., 2021). Similar results have been observed when applying high-pressure homogenization to cassava or corn starches (Che et al., 2007; Wang et al., 2008).

3.2 | Effect of low-pressure homogenization on particle size distribution of blends

The particle size distribution of the blends, containing native, reference, and low-pressure homogenized LRF and MRF, is shown in Figure 1. Blends containing untreated rice flours (R-LRF:FBF and R-MRF:FBF), namely, those subjected to 0-MPa pressure and considered as reference, exhibited similar particle size distribution than the blends containing native rice flours (LRF:FBF and MRF:FBF), particularly in the case of MRF:FBF. Their particle size distribution showed almost a monomodal distribution with a main peak ranged from 400 to 550 μm for LRF:FBF blends and at around 200 μm for MRF:FBF blends. In both blends with LRF and MRF, a small shoulder was observed indicating a fraction of flour with particle size lower than 100 μm . Conversely, blends containing treated rice flours (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) showed a significant shift to lower particle size distribution. The low-pressure homogenization treatment applied to LRF and MRF, which were the basic ingredients used in the GF formulations, reduced effectively the particle size distribution of rice flours (Boulemkahel, Betoret, et al., 2021). The blends containing treated rice flours (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) contained two main fractions according to their particle size distribution. In the T-LRF:FBF blend, the major peak was centered at 6.6 μm , and the minor peak around 80 μm , whereas in T-MRF:FBF blend, both peaks showed similar volume, and they were located at around 20 and 160 μm , respectively.

Differences observed in the particle size distribution parameters (Table S1) confirmed the significant ($p < .05$) impact of the treatment, whereas rice flour variety only

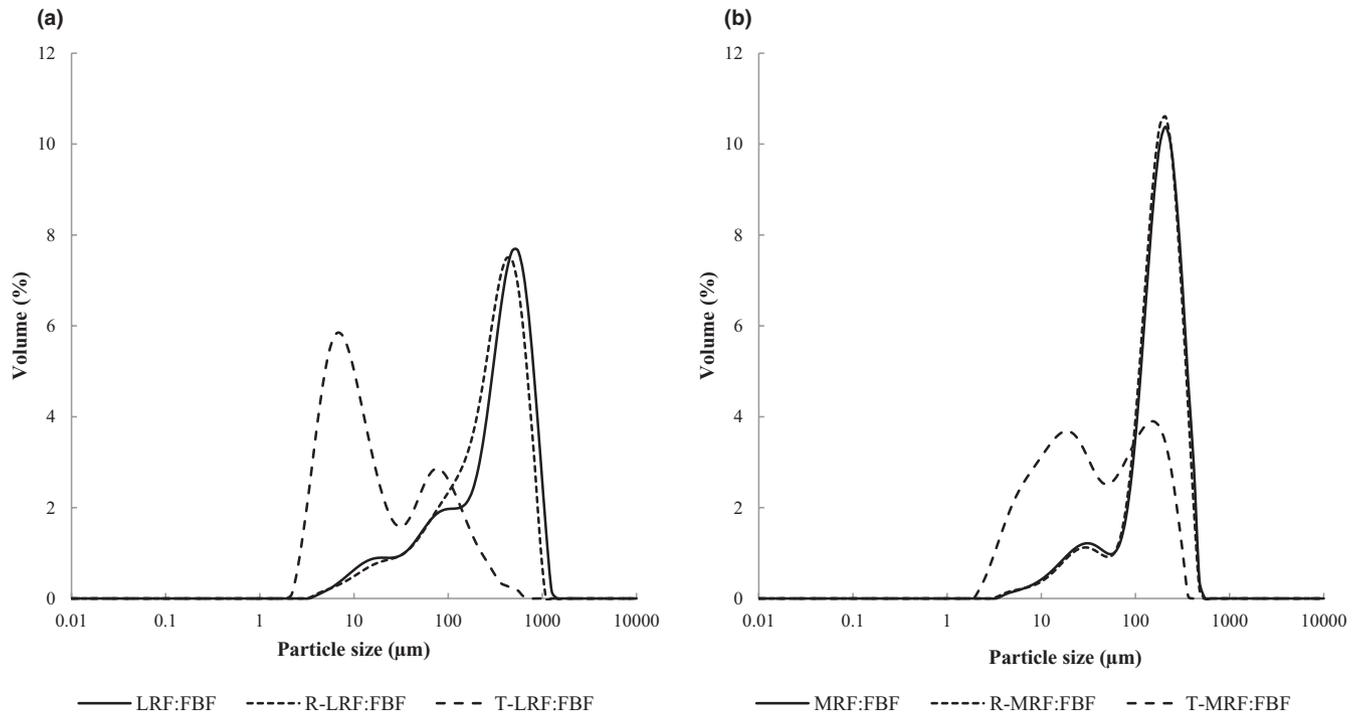


FIGURE 1 Impact of low-pressure homogenization applied to rice flours on the particle size distribution of flours blends composed of rice flour:faba bean flour (FBF) (2:1, w:w). (a) Long rice flour (LRF) blended with FBF and (b) medium rice grain flour (MRF) blended with FBF. Notation: Native rice flour from long (LRF) and medium (MRF) rice varieties, reference (R-LRF and R-MRF), and treated (T-LRF and T-MRF) rice flours were blended with FBF

affected significantly ($p < .05$) span values. The blend containing the reference flour from long rice (R-LRF:FBF) had significantly lower particle size parameters values than their counterpart containing native rice flour (LRF:FBF). The different performance of blend containing R-LRF compared with that of R-MRF might be due to the higher susceptibility of long grain flour to breakage when subjected to physical stress (Buggenhout et al., 2013).

3.3 | Effect of low-pressure homogenization of rice flour on the breadmaking performance of rice and faba bean blends

WBC was determined for each blend and used as the amount of water needed for breadmaking (Table 2). According to Espinosa-Ramírez et al. (2018), this parameter is an appropriate indicator to optimize the water amount required to hydrate the ingredients in GF recipes. Significant differences ($p < .05$) were found in the WBC of the blends due to the rice flour variety and the low-pressure homogenization treatment. The WBC values in MRF:FBF blends were higher than those of LRF:FBF blends. De la Hera et al. (2013) found a negative correlation between WBC and protein content, but in the present study, minor differences were observed

in protein content. Low-pressure homogenization decreased the WBC values of MRF:FBF blends but did not change that of LRF:FBF blends. This WBC decrease of T-MRF:FBF blend might be explained by the great changes in MRF properties compared with that of the LRF, as previously mentioned (Boulemkahel, Betoret, et al., 2021). That effect was related with the particle size distribution, because the WBC was positively correlated ($r > .97$) with the particle size parameters (D (4,3), d (0.1), d (0.5), and d (0.9)) and negatively with the span ($r = -.96$), thus the more heterogeneous particle size distribution, the greater water absorption.

The statistical analysis indicated significant ($p < .05$) difference in pH values before proofing due to rice variety, in which the batters of LRF:FBF blends showed higher pH values than those from MRF:FBF blends (Table 2). However, neither rice variety or treatment significantly affected the pH after fermentation.

The proofing plots (Figure 2) showed higher volumes for LRF:FBF blends (Figure 2a) than for MRF:FBF blends (Figure 2b). In the case of batters containing treated rice flour (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF), batter expansion elapsed 10 min but 20 min in the blends containing native (LRF:FBF and MRF:FBF) or reference (R-LRF:FBF and R-MRF:FBF) rice flour. This increase in the batter volumes was associated to the rice-treated flours, presumably to their high-damaged starch content previously

TABLE 2 WBC of flour blends, batters pH before and after proofing, proofing time, and baking weight loss of breads

	LRF			MRF			p value	
	LRF:FBF	R-LRF:FBF	T-LRF:FBF	MRF:FBF	R-MRF:FBF	T-MRF:FBF	Variety	Treatment
WBC (g/g)	1.35 ± 0.05 b	1.33 ± 0.07 b	1.30 ± 0.09 b	1.55 ± 0.03 a	1.57 ± 0.12 a	1.34 ± 0.08 b	0.0102	0.0257
pH before proofing	5.99 ± 0.04 a	5.93 ± 0.01 ab	5.98 ± 0.08 a	5.79 ± 0.01 cd	5.76 ± 0.04 d	5.87 ± 0.01 bc	0.0059	0.0549
pH after proofing	5.41 ± 0.10 ab	5.34 ± 0.04 ab	5.55 ± 0.15 a	5.29 ± 0.08 b	5.36 ± 0.07 ab	5.49 ± 0.15 ab	0.7966	0.0749
proofing time (min)	80 ± 0 a	80 ± 0 a	70 ± 0 b	80 ± 0 a	80 ± 0 a	65 ± 0 b	0.3739	0.0074
Baking weight loss (g/100 g)	27.42 ± 1.54 a	26.94 ± 1.51 a	25.24 ± 1.42 b	27.44 ± 1.54 a	26.76 ± 1.51 a	23.84 ± 1.34 c	0.0588	0.0000

Note: Values with different letters in the same row are significantly different ($p < .05$). Native (LRF and MRF), reference (R-LRF and R-MRF), and treated (T-LRF and T-MRF) rice flours were used. Abbreviations: FBF, faba bean flour; LRF, long rice flour; MRF, medium rice flour; WBC, water binding capacity.

described. Likewise, this initial volume increase might be related to inner change in the starch structure of the treated rice flours, because low-pressure homogenization led to partial gelatinization (Boulemkahel, Betoret, et al., 2021). Martínez et al. (2014) reported that gelatinization during flours extrusion favors the interaction with water and other ingredients, improving the batters' volume during fermentation. In addition, T-LRF:FBF and T-MRF:FBF batters reached the maximum volume after 130 and 120 min, respectively. Barely differences were observed in the proofing kinetics of the batters containing the native or reference rice flours; therefore, no changes were produced in the slurry during processing and drying. In consequence, the proofing time was adapted to each blend based on the time to reach 75% of their maximum batter volume (Table 2). The GF batters containing treated rice flours (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) had short fermentations time than the batters containing native (LRF:FBF and MRF:FBF) or reference (R-LRF:FBF and R-MRF:FBF) rice flours. This reduction might be due to the high-damaged starch content of treated rice flours that is ready for being hydrolyzed, providing fermentable sugars to the baker's yeast used.

Statistical analysis indicated significant ($p < .05$) differences in the baking weight loss of GFB due to the low-pressure homogenization treatment (Table 2). Results indicated that batters containing treated rice flours (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) showed higher baking loss and that was independent on the amount of water used in the recipe.

3.4 | Effect of low-pressure homogenization on GFBs characteristics

The effect of low-pressure homogenization treatment on the quality characteristics of GFB can be seen in Table 3. The impact of the low-pressure treatment is clearly noticeable in the cross-section of GFB slices (Figure 3). Crumbs from GFB containing treated rice flours (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) (Figure 3a,b) showed even and continuous structures without internal holes, confirming that low-pressure could be a physical alternative for improving breadmaking features of rice flours, independently on the type of rice variety.

The rice flour variety and the low-pressure homogenization treatment affected significantly ($p < .05$) the moisture content of GFB. That results could not be explained with the different amount of water added in each formulation, because no correlation was observed between the moisture content of the breads and the WBC of the blends, neither with particle size distribution of the blends.

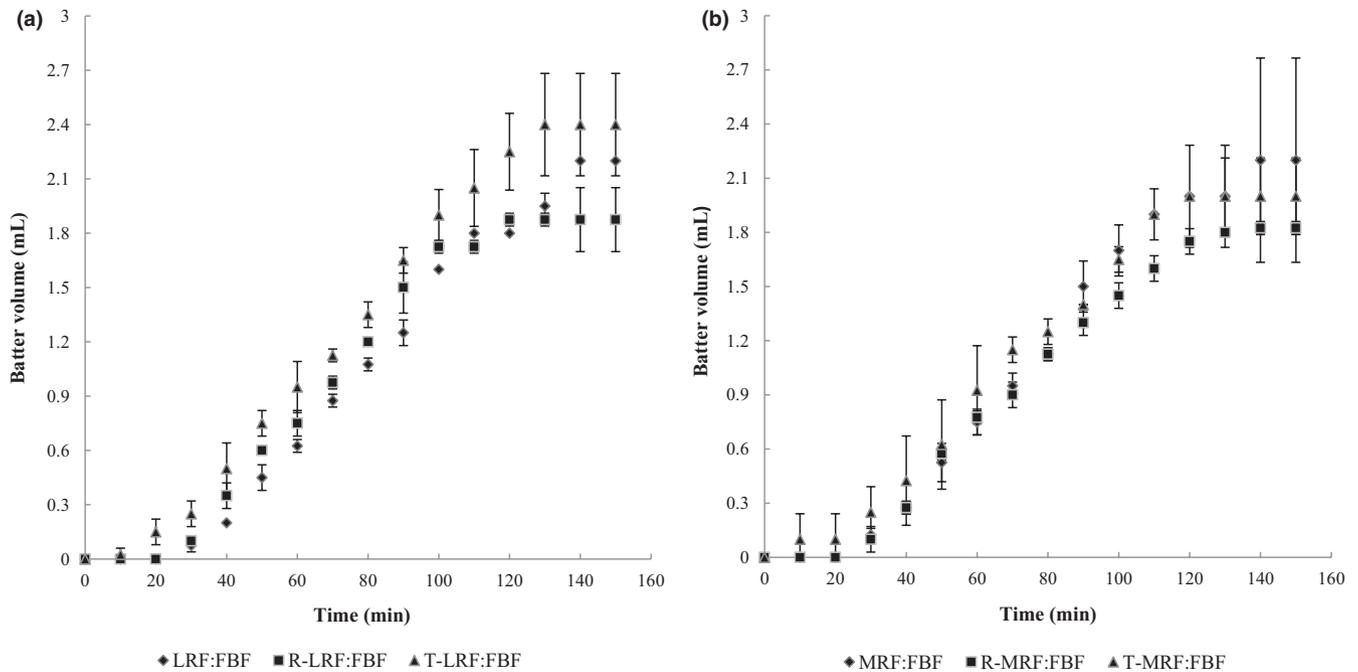


FIGURE 2 Proofing kinetic of gluten-free bread batters based on flour blends obtained from long (a) and medium (b) rice grain flour blended with faba bean flour (FBF). Native rice flours from long (LRF) and medium (MRF) varieties, besides reference (R-LRF and R-MRF) and treated (T-LRF and T-MRF) rice flours, were blended with FBF

Color of the crumb is rather variable in GFB, depending on the ingredients (Matos & Rosell, 2014). The color parameters, a^* , b^* , and ΔE^* , were significantly ($p < .05$) affected by the rice flour variety and the low-pressure homogenization treatment, with the exception of L^* (lightness) that was only significantly affected by rice variety (Table 3). Concerning the lightness, the GFB made from blends containing MRF had higher values than those based on LRF. Negative correlation was found between the GFB L^* and the particle size distribution parameters of flour blends ($D(4,3)$ and $d(0.9)$). Regarding a^* parameter, all GFB showed negative values indicating hue on the green axis, and the higher values were registered by the GFB made from LRF:FBF blends. The low-pressure homogenization treatment decreased significantly the a^* values in both GFB (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF). Positive values for b^* parameter (yellow hue) were displayed in all GFB, and values were higher for breads from MRF. The low-pressure homogenization led to breads with significantly ($p < .05$) lower b^* values, likely due to the characteristics of the treated rice flour. Globally, the low-pressure homogenization treatment increased significantly the total color difference (ΔE^*) of the GFB crumbs, particularly in those breads made from T-LRF:FBF blend.

The 2-D slice area, related to bread volume, was significantly affected by the rice flour treatment in GFB from T-LRF:FBF; and no significant differences were observed in the 2-D area of breads from T-MRF:FBF, but they showed significantly better shape, that is, lower width/height

ratio. Concerning the rice variety, GFB from blends containing LRF showed higher 2-D area than those made of MRF (Table 3).

The low-pressure homogenization treatment applied to LRF and MRF affected significantly ($p < .05$) the hardness, cohesiveness, chewiness, and resilience of GFB crumbs (Table 3). The rice flour variety also affected significantly all the texture parameters with exception of cohesiveness. Hardness of GFB from LRF:FBF was lower than that of MRF:FBF, but they have higher chewiness. The GFB from blends containing reference rice flour were harder than the controls (breads containing native rice flours in the blends), likely due to the losses produced when making the slurry and removing the water-soluble compounds. Anyway, the cross-section of the slices (Figure 2) indicates that the removal of those compounds improved the crumb structure, particularly in the case of LRF:FBF (Figure 2a). Nonetheless, GFB containing treated rice flour (T-LRF:FBF and T-MRF:FBF) had softer and more cohesive crumbs than their corresponding counterparts (R-LRF:FBF and R-MRF:FBF). Similar trend was observed by Ozturk and Mert (2018a, 2018b), when using pressure treated corn gluten meal (500 and 125 MPa) in GF breadmaking. Authors explained that behavior based on the structural modifications induced by pressure treatment, like bonds rupture and hydrophobic amino acids separation, which favor starch-protein interactions in the dough (Ozturk & Mert, 2018a). In addition, according to Ozturk and Mert (2018b), the low hardness and the high

TABLE 3 Impact of low-pressure homogenization applied to rice flours on the quality characteristics of gluten-free breads obtained from rice and FBF blends

	LRF			MRF			p value	
	LRF:FBF	R-LRF:FBF	T-LRF:FBF	MRF:FBF	R-MRF:FBF	T-MRF:FBF	Variety	Treatment
Moisture content (g/100 g)	46.75 ± 0.82 b	43.29 ± 0.75 c	46.50 ± 0.72 b	48.61 ± 0.73 a	46.51 ± 0.61 b	46.95 ± 1.27 b	0.00007	0.0007
Crumb color parameters								
L^*	60.50 ± 2.70 c	63.32 ± 3.49 b	65.16 ± 3.57 b	69.79 ± 1.63 a	70.44 ± 1.64 a	70.04 ± 3.50 a	0.0000	0.4635
a^*	-2.10 ± 0.23 ab	-1.85 ± 0.72 a	-2.35 ± 0.39 bc	-2.66 ± 0.30 cd	-2.81 ± 0.13 de	-3.02 ± 0.28 e	0.0000	0.0073
b^*	15.67 ± 1.10 b	16.19 ± 0.78 b	14.21 ± 1.28 c	18.16 ± 0.76 a	17.52 ± 0.73 a	16.32 ± 0.46 b	0.0000	0.0000
ΔE^*	—	3.49 ± 0.87 b	5.75 ± 0.91 a	—	1.76 ± 0.52 c	3.33 ± 0.91 b	0.0000	0.0000
Slice morphological								
2-D slice area (cm ²)	8.74 ± 0.30 b	8.65 ± 0.53 b	9.37 ± 0.19 a	7.93 ± 0.18 c	8.16 ± 0.37 c	8.14 ± 0.43 c	0.0001	0.0416
Width/height ratio	1.37 ± 0.07 c	1.50 ± 0.11 b	1.37 ± 0.07 c	1.60 ± 0.07 a	1.62 ± 0.07 a	1.47 ± 0.09 b	0.0037	0.0005
Texture parameters								
Hardness (g)	134 ± 15 d	281 ± 59 c	168 ± 17 d	445 ± 69 b	766 ± 123 a	320 ± 47 c	0.0000	0.0000
Springiness	0.966 ± 0.034 bc	0.982 ± 0.016 ab	0.993 ± 0.008 a	0.951 ± 0.030 c	0.982 ± 0.014 ab	0.968 ± 0.011 bc	0.0263	0.9736
Cohesiveness	0.627 ± 0.057 c	0.681 ± 0.043 b	0.833 ± 0.025 a	0.640 ± 0.047 c	0.680 ± 0.043 b	0.795 ± 0.037 a	0.1253	0.0000
Chewiness (g s)	101 ± 49 d	191 ± 53 c	138 ± 16 d	282 ± 50 b	485 ± 72 a	247 ± 46 b	0.0000	0.0000
Resilience	0.328 ± 0.031 d	0.347 ± 0.012 bc	0.438 ± 0.013 a	0.324 ± 0.031 d	0.330 ± 0.007 cd	0.365 ± 0.015 b	0.0000	0.0000
Crumb microstructure								
Cell/cm ²	n.d.*	n.d.	21 ± 2 a	16 ± 2 b	13 ± 2 c	14 ± 1 bc		
Mean cell area (cm ²)	n.d.*	n.d.	1.24 ± 0.21 b	1.69 ± 0.25 ab	1.82 ± 0.74 ab	1.97 ± 0.64 a		
Porosity (%)	n.d.*	n.d.	26.1 ± 3.1	26.0 ± 1.9	23.7 ± 9.9	26.7 ± 7.3		
Circularity	n.d.*	n.d.	0.54 ± 0.02 a	0.46 ± 0.03 b	0.48 ± 0.05 b	0.48 ± 0.03 b		
Hardening rate (g/day)	30 ± 12 ab	112 ± 39 b	107 ± 9 b	130 ± 38 b	286 ± 24 a	323 ± 26 a	0.0003	0.4945

Note: Values with different letters in the same row are significantly different ($p < .05$). Native rice flour from long (LRF) and medium (MRF) varieties, besides reference (R-LRF and R-MRF) and treated (T-LRF and T-MRF) rice flours were blended with bean flour (FBF).

Abbreviations: FBF, faba bean flour; LRF, long rice flour; MRF, medium rice flour; n.d.*, no detected; ΔE^* , total color difference.

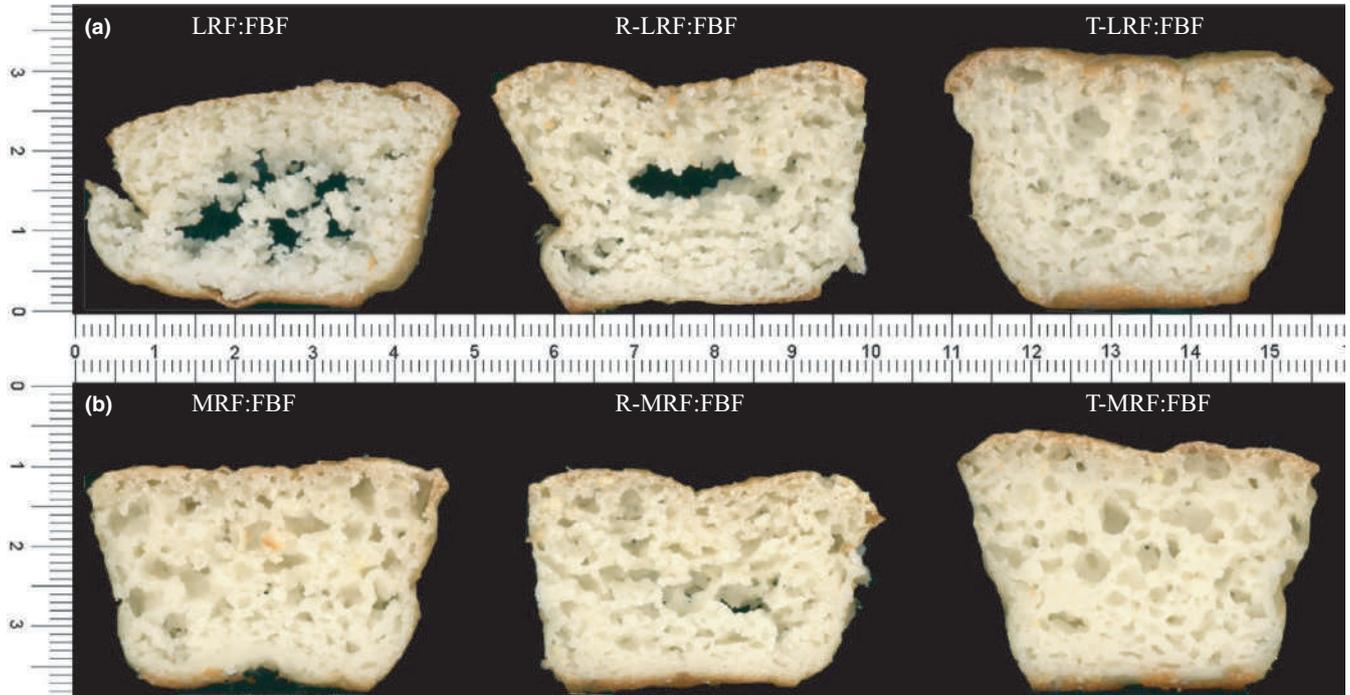


FIGURE 3 Cross-section of central gluten-free bread slices obtained with different flour blends from long (a) and medium (b) rice grains, besides reference (R-LRF and R-MRF) and treated (T-LRF and T-MRF) rice flours, that were blended with faba bean flour (FBF)

cohesiveness, which are desired properties in GFB, might be related to the reduction of particle size distribution caused by the pressure treatment, which generated the uniform structure of the samples. Similarly, Boulemkahel, Betoret, et al. (2021) observed that rice flour treatment at lower pressures (30 or 50 MPa) was sufficient to induce particle size reduction of LRF or MRF and simultaneously changes in structure, physicochemical, and functional properties.

The absence of significant effect on the springiness of the crumbs due to the low-pressure treatment, or even the increase observed in the GFB made with T-LRF:FBF compared with LRF:FBF, was desirable, because this parameter is related to elastic and aerated structure in fresh breads (Matos & Rosell, 2012). Similarly, the higher cohesiveness observed in GFB from treated rice flour indicated a more integrated crumb structure, which also showed higher ability to recover after compression (higher resilience values).

The image analysis of bread crumbs allowed quantifying the parameters indicative of their morphological structure (Table 3). Based on the GFB images presented in Figure 3, it was possible to confirm the improvement in crumb structure of GFB when using low-pressure homogenized rice flours. As can be seen, GFB prepared from blends containing long rice flour, either native (LRF:FBF) or untreated (reference) (R-LRF:FBF), had a crumbly structure with a big central hole, which does not allow to

quantify the alveoli, which disappeared when using treated rice flour (T-LRF:FBF). Schober et al. (2008) reported that homogenization increase proteins solubilization, which stabilizes the gas cells in the dough structure. Changes in the crumb structure of GFB containing rice flour from medium grains (MRF) were less noticeable, and no significant differences were observed in their microstructure.

Staling of GFB was assessed by recording changes in their moisture content and crumb hardness during storage. No significant differences were found on the moisture content of the stored GFB obtained from the different blends (results not shown). Concerning the hardening rate (Table 3), it was only significantly affected ($p < .05$) by the rice flour variety, being higher in breads containing MRF. It should be stressed that, in the last storage day (Day 4), some microbial colonies were observed in the GFB made with LRF:FBF and MRF:FBF or R-LRF:FBF and R-MRF:FBF blends, but no colonies were observed in breads from T-LRF:FBF or T-MRF:FBF blends. In spite of the similar moisture content of the breads, probably there is lower water availability in GFB made from treated rice flours, which limited microbial growth in those breads.

4 | CONCLUSIONS

Blends of rice flour:FBF (2:1) were used to make GFB without using additives. Rice flours from long or medium rice

varieties were subjected to low-pressure homogenization and used as main ingredient in the gluten-free blends. Low-pressure homogenization applied to rice flours decreased effectively the particle size distribution of flours blends. In addition, low-pressure homogenization increased damage starch content of rice flours, which might be responsible of the higher volume reached during batters fermentation. Blends containing treated rice flours allowed obtaining GFB with better shape and a more open and even crumb structure, acting as a structuring agent. That was also supported with texture results, given their increase in cohesiveness and resilience and decrease in crumb hardness. No significant impact of the treatment was observed on the hardening rate during storage, but GFB made with low-pressure treated rice flours did not showed microbial growth at the moment their reference counterparts did. In general, blends containing T-LRF led to better GFB quality. Low-pressure homogenization of long or medium rice flour can be an adequate physical treatment to improve breadmaking properties of rice flours.

CONFLICT OF INTEREST

The authors declare that they have no conflict of interest.

AUTHOR CONTRIBUTIONS

CRedit authors statement: Souad Boulemkahel: Data curation and Formal analysis, Investigation and Methodology, Roles/Writing - original draft Raquel Garzón: Methodology, Supervision, Writing - review & editing Leila Benatallah: Funding acquisition, Writing - review & editing Cristina M. Rosell: Conceptualization, Funding acquisition, Methodology, Supervision, Writing - review & editing.

ORCID

Cristina M. Rosell  <https://orcid.org/0000-0001-7197-5874>

REFERENCES

- AACCI (2020) Approved methods of the American Association of Cereal Chemists International (AACCI). Methods 30-10.01, 1995; 44-15.02, 1999; and 76-31.01, 2020. 11th ed. St. Paul, Minnesota, USA.
- Benatallah, L., Zidoune, M. N., & Michon, C. (2012). Optimization of HPMC and water addition for a gluten-free formula with rice and field bean based on rheological properties of doughs. *International Review of Chemical Engineering*, 4, 474–481.
- Boukid, F., Vittadini, E., Lusuardi, F., Ganinoa, T., Carini, E., Morreale, F., & Pellegrini, N. (2019). Does cell wall integrity in legumes flours modulate physicochemical quality and in vitro starch hydrolysis of gluten-free bread? *Journal of Functional Foods*, 59, 110–118. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2019.05.034>
- Boulemkahel, S., Benatallah, L., Besombes, C., Allaf, K., & Zidoune, M. N. (2021). Impact of instant controlled pressure drop (DIC) treatment on the technological quality of gluten-free bread based on rice-field bean formula using design of experiments. *African Journal of Food Science*, 15(3), 121–130. <https://doi.org/10.5897/AJFS2020.2073>
- Boulemkahel, S., Betoret, E., Benatallah, L., & Rosell, C. M. (2021). Effect of low-pressure homogenization on the physicochemical and functional properties of rice flour. *Food Hydrocolloids*, 112, 106373. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106373>
- Bourekoua, H., Benatallah, L., Zidoune, M. N., & Rosell, C. M. (2016). Developing gluten free bakery improvers by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT - Food Science and Technology*, 73, 342–350. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.06.032>
- Buggenhout, J., Brijs, K., Celus, I., & Delcour, J. A. (2013). The breakage susceptibility of raw and parboiled rice: A review. *Journal of Food Engineering*, 117(3), 304–315. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.03.009>
- Che, L., Li, D., Wang, L., Özkan, N., Chen, X. D., & Mao, Z. (2007). Effect of high-pressure homogenization on the structure of cassava starch. *International Journal of Food Properties*, 10(4), 911–922. <https://doi.org/10.1080/10942910701223315>
- Conte, P., Fadda, C., Drabinska, N., & Krupa-Kozak, U. (2019). Technological and nutritional challenges, and novelty in gluten-free breadmaking: A review. *Polish Journal of Food and Nutrition Science*, 69, 5–21. <https://doi.org/10.31883/pjfn-2019-0005>
- Cornejo, F., Caceres, P. J., Martínez-Villaluenga, C., Rosell, C. M., & Frias, J. (2014). Effects of germination on the nutritive value and bioactive compounds of brown rice breads. *Food Chemistry*, 173, 298–304. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.10.037>
- Cornejo, F., & Rosell, C. M. (2015). Physicochemical properties of long rice grain varieties in relation to gluten free bread quality. *LWT- Food Science and Technology*, 62, 1203–1210. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.01.050>
- De La Hera, E., Gomez, M., & Rosell, C. M. (2013). Particle size distribution of rice flour affecting the starch enzymatic hydrolysis and hydration properties. *Carbohydrate Polymers*, 98(1), 421–427. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.06.002>
- De La Hera, E., Rosell, C. M., & Gomez, M. (2014). Effect of water content and flour particle size on gluten-free bread quality and digestibility. *Food Chemistry*, 151, 526–531. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.11.115>
- Espinosa-Ramírez, J., Garzon, R., Serna-Saldivar, S. O., & Rosell, C. M. (2018). Functional and nutritional replacement of gluten in gluten-free yeast-leavened breads by using β -conglycinin concentrate extracted from soybean flour. *Food Hydrocolloids*, 84, 353–360.
- Han, H. M., Cho, J. H., Kang, H. W., & Koh, B. K. (2012). Rice varieties in relation to rice bread quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92, 1462–1467. <https://doi.org/10.1002/jsfa.4727>
- ISO. (2016). Method 712: Cereals and cereal products. Determination of moisture content. Method 2171: Cereals, pulses and by-products. Determination of ash yield by incineration. Method 16634-2: Food products-Determination of the total nitrogen content by combustion and the calculation of the crude protein content of cereals, pulses and milled cereal products.
- Li, M., Dai, M., Huang, Y., Jin, R., & Shang, D. (2019). Effects of high pressure homogenization on rheological properties of

- rice starch. *CyTA - Journal of Food*, 17(1), 716–723. <https://doi.org/10.1080/19476337.2019.1642386>
- Marco, C., & Rosell, C. M. (2008). Breadmaking performance of protein enriched, gluten-free breads. *European Food Research and Technology*, 227, 1205–1213. <https://doi.org/10.1007/s00217-008-0838-6>
- Martínez, M. M., Oliete, B., Román, L., & Gómez, M. (2014). Influence of the addition of extruded flours on rice bread quality. *Journal of Food Quality*, 37, 83–94. <https://doi.org/10.1111/jfq.12071>
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2012). Relationship between instrumental parameters and sensory characteristics in gluten free breads. *European Food Research and Technology*, 235, 107–117. <https://doi.org/10.1007/s00217-012-1736-5>
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2014). A review: Understanding gluten free dough for reaching breads with physical quality and nutritional balance. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 95, 653–661.
- Ozturk, O. K., & Mert, B. (2018a). The use of microfluidization for the production of xanthan and citrus fiber-based gluten-free corn breads. *LWT - Food Science and Technology*, 96, 34–41. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.05.025>
- Ozturk, O. K., & Mert, B. (2018b). The effects of microfluidization on rheological and textural properties of gluten-free corn breads. *Food Research International*, 105, 782–792. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.12.008>
- Renzetti, S., & Rosell, C. M. (2016). Role of enzymes in improving the functionality of proteins in non-wheat dough systems. *Journal of Cereal Science*, 67, 35–45. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2015.09.008>
- Rostamian, M., Milani, J. M., & Maleki, G. (2014). Physical properties of gluten-free bread made of corn and chickpea flour. *International Journal of Food Engineering*, 10, 467–472. <https://doi.org/10.1515/ijfe-2013-0004>
- Schober, T. J., Bean, S. R., Boyle, D. L., & Park, S. H. (2008). Improved viscoelastic zein-starch doughs for leavened gluten-free breads: Their rheology and microstructure. *Journal of Cereal Science*, 48, 755–767. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2008.04.004>
- Tsatsaragkou, K., Yiannopoulos, S., Kontogiorgi, A., Poulli, E., Krokida, M., & Mandala, I. (2012). Mathematical approach of structural and textural properties of gluten free bread enriched with carob flour. *Journal of Cereal Science*, 56, 603–609. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2012.07.007>
- Villanueva, M., Harasym, J., Muñoz, J. M., & Ronda, F. (2019). Rice flour physically modified by microwave radiation improves viscoelastic behavior of doughs and its bread-making performance. *Food Hydrocolloids*, 90, 472–481. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.12.048>
- Wang, B., Li, D., Wang, L. J., Chiu, Y. L., Chen, X. D., & Mao, Z. H. (2008). Effect of high-pressure homogenization on the structure and thermal properties of maize starch. *Journal of Food Engineering*, 87(3), 436–444. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.12.027>
- Yang, J., Liu, G., Zeng, H., & Chen, L. (2018). Effects of high pressure homogenization on faba bean protein aggregation in relation to solubility and interfacial properties. *Food Hydrocolloids*, 83, 275–286. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.05.020>

SUPPORTING INFORMATION

Additional supporting information may be found in the online version of the article at the publisher's website.

How to cite this article: Boulemkahel, S., Garzon, R., Benatallah, L., & Rosell, C. M. (2021). Development of gluten-free bread using low-pressure homogenized rice flour supplemented with faba bean flour. *Cereal Chemistry*, 00, 1–12. <https://doi.org/10.1002/cche.10498>

).

Article 3

***Impact of Instant Controlled Pressure
Drop (DIC) treatment on the
technological quality of gluten-free bread
based on rice-field bean formula using
design of experiments***

Full Length Research Paper

Impact of instant controlled pressure drop (DIC) treatment on the technological quality of gluten-free bread based on rice-field bean formula using design of experiments

Souad BOULEMKAHEL^{1*}, Leila BENATALLAH¹, Colette BESOMBES², Karim ALLAF² and Mohammed Nasreddine ZIDOUNE³

¹Laboratoire de Génie Agro-Alimentaire, Institut de La Nutrition, de L'Alimentation et des Technologies Agroalimentaires (GéniAAI-INATAA), Université Frères Mentouri Constantine 1, 325 Route de Ain El Bey, Constantine, 25017, Algeria.

²Laboratory of Engineering Science for Environment, University of La Rochelle, Intensification of Transfer Phenomena and Industrial Eco-Processes, LaSIE UMR 7356 CNRS, 17042. La Rochelle, France.

³Laboratoire de Nutrition et de Technologies Alimentaires (LNTA), Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agroalimentaires INATAA, Université Frères Mentouri Constantine 1, 325 Route de Ain El Bey, Constantine, 25017, Algeria.

Received 16 December, 2020; Accepted 24 February, 2021

This work aimed to investigate the impact of Instant Controlled Pressure Drop (DIC) treatment on the technological quality of Gluten-Free Bread (GFB) based on Rice-Field bean Formula (RFF). Two DIC factors were used as independent parameters of a Design of Experiments (DoE); X_1 : DIC temperature ranged from 100 to 165°C which was rigorously correlated with the dry saturated steam pressure ranged between 0.1 and 0.7 MPa, and X_2 : the processing time ranged from 20 to 60 s. The main response (Y) was the specific Volume (Vsp) of the GFB. The statistical analysis was performed using the Response Surface Methodology (MSR) to study and optimize the DIC treatment effect on technological quality (Vsp) of the GFB. The breads crumb was characterized by image analysis. The GFB optimum from RFF was obtained with DIC steam pressure of 0.3 MPa (temperature of 132.5°C) for a short treatment time of 20 s. It provided the highest Vsp of $2.7 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$ with an improvement of 10.20% than the GFB control and a great total number of *alveoli*. Hence, DIC treatment was an effective improvement mean of technological quality of GFB based on RFF for celiac patients.

Key words: Instant controlled pressure drop (DIC), rice-field bean formula, gluten-free bread, design of experiments (DoE), specific volume, crumb structure.

INTRODUCTION

Celiac disease (CD) is considered as one of the most widespread gastro-intestinal diseases. It is a state of

*Corresponding author. E-mail: boulemkahel.souad@gmail.com.

autoimmune response to gluten proteins in a genetically predisposed subject, characterized by nutriment malabsorption caused by the atrophy of intestinal mucosa (Lionetti and Catassi, 2011; Lebwohl et al., 2018). It touches approximately 1% of the world's population with a great variation between countries (Makharia et al., 2011; Do Nascimento et al., 2017). Currently, the only treatment for CD is exclusively dietetic: a lifetime strict gluten-free diet, which entails removing any source of gluten containing in wheat, barley and rye and to substitute them by other gluten-free cereals such as rice and corn (O'Shea et al., 2014).

Bread is the basic consumed food in the world. However, its manufacture based on gluten-free ingredients remains difficult with a lower quality than the conventional wheat bread (Benatallah et al., 2012), due to the absence of the gluten, which is a great challenge for cereal researchers on gluten-free bread making (Masure et al., 2016). Many studies carried out for answering this problem were based on substituting the gluten by adding specific ingredients and additives like starches (Bourekoua et al., 2016; Bourekoua et al., 2018), proteins (Phongthai et al., 2016), enzymes (Mohammadi et al., 2015; Calle et al., 2020) and hydrocolloids (Benatallah et al., 2012).

Furthermore, the National Council of Food (CNA) (2009) of France highlighted the interest of the use of physical treatments in food industry in which these treatments could modify the chemical, functional, molecular, and structural properties of the raw materials used in the production of various foods. Among these physical treatments, the Instant Controlled Pressure Drop (French: *Détente Instantanée Contrôlée*- DIC) technology, which was defined in 1988, as a high temperature-short time stage usually carried out by establishing high-pressure dry saturated steam-high temperature (usually between 0.1-0.7 MPa relating with 100-165°C) during 5-60 s. This ends by an instant pressure-drop towards a vacuum of about 0.005 MPa and an instant cooling, at a rate $\Delta P/\Delta t$ higher than 0.5 MPa s⁻¹ (Allaf and Vidal, 1989).

This thermo-mechanical treatment method has been used in many industrial applications such as drying and texturing of plants (Louka and Allaf, 2002; Albitar et al., 2011; Nguyen, 2015), microbiological decontamination (Setyoprato et al., 2009), extraction volatile compounds and essential oils (Kristiawan et al., 2004; Besombes et al., 2010), and steam treatment of cereals (Habba and Allaf, 1997; Duong et al., 2008; Pilatowski et al., 2010).

However, the effect of Instant Controlled Pressure Drop (DIC) treatment on the quality of GFB has never been previously studied. Therefore, this study aimed to investigate and optimize the effect of DIC treatment on the technological quality (specific volume) of GFB based on RFF, with the objective of improving the situation of celiac patients.

MATERIALS AND METHODS

Raw materials

White long rice grain (*Oryza sativa*) from Basmati variety obtained from India and field bean seeds (*Vicia faba minor*) obtained from an Egyptian Company (Elamir Company, Egypt) were used in our study. Rice and field bean seeds were ground by a laboratory mill (Moulinex, France); thereafter, the flours obtained were sieved manually with 200- μ m seive. The Gluten-Free Formula (GFF) used was based on the mixture of rice and field bean flour with a ratio 2/1 (w/w). The soft wheat flour was used for the control bread. Additional ingredients were used such as bakery freeze-dried yeast, *Saccharomyces cerevisiae* (S.I. Lesaffre, France) and salt (ENASel, Algeria). All these raw materials were purchased from an Algerian local market.

Chemical composition of flours

Chemical composition of rice and field bean flours was determined following the ISO methods for moisture (ISO 712: 2009) and ash content (ISO 2171: 2010), and the AACC methods (1995) for protein (AACC 46-10) and lipid content (AACC 30-10) in three replications. Total carbohydrates content was evaluated by subtracting the total percentage of the other components from one hundred.

Instant controlled pressure drop (DIC) treatment of gluten-free formula

In the present study, DIC equipment used for the GFF treatment was a laboratory scale DIC unit (manufactured and provided by ABCAR-DIC Process, La Rochelle, France) (Figure 1). It consists of 11-L processing vessel with heating jacket, where samples are set and treated, a 1.6 m³-vacuum tank with cooling water jacket, a water ring vacuum pump, a steam generator with a thermally isolated storage tank and a specific condensed steam trap; a large-section pneumatic valve that assures an "instant" connection between the vacuum tank and the processing vessel that can be opened in less than 40 ms (Allaf, 2013).

DIC treatment of the different GFF samples, starts by placing 180 g of sample within a bag of coffee-type filter and positioning it in the treatment vessel at atmospheric pressure (Figure 2-phase a). After closing it, an initial vacuum stage (about 5 kPa = 0.005 MPa) was established (Figure 2-phase b) in order to remove the air presented in the vessel and, thus to assure close contact between the surface of the sample and the saturated dry steam to be injected just after (Figure 2-phase c). As demonstrated by Allaf and Allaf (2014), the use of dry saturated steam allows a subsequent hugely-fast heating by condensation. In our case, dry saturated steam pressure ranged between 0.10 and 0.70 MPa according to a specific design of experiments (DoE) we adopted based on the know-how of the research team, the literature, and a preliminary series of trials. This allowed the treatment temperature to be between 100 and 165°C. This stage (Figure 2-phase d) of 20 to 60 s ends by an abrupt pressure-drop towards a vacuum (5 kPa = 0.005 MPa) (Figure 2-phase e) obtained by opening the pneumatic large-section instant valve. Finally, the atmospheric pressure was restored in the treatment vessel (Figure 2-phase g) and the sample was recovered.

Design of experiments (DoE)

In order to study the effect of DIC operating parameters on the Vsp of GFB based on RFF, a specific DoE was carried out. It was a 5-level (- α , -1, 0, +1, + α) DoE with two factors; X₁: DIC temperature

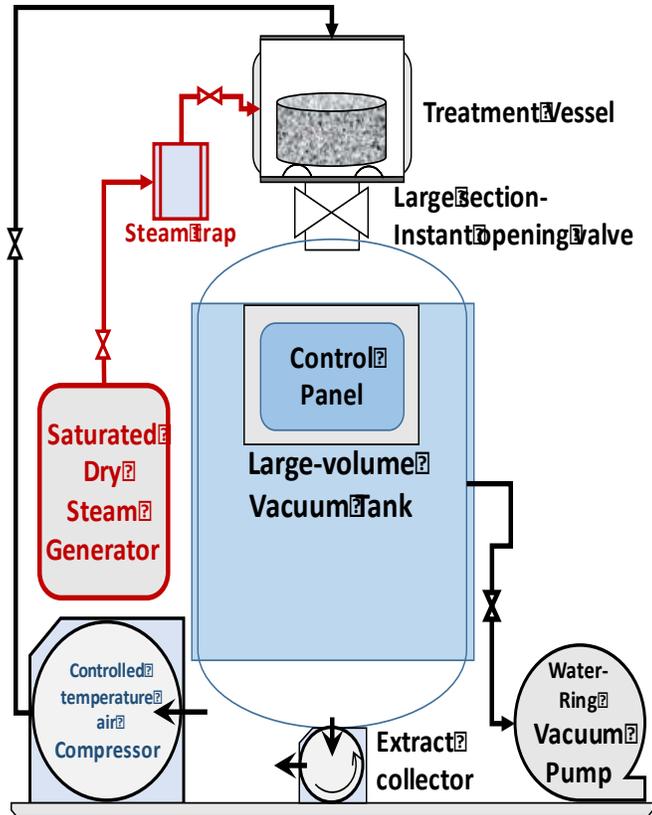


Figure 1. Schematic diagram of the Instant Controlled Pressure Drop (DIC) apparatus. Source: Allaf (2013).

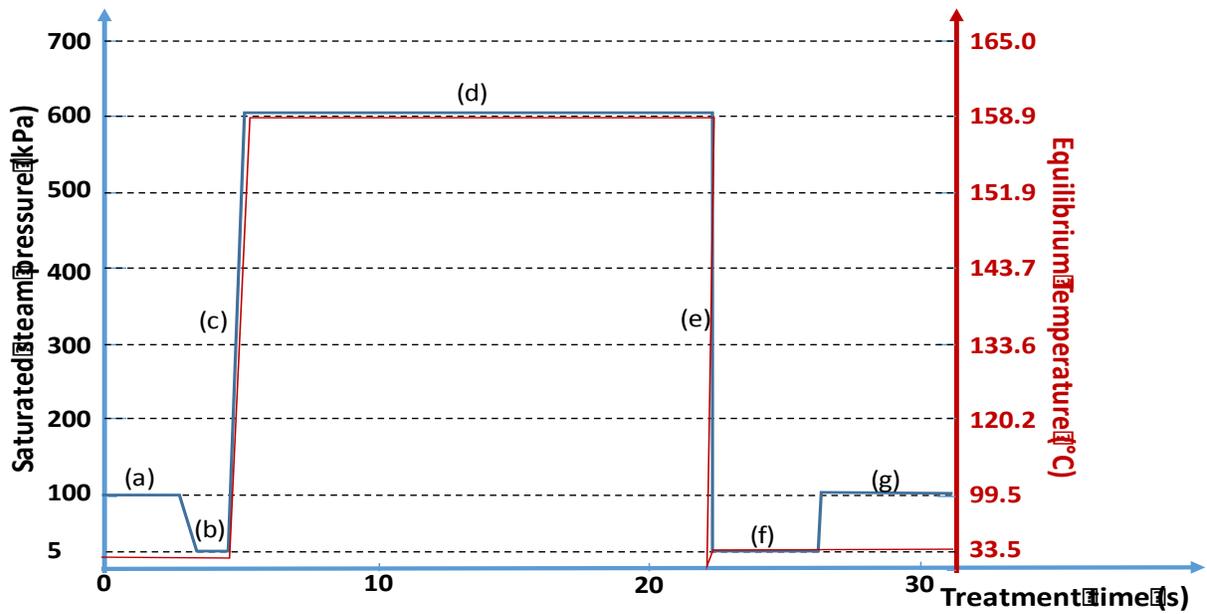


Figure 2. Temperature and pressure history of a DIC processing cycle: (a) Sample at atmospheric pressure; (b) Initial vacuum; (c) Saturated steam injection to reach the selected pressure and temperature; heating by condensation; (d) stage for almost homogenizing both temperature and water content within the product; (e) abrupt pressure-drop towards a vacuum of ~4-5 kPa coupled to an autovaporization; (f) vacuum of 4-5 kPa; (g) releasing to the atmospheric pressure. Source: Allaf (2013)

Table 1. Codes levels values of factors used in the Design of Experiments (DoE).

Code level		- α	-1	0	+1	+ α
X1: Temperature (T) coupled with the saturated dry steam pressure (P)	T (°C)	100.0	109.5	132.5	155.5	165.0
	P (MPa)	0.10	0.15	0.30	0.55	0.70
X2: Thermal treatment time (s)		20.0	25.9	40.0	54.1	60.0

Table 2. Run experimental values used in DIC treatment and added water to make dough of differently DIC treated rice-field bean formula.

Run	Coded variable	X1: Temperature (T) accorded to the steam pressure (P)		X2: Thermal treatment time (s)	Amount of water added (mL)
		T (°C)	P (MPa)		
1	(0, 0)	132.5	0.30	40	219.5
2	(+1.414, 0)	165.0	0.70	40	220.56
3	(0, +1.414)	132.5	0.30	60	221.9
4	(0, 0)	132.5	0.30	40	219.63
5	(+1, +1)	155.5	0.55	54	221.46
6	(+1, -1)	155.5	0.55	26	220.8
7	(0, 0)	132.5	0.30	40	221.03
8	(-1, -1)	109.5	0.15	26	219.93
9	(-1, +1)	109.5	0.15	54	219.83
10	(0, 0)	132.5	0.30	40	222.36
11	(-1.414, 0)	100.0	0.10	40	222.93
12	(0, -1.414)	132.5	0.30	20	222.5
13	(0, 0)	132.5	0.30	40	220.76

(T) coupled with the dry saturated steam pressure (P) and X₂: the thermal treatment time (t) (Table 1). In this case, DoE included 13 trials: 2⁰=2²=4 factorial points (-1,-1), (-1,+1), (+1,-1) and (+1,+1); 2×n=2×2=4 star-points (- α ,0), (0,- α), (0,+ α), and (+ α ,0); and 5 replicates for the center-point (0,0) were added. DIC treatment experiments were carried out in random using the operating conditions done in Table 2. The saturated dry steam pressure (expressed in Pa) applied in the current DIC range was accorded to the temperature level (T) (expressed in K) following the Equation 1:

$$P (Pa) = 10^{\left(10.09938 - \frac{1681}{T - 43.037}\right)} \quad (1)$$

The mathematical model used with the DoE is a second order model, which allows the study of the linear, quadratic and interaction effects according to the following Equation 2:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2 \quad (2)$$

Where Y is response variable; X₁, X₂: are independent variables, treatment temperature and time, respectively; β_0 is the constant coefficient; β_1 and β_2 are regression linear coefficients; β_{11} and β_{22} are regression quadratic coefficients and β_{12} is interaction regression coefficient.

Optimization

The DIC treatment optimization consisted of defining the highest value of the studied response (V_{sp}). For that, the response surface of the V_{sp} of GFB from RFF was represented versus DIC factors (X₁ and X₂) of the couple (temperature-time). To confirm the optimized result computed by the MSR, a second experiment series

was performed including selected couples of temperature-time inside and outside the optimal delimited zone, in which the V_{sp} of the obtained GFB was determined.

Bread making process

In bread making test, the GFF used was based on rice and field bean flour with a ratio 2/1 (w/w) aimed to obtain a better nutritional balance of essential amino-acids (FAO, 1982; Benatallah et al., 2012).

For the 13 samples of treated DIC rice-field bean formula and the untreated formula, the amount of water added to each sample depended on its moisture content and it was calculated so that all the dough samples had the same final water content (70 g of water for 100 g of dough) (Table 2). So, preliminary tests allowed defining the hydration levels of manufacturing GFB as ranged between 219.5 and 222.93 mL of water for 100 g of rice/field bean flour. As for the control dough with soft wheat, preliminary tests based on obtaining the best V_{sp} of bread helped to retain an optimal hydration level of 61 mL of water for 100 g of wheat flour.

The bread recipe used consisted of 66.66 g of rice flour, 33.33 g of field bean flour, 2 g of salt, 2 g of instant freeze-dried yeast (*Saccharomyces cerevisiae*) and the amount of water suitable for each sample (Table 2). These ingredients were mixed for 15 min twice, with a 5-min break, in a kneader (HEIDOLPH RZR 2020, Germany) at 25°C. The resulting dough was divided in lumps (45 g) and put into a silicon mold (9×4.7×3 cm³), and then proofed at 37°C in wet atmosphere for 45 min in a fermentation cabinet (MEMMERT, France). The baking tests were performed in an electric oven (SAMSUNG, Germany) at 230°C in wet atmosphere for 55 min for GFB based on DIC-treated rice-field bean formula, 22 min for the control GFB and 15 min for the control wheat bread.

Table 3. Chemical composition of rice flour, field bean flour, and gluten free formula (d.b).

Flour	Moisture (%)	Protein (%)	Fat (%)	Ash (%)	Carbohydrate ^a (%)
Rice flour (RF)	10.83% ± 0.01	6.37% ± 0.02	0.33% ± 0.01	0.59% ± 0.03	92.71
Field bean (FF)	10.54% ± 0.04	29.41% ± 0.03	1.99% ± 0.01	3.18% ± 0.02	65.42
RF/FF (2/1) ^b	10.73	14.05	0.88	1.45	83.61

^aCarbohydrates content estimated by difference; ^bResults obtained by calculation (2:1).

Table 4. Statistical parameters of specific volume of gluten-free bread of treated DIC rice-field bean formula (Empirical Statistical Model: $Y = \beta_0 + \beta_1X_1 + \beta_2X_2 + \beta_{11}X_1^2 + \beta_{22}X_2^2 + \beta_{12}X_1X_2$).

Regression coefficient	β_0	β_1	β_2	β_{11}	β_{22}	β_{12}
Value	-0.48	0.0567	-0.0301	-0.000159	0.001068	-0.000562
P- value	0.000	0.117	0.033	0.469	0.093	0.248

Gluten-free bread quality evaluation

After 60 min post-baking, GFB characterization was carried out by the determination of Vsp and the image analysis of bread crumb structure.

Volume was determined by the rapeseed displacement method according to the AACC Approved Method 10.05 (AACC, 2000). Vsp of bread expressed in "cm³/g" was calculated by dividing its volume (V) by its mass (M).

According to Gonzales-Barron and Butler (2006), image analysis of bread crumb was performed using Image J software (version 1.43, National Institutes of Health, USA). Slices of bread (1 cm thick) were scanned using a flatbed scanner (Epson stylus SX 105) with a resolution of 300 dots per inch. The parameters recorded were the number of cells, the average surface and cells circularity (shape).

Statistical analysis

Statistical analysis of the design of experiments (DoE) was performed with MINITAB 17 software (Minitab Inc., PA State College, USA) and the response surface was traced using STATISTICA version 10 software (Stat Soft, France). The K-means test was applied to classify (regroup) the different types of breads. A coefficient of determination (R^2) was computed and the model adequacy was tested by separating the residual sum of squares into pure error and lack-of-fit. The significance level was set at 0.05.

RESULTS AND DISCUSSION

Chemical composition of raw materials

The chemical composition results of rice and field bean flour used, expressed in percentage (based on dry basis), are given in Table 3. Rice flour was characterized by high carbohydrates (92.71%), lower protein (6.37%), fat (0.33%) and ash (1.37%) contents compared to field bean flour. The calculation of GFF composition based on rice and field bean flour with a ratio 2/1 indicated improvement in protein (14.05%), fat (0.88%), and ash (1.45%) contents due to the incorporation of field bean

flour. The results obtained are in agreement with those reported for GFB made with rice/field bean flour with 2/1 (w/w) by Benatallah et al. (2012) and Bourekoua et al. (2016). Thus, the incorporation of legumes flours in gluten-free products enhances their nutritional quality (Lamacchia et al., 2014).

Model fitting

According to Goupy (2013) and Granato and de Araújo Calado (2014), the calculation of R^2 coefficient is used to measure the DoE empirical model quality and the lower lack-of-fit indicated the adequacy of the model. The statistical analysis of the effect of DIC operating parameters (X_1 : the steam temperature coupled with the pressure, and X_2 : the thermal treatment time) on the Vsp (Y) of GFB indicated that the fitting model was adequate due to the reasonable value of R^2 (0.73) and a non-significant lack-of-fit test (0.55).

Effect of DIC treatment on specific volume of gluten-free breads

The Vsp is one of the most important visual characteristics of bread, strongly influencing consumer choice, and it is the key-parameter for the bread quality evaluation (Hager and Arendt, 2013). The parameters of the statistical empirical model of the Vsp of GFB versus DIC factors are summarized in Table 4. It was observed that only the linear effect of DIC processing time X_2 was significant with the value 0.033, based on the p value relative to 0.050 ($p < 0.05$), whereas, the other terms were not significant ($p > 0.05$).

The effect of DIC operating parameters X_1 and X_2 on Vsp of GFB based on RFF is shown as response surface in Figure 3. It shows that the Vsp values varied from 1.2 to 2.8 cm³/g. Moreover, the highest Vsp was lower than

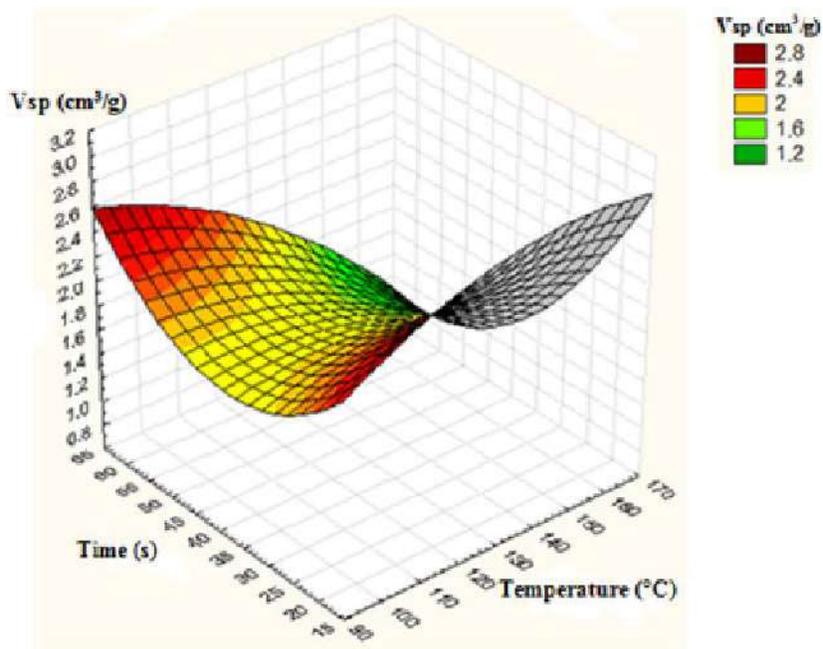


Figure 3. Response surface of specific volume of gluten-free bread of DIC-textured rice-field bean formula according to DIC couple (temperature-time).

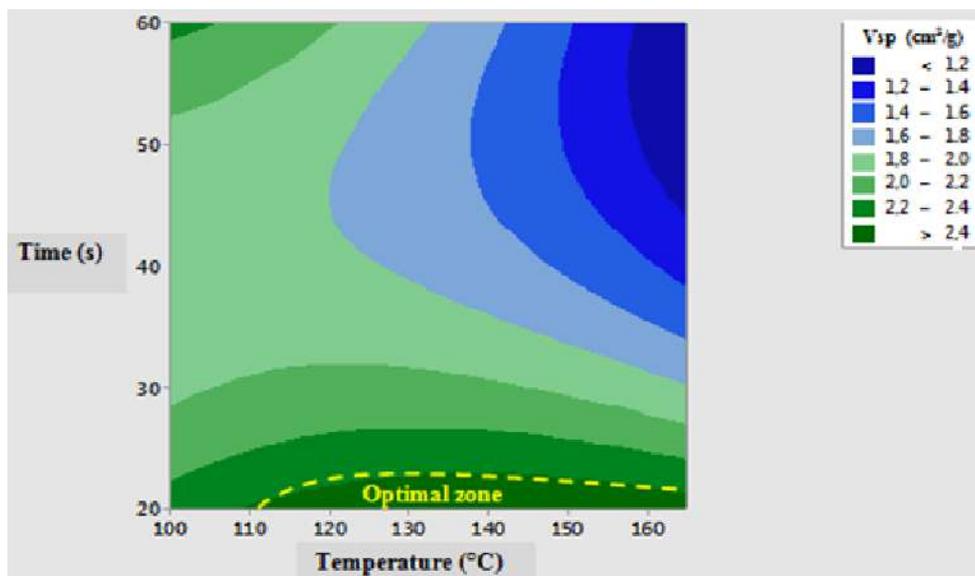


Figure 4. Level curve of specific volume of gluten-free bread of DIC-textured rice-field bean formula according to DIC couple (temperature-time).

that of the wheat bread control ($3.03 \pm 0.10 \text{ cm}^3/\text{g}$), but it was higher than that of the GFB control from untreated formula ($2.45 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$). The highest values of the Vsp were recorded for a wide range of temperature and steam pressure, coupled with a short treatment time, also for low temperature and steam pressure, and a long treatment time.

Optimization results

The level curve of the Vsp of GFB of DIC-treated rice-field bean formula according to couple (temperature-time) is illustrated in Figure 4. It shows that the highest Vsp values of GFB situated in the optimal zone, in which the Vsp values were higher than $2.4 \text{ cm}^3/\text{g}$, include

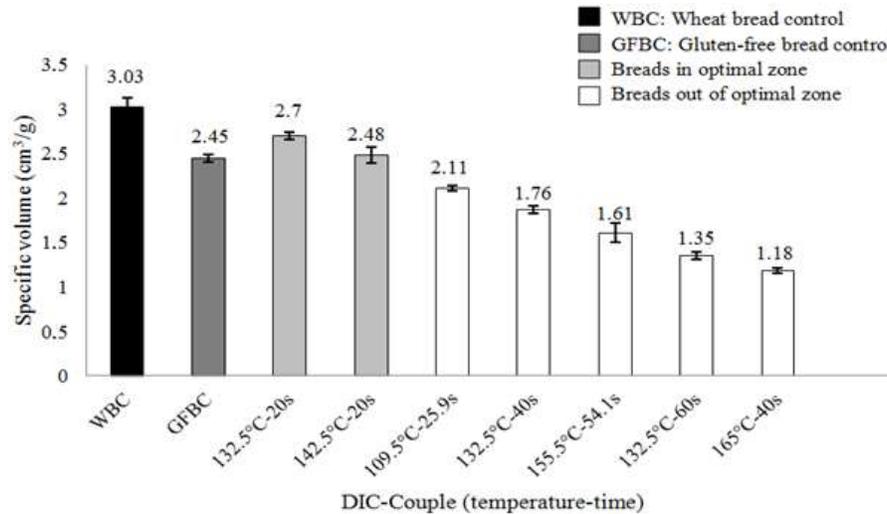


Figure 5. Confirmation points of specific volume of gluten-free breads of DIC-treated rice-field bean formula according to DIC couple (temperature-time).

temperature that ranged from 110 to 165°C, steam pressure from 0.15 to 0.7 MPa, and low treatment time from 20 to 22 s.

Figure 5 represents the confirmation points selected inside and outside the optimal delimited zone of the Vsp of GFB based on DIC-treated rice-field bean formula. All the GFB presented lower Vsp than that of the wheat control bread (3.03 ± 0.10 cm³/g). Obviously, this is due to the absence of structural protein "gluten" in the raw material used in our study (Gallagher et al., 2004). Kawamura-Konishi et al. (2013) demonstrated the inability of rice proteins to form a three-dimensional viscoelastic network similar to that of wheat gluten, which results in low gas retention thus giving bread with low Vsp.

The k-mean classification indicates that the GFB obtained from the treated DIC-rice-field bean formula at 132.5°C (steam pressure of 0.3 MPa) for 20 s giving the highest Vsp of 2.7 ± 0.04 cm³/g would belong in the same class of wheat bread control. In addition, this GFB showed an improvement of Vsp with a gain of 10.20% compared to the GFB control (2.45 ± 0.04 cm³/g). Therefore, it is considered as the optimum GFB of our present study. On the other hand, the GFB of DIC-treated rice-field bean formula at 142.5°C/0.39 MPa for 20 s gave a Vsp of 2.48 ± 0.09 cm³/g. This increase in Vsp of GFB of DIC-treated rice-field bean formula with these conditions compared to the GFB control, would probably be explained by the effect of DIC treatment on the properties of rice flour, which was the basic ingredient used in our GFF. According to Habba and Allaf (1997), Duong et al. (2008), and Pilatowski et al. (2010), the DIC treatment improved and controlled the rice quality compared to the untreated rice sample. Therefore, the Vsp improvement of GFB of DIC-treated rice-field bean formula could be explained by the DIC impacts in terms

of texturing, expanding, and instant cooling. Indeed, the instant pressure-drop towards a vacuum causes an abrupt water autovaporization of the treated sample, inducing a modification of its structure as well as a significant cooling. In addition, Delgado-Rosas et al. (2006) showed that the DIC treatment applied to a maltodextrin powder effectively generates a porous structure with alveoli in the treated sample compared to the untreated one.

According to Prameswari et al. (2018), there is a relationship between the amount of water added during bread making procedure and the ability of flour to absorb water; consequently, the characteristics of bread were affected. Therefore, in our present study, the increase in Vsp of GFB optimum compared to the GFB control could be related to the amount of water added during dough preparation, in which the DIC-treated rice-field bean formula required higher water quantity. Our results are corroborated by those of Setyoprato et al. (2009), who found that the water holding capacity of DIC-treated cassava flour was greater than that of untreated flour. They explain their results by the microstructure change of the treated sample, as the total pore volume and the specific surface. Therefore, the higher amount of water added had a positive effect on the Vsp of GFB based on DIC-treated Rice-Field bean Formula.

On the other hand, the structure of rice flour starch can be affected and modified by the DIC treatment as reported by Onyango (2016), for which this physical treatment (DIC) is one of the methods used to synthesize the physically modified starch. In addition, Onyango (2016) indicated that the damaged starch content of physically treated flours was higher than that of untreated flours, and therefore their water absorption capacity increased, which could be the reason of the Vsp improvement of the GFB optimum.

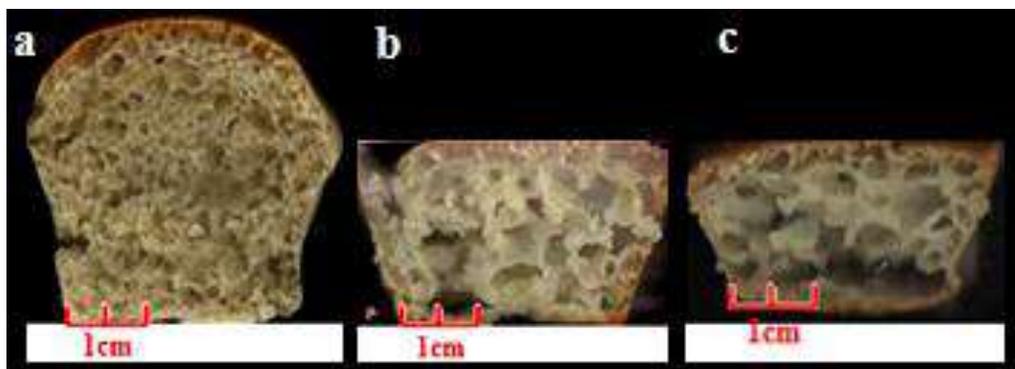


Figure 6. Cross section of bread slices obtained from (a) wheat bread control, (b) gluten-free bread control and (c) gluten-free bread optimum of DIC-treated rice-field bean formula.

Also, it should be noted that the field bean flour incorporated in our GFF has improved the protein content (14.05%) than that of rice flour (6.37%) as previously indicated. According to Verni et al. (2019), field bean flour is characterized by a high protein content (26-39%) of good quality, and its mixture with cereal proteins allows a good balanced amino acid composition. Therefore, we can explain the Vsp improvement of GFB by the positive effect of DIC treatment on protein structure and properties of field bean flour compared to that of untreated formula.

Concerning the points selected outside the optimal delimited zone, the Vsp values recorded are lower than the wheat control and also than the GFB control. They ranged from $1.18 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$ to $2.11 \pm 0.03 \text{ cm}^3/\text{g}$ for the couple temperature/pressure-time: $165^\circ\text{C}/0.70 \text{ MPa} - 40 \text{ s}$ and $109.5^\circ\text{C}/0.15 \text{ MPa} - 25.9 \text{ s}$, respectively. Therefore, the increase in temperature (increase in steam pressure) and time of DIC treatment causes the decrease of Vsp of GFB of RFF. It is possible to observe that, for the same temperature (same steam pressure), the increase in treatment time causes the decrease of Vsp of GFB. For example, the Vsp was $1.76 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$ for the conditions $132.5^\circ\text{C}/0.3 \text{ MPa}$ and 40 s, whereas for 60 s it became $1.35 \pm 0.03 \text{ cm}^3/\text{g}$. In addition, the decrease of Vsp is generated by the increase in temperature (increase in steam pressure) for the same treatment time. For instance, for a treatment time of 40 s and a temperature of $132.5^\circ\text{C}/0.3 \text{ MPa}$, the Vsp was $1.76 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$, whereas at $165^\circ\text{C}/0.7 \text{ MPa}$, it decreases to $1.18 \pm 0.03 \text{ cm}^3/\text{g}$. These decrease in Vsp values could be explained by the intense negative effect of severe DIC conditions treatment (temperature/pressure-time) applied on the GFF of rice and field bean flour.

Structural characteristics of bread crumb

The crumb appearance of the GFB optimum of DIC-treated rice-field bean formula compared to wheat bread

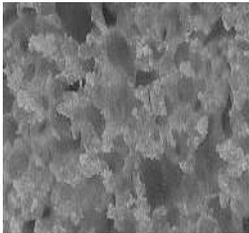
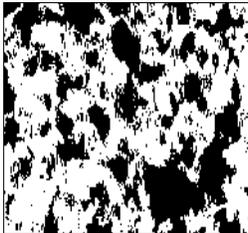
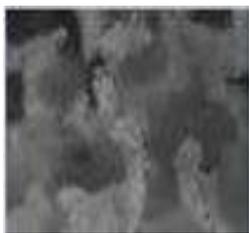
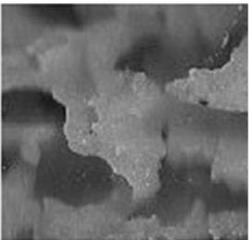
control and GFB control is shown in Figure 6. Our GFB optimum has a well-developed crumb and alveolar structure including a majority of large *alveoli* close to that of GFB control, in opposite, the wheat bread control presents a homogeneous alveolar distribution of small size.

Image analysis results of breads crumb revealed that the *alveoli* total number of GFB optimum of DIC treated rice-field bean formula (28 *alveoli*) was greater than that of GFB control (14 *alveoli*), but it remains inferior than the wheat control bread (110 *alveoli*). Concerning the average size, our breads presented the following values, 0.81, 0.19, and 0.096 for GFB optimum, GFB control and wheat bread control, respectively. In this case, the cells average size of GFB optimum was higher than that of the GFB control and the wheat bread control. Therefore, the DIC treatment of our GFF based on RFF facilitated the air bubbles creation and also favored their development during fermentation. This might be due to the water absorption capacity of treated formula during dough preparation as already mentioned above, as well as the sudden drop of pressure toward vacuum and the rapid autovaporisation of moisture sample during DIC treatment, which could modify the texture and the functional behavior of the material. Indeed, those breads have all a circular *alveoli* shape, with the values close to 1. Consequently, the DIC treatment did not affect the roundness values of the GFB optimum than the GFB control. According to Table 5, the crumb *alveoli* of our GFB optimum and that of GFB control are more open compared to the wheat bread control.

Conclusion

Our study confirmed the considerable contribution of Instant Controlled Pressure Drop (DIC) treatment in the improvement of the technological quality of GFB based on RFF. After performing statistical validation of the obtained model, the effect of DIC operating parameters

Table 5. Crumb representation of the wheat bread control, gluten-free bread control and the gluten-free bread optimum of DIC treated rice-field bean formula.

Type of bread	Real image	Gray level image	Binary image
Wheat bread control			
Gluten-free bread control			
Gluten-free bread optimum of DIC- treated rice-field bean formula			

on the Vsp of GFB was analyzed. The optimization results obtained by the Response Surface Methodology showed the optimal zone including a wide range of temperature between 110 and 165°C corresponding to steam pressures of 0.15 and 0.7 MPa, respectively, and low treatment time ranging from 20 to 22 s. After bread making test, k-means classification indicated that the GFB obtained from DIC treated Rice-Field bean Formula at 132.5°C (steam pressure 0.3MPa) during 20 s is categorized in the same class of wheat bread control, and it is considered as the GFB optimum of DIC treated Rice-Field bean Formula, which gave the highest Vsp of $2.7 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$ with a gain of 10.20% compared to the GFB control ($2.45 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$). Based on the results of image analysis of bread crumb, the *alveoli* total number of our GFB optimum of RFF treated with DIC was greater than that of the GFB control. On the other hand, the field bean flour incorporation has improved the nutritional quality of our GFF used in bread making by increasing its protein content. This work carried out in the present study deserved to be completed by in-depth analyzes to have more comprehensive results.

CONFLICT OF INTERESTS

The authors have not declared any conflict of interests.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank Professor Allaf Karim and Besombes Collete of ABCAR-DIC PROCESS SAS, Laboratory of Engineering Science for Environment, University of La Rochelle, France for providing a set of DIC equipment.

REFERENCES

- American Association of Cereal Chemists (AACC) (1995). Approved methods of the American Association of Cereal Chemists. 9th ed. St. Paul, USA. AACC. Available at: <http://www.sciepub.com/reference/272826>
- American Association of Cereal Chemists (AACC) (2000). Approved methods of the American Association of Cereal Chemists. 10th ed. St. Paul, U.S.A.: AACC. Available at: https://books.google.dz/books/about/Approved_Methods_of_the_American_Associa.html?id=xJwQAQAAMAAJ&redir_esc=y
- Albitar N, Mounir S, Besombes C, Allaf K (2011). Improving the drying of onion using the instant controlled pressure drop technology. *Journal of Drying Technology* 29(9):993-1001.
- Allaf K, Vidal P (1989). Feasibility study of a new process of drying/swelling by instantaneous decompression toward vacuum. Gradient Activity Report, University of Technology of Compiègne UTC N° CR/89/103, industrial SILVA-LAON Partner.
- Allaf T (2013). Application de la Détente Instantanée Contrôlée pour l'Eco-Extraction des Produits Naturels: Intensification & Combinaison. Thèse de doctorat, Université d'Avignon et des pays de Vaucluse, France. Available at: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01337322/document>

- Allaf T, Allaf K (2014). Closing Remarks: Instantaneity and Autovaporization. In: Allaf T., Allaf K, editors. Instant Controlled Pressure Drop (D.I.C.) in Food Processing, From Fundamental to Industrial Applications. Food Engineering Series. Springer, NY. pp. 177-178. Available at: <https://www.springerprofessional.de/instant-controlled-pressure-drop-d-i-c-in-food-processing/1894424>
- Benatallah L, Zidoune MN, Michon C (2012). Optimization of HPMC and water addition for a gluten-free formula with rice and field bean based on rheological properties of doughs. *International Review of Chemical Engineering-Rapid Communications* 4(5):474-481.
- Besombes C, Berka-Zougali B, Allaf K (2010). Instant Controlled Pressure Drop extraction of lavender essential oils: Fundamentals and experimental studies. *Journal of Chromatography A* 1217(44):6807-6815.
- Bourekoua H, Benatallah L, Zidoune MN, Rosell CM (2016). Developing gluten-free bakery improves by hydrothermal treatment of rice and corn flours. *LWT-Food Science Technology* 73:342-350.
- Bourekoua H, Różyło R, Benatallah L, Wójtowicz A, Łysiak G, Zidoune MN, Sujak A (2018). Characteristics of gluten-free bread: quality improvement by the addition of starches/hydrocolloids and their combinations using a definitive screening design. *European Food Research and Technology* 244(2):345-354.
- Calle J, Benavent-Gilb Y, Rosell CM (2020). Development of gluten free breads from *Colocasia esculenta* flour blended with hydrocolloids and enzymes. *Food Hydrocolloids* 98:105243.
- Delgado-rosas M, Sobolik V, Allaf K (2006). Texturation de la poudre de maltodextrine par détente instantanée contrôlée. *Sciences des Aliments. International Journal of Food science and Technology* 26(1):103-111.
- Do Nascimento AB, Rataichesk Fiates GM, Teixeira E (2017). We want to be normal! Perceptions of a group of Brazilian consumers with coeliac disease on gluten-free bread buns. *International Journal of Gastronomy and Food Science* 7:27-31.
- Duong TC, Al Haddad M, Rezzoug Z, Laurent Lefevre L, Allaf K (2008). Dehydration by successive pressure drops for drying paddy rice treated by instant controlled pressure drop. *Drying Technology* 26(4):443-451.
- Food and Agriculture Organization (FAO) (1982). Les graines de légumineuses dans l'alimentation humaine. Etude FAO: Alimentation et nutrition 2^{ème} édi, Rome. Italie.
- Gallagher E, Gormley TR, Arendt EK (2004). Recent advances in the formulation of gluten-free cereal based products. *Journal of Food Science and Technology* 15(3-4):143-152.
- Gonzales-Barron U, Butler F (2006). A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of bread crumb features by digital image analysis. *Journal of Food Engineering* 74(2):268-278.
- Goupy J (2013). Introduction aux plans d'expériences. 5^{ème} édi. Dunod, Paris, France. Available at: <https://excerpts.numilog.com/books/9782100592968.pdf>
- Granato D, de Araújo Calado VM (2014). The use and importance of design of experiments (DOE) in process modelling in food science and technology. In: *Mathematical and Statistical Methods in Food Science and Technology*, 1-18. Wiley, Hoboken.
- Habba A, Allaf K (1997). Instrumental measurement of the cooked rice texture, comparative study between the viscoelastograph and the texturometer, First European Congress Chemical Engineering, Florence, Italy.
- Hager AS, Arendt EK (2013). Influence of hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), xanthan gum and their combination on loaf specific volume, crumb hardness and crumb grain characteristics of gluten-free breads based on rice, maize, teff and buckwheat. *Food Hydrocolloids* 32(1):195-203.
- ISO (2009). Method 712: Cereals and cereal products. Determination of moisture content. Available at: <https://www.iso.org/standard/44807.html>
- ISO (2010). Method 2171: Cereals, pulses and by-products. Determination of ash yield by incineration. Available at: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/cen/3df8c44e-68e9-41f6-9c03-8033c660079c/en-iso-2171-2010>
- Kawamura-Konishi Y, Shoda K, Koga H, Honda Y (2013). Improvement in gluten-free rice bread quality by protease treatment. *Journal of Cereal Science* 58(1):45-50.
- Kristiawan M, Sobolik V, Allaf K (2004). Etude comparative d'extraction de l'huile essentielle des fleurs d'ylang-ylang. In: *Proceedings 16èmes rencontres scientifiques et technologiques des industries alimentaires et biologiques - AGORAL*. Montpellier, France. AGORAL -Montpellier, France.
- Lamacchia C, Camarca A, Picascia S, Di Luccia A, Ginafrani C (2014). Cereal based gluten-free food: how to reconcile nutritional and technological properties of wheat proteins with safety for celiac disease patients. *Nutrients* 6(2):575-90.
- Lebwohl B, Sanders DS, Green PHR (2018). Celiac disease. *The Lancet* 391(10115):70-81.
- Lionetti E., Catassi C (2011). New clues in celiac disease epidemiology, pathogenesis, clinical manifestations, and treatment. *International Reviews of Immunology* 30(4):219-231.
- Louka N., Allaf K (2002). New process for texturing partially dehydrated biological products using Controlled Sudden Decompression to the vacuum. Application on potatoes. *Journal of Food Science* 67(8):3033-3038.
- Makharia GK, Verma AK, Amarchand R, Bhatnagar S, Das P, Goswami A, Bhatia V, Ahuja V, Datta Gupta S, Anand K (2011). Prevalence of celiac disease in the northern part of India: a community based study. *Journal of Gastroenterology and Hepatology* 26(5):894-900.
- Masure HG, Fierens E, Delcour JA (2016). Current and forward looking experimental approaches in gluten-free bread making research. *Journal of Cereal Science* 67:92-111.
- Mohammadi M, Azizi MH, Hosseini H, Tirang RN, Mortazavian AM (2015). Development of gluten-free bread using Guar gum and Transglutaminase. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 21:1398-1402.
- National Council of Food (CNA) (2009). Avis sur le développement des nouvelles technologies dans la fabrication, le conditionnement et la conservation des denrées alimentaires: conséquences, responsabilité des opérateurs et acceptabilité sociale. Avis n° 65:3-19. Available at: <https://cna-alimentation.fr/download/avis-n65-06-2009-avis-sur-le-developpement-de-nouvelles-technologies-dans-la-fabrication-le-conditionnement-et-la-conservation-des-denrees-alimentaires-consequences-responsabilites-des-o/>
- Nguyen TH (2015). Etude expérimentale et modélisation du procédé de séchage des végétaux. Thèse de doctorat, Université de La Rochelle. France. Available at: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01297965/document>
- Onyango C (2016). Starch and modified starch in bread making: A review. *African Journal of Food Science* 10(12):344-351.
- O'Shea N, Arendt E, Gallagher E (2014). State of the art of gluten-free research. *Journal of Food Science* 79(6):1067-1076.
- Pilatowski I, Mounir S, Haddad J, Duong TC, Allaf K (2010). The Instant Controlled Pressure Drop Process as a New Post-harvesting Treatment of Paddy Rice: Impacts on Drying Kinetics and End Product Attributes. *Food Bioprocess Technology* 3:901-907.
- Phongthai S, D'Amico S, Schoenlechner R, Rawdkuen S (2016). Comparative study of rice bran protein concentrate and egg albumin on gluten-free bread properties. *Journal of Cereal Science* 72:38-45.
- Prameswari IK, Manuhara GJ, Amanto BS, Atmaka W (2018). Effect of water volume based on water absorption and mixing time on physical properties of tapioca starch-wheat composite bread. *Journal of Physics: Conference Series* 1022:012029.
- Setyopratomo P, Fatmawati A, Allaf K (2009). Texturing by Instant Controlled Pressure Drop (DIC) in the production of cassava Flour: Impact on Dehydration Kinetics, Product physical properties and Microbial Decontamination. *Proceeding of the Word Congress on Engineering and Computer Science* 1:1-6.
- Verni M, Coda R, Rizzello CG (2019). The use of faba bean flour to improve the nutritional and functional features of cereal-based foods: Perspectives and future strategies. In book: *Flour and breads and their fortification in health and disease prevention*. Academic Press 37:465-475.

الملخص

كان الهدف من هذه الأطروحة هو دراسة تأثير المعالجة بالتجانس منخفض الضغط على الخصائص الفيزيوكيميائية والوظيفية لنوعين من طحين الارز (الطويل و المتوسط) لصناعة الخبز الخالي من الغلوتين من ناحية ومن ناحية أخرى ، دراسة تأثير الاسترخاء الفوري الخاضع للرقابة على الخصائص التكنولوجية لتركيبية خالية من الغلوتين مكونة من الارز والفول.

في الجزء الأول من هذا العمل ، تم تقييم تأثير التجانس منخفض الضغط (30 ، 50 ميغا باسكال و 1 ، 2 ، 3 تمريرات) على الخصائص الفيزيوكيميائية طحين الارز الطويل والمتوسط (توزيع حجم جسيمات ، الكثافة الظاهرية ، خصائص الترطيب ، قدرة امتصاص الزيت ، محتوى مجموعات الثيول ، خصائص الاستحلاب ، كراهية السطح للماء) .في نفس الجزء، تم اختيار عينات من طحين الأرز الطويل و المتوسط (30 ، 50 ميغا باسكال و 3 تمريرات) وتمييزها من خلال دراسة بنيتها المجهرية ، مقدار الأميلوز ، تحليل حدود الأشعة السينية ، مطيافية فورييه لتحويل الأشعة تحت الحمراء ، خصائص اللزوجة والخصائص الحرارية . في الجزء الثاني ، تم تقييم تأثير التجانس منخفض الضغط (30 ميغا باسكال / 3 تمريرات) على الجودة التكنولوجية للخبز الخالي من الغلوتين دون استخدام المضافات الغذائية (قياس فقدان الوزن اثناء الطهي ، محتوى الماء النهائي ، لون و تركيبة الفتات ، البنية السنخية للفتات عن طريق تحليل الصور وخصائص الخبز اثناء التخزين. في الجزء الثالث الذي خص المعالجة بالاسترخاء الفوري الخاضع للرقابة ، تم استخدام منهجية الاستجابة السطحية إنشاء تصميم تجريبي مركزي مركب ثنائي العوامل (العامل الاول درجة الحرارة (من 100 الى 165 درجة مئوية) / بضغط بخار الماء (من 0,1 الى 0,7 ميغا باسكال) و العامل الثاني وقت المعالجة (من 20 الى 60 ثانية) لدراسة و تحسين تأثير الاسترخاء الفوري الخاضع للرقابة على الجودة التكنولوجية للخبز الخالي من الغلوتين (الحجم و كذلك البنية السنخية للفتات).

أظهرت نتائج الجزء الاول ان التجانس منخفض الضغط (30 ، 50 ميغاباسكال و 1 ، 2 ، 3 تمريرات) ادى الى انخفاض كبير في توزيع حجم جسيمات طحين الارز الطويل و المتوسط. لوحظ وجود علاقة قوية بين هذا الانخفاض والتغير في الخصائص الفيزيوكيميائية لطحين الارز. هذه المعالجة قللت بشكل ملحوظ من الكثافة الظاهرة واستقرار المستحلب لطحين الارز الطويل والمتوسط و زاد من قدرة امتصاص الماء وحجم الانتفاخ لطحين الارز الطويل وكذلك نشاط الاستحلاب لطحين الارز المتوسط. من ناحية أخرى ، ادى التجانس منخفض الضغط الى زيادة القدرة على امتصاص الزيت ، محتوى مجموعات الثيول وكراهية السطح للماء لطحين الارز الطويل والمتوسط بشكل كبير. تأثرت البنية المجهرية للعينات المختارة لطحين الارز (30 ، 50 ميغاباسكال و 3 تمريرات) بالتجانس منخفض الضغط ولكن دون تغير نمط حيود الأشعة السينية وتبلور النشاء. أظهرت نتائج اطياف فورييه لتحويل الأشعة تحت الحمراء عن تغير في بنية مكونات الارز للعينات المختارة خاصة بالنسبة لطحين الارز المتوسط. بالإضافة الى تأثر خصائص اللزوجة والخصائص الحرارية لهذه لعينات بشكل كبير بالتجانس منخفض الضغط. أظهر تحليل المكون الرئيسي تمايز دقيق وفقا لنوع الارز وكذلك وفقا لمستوى الضغط المطبق. في الجزء الثاني الذي تناول صنع الخبز الخالي من الغلوتين ، ادى التجانس منخفض الضغط (30 ميغاباسكال و 3 تمريرات) الى زيادة محتوى النشاء التالف لطحين الارز الطويل و المتوسط ، مما ادى الى زيادة حجم تمدد العجينة اثناء التخمير. بالإضافة الى ذلك ، تغير لون الفتات و تحسن ملمسه وذلك بانخفاض صلابته و زيادة تماسكه بعد المعالجة. تم تحسين هيكل الفتات بشكل ملحوظ و كذلك الحصول على شكل افضل للخبز الخالي من الغلوتين المصنوع من طحين الارز الطويل و المتوسط المعالج. لذلك ، يمكن ان يكون التجانس منخفض الضغط علاجاً فيزيائياً مناسباً لتحسين خصائص طحين الارز المستخدم في صناعة الخبز الخالي من الغلوتين. في الجزء الثالث من بحثنا ، سمح الاسترخاء الفوري الخاضع للرقابة المطبق على تركيبة الارز و الفول بضغط بخار الماء 0,3 ميغا باسكال (132,5 درجة مئوية) خلال 20 ثانية ، الحصول على الخبز الخالي من الغلوتين الامثل. و قد صنف هذا الخبز في نفس مستوى خبز القمح بأعلى حجم (2,7 ± 0,04 سم³/غرام) و بزيادة قدرها 10,20% مقارنة بالخبز الشاهد الخالي من الغلوتين المصنوع من تركيبة الارز والفول الغير معالجة (2,45 ± 0,04 سم³/غرام). تميز هذا الخبز الامثل ببنية فتات كبيرة مع عدد اكبر من الخلايا السنخية. لذلك، يمكن للاسترخاء الفوري الخاضع للرقابة ان يكون طريقة فعالة لتحسين الجودة التكنولوجية للخبز الخالي من الغلوتين.

الكلمات المفتاحية : الخبز الخالي من الغلوتين ، التجانس منخفض الضغط ، الاسترخاء الفوري الخاضع للرقابة ، تركيبة الارز و الفول ، توزيع حجم الجسيمات ، الخصائص الفيزيوكيميائية ، الخصائص الوظيفية ، الجودة التكنولوجية.

Abstract

Our present thesis aimed to study in gluten-free (GF) breadmaking on the one hand the effect of Low Pressures Homogenization (LPH) treatment on the physico-chemical and functional properties of two rice flour varieties (long rice flour (LRF) and medium rice flour (MRF)) and on the other hand, the effect of Instant Controlled Pressure Drop treatment (DIC) on the technological properties of a gluten-free formula (GFF) based on rice and faba bean (RFF).

In the first part of this work, the impact of LPH (30, 50 MPa and 1, 2, 3 passes) on the physico-chemical and functional properties of LRF and MRF (particle size distribution (PSD), bulk density (BD), hydration properties, oil absorption capacity (OAC), thiol groups content, emulsifying properties and surface hydrophobicity) was evaluated. In the same part, the microstructure of selected samples (30, 50 MPa and 3 passages) were characterized, added to amylose content, crystal structure by X-Ray Diffraction (XRD) analysis, molecular structure by FTIR spectroscopy, pasting and thermal properties. In the second part, the effect of LPH (30 MPa and 3 passes) on the technological quality of GFB without additives was evaluated (the baking weight loss, the final moisture content, color, texture and crumb alveolar structure (image analysis) and the staling properties of GFB. In the third part which concerns the DIC, the Response Surface Methodology (RSM) was used through a central composite experimental design (CCD) with two factors, (X1 Temperature (from 100 to 165°C)/the dry saturated steam pressure (from 0.1 to 0.7 MPa) and X2 treatment time (from 20 to 60 s) to study and optimize the effect of DIC on the technological quality of GFB (Specific volume (V_{sp}) and crumb alveolar structure).

The results of the first part showed that LPH (30, 50 MPa and 1, 2 and 3 passages) caused a critical PSD reduction of LRF and MRF. A strong correlation was noted between this PSD reduction of LRF and MRF and their physicochemical properties changes. LPH significantly decreased the BD and the emulsion stability of LRF and MRF and increased the water absorption capacity and swelling volume of LRF in addition to the emulsifying activity of MRF. On the other hand, the OAC, the thiol groups content and the surface hydrophobicity of LRF and MRF were significantly increased by LPH. The microstructure of selected LRF and MRF samples (30, 50 MPa and 3 passes) was affected by LPH, but without modifying the XRD pattern and the starch crystallinity. The FTIR spectra suggested the modification in RF constituents structure, particularly for MRF. The pasting and thermal properties for both RF varieties (LRF and MRF) were significantly affected by LPH. A principal component analysis (PCA) showed discrimination of RF samples according to the variety and the level of pressure applied.

In the second part concerns the GF breadmaking, LPH (30 MPa- 3 passes) increased the RFs damaged starch content, thus leading to higher expansion volumes during GFB batters' fermentation. In addition, this treatment modified the crumb color and improved its texture profile, decreasing its hardness and increasing its cohesion. The crumb structure was greatly improved by the treatment and better shape was obtained for GFBs based on LRF and MRF. Therefore, LPH could be an adequate physical treatment to improve the breadmaking properties of RF used in GF breadmaking.

In the third part of our investigation, the DIC treatment applied to the RFF allowed to obtain an optimum GFB with saturated steam pressure of 0.3 MPa (Temperature of 132.5°C) for short treatment time of 20 s. This optimum GFB was classified at the same level as the control wheat bread, with the highest V_{sp} ($2.7 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$) with a gain of 10.20% compared to the GFB control ($2.45 \pm 0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$). The crumb grain of our GFB optimum showed a larger structure with a greater alveoli number. Therefore, DIC treatment of our RFF was an effective mean to improve the GFB technological quality.

Keywords : Gluten-free bread, Low Pressure Homogenization, DIC, rice-faba bean formula, particle size distribution, physico-chemical properties, functional properties, technological quality.

Résumé

Notre présente thèse avait pour objectifs d'étudier en panification sans gluten (SG) d'une part l'effet de l'Homogénéisation à Basses Pressions (HBP) sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de deux variétés de farines de riz (farine de riz long (FRL) et farine de riz moyen (FRM)) et d'autre part, voir l'effet de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC) sur les propriétés technologiques d'une formule sans gluten (FSG) à base de riz et de féverole (FRF).

Dans la première partie de ce travail, l'impact de l'HBP (30, 50 MPa/1, 2, 3 passages) sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de FRL et FRM (distribution granulométrique (DG), densité apparente (DA), propriétés d'hydratation, capacité d'absorption de l'huile (CAH), teneur en groupements thiol, propriétés émulsifiantes et hydrophobicité de la surface) a été analysé. Dans la même partie, la microstructure des échantillons sélectionnés (30, 50 MPa/3 passages) a été étudiée, en plus de la teneur en amylose, structure cristalline par Diffraction des Rayons X (DRX), structure moléculaire par spectroscopie FTIR, propriétés de viscosité et thermiques. Dans la deuxième partie, l'effet de l'HBP (30 MPa et 3 passages) sur la qualité technologique des PSG a été évalué sans utiliser d'additifs alimentaires (Perte du poids à la cuisson, teneur en eau finale, couleur, texture et structure alvéolaire de la mie (analyse d'image) et les propriétés du rassissement des PSG. Dans la troisième partie qui concerne la DIC, la méthodologie de surface de réponse (MSR) a été adoptée par la réalisation d'un plan d'expérience central composite (CCD) à deux facteurs, (X_1 Température (de 100 à 165°C)/pression de vapeur d'eau (de 0,1 à 0,7 MPa) et X_2 temps du traitement (de 20 à 60 s) pour étudier et optimiser l'effet de la DIC sur la qualité technologique de PSG (volume spécifique (V_{sp}) et structure alvéolaire de la mie.

Les résultats de la première partie ont montré que l'HBP (30, 50 MPa et 1, 2 et 3 passages) a entraîné une réduction critique de la DG de FRL et FRM. Une forte corrélation a été notée entre cette réduction de la DG de FRL et FRM et le changement de leurs propriétés physico-chimiques. L'HBP a diminué significativement la DA et la stabilité d'émulsion de FRL et FRM et a augmenté la capacité d'absorption d'eau, le volume de gonflement de FRL et l'activité émulsifiante de FRM. D'autre part, la CAH, la teneur en groupements thiol et l'hydrophobicité de la surface de FRL et FRM ont été significativement augmentées par l'HBP. La microstructure de FRL et FRM sélectionnés (30, 50 MPa et 3 passages) a été affectée par l'HBP, mais sans modifier le modèle de DRX et la cristallinité de l'amidon. Les spectres FTIR ont suggéré le changement de la structure des constituants de FR, en particulier pour la FRM. Les propriétés de viscosité et celles thermiques de FRL et FRM ont été significativement affectées par l'HBP. Une analyse en composantes principales (ACP) a montré une discrimination des échantillons de FR selon la variété et selon le traitement d'HBP.

Dans la deuxième partie qui porte sur la panification SG, l'HBP (30 MPa- 3 passages) a augmenté la teneur en amidon endommagé des FR, engendrant ainsi des volumes d'expansion plus élevés pendant la fermentation des pâtes à PSG. De plus, ce traitement a modifié la couleur de la mie et a amélioré son profil de texture, en diminuant sa dureté et augmentant sa cohésion. La structure de la mie a été considérablement améliorée par le traitement et une meilleure forme a été obtenue pour les PSG à base de FRL et FRM. Par conséquent, l'HBP pourrait être un traitement physique adéquat pour améliorer les propriétés panifiables des FR utilisées en panification SG.

Dans la troisième partie de notre investigation, le traitement DIC appliquée à la FRF a permis l'obtention d'un PSG optimum avec une pression de vapeur d'eau de 0,3 MPa (Température de 132,5°C) pour un temps de traitement court de 20 s. Ce PSG était classé au même niveau que le pain témoin de blé, avec le V_{sp} le plus élevé ($2,7 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$) avec un gain de 10,20 % par rapport au PSG témoin ($2,45 \pm 0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$). Le grain de mie de notre PSG optimum a montré une structure plus large avec un plus grand nombre d'alvéoles. Par conséquent, le traitement DIC de notre FRF était un moyen efficace d'amélioration de la qualité technologique des PSG.

Mots clés : Pain sans gluten, Homogénéisation à Basses Pressions, DIC, formule Riz-Féverole, distribution granulométrique, propriétés physico-chimiques, propriétés fonctionnelles, qualité technologique.