

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA**

FACULTE DES SCIENCES `

**DEPARTEMENT DE BIOCHIMIE
ET MICROBIOLOGIE**

N° :.....



**DOMAINE : SCIENCES DE LA
NATURE ET DE LA VIE**

FILIERE : SCIENCES ALIMENTAIRES

**OPTION : NUTRITION ET SCIENCE
DES ALIMENTS**

**Mémoire présenté pour l'obtention
du diplôme de Master Académique**

Par **KERMICHE Omar**
BOUKHAROUBA Tarek
BELHADJ Mohamed

Intitulé

**Développement de deux produits de boulangerie sans gluten
à base de caroube et d'un mix de farines : impact de la
cuisson et capacité de conservation**

Soutenu devant le jury composé de :

Dr. CHERIF Kamel	Université de M'sila	Président
Dr. BELBAHI Amine	Université de M'sila	Rapporteur
Dr. RAHALI Abdallah	Université de M'sila	Examineur

Année universitaire : 2023 /2024

REMERCIEMENT

Nous voudrions remercier grandement **Dr. BELBAHI Amine** notre encadreur de mémoire sans qui ce projet n'aurait pas été possible. Outre sa rigueur scientifique, sa ténacité et son investissement inconditionnel qui ont aidés à mener à bien le projet, il a su nos rassurer dans les moments de doute. Sans oublier son humour qui a rendu les échanges chaleureux et le travail agréable.

Nous souhaitons également remercier chaleureusement le chef de département **Dr. RAHALI Abdallah**. C'est grâce à leurs encouragements et à leur soutien que nous avons pu reprendre nos études après une longue interruption. Leur confiance en nos capacités et leur aide précieuse ont été des piliers sur lesquels nous nous sommes appuyés pour mener à bien ce projet.

Nous tenons à exprimer notre gratitude à l'équipe de laboratoire et à son chef **SEGHIRI Kamel**, pour leur aide précieuse et leur soutien technique. Leur contribution a été essentielle pour mener à bien nos expériences et obtenir des résultats fiables.

Nous remercions également les enseignants de deuxième année de Master en Nutrition et Sciences Alimentaires pour leurs enseignements de qualité et leur accompagnement durant notre parcours académique. Leur engagement et leur passion pour l'enseignement ont grandement enrichi notre formation.

Merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de cette recherche. Votre soutien a été inestimable.

DÉDICACE

Je dédie ce travail à ma mère, qui a toujours été ma source lumière dans les moments les plus sombres, le soutien indéfectible et les sacrifices ont rendu possible la poursuite de mes études et la réalisation de cette thèse. Sa force et sa persévérance, particulièrement face à la bataille courageuse contre cette maladie, sont une source constante d'inspiration et de motivation.

À mon père et ma famille, merci pour votre soutien, vos encouragements et votre patience tout au long de ce parcours. Votre présence à mes côtés a été une bénédiction inestimable.

Omar KERMICHE

***« Dans la vie, rien n'est à craindre,
tout est à comprendre. »
Marie CURIE***

DÉDICACE

Avec tous mes sentiments de respect, avec l'expérience de ma reconnaissance, je
dédie ma remise de diplôme et ma joie

A mes chers parant, aucune dédicace ne pouvait exprime mon amour éternel, ma
gratitude et mon respect pour tous les sacrifices que vous avez convertis pour
que je puisse être la

A mon à ma petite famille, ma femme et mes enfants, Tasneem et Ghaith , qui
m'ont toujours soutenu.

A mes frères et sœurs j'espère que se travail vous inspirerez à poursuiveurs vos
rêve et croire en vous-même autant que je crois en vous

A mon cher binôme, qui était toujours là pendant le pire et le bien tout au long
notre parcours universitaire. Merci à toute les deux familles.

Au grand moi-même, tu es courages fort et persévérant.

Nous remercions l'entreprise (Nutriker) de nous avoir ouvert ses portes et de
l'accueil chaleureux afin de compléter l'étude du sujet et de préparer le mémoire.

BOUKHAROUBA Tarek

إهداء

إلى الوالدين الكريمين أطال الله في عمرهما، وأمدهما بالصحة والعافية
إلى زوجتي و أبنائي الأعزاء : دعاء، منيب علي ، ثواب.
إلى إخوتي وأخواتي وأولادهم.
إلى زميلي في إنجاز هذا العمل: عمار، طارق.
إلى جميع أصدقائي وأقاربي.

بلحاج . م

Marie Curie

RÉSUMÉ

L'objectif de cette étude c'est d'examine l'impact de la température de cuisson sur la couleur et l'activité de l'eau des cookies, et modélise les isothermes de sorption en utilisant les modèles BET et GAP. Les résultats révèlent que des températures de cuisson plus élevées augmentent significativement le brunissement des cookies et réduisent leur activité de l'eau, ce qui est crucial pour prolonger leur durée de conservation. Les paramètres de couleur (L^* , a^* , b^*) changent notablement avec les variations de température, indiquant des modifications de la luminosité et des tonalités de couleur. Les deux modèles, BET et GAP, s'ajustent efficacement aux données expérimentales, le modèle BET étant plus précis à 30°C et le modèle GAP offrant une meilleure adéquation globale à des températures plus élevées. La capacité d'adsorption augmente légèrement avec la température, suggérant des interactions moléculaires plus fortes. Ces informations sont précieuses pour optimiser les conditions de cuisson et de stockage, améliorer la qualité des produits et répondre aux préférences des consommateurs. Cette étude fournit des directives pratiques pour l'industrie de la boulangerie afin d'améliorer la qualité et la longévité des produits de boulangerie.

Mots clés : Température de cuisson, couleur, activité de l'eau, isothermes de sorption, modélisation, optimisation, conservation.

ABSTRACT

The objective of this study was to examine the impact of baking temperature on the colour and water activity of cookies, and to model sorption isotherms using BET and GAP models. The results reveal that higher baking temperatures significantly increase the browning of cookies and reduce their water activity, which is crucial for extending their shelf life. The colour parameters (L^* , a^* , b^*) change significantly with temperature variations, indicating changes in brightness and colour tones. Both the BET and GAP models fit the experimental data effectively, with the BET model being more accurate at 30°C and the GAP model providing a better overall fit at higher temperatures. Adsorption capacity increases slightly with temperature, suggesting stronger molecular interactions. This information is valuable for optimising cooking and storage conditions, improving product quality and meeting consumer preferences. This study provides practical guidelines for the bakery industry to improve the quality and longevity of bakery products.

Keywords: Baking temperature, cakes colour, water activity, sorption isotherms, Modeling, optimization, preservation.

-

ملخص

كان الهدف من هذه الدراسة هو فحص تأثير درجة حرارة الخبز على لون البسكويت ونشاطه المائي، ونمذجة متساوي الامتصاص باستخدام نماذج BET وGAP. كشفت النتائج أن ارتفاع درجات حرارة الخبز يزيد بشكل كبير من تحمير البسكويت ويقلل من نشاطها المائي، وهو أمر بالغ الأهمية لإطالة عمرها الافتراضي. تتغير معلمات اللون (L^* ، a^* ، b^*) بشكل كبير مع تغيرات درجة الحرارة، مما يشير إلى تغيرات في السطوع ودرجات اللون. ويتناسب كل من نموذجي BET وGAP مع البيانات التجريبية بشكل فعال، حيث يكون نموذج BET أكثر دقة عند درجة حرارة 30 درجة مئوية، بينما يوفر نموذج GAP تناسبًا أفضل بشكل عام عند درجات الحرارة الأعلى. تزداد قدرة الامتصاص قليلاً مع ارتفاع درجة الحرارة، مما يشير إلى وجود تفاعلات جزيئية أقوى. هذه المعلومات ذات قيمة لتحسين ظروف الطهي والتخزين، وتحسين جودة المنتج وتلبية تفضيلات المستهلك. توفر هذه الدراسة إرشادات عملية لصناعة المخبوزات لتحسين جودة منتجات المخبوزات وطول مدة الصلاحية.

الكلمات المفتاحية: درجة حرارة الخبز، لون، نشاط الماء، متساوي الامتصاص، نمذجة، وتحسين ظروف الخبز.

SOMMAIRE

RÉSUMÉ	I
ABSTRACT	II
ملخص.....	III
SOMMAIRE	IV
LISTE DES ABREVIATIONS	VII
LISTE DES FIGURES	VIII
LISTE DES TABLEAUX	IX
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	3
1. Biscuits	3
1.1. Généralités	3
1.2. Classification	3
1.3. Matières premières entrant dans la fabrication des biscuits	4
1.3.1. Farine.....	4
1.3.2. Graisses, huiles et émulsifiants	5
1.3.3. Sucres	6
1.3.4. Œufs	6
1.3.5. Poudres levantes et améliorants	7
1.3.6. Eau.....	7
1.4. Procédé de fabrication industriel d'un biscuit	8
1.5. Caractérisation des phénomènes physico-chimique induit durant la cuisson.....	9
1.5.1. Transformations physiques liées à la cuisson	10
1.5.2. Transformations chimiques induites par la cuisson	11
2. Caroube	12
2.1. Généralités	12
2.2. Fruit du caroubier	13
2.3. Transformation	13
2.3.1. Graine	14
2.3.2. Pulpe.....	14
3. Isotherme de sorption	15
3.1. Activité de l'eau.....	15
3.2. Mieux comprendre l'isotherme de sorption.....	17
3.3. Description des courbes des isothermes de sorption	18
3.4. Intérêt d'étudier les isothermes de sorption.....	18
4. Objectif de l'étude	19

CHAPITRE II. MATÉRIEL ET MÉTHODES.....	20
1. Lieux de stage	20
2. Composition des préparations des biscuits	20
3. Diagramme de préparation des biscuits.....	21
4. Incorporation de la farine de caroube dans la préparation des cakes sans gluten	22
5. Méthodes de mesures	22
5.1. Détermination de la teneur en eau	22
5.2. Détermination de l'activité de l'eau	22
5.3. Détermination de la couleur	22
6. Analyses microbiologiques	23
6.1. Préparation des appareils et des milieux de culture.....	23
6.2. Préparation des suspensions, ensemencement et incubation	24
6.3. Expression du résultat.....	24
7. Détermination expérimentale des isothermes de sorption.....	25
7.1. Principe de la méthode gravimétrique	25
7.2. Préparation des solutions salines saturées et des échantillons.....	26
7.3. Dispositif expérimental.....	27
8. Modélisation et méthodes statistiques	28
8.1. Modèles	28
8.2. Méthodes statistiques.....	29
CHAPITRE III. RESULTATS ET DISCUSSIONS	30
1. Impact de la température de la cuisson.....	30
1.1. Effet de la température de cuisson sur couleur.....	30
1.1.1. Paramètres L^* , a^* et b^*	30
1.1.2. Indice de brunissement.....	31
1.1.3. Différence de couleur totale	33
1.2. Impact de la cuisson sur l'activité de l'eau.....	35
1.3. Analyse microbiologique des quatre de farines.....	36
2. Modélisation des isothermes de sorption	37
CONCLUSION.....	44
RÉFÉRENCES.....	45

LISTE DES ABREVIATIONS

ANOVA : Analyse de variance (méthode statistique)

a_w : l'activité de l'eau

BET : Brunauer, Emmett et Teller (modèle utilisé pour modéliser les isothermes de sorption)

DLUO : la date limite de l'utilisation optimale

DP : degré de polymérisation

FAO : Organisation pour l'alimentation et l'agriculture

GAP : Generalized Adsorption Polynomials (modèle utilisé pour modéliser les isothermes de sorption)

HDL : high density lipoproteins ou lipoprotéines de haute densité

HMF: 5hydroxyméthylfurfural

HRE : humidité relative d'équilibre

LDL : low density lipoproteins ou lipoprotéines de petite densité.

MG : matière grasse AG acides gras

NA : normes algériennes

PL : poudres levantes Ms masse sèche

UFC : Unité formant colonie

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. Différents types de farines (Romain et al, 2007)	5
Tableau 2. Composition des biscuits préparés pour l'étude.	20
Tableau 3. Conditions d'analyses des microorganismes recherchés.....	24
Tableau 4. Valeurs standards des activités de l'eau données par différents sels en fonction de la température.....	26
Tableau 5. Solubilités des sels utilisés	27
Tableau 6. Effet de la température de cuisson sur les paramètres L^* , a^* et b^* de quatre cookies préparés à partir de quatre farines différentes.	30
Tableau 7. Résultats des analyses microbiologique des quatre farines étudiées.....	37
Tableau 8. Paramètres de modélisation selon les deux modèles BET et GAP de l'adsorption de la vapeur d'eau à 30 et 40°C.....	40

LISTE DES FIGURES

Figure 1. Organigramme du processus de fabrication du biscuit (Misra, 2014).....	9
Figure 2. Modèle général du processus de cuisson des biscuits à base de blé (Mamoumi et al., 2012).....	10
Figure 3. Distribution mondiale du caroubier (Batlle et al. 1997).	12
Figure 4. Gousses de caroube immatures (a) et matures, coupe longitudinale d'une gousses de caroube (b) (Tous & Antoni, 2013).....	13
Figure 5. Vitesse de détérioration des aliments en fonction de l'activité de l'eau (Multon et al., 1978).....	16
Figure 6. Allure générale des isothermes de sorption (Jannot. 2022).....	17
Figure 7. Photographie des quatre farines utilisées.....	20
Figure 8. Diagramme de préparation des cakes et cookies.	21
Figure 9. Représentation schématique de l'espace de couleur CIELAB.....	23
Figure 10. Schéma d'un montage expérimental type pour la méthode des solutions salines. .	26
Figure 11. Photographie du dispositif expérimentale de détermination de l'isotherme d'adsorption.....	27
Figure 12. Effet de la température de cuisson sur l'indice de brunissement (IB) de quatre cookies préparés à partir de farines différentes.....	32
Figure 13. Effet de la température de cuisson sur la différence de couleur totale (ΔE) de quatre cookies préparés à partir de quatre farines différentes.....	34
Figure 14. Effet de la température de cuisson sur de l'activité de l'eau de quatre cookies préparés à partir de farines différentes..	35
Figure 15. Isotherme de sorption des cakes étudié à 30 et 40°C. Les points représentent les valeurs expérimentales et les lignes représentent le modèle de BET ajusté.	38
Figure 16. Isotherme de sorption des biscuits étudié à 30 et 40°C. Les points représentent les valeurs expérimentales et les lignes représentent le modèle de GAP ajusté.....	39

INTRODUCTION

L'industrie alimentaire moderne est constamment à la recherche de moyens pour améliorer la qualité des produits et prolonger leur durée de conservation, tout en répondant aux attentes croissantes des consommateurs en matière de goût, de texture et de sécurité alimentaire. Parmi les nombreux produits alimentaires, les cookies occupent une place importante en raison de leur popularité mondiale et de leur grande diversité de recettes et de saveurs (**Šarić et al. 2015**).

La cuisson des cookies est un processus complexe qui influence de nombreux paramètres de qualité, notamment la couleur, la texture, et l'activité de l'eau, la maîtrise de ces paramètres est essentielle pour garantir la satisfaction des consommateurs et la stabilité des produits au cours du temps. La couleur, par exemple, est souvent le premier indicateur de qualité perçu par le consommateur, et elle peut être significativement affectée par la température de cuisson. De même, l'activité de l'eau joue un rôle crucial dans la conservation des cookies, influençant leur texture et leur susceptibilité à la croissance microbienne (**Korus et al. 2017**). En outre, la conservation des aliments est le processus qui consiste à garder intactes les qualités ou la nature souhaitées d'un aliment pendant une durée prédéterminée, de manière à ce qu'il soit sûr et agréable à consommer. L'application de diverses techniques de traitement et le stockage dans des conditions appropriées peuvent aboutir à l'élaboration d'un produit alimentaire stable. Le défi auquel sont confrontés les scientifiques et les ingénieurs en nutrition est de déterminer la stabilité des aliments sur une base scientifique plutôt qu'empirique (**Sandulachi et al., 2012**). Les modèles BET (Brunauer, Emmett et Teller) et GAP (Generalized Adsorption Polynomials) sont des outils puissants pour analyser les isothermes de sorption. Ils permettent de comprendre comment l'eau est adsorbée par les cookies à différentes températures, ce qui est essentiel pour prédire leur comportement durant le stockage (**Touil et al., 2015**).

Cette étude se propose d'examiner en détail l'impact de la cuisson sur la couleur et l'activité de l'eau des cookies, et de modéliser les isothermes de sorption en utilisant les modèles BET et GAP. En comprenant comment ces variables interagissent, il est possible d'optimiser les conditions de cuisson et de stockage pour améliorer la qualité finale des produits. L'objectif de cette recherche est donc double : d'une part, déterminer l'influence de la température de cuisson sur les caractéristiques des cookies, et d'autre part, utiliser des modèles de sorption pour optimiser les conditions de conservation.

Cette thèse est structurée en trois chapitres, le premier chapitre présente une recherche bibliographique sur les biscuits et, les paramètres de cuisson et leur influence sur la qualité des produits de boulangerie. Le deuxième chapitre détaille les méthodologies utilisées pour mesurer la couleur, l'activité de l'eau et modéliser les isothermes de sorption. Enfin, le troisième chapitre discute des résultats obtenus et propose des recommandations pratiques pour l'optimisation des conditions de cuisson et de stockage des cookies.

Chapitre I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1. Biscuits

1.1. Généralités

Les biscuits sont les produits de boulangerie les plus populaires et consommés par presque tout le monde. Cela est principalement dû à leur caractère prêt à consommer, nutritifs ayant une longue durée de conservation, à leur disponibilité en de nombreuses variétés et à leur prix abordable. D'après les statistiques de production, les trois principaux producteurs de biscuits sont respectivement les États-Unis, la Chine et l'Inde (Misra et al., 2014). Le nom « biscuit » est né en France pour décrire un type de pain qui, cuit deux fois, devenait dur pour une meilleure conservation et a beaucoup changé depuis. Il peut être défini comme un produit de boulangerie à base de farine de blé, de sucre et de graisse, et dont la teneur en humidité est inférieure à 4 % (et l'activité de l'eau inférieure à 0,3 %) (Manley, 2005).

En raison de la concurrence sur le marché et de la demande croissante de produits sains, naturels et fonctionnels, des tentatives sont faites pour améliorer la valeur nutritive et la fonctionnalité des biscuits en modifiant leur composition nutritive (Vitali et al., 2009). Des innovations dans les formulations de biscuits comprennent l'utilisation d'ingrédients non céréaliers pour la fabrication de biscuits sans gluten, le remplacement partiel de la graisse et du sucre par des ingrédients mimétiques et l'incorporation de nouveaux ingrédients bénéfiques pour la santé (Arshad et al., 2007).

1.2. Classification

L'infinie variété des biscuits est le fruit des savoirs faire les plus divers, puisés dans la tradition culinaire familiale, faisant preuve d'un incessant renouvellement d'imagination pour s'adapter aux attentes des consommateurs. La multiplicité des recettes offre une gamme très étendue de biscuits. En raison de la grande variation des productions ; il n'existe pas de classification officielle des biscuits (Davidson et al., 2018). Cependant, une classification peut être envisagée en se basant sur la consistance de la pâte avant cuisson (Broutain, 2001) :

- Les pâtes dures ou semi-dures : donnant naissance au type de biscuits secs sucrés et salés : casse-croûte, sablés, petit beurre, etc.
- Les pâtes molles : s'adressent à la pâtisserie, Il s'agit à la fois de biscuits secs, tels que boudoirs, langues de chat et moelleux tels que génoises, madeleines, cakes, macarons.

La particularité de ces biscuits est leur richesse en œufs et en matières grasses. Ils représentent environ 26.5 % de la consommation.

- Les pâtes qui ont une forte teneur en lait ou en eau et contiennent peu de matières grasses. Ce sont les pâtes à gaufrettes (10.5 % de la consommation).

Les biscuits peuvent être classés suivant la recette. On distingue : les biscuits salés (palmier herbes de Provence, fine pailles olive noire, biscuits feuilletés, pur beurre au fromage) et les biscuits sucrés (biscuits secs et goûter, les biscuits aux œufs et gaufrettes, les biscuits pâtisseries, chocolatés et assortiments, les madeleines, cakes, fourrés etc. (**Kiger et al., 1967**).

1.3. Matières premières entrant dans la fabrication des biscuits

1.3.1. Farine

La farine est un constituant de base très important des biscuits. Le blé contient 85 % d'endosperme, 13 % de son et 2 % de germes. Pour la fabrication des biscuits, on utilise de la farine de blé raffinée, qui constitue principalement la partie endosperme du blé (**Davidson et al., 2018**). Le type de farine utilisé dépend du biscuit : variété à pâte courte – farine faible (7 à 9 % de gluten) ; variété à pâte dure – farine forte (9 à 11 % de gluten) ; et variété de pâte fermentée – farine forte (9 à 11 % de gluten). La farine de différentes variétés de blé varie en termes de teneur en protéines et de qualité. La farine de blé est la seule à posséder des propriétés viscoélastiques, essentielles pour la rétention des gaz et la formation d'une structure aérée (**Kiger et al., 1967**).

La classification générale des farines -comme montre le tableau 3- est basée sur la teneur en cendres ou matières minérales. Du type 45 à 150, on passe de la farine la plus blanche (faible taux d'extraction en farine) à la plus "piquée", riche en enveloppes du grain (taux d'extraction en farine élevé). Cette différenciation est basée principalement sur la notion de pureté ou de blancheur, et ne correspond pas à une notion de valeur technologique même si le travail des pâtes est plus aisé avec des farines blanches qu'avec des farines bises et complètes (**Romain et al., 2007**).

Tableau 1. Différents types de farines (Romain et al, 2007)

Type	Taux de cendre (% MS)	Humidité (%)	TE	Utilisation
T45	≤ 0.50	15.5	67	Pâtisserie, viennoiserie, sauces...
T55	0.50– 0.60	15.5	75	Pain de campagne
T65	0.62 – 0.75	15.5	78	Pain de campagne, enrichissement
T80	0.75 – 0.90	15.5	80-85	Pain semi complet
T110	1.00 – 1.20	15.5	85-90	Pain complet
T150	> 1.40	15.5	90-98	Pain complet

La farine T45 est la farine blanche utilisée pour la pâtisserie. Celle destinée de biscuiterie est d'ordinaire fabriquée à partir de blé très tendre et peu glutineux, les variétés qui conviennent le mieux sont les blés anglais, les farines doivent être très fines, elles doivent contenir peu de gluten et être très extensibles. L'humidité doit être assez importante pour la plupart des types de biscuits (Broutain et autres 2001).

1.3.2. Graisses, huiles et émulsifiants

Les biscuits étant un produit de longue conservation, toute matière grasse utilisée doit être stable dans les conditions de stockage. L'huile végétale, le beurre et les graisses inter-estérifiées sont couramment utilisés dans la fabrication des biscuits. Ces graisses doivent être de haute qualité car elles peuvent subir une lipolyse si les acides gras sont séparés du glycérol, soit en raison de la saponification (en présence d'agents levants bicarbonates), de l'oxydation chimique ou de l'action d'enzymes. C'est pour cette raison que les graisses et les huiles utilisées dans la fabrication des biscuits sont toujours additionnées d'antioxydants (Jacob et Leelavathi 2007). Les principales fonctions des graisses et des huiles dans la préparation des biscuits sont :

- Conférer un effet attendrissant à la pâte pour une texture moelleuse au biscuit ;
- Améliorer l'usinabilité de la pâte ;
- Améliorer l'appétence du biscuit.

Si des émulsifiants appropriés sont utilisés, il est parfois possible de réduire la teneur en matières grasses d'une recette d'environ 20 %. Ce changement pourrait être apporté soit pour des considérations nutritionnelles, soit par volonté de réduire l'utilisation de l'ingrédient majeur le plus cher. Un mélange de tensioactifs dans les biscuits mi-sucrés a été associé à plusieurs avantages, tels qu'un temps de mélange plus long, une plus grande stabilité du

mélange, un taux réduit de décomposition de la pâte, une répartition uniforme des graisses, la prévention de la migration de l'humidité et une amélioration de la texture (**Mahdi et Dawoud 1986**).

1.3.3. Sucres

Le sucre utilisé dans la fabrication des biscuits peut aller des sucres simples comme le glucose et le lévulose (monosaccharides) aux sucres complexes comme le saccharose et le maltose (disaccharides). On utilise généralement du saccharose (normalement sous forme solide) et du sirop de glucose. Le lactose peut être présent directement comme ingrédient ou dans le lait écrémé ou la poudre de lactosérum. Des maltodextrines, qui sont en fait du sirop séché par pulvérisation de glucose à faible équivalence de dextrose, sont parfois ajoutées pour améliorer le croustillant. En bref, le sucre utilisé dans la fabrication des biscuits peut aller du sirop inverti, du sirop doré, du sirop de glucose, du miel à un produit riche en fructose (**Misra, 2014**). Les fonctions du sucre dans la fabrication des biscuits peuvent être résumées (**Miller 1985**) :

- Confère un goût et une saveur sucrée.
- Il a une action attendrissante sur les protéines de la farine.
- Étant hygroscopique, il aide à retenir l'humidité (conservation).
- Couleur due à la caramélisation du sucre ainsi qu'à la réaction de Maillard.
- Effet lubrifiant sur les brins de gluten et aide à acquérir du volume.
- Essentiel à l'activité de fermentation de la levure pour produire du gaz CO₂ qui soulève la pâte et lui confère un volume approprié.

1.3.4. Œufs

Les œufs sont employés avec une grande diversité dans les biscuiteries soit entiers, soit le blanc seulement ou le jaune d'œuf. L'œuf est composé de 12% de coquille et de membrane, 55% de blanc d'œuf et 33% de jaune d'œuf. Il contient environ 77% d'eau, 11% de protéines et 10% de lipides. Le reste des composants sont des nutriments d'intérêts tels que des minéraux (fer, phosphore), des vitamines liposolubles (A, E, K) et des vitamines hydrosolubles (B et B12) (**Davidson et al., 2018**).

Le blanc d'œuf, aussi appelé albumen contient 88% d'eau, 10,6% de protéines, 0,9% de glucides et 0,5% de cendres. Cette fraction comporte la majorité des protéines (85%) : l'ovalbumine (54%), l'ovotransferrine (12%), l'ovomucoïde (11%), les globulines (8%) et le

lysozyme (3,5%). Le jaune d'œuf ou vitellus est composé de 51,1% d'eau, 30,6% de lipides, 16% de protéines, 1,7% de cendres et 0,6% de glucides. C'est une émulsion de lipides dans une solution aqueuse protéique (Loubar et al., 2019).

L'œuf possède des propriétés fonctionnelles qui sont liées à ses protéines et aux phospholipides qui le composent (Bennion et al., 1997) :

1. *Pouvoir moussant* : lors de la cuisson, les protéines globulaires du blanc d'œuf contribuent à la stabilisation des alvéoles grâce à un réarrangement conformationnel rapide qui mène à la formation d'un film à l'interface des alvéoles.
2. *Pouvoir émulsifiant* : les propriétés émulsifiantes du jaune d'œuf sont dues aux lipoprotéines de faible densité (LDL) qui abaissent la tension interfaciale (phospholipides) tout en formant un film résistant (protéines) autour des gouttelettes de matière grasse ; ceci favorise la dispersion de la matière grasse sous forme de fines gouttelettes pendant le battage et contribue à la stabilisation de l'émulsion huile/eau.
3. *Pouvoir gélifiant* : fixation de la structure par la coagulation des protéines de l'œuf qui favorisent la texture moelleuse.

1.3.5. Poudres levantes et améliorants

Les poudres à lever aussi appelées poudres levantes (PL), sont des additifs alimentaires. Elles sont généralement composées d'une base et d'un acide. Le rôle des PL est de produire du gaz, le dioxyde de carbone (CO₂), dans le but d'augmenter le volume du produit, lui donner une structure alvéolaire uniforme et d'obtenir une structure aérée et légère. L'avantage des poudres levantes est leur faible coût mais aussi leur facilité d'utilisation. Les PL sont préférés aux levures dans les produits riches en sucres comme les produits de pâtisserie car les levures sont beaucoup moins actives avec une pression osmotique élevée (Shelke et al., 1990).

Les améliorants sont utilisés dans les produits céréaliers afin de corriger les défauts de certaines farines, rendre plus constantes la qualité de celles-ci. Ils peuvent être d'origine naturelle ou de synthèse. Par exemple, un améliorant peut aider la pâte à lever (activation de la fermentation), assouplir la pâte, augmenter sa force, lui donner une meilleure couleur, ou lutter contre les problèmes bactériologiques.

1.3.6. Eau

L'eau est utilisée d'une façon primordiale dans tout le processus de la fabrication des produits alimentaires y est compris les biscuits, c'est un substrat des principales réactions biochimiques et microbiologiques (Denis et al., 2013).

L'eau assure la dissolution des composés solubles et est donc essentielle pour l'homogénéité et la cohésion de la pâte biscuitière. Elle intervient dans la plupart des réactions physico-chimiques ayant lieu dans la pâte. L'augmentation de la quantité d'eau produit une réduction de la consistance et une augmentation de la fluidité et de l'adhérence de la pâte, par contre sa diminution rend la pâte fragile et provoque une formation d'une croûte dû à la déshydratation à la surface (Mine et al., 2002).

1.4. Procédé de fabrication industriel d'un biscuit

L'organigramme de la figure 1 fournit une brève description introductive du processus de fabrication du biscuit et des sous-processus. Les biscuits sont fabriqués principalement à partir de farine de blé, de sucre, de graisse et d'agent levant, ainsi que d'autres ingrédients mineurs. Ces ingrédients sont mélangés selon l'une des rares approches disponibles pour le mélange dans des pétrins. On obtient ainsi la pâte à biscuit, qui est ensuite travaillée à l'aide de rouleaux pour obtenir des feuilles (procédé de laminage) de pâte ayant une épaisseur optimale. La forme du biscuit est obtenue à partir de moules découpés sur la ligne de convoyage, d'où ils entrent dans le four de cuisson. Les biscuits cuits au four sont laissés refroidir puis emballés. Le procédé peut comporter des sous-étapes supplémentaires en fonction du type de biscuit et du choix du procédé (Misra, 2014). Ce procédé fournit une description générale de la fabrication des biscuits et peut être considéré comme une base pour plus de détails sur les différentes étapes impliquées et qui sont bien décrites en bibliographie.

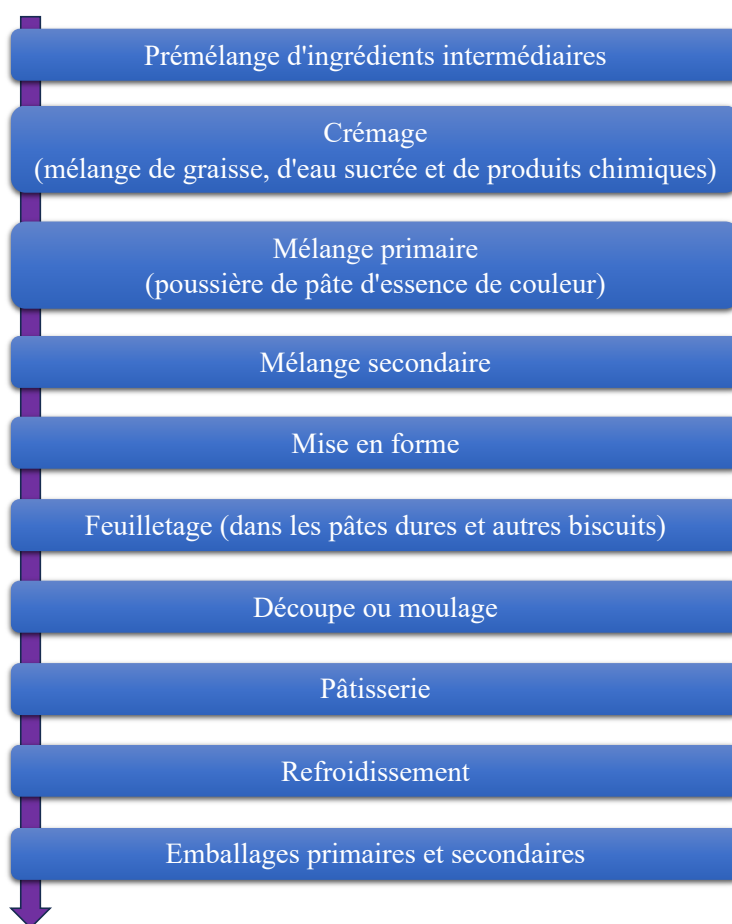


Figure 1. Organigramme du processus de fabrication du biscuit (Misra, 2014).

1.5. Caractérisation des phénomènes physico-chimique induit durant la cuisson

La cuisson est un processus complexe durant lequel se déroulent de multiples changements physiques et chimiques. De point de vue physique, ce processus fait appel aux transferts de matière et de chaleur, qui sont étroitement dépendants de la température et de la durée de cuisson. Ce couple température/temps joue un rôle important dans le développement de la qualité sensorielle (arome, couleur et texture) du biscuit. Il est important de noter que le développement de la texture, de gout et de la couleur dépend également des ingrédients qui rentrent dans la composition de la pâte biscuitière (Lundqvist et autres 2005).

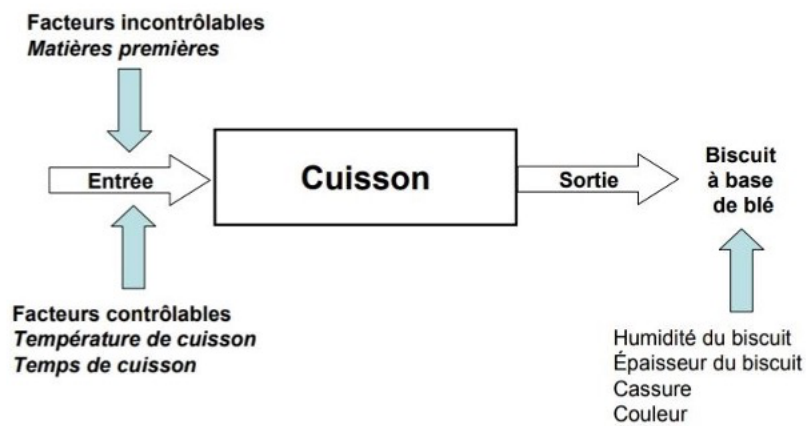


Figure 2. Modèle général du processus de cuisson des biscuits à base de blé (Mamoumi et al., 2012).

1.5.1. Transformations physiques liées à la cuisson

Il sera décrit dans cette partie les modifications hydrothermiques touchant les principaux constituants de la pâte de biscuits :

a. Amidon. L'amidon représente (80 et 84% MS de la farine) est l'acteur du phénomène de gélatinisation lors de la fabrication des biscuits. L'élévation de la température de la pâte entraîne l'augmentation de l'agitation des molécules provoquant la perte de cristallinité des chaînes linéaires d'amylose et des zones cristallines de l'amylopectine. L'eau est alors absorbée par le granule d'amidon qui gonfle et éclate laissant s'échapper les chaînes d'amylose hors du granule. Il en résulte une augmentation de volume, une diminution de la mobilité des granules et une diminution de l'eau. L'amidon gélatinisé peut subir ensuite une hydrolyse sous l'action des amylases (Darimont et al., 2022).

b. Protéines. Durant le chauffage, les protéines subissent deux transformations successives : La première est une dénaturation thermique, réversible, qui affecte spécifiquement les protéines globulaires. Elle consiste en un changement de conformation de la protéine dû à des liaisons hydrogène, induisant la modification de ses propriétés fonctionnelles (perte de solubilité). La seconde transformation, irréversible, consiste en une agrégation qui est le résultat de l'action d'effets hydrophobes et de liaisons -SH entre fragments protéiques initialement dispersés. Cette transformation physique est sensible à la vitesse d'élévation de

température ;le processus d'agrégation est important pour une vitesse plus lente (**Lassoued et al., 2002**).

c. Sucres. Le sucre présente une grande importance dans la définition de la résistance du biscuit à la fracture après la cuisson et sa capacité à la déformation suite au stockage. Il a été démontré que le glucose et le sucre invertis influencent les caractéristiques rhéologiques de la pâte biscuitière, en particulier l'adhérence et la viscosité, alors que le sirop de fructose favorise le développement de la couleur (**SaiManohar et al. 2002**).

c. Lipides. Dès les premières minutes de cuisson la matière grasse fond et probablement même lors du repos de la pâte, puisque selon, cette température varie entre 15 et 50°C. L'augmentation de la qualité de matière grasse dans la pâte, favorise le développement d'une structure dure du biscuit (**Lassoued et al., 2002**).

1.5.2. Transformations chimiques induites par la cuisson

a. Caramélisations. La réaction de caramélisation, intervient lors du chauffage à haute température, est responsable du développement d'une couleur brune et d'un arôme typique de caramel. La température à laquelle le saccharose peut entrer dans la caramélisation est bien supérieure à celle du glucose et du fructose. Étant donné que le saccharose est un disaccharide non réducteur, il doit d'abord subir une réaction d'hydrolyse. Le fructose apparaît comme le sucre ayant une température d'entrée en réaction la plus basse. La caramélisation requiert également un pH compris entre 3 et 9 (**Chevallier et al., 2002**).

b. Réaction de Maillard. La réaction de Maillard implique une réaction entre un acide aminé et un sucre réducteur menant à la formation de pigments bruns (mélanoïdines) et à un grand nombre de produits volatils. Il s'agit de la principale réaction de développement de composés aromatiques lors d'un traitement thermique d'un aliment. Vu la complexité de la réaction, la description de son mécanisme de réaction semble impossible. Néanmoins, elle peut être découpée en trois phases (**Pico et al., 2002**):

1. Phase précoce : aboutissant à la formation des composés d'Amadori.
2. Phase avancée : dégradation des composés d'Amadori.
3. Phase tardive : formation des mélanoïdines.

c. Auto-oxydation des lipides. La peroxydation lipidique est activée lorsque l'activité de l'eau est comprise dans l'intervalle 0,6-0,8, autrement dit au moment où les réactions de caramélisation et celle de Maillard sont au minimum de leur activité. Si l'on considère de plus

que l'énergie d'activation de ces réactions est faible, on comprend que la peroxydation des lipides risque de se produire très tôt au cours de la cuisson (**Kroh et al., 2002**).

Or, il est établi que les composés aldéhydiques générés après la peroxydation lipidique réagissent avec les acides aminés pour donner des bases de Schiff. Cette réaction est considérée comme faisant partie de la réaction de Maillard au même titre que la réaction d'addition des sucres réducteurs sur les amines. En effet, la présence des produits d'oxydation des lipides tels que les aldéhydes, en présence de protéines, permet de déclencher la réaction de Maillard (**Belitz et al., 2002**).

2. Caroube

2.1. Généralités

Ceratonia siliqua L. appartient à la famille *Fabaceae*. Le caroubier est arbre héliophile et thermophile appartenant à l'étage bioclimatique semi-aride et aride, capable de s'adapter facilement à différents types de sols. Il s'agit d'une espèce fruitier polyvalente et industrielle qui présente une grande capacité à résister aux sécheresses (**Yousif et autres**). Le fruit de la caroube, également appelé gousse de caroube, se compose généralement de 80-90% de pulpe et de 10-20% de graines en poids, il contient également 50-65% de sucres, ~11% de fibres alimentaires, 1-5% de protéines, 1-6% de minéraux et 0,2-0,8% de lipides (**Oziyici et autres**).

Originaire du Moyen-Orient, le caroubier est un arbre essentiellement méditerranéen d'importance écologique, industrielle et ornementale indiscutable. On le rencontre à l'état naturel principalement en Espagne, Portugal, Maroc, Grèce, Italie, Turquie, Algérie, Tunisie, Égypte, et Chypre. Il a été introduit aussi en Australie, en Afrique du Sud, aux États-Unis et en Amérique du Sud.



Figure 3. Distribution mondiale du caroubier (**Battle et al. 1997**).

2.2. Fruit du caroubier

L'arbre produit des fruits sous forme de gousse comestible, également connu sous le nom de caroube. Le fruit mûr est une longue gousse en forme de cimeterre (10–25 cm) et contient plusieurs graines dures enrobées dans une pulpe (Figure 3a). Le rapport graine/pulpe peut varier entre 10 et 20 % : 80 à 90 %, augmentant du type cultivé au type sauvage, car la partie pulpe du type sauvage est plus petite que celle cultivée (Yatmaz et Turhan, 2018). La pulpe charnue est constituée d'environ 50 % de sucres (saccharose, glucose, fructose et maltose), 18 % de cellulose et d'hémicellulose, 16 à 20 % de tanins et 1 à 2 % de protéines. Les graines de caroube se caractérisent par une couleur brune, une dureté importante, une longueur d'environ 10 mm et un poids d'environ 0,2 g par graine. Les graines sont composées de peau (30 à 33 % p/p), d'endosperme (42 à 46 % p/p) et de germe (23 à 25 % p/p) (Tous et Antoni, 2013).

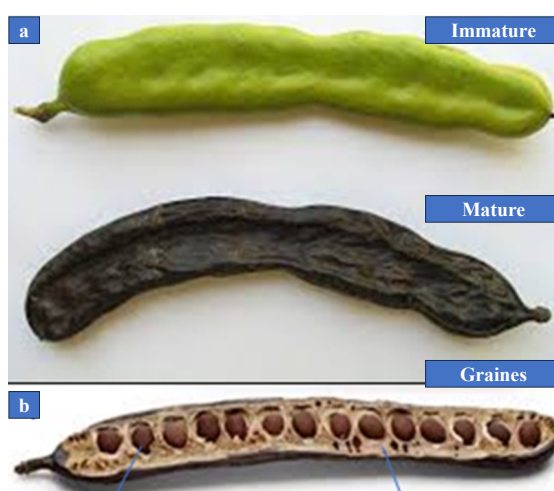


Figure 4. Gousses de caroube immatures (a) et matures, coupe longitudinale d'une gousse de caroube (b) (Tous & Antoni, 2013)

2.3. Transformation

Le caroube revêt une importance potentiellement significative pour l'industrie alimentaire en raison de ses constituants phytochimiques dotés de propriétés fonctionnelles, de propriétés aromatisantes et de bienfaits nutritionnels. Les gousses de caroube sont séchées après la récolte pour réduire l'humidité à environ 8 %, puis concassées pour séparer les graines de la pulpe (Papaefstathiou and Agapiou, 2018).

2.3.1. Graine

La graine de caroube est utilisée pour la production de gomme de caroube (LBG), un polymère utilisé comme additif alimentaire naturel et dans l'industrie pharmaceutique. La gomme de caroube produite à partir du traitement de pelage acide est de couleur blanchâtre et a une viscosité élevée, tandis que celle issue du pelage thermomécanique est de couleur un peu plus foncée en raison de l'opération de chauffage ou de torréfaction. Le LBG produit peut être davantage clarifié en le dissolvant dans de l'eau chauffée. La solution est filtrée pour éliminer les substances insolubles puis séchée et broyée pour obtenir du LBG clarifié ou purifié (**Prajapatiet al., 2013, Tous et al., 2013**).

2.3.2. Pulpe

La séparation des graines de caroube produit une quantité importante de gousses cassées (pulpe). Cette pulpe est transformée de différentes manières selon son utilisation : elle peut être transformée en sirop de caroube ou en poudre de caroube (**Tous et al., 2013**). Pour obtenir le sirop de caroube, la pulpe moulue est immergée dans l'eau, puis le mélange est égoutté et bouilli jusqu'à obtenir un sirop homogène. Pour la production de poudre de caroube, la pulpe est d'abord décortiquée, broyée à différentes tailles, grillée, puis réduite en une poudre fine, appelée farine ou poudre de caroube (**Musa et al., 2017**).

En fonction du temps et de la température, on peut obtenir de la poudre de caroube moyennement ou fortement torréfiée. Lors de la torréfaction traditionnelle, on utilise généralement une plage de température allant de 120 à 180°C pendant 10 à 60 minutes (**Yousfi et al., 2000**). Pendant le processus de torréfaction, d'importantes réactions chimiques se produisent, notamment la caramélisation du sucre et la réaction de Maillard, ce qui entraîne des modifications significatives du profil chimique et sensoriel de la poudre de caroube, affectant ainsi son goût, sa couleur et son arôme final (**Srou et al., 2016**).

Plusieurs études ont montré qu'un arôme similaire à celui du cacao pouvait être généré dans la pulpe de caroube torréfiée. La torréfaction de la farine de caroube améliore non seulement sa couleur, sa saveur et son arôme, mais augmente également sa teneur en polyphénols et sa capacité antioxydante, ce qui a des effets bénéfiques sur la santé (**Şahin et al., 2019**).

3. Isotherme de sorption

Le contrôle de la teneur en humidité lors de la transformation des aliments est une méthode ancienne de conservation. Ceci est réalisé soit en éliminant l'eau, soit en la liant de telle sorte que l'aliment devienne stable à la détérioration microbienne et chimique. C'est pour cette raison qu'une grande attention a été accordée aux propriétés de sorption des aliments. Les caractéristiques de sorption ont été et sont actuellement étudiées à la lumière de leur influence sur la stabilité au stockage des produits déshydratés, ainsi que de leur effet sur la diffusion de la vapeur d'eau (AL-Muhtaseb,2002). Il est important de mentionner que les études expérimentales et théoriques sur l'eau associée aux aliments se sont intensifiées pour tenter de comprendre et d'interpréter le comportement de l'eau. De telles tentatives se sont heurtées à de nombreuses difficultés car les aliments sont des mélanges hétérogènes de matières organiques et inorganiques solubles (Rizvi et al., 1984).

3.1. Activité de l'eau

L'activité de l'eau est une propriété fondamentale des solutions aqueuses et, par définition, le rapport entre la pression de vapeur de l'eau dans le substrat (P_v) et celle de l'eau pure à la même température ($P_s(T)$) : (Martins et al., 2005)

$$MR = \frac{P_v}{P_s(T)} \quad (1)$$

L'eau libre dans les aliments est l'eau disponible pour les réactions chimiques, pour soutenir la croissance microbienne et pour servir de moyen de transport pour les composés. À l'état lié, l'eau n'est pas disponible pour participer à ces réactions car elle est liée par des composés solubles dans l'eau tels que le sucre, le sel, les gommés, etc. (liaison osmotique) et par l'effet de surface du substrat (liaison matricielle). Ces effets de l'eau réduisent la pression de vapeur du substrat alimentaire selon la loi de Raoult, la comparaison de cette pression de vapeur avec celle de l'eau pure (à la même température) donne un rapport appelé activité de l'eau (a_w) (AL-MUHTASEB et al., 2002).

L'eau pure a un a_w de 1, une solution molaire de sucre de 0,98 et une solution molaire de chlorure de sodium 0,9669. Une solution saturée de chlorure de sodium a une activité de l'eau de 0,755. Cette même solution de NaCl dans un récipient fermé développera une humidité relative d'équilibre (HRE) dans un espace de tête de 75,5%. Il existe donc une relation entre l'ERH et a_w , puisque tous deux sont basés sur la pression de vapeur (Martins et al., 2005)

$$a_w = \frac{ERH}{100} \quad (2)$$

L'HRE d'un produit alimentaire est définie comme l'humidité relative de l'air entourant l'aliment, à laquelle le produit ne gagne ni ne perd son humidité naturelle et qui est en équilibre avec l'environnement. La définition des conditions d'humidité dans lesquelles les micro-organismes pathogènes ou de détérioration ne peuvent pas se développer est d'une importance capitale pour la conservation des aliments. Il est bien connu que chaque micro-organisme possède un cristal a_w en dessous duquel il ne peut se développer.

Comme décrit dans la figure 5, pour les a_w se situant entre 0,8 et 0,7, les réactions de Maillard se manifestent au maximum. La zone optimale de conservation des produits, sans additif ni réfrigération, correspond à des valeurs d' a_w comprises entre 0,25 et 0,35. Par ailleurs, pour qu'un produit alimentaire puisse se conserver, son activité de l'eau doit en général être abaissée en-dessous de 0,6, seuil en-dessous duquel les moisissures ne peuvent plus se développer.

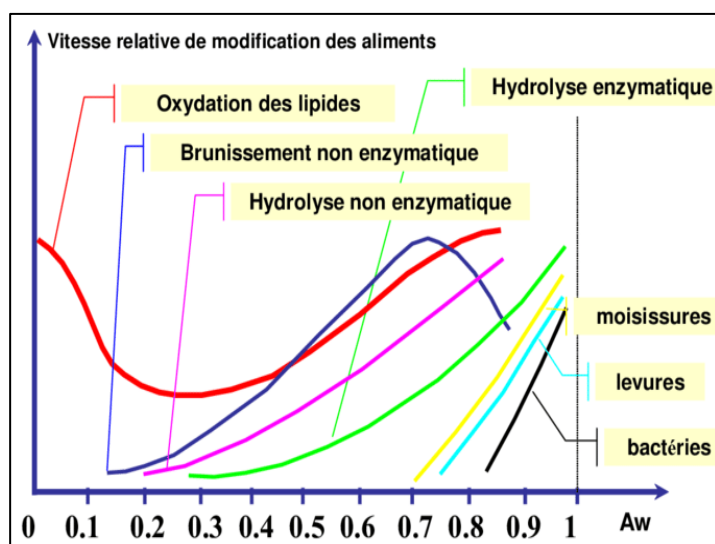


Figure 5. Vitesse de détérioration des aliments en fonction de l'activité de l'eau (Multon et al., 1978).

3.2. Mieux comprendre l'isotherme de sorption

L' a_w dans un produit dépend principalement de sa teneur en eau (W) et de sa température T . La courbe représentant pour une température T donnée la valeur de l' a_w d'un produit en fonction de la teneur en eau équivalent W_{eq} ou de l'humidité relative de l'air en équilibre HR est appelée (**Hodge et al., 1953**) :

- Isotherme d'adsorption si elle a été déterminée expérimentalement en partant d'un produit sec.
- Isotherme de désorption si elle a été déterminée expérimentalement en partant d'un produit saturé en eau.

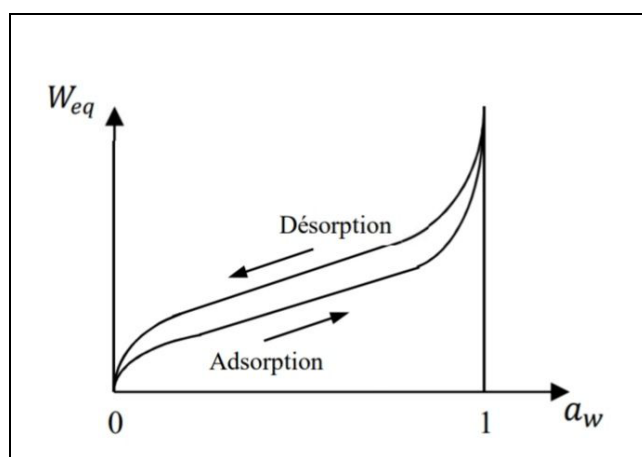


Figure 6. Allure générale des isothermes de sorption (**Jannot. 2022**)

La connaissance de l'isotherme de désorption est particulièrement importante en vue du séchage d'un produit par entraînement : produit placé dans un courant d'air chaud et sec à T_a , HR_a , ainsi la connaissance de l'isotherme de désorption permet de calculer la teneur en eau d'équilibre W du produit avec l'air de séchage ou de cuisson qui est la limite vers laquelle va tendre la teneur en eau W_{eq} du produit en fin de séchage. La valeur de W_{eq} est un paramètre qui apparaît en particulier dans les modèles permettant de prévoir, l'évolution de la teneur en eau W d'un produit au cours de son séchage ou lors de cuisson (**Quezel et santa, 1963**).

Il a été montré que certains produits présentent des isothermes d'adsorption différentes selon la méthode utilisée pour dégazer le produit avant de démarrer l'adsorption, on ne peut donc plus parler dans ce cas de l'isotherme (unique) d'adsorption mais il faut spécifier en plus le mode de déshydratation utilisé. Les isothermes de désorption peuvent également présenter

une variabilité selon le mode de préparation ou de fabrication du produit s'il n'est pas naturel ou selon le degré de maturité ou l'espèce du produit s'il s'agit d'un produit végétal. Dans ce dernier cas, les variations sont toutefois peu importantes (Touil et al., 2015).

3.3. Description des courbes des isothermes de sorption

Les isothermes d'adsorption/désorption présentent en général trois zones, chaque zone correspondant à un mode de fixation particulier de l'eau sur le produit (Jannot .2022) :

- a. **Zone 1** : Constitution d'une monocouche moléculaire à la surface du produit. Elle est caractéristique de l'action des forces de Van der Waals entre les groupements hydrophiles et les molécules d'eau. L'adsorption des molécules d'eau se fait progressivement jusqu'à constituer une monocouche recouvrant toute la surface externe des pores du produit. L'eau est dans un état rigide en raison de l'importance des forces de liaisons entre les molécules d'eau et la surface. Le passage à la zone suivante s'effectue quand toute la surface est saturée.
- b. **Zone 2** : Adsorption des molécules sur la monocouche initiale, l'isotherme est linéaire dans cette zone et l'eau est dans un état intermédiaire entre solide et liquide.
- c. **Zone 3** : Eau présente à l'état liquide dans les pores du matériau. L'épaisseur de la pellicule est suffisante pour que l'eau soit présente à l'état liquide dans les pores du matériau. L'eau micro capillaire constitue une phase continue.

3.4. Intérêt d'étudier les isothermes de sorption

L'étude des isothermes de sorption offre de multitudes solutions dans l'industrie agroalimentaire (Loubar et al. 2019) :

- a. Surveiller l'activité de l'eau en fonction de sa teneur
 - b. Contrôler l'évolution de l'activité de l'eau en fonction des changements de teneur de l'eau (hydratation, déshydratation) ou du passage du saccharose d'un état amorphe à un état cristallisé, dans le cas du saccharose dénaturé (confiserie).
 - c. Contrôler l'activité équilibrante de l'eau dans les mélanges de produits complexes partiellement ou totalement desséchés (recettes de soupes, de sauces, de potages, etc.)
- ;

- d. Choisir le mode de conditionnement d'une denrée en fonction de l'humidité relative de l'environnement dans lequel elle est stockée, par fournir les conditions optimales (température, HRe) pour préserver les produits alimentaires pendant le stockage
- e. Anticiper et prévenir les phénomènes de dégradation des aliments pendant le stockage.

4. Objectif de l'étude

L'objectif de cette étude expérimentale est d'analyser l'impact de différentes conditions de cuisson sur les propriétés physico-chimiques d'un biscuit sans gluten. En modifiant des paramètres comme la température et la durée de cuisson, nous cherchons à comprendre comment ces variables influencent la qualité finale du produit. Cette compréhension est cruciale pour l'optimisation des formulations de biscuits sans gluten, visant à offrir des produits de haute qualité qui répondent aux attentes des consommateurs tant en termes de goût que de texture. Les paramètres physico-chimiques évalués incluent l'activité de l'eau A_w , la couleur (analysée par un colorimètre, l'isotherme de sorption (déterminé par méthode gravimétrique), cette étude permettra de mieux comprendre modifications chimique et physique induite par la cuisson, fournissant ainsi des informations précieuses sur l'hygroscopie de biscuits sans gluten avec de farine de caroubier pour mieux gérer les différentes phases de fabrications en plus la conservation et le stockage de produits finis.

Notre étude se déroule en deux étapes : la première étape, est la préparions de biscuits sec et moelleux par différents types de farines parmi elles deux sans gluten fabriqué par l'entreprise Ets. Nutriker pour la production des produits alimentaire et de régime à M'sila, et la deuxième étape comprend la préparation d'un cake sans gluten avec l'ajout de la farine de caroubier dans sa formulation et l'étudier l'isotherme de sorption de ce dernier.

Chapitre II. MATÉRIEL ET MÉTHODES

1. Lieux de stage

Ce travail de recherche a été réalisé en collaboration avec l'entreprise Ets. Nutriker active dans le secteur agro-alimentaire depuis 2020 à wilaya de M'sila et spécialisée dans la production de produits diététiques, de biscuits et de produits sans gluten comme les farines utilisée dans cette. En outre une partie a été réalisée au niveau des labos du département. Les biscuits (cookies et cakes) sont préparés au niveau de laboratoire de sciences alimentaire département de biochimie et de microbiologie à l'université de M'sila.

2. Composition des préparations des biscuits

Les produits étudiés sont des cakes et des cookies préparer à partir de 4 types de farines :

- T1 : farine de blé tendre T45
- T2 : farine de blé complet T150
- T3 : farine multi-usage sans gluten
- T4 : farine pâtisseries sans gluten



Figure 7. Photographie des quatre farines utilisées

Trois biscuits (cookies et cakes) sont préparés pour chaque type de farine, le tableau suivant résume la composition des différents biscuits.

Tableau 2. Composition des biscuits préparés pour l'étude.

Composant	Cakes (%)	Cookies (%)
Farine	29	43
Œufs	25	7.5
Sucre	25	24
Matière grasse (margarine)	20	25
Poudres levantes	1	0.5
Eau	23.4	11.7

3. Diagramme de préparation des biscuits

Le protocole de *Palier et al, 2022* a été suivi pour la préparation des biscuits. Il est décrit dans le diagramme de la figure 8 pour le cake ainsi que pour les cookies. Brièvement, la préparation de la pâte des biscuits se fait en plusieurs étapes pour favoriser l'aération. Tout d'abord, il y a une étape de crémage où la matière grasse et le sucre sont mélangés pour former une mousse légère. Ensuite, les œufs sont incorporés, suivis de la farine et des agents levants.

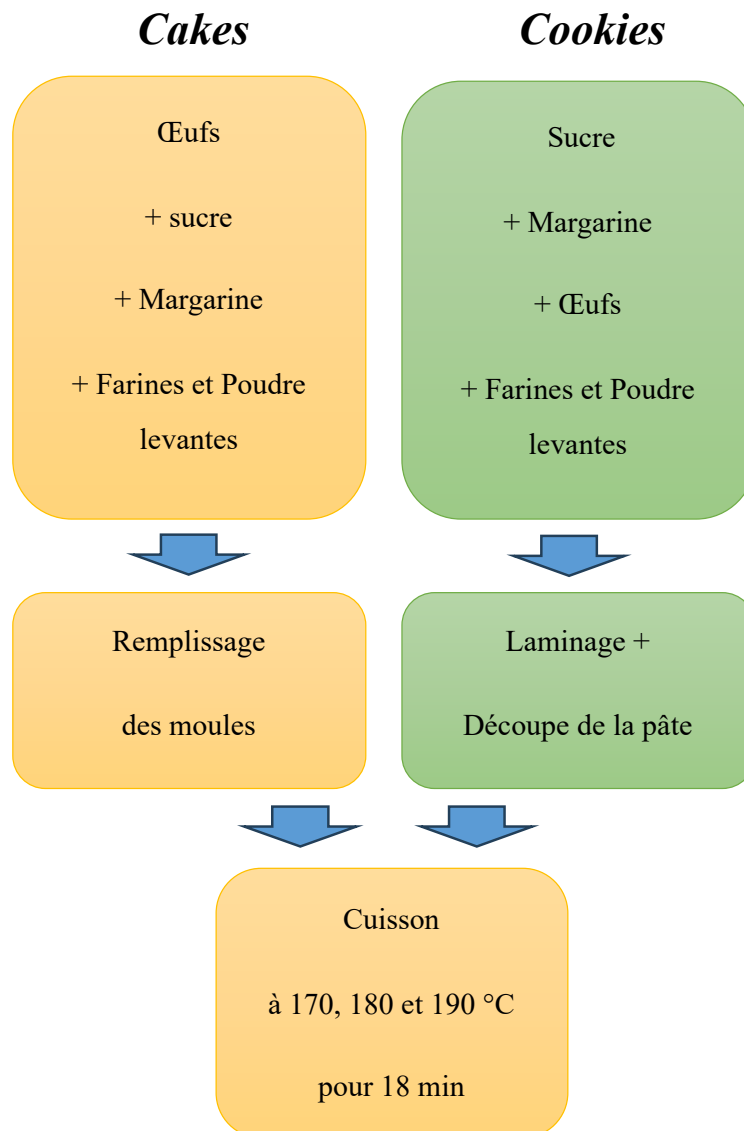


Figure 8. Diagramme de préparation des cakes et cookies.

4. Incorporation de la farine de caroube dans la préparation des cakes sans gluten

Les cakes sont des produits céréaliers complexes. Contrairement au pain dont la recette est simple (mélange farine, sel, levure et eau), les cakes contiennent de multiples ingrédients en plus de la farine tels que les œufs, le sucre et la matière grasse (Guiraud et Rosec, 2004). En suivant le protocole décrit précédemment, la poudre de caroube a été introduite dans la formulation initiale du cake sans gluten en la mélangeant à la farine à une proportion de 20%.

5. Méthodes de mesures

5.1. Détermination de la teneur en eau

Teneur en eau ou l'humidité du blé est la perte de masse, exprimée en pourcentage, subie par le produit dans les conditions spécifiées dans la méthode de référence pratique NA1132-2012/ISO 712 qui nécessite un broyage éventuel d'un échantillon dans un broyeur, et un séchage d'une prise d'essai à une température entre 130 °C et 133 °C dans une étuve isotherme (Memmert UF55, Germany). La pesée est effectuée en utilisant une balance analytique avec une précision de 0,001g (KERN 824-24, made in Germany), et un dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace pour le refroidissement des échantillons avant la pesée.

5.2. Détermination de l'activité de l'eau

La détermination de l'activité de l'eau (a_w) a été effectuée sur l'ensemble des biscuits préparés à l'aide d'un instrument de mesure du point de rosée (Aqualab, modèle 4TE, Decagon Devices, Inc., Pullman, Washington) à 25 °C. Une vérification de la justesse de la mesure de l'instrument a été réalisée avant les analyses avec une solution aqueuse de référence ($a_w = 0,760 \pm 0,003$ à 25 °C). Pour chaque produit, trois mesures ont été effectuées. Le coefficient de variation de la mesure a été estimé à 0,6 %

5.3. Détermination de la couleur

La couleur de la surface de la croûte et de la mie a été mesurée avec un colorimètre MinoltaCR-400 dans l'espace chromatique LAB (L^* , a^* , b^*) avec un illuminant D65 (étalon colorimétrique correspondant à une lumière naturelle en plein jour dans une zone tempérée). Les paramètres mesurés étaient la clarté :

- L^* : $L^*= 0$ (noir), $L^*= 100$ (blanc)
- a^* : $+a^*$ (rouge), $-a^*$ (vert)
- b^* : $+b^*$ (jaune), $-b^*=$ (bleu).

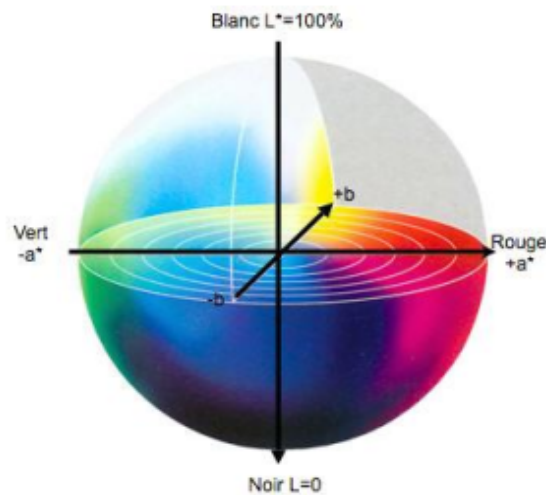


Figure 9. Représentation schématique de l'espace de couleur CIELAB

6. Analyses microbiologiques

Dans la présente étude, les germes suivis sur les quatre types de farines utilisées pour la préparation des biscuits sont : la flore aérobie mésophile totale, les levures et moisissures, les coliformes totaux et les coliformes fécaux. Les étapes préliminaires réalisées sont la vérification des appareils (étuves, autoclave, balance de précision...) et la désinfection du plan de travail ainsi que tous les appareils utilisés. Les analyses microbiologiques sont basées sur plusieurs étapes fondamentales (NA JO N : 17/39), qui sont la préparation du matériel et des milieux de culture, l'échantillonnage, la préparation des suspensions mères et des dilutions décimales, l'ensemencement et l'incubation et finalement le dénombrement des colonies (Biner et al., 2007).

6.1. Préparation des appareils et des milieux de culture

La préparation des milieux de culture se fait selon la norme (NA JO N : 17/39). Les composants de base déshydratés ou le milieu complet déshydraté sont dissous dans un volume d'eau distillée approprié. Le milieu de culture est ensuite stérilisé dans un autoclave à chaleur humide, de barème (121°C /1 bar /15 min). Finalement, le milieu de culture préparé est maintenu en surfusion dans un bain marie thermostaté à 47°C 2 jusqu'à utilisation à condition de ne pas dépasser les 4 heures. Le matériel utilisé (bêchers, pipettes, spatules...) est lavé puis stérilisé également.

6.2. Préparation des suspensions, ensemencement et incubation

Dans un flacon contenant 90 ml de diluant, une prise d'essai de 10 g de la farine (prélèvement en profondeur) est introduite et homogénéisée afin de réaliser une suspension mère de 10^{-1} . Le diluant utilisé étant l'eau physiologique stérilisée à 121°C /1 bar /15 min. La préparation des dilutions décimales se fait en mélangeant un volume déterminé de la suspension mère avec un volume 9 fois égal de diluant, et en répétant cette opération sur chaque dilution ainsi préparée, jusqu'à obtention d'une gamme de dilutions décimales appropriée pour l'inoculation des milieux de culture. Les milieux de culture utilisés et les conditions d'incubation sont spécifiques pour chaque micro-organisme sont résumés dans le tableau 3.

Tableau 3. Conditions d'analyses des microorganismes recherchés

Germes analysés	Méthodes employée	Milieu de culture	Condition d'incubation	Valeurs limites (UFC/g)*
FAMT		PCA	30°C/72h	300 000
LM osm		Sabouraud	25°C/5jours	1000
CT		VRBL	30°C/24h	1000
CF		VRBL	44°C/24h	10

*Valeurs limites selon le JORF AM 21/12/79, 1980 ; Guiraud, 2003

FAMT : flore mésophile aérobie totale ; LM : levures et moisissures CT : coliformes totaux ; CF : coliformes fécaux

L'ensemencement sur milieu solide consiste à inoculer le milieu de culture avec la suspension mère et les dilutions décimales, le volume inoculé dans chaque boîte de Pétri étant de 1 ml en profondeur. Ensuite, le milieu de culture approprié est coulé, homogénéisé et refroidi. Pour chaque micro-organisme, deux boîtes de Pétri par dilution sont préparées pour tester la reproductibilité de l'essai. Il est à noter que le temps qui s'écoule entre la fin de la préparation de suspension mère et l'inoculation ne doit pas dépasser 45 min.

6.3. Expression du résultat

Le dénombrement des colonies se fait suivant la formule suivante (XP V08-102, 1998) :

$$N(\text{UFC}) = \frac{\sum c}{(V \times n_1 + 0,1n_2) \times d_1} \quad (3)$$

Avec N (UFC) est le nombre de microorganisme en unité formant colonie ; c est le nombre de colonies dénombrées sur une boîte retenue ; V est le volume de l'inoculum par boîte ; n_1 et

n_2 sont respectivement le nombre de boîte retenue à la première dilution (la plus faible) et le nombre de boîte retenue à la deuxième dilution (la plus forte).

Dans le cas général, les boîtes prises en compte sont celles contenant entre 10 et 150 pour les levures et moisissures et les levures et moisissures osmophiles, et celles contenant entre 15 et 300 pour les autres micro-organismes. Les colonies envahissantes doivent être comptées comme une seule colonie. Si moins d'un quart de la boîte est envahie par de telles colonies, il faut compter les colonies de la partie de la boîte non envahie et calculer le nombre de colonies correspondant à la boîte entière. Si plus d'un quart est envahie, on ne doit pas tenir compte de la boîte (NT.16.45-1/2001).

7. Détermination expérimentale des isothermes de sorption

L'isotherme de sorption lie la teneur en eau d'équilibre, pour une température donnée, et l'humidité relative de l'environnement entourant le produit. Sa courbe, dite aussi courbe d'équilibre hygroscopique, exprime en ordonnée : la teneur en eau d'équilibre du produit X_{eq} , exprimée en kg d'eau par kg de matière sèche et en abscisse : l'activité de l'eau dans le produit (a_w) qui est égale à l'humidité de l'air. En effet les équilibres thermique et hydrique entre le produit (cakes) et l'atmosphère qui l'entoure (air) est défini par les deux égalités suivantes : (Jannot et al., 2022)

$$X_{eq} = f(a_w) \text{ pour } T = \text{constante} \quad (4)$$

Il faut noter que toute modification de la qualité ou de la composition du matériau entraîne une modification de ses isothermes de sorption. De par la complexité des phénomènes de sorption, les isothermes de sorption ne peuvent pas être prédites par la théorie mais doivent être établies expérimentalement pour chaque produit. La connaissance de ces courbes est indispensable pour optimiser la cuisson des cakes. La méthode gravimétrique est la méthode qui sera utilisée pour déterminer l'isotherme d'adsorption.

7.1. Principe de la méthode gravimétrique

Le principe d'obtention d'un point de l'isotherme est le suivant : on place un échantillon du produit dans une enceinte maintenue à température T et à humidité relative HR de l'air constante. L'échantillon est pesé à intervalle régulier jusqu'à ce que sa masse ne varie plus, il est alors en équilibre avec l'air à (T, HR) . Connaissant sa masse humide, il suffit alors de

déterminer sa masse sèche pour en déduire sa teneur en eau W , le couple (HR, W) fournit un point de l'isotherme de sorption ou de désorption. Le produit est placé dans un récipient étanche à l'intérieur duquel une solution maintient une humidité relative constante (figure 10).

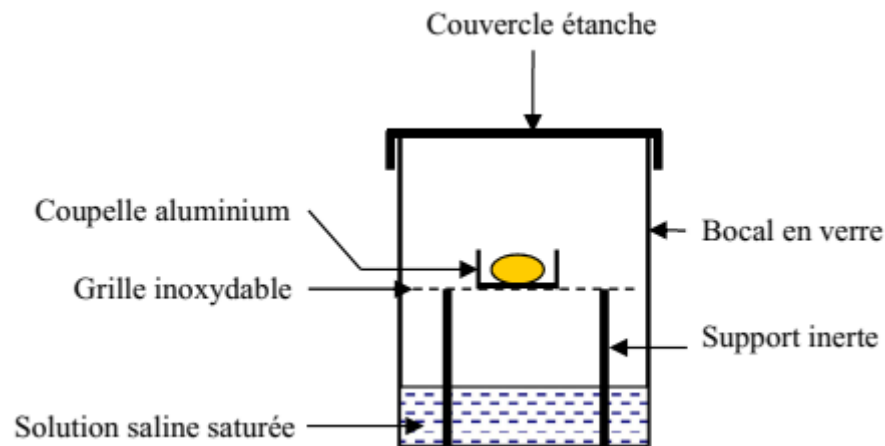


Figure 10. Schéma d'un montage expérimental type pour la méthode des solutions salines.

7.2. Préparation des solutions salines saturées et des échantillons

Une série de cinq solutions salines saturées ont été préparés pour 30°C et 40 °C, conférant une activité de l'eau déterminée pour chacune des températures. Les sels et les a_w correspondantes sont présents dans le tableau 4.

Tableau 4. Valeurs standards des activités de l'eau données par différents sels en fonction de la température.

Sels	Activité de l'eau	
	30°C	40°C
Hydroxyde de potassium(KOH)	0.0738	0.0626
Carbonate de Potassium(K ₂ CO ₃)	0.4317	0.423
Chlorure de Magnésium(MgCl ₂)	0.323	0.3159
Sulfate de Potassium (k ₂ SO ₄)	0.743	0.964
Chlorure de Potassium(KCl)	0.898	0.891

Avant d'entamer la préparation des cinq solutions salines, on a consulté les différentes valeurs des solubilités des sels utilisés et cela pour avoir une idée préalable sur leurs masses. Chaque solution saturée est obtenue en dissolvant, dans une bouteille contenant 120 ml d'eau distillée,

une masse mi pesée dans une balance à affichage numérique de précision 0.001g, l'agitation est nécessaire. Les masses des sels ajoutées pour obtenir ces solutions salines saturées sont données dans le tableau 5.

Tableau 5. Solubilités des sels utilisés

Solutions	KOH	K ₂ CO ₃	K ₂ SO ₄	KCl	MgCl ₂
Solubilités (g/l)	1100	1120	120	340	542
Masses (g/120ml)	132	134.4	9.6	27.2	43.4

Les échantillons des cakes sans gluten utilisés dans cette étude sont préparés à partir des farines T4 (mix pâtisserie sans gluten) fabriqué par l'entreprise Ets.Nutriker avec l'incorporation de la farine de caroube , les cakes sans gluten ont été broyés à l'aide d'un pilon et d'un mortier et mélangés avec de petites quantités du sorbate de potassium (0,5 g/100 g de biscuit) pour empêcher la croissance microbienne pendant les études de sorption. Les échantillons ont été déshydratés en les plaçant sur du pentoxyde de phosphore dans un dessiccateur, ce qui donne un environnement d'humidité relative proche de 0 %, pendant 7 jours à la température isotherme souhaitée.

7.3. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental se compose de cinq bocaux en verre de 1/2 litre chacun, munis d'un couvercle isotherme. Chaque bocal contient une solution saline maintenue à une température constante à l'aide d'une étuve.



Figure 11. Photographie du dispositif expérimentale de détermination de l'isotherme d'adsorption.

Les bocaux sont laissés dans l'étuve pendant 5 jours afin que les solutions salines puissent s'adapter à la température de travail et atteindre l'équilibre thermodynamique. Pour chaque cas, nous avons utilisé des échantillons de 2 g de biscuit ($\pm 0,1 \%$), placés dans des bocaux en verre sur un support au-dessus de la solution saline. Les échantillons sont pesés toutes les 48 heures jusqu'à ce que la variation de masse entre deux mesures successives soit inférieure à 0,001 g. L'équilibre thermodynamique est généralement atteint après quelques jours. Une fois les masses humides d'équilibre obtenues, les échantillons sont placés dans une étuve régulée à une température de 105 °C pendant 24 heures pour déterminer leurs masses sèches.

La différence de masse avant et après séchage dans l'étuve, permet d'avoir la teneur en eau d'équilibre, soit :

$$X_{eq} = \frac{M_h - M_s}{M_s} \quad (5)$$

En déterminant l'extrait sec du biscuit, on peut connaître la teneur en eau de l'échantillon pour une hygrométrie donnée. Une courbe d'adsorption est alors obtenue, indiquant que le biscuit absorbe de l'eau jusqu'à atteindre l'équilibre, car l'échantillon initial était sec. Les mesures sont réalisées en trois exemplaires.

8. Modélisation et méthodes statistiques

8.1. Modèles

Pour décrire les isothermes d'adsorption des biscuits, le modèle BET et GAB ont été utilisés comme référence. Les deux modèles sont les plus fréquemment utilisés pour modéliser les courbes de sorption des produits alimentaires. Le modèle de BET comprend trois paramètres ayant une signification physique et est exprimé par l'équation (**Weisser 1986**) :

$$X_{eq} = \frac{X_m \cdot C_b \cdot a_w}{(1 - a_w) \cdot (1 - a_w + C_b \cdot a_w)} \quad (6)$$

Où a_w est l'activité de l'eau du produit ; X_{eq} est la teneur en l'eau à l'équilibre thermodynamique du produit ($\text{g}/100 \text{ g}^{-1}$ base sèche) ; X_m teneur en l'eau de la couche monomoléculaire ; C_b paramètre thermodynamique qui est en relation avec l'écart entre la chaleur de sorption de la monocouche et la chaleur latente de condensation de la vapeur d'eau.

Le modèle de GAP est considéré comme un bon modèle théorique pour les produits alimentaires. Ses paramètres, qui ont un sens physique, permettent l'accès à des

connaissances supplémentaires sur le comportement du produit. Le modèle de GAP est exprimé par l'équation suivante (Spiess et Wolf, 1985) :

$$X_{eq} = \frac{X_m \cdot K \cdot C_g \cdot a_w}{(1 - K \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + K \cdot C_g \cdot a_w)} \quad (7)$$

Avec X_{eq} , X_m et a_w identiques aux paramètres du modèle BET ; C_g est la constante de Guggenheim qui est en relation avec l'écart entre la chaleur de sorption de monocouche et celle de la multicouche ; K paramètre correctif trouvé dans le modèle de GAP relatif aux propriétés de sorption des multicouches avec en général $K < 1$.

8.2. Méthodes statistiques

Les paramètres des deux modèles GAP et BET ont été estimés par régression non linéaire à l'aide d'un *tool box* d'ajustement de MATLAB 6.5 (The MathWorks Inc., Natick, MA, USA). L'erreur quadratique moyenne (RMSE, root means squared error) entre toutes les données expérimentales et prédites, les coefficients de détermination ajustés ($R^2_{ajusté}$) et les intervalles de confiance (calculés avec une probabilité de 95 %) ont été utilisés comme indicateurs de la qualité de l'ajustement pour les paramètres estimés.

Un test d'analyse de la variance multivariée (MANOVA) a été effectué pour examiner les effets significatifs du type de farine sur l'ensemble des paramètres mesurés pour les biscuits (a_w , L^* , a^* , b^* , IB , et ΔE). Cela a été suivi d'une analyse post-hoc de Bonferroni pour les comparaisons multiples. Un test d'analyse de la covariance multivariée (MANCOVA) a été utilisé pour examiner les effets significatifs type de farine sur l'ensemble des paramètres mesurés pour les biscuits en contrôlant l'effet de la température. Une valeur $p < 0,05$ était considérée comme statistiquement significative. Cette analyse a été réalisée à l'aide du logiciel SPSS Statistics version 26 (IBM, New York, USA).

Chapitre III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

1. Impact de la température de la cuisson

1.1. Effet de la température de cuisson sur couleur

1.1.1. Paramètres L^* , a^* et b^*

Les caractéristiques de couleur des biscuits préparés sont des paramètres de qualité importants qui détermineront la première impression, composante essentielle de leur acceptabilité, et définir ainsi la température cuisson optimale. Le tableau 6 présente les résultats des paramètres de couleur L^* , a^* et b^* des cookies aux différentes températures de cuisson à savoir 170, 180, 190 °C.

Tableau 6. Effet de la température de cuisson sur les paramètres L^* , a^* et b^* de quatre cookies préparés à partir de quatre farines différentes.

Paramètre	Température (°C)	Farines			
		T1	T2	T3	T4
L^*	170	56.11 ± 6.96 ^{ab}	54.14 ± 2.13 ^a	68.18 ± 1.45 ^b	64.82 ± 1.41 ^b
	180	45.96 ± 1.10 ^a	46.68 ± 2.17 ^{ab}	51.01 ± 1.09 ^{cb}	58.06 ± 3.39 ^b
	190	50.83 ± 2.34 ^a	46.51 ± 3.06 ^{ab}	63.32 ± 1.36 ^b	68.97 ± 1.75 ^b
a^*	170	-2.66 ± 0.32 ^a	-0.61 ± 0.21 ^b	-4.74 ± 0.11 ^{cd}	-4.88 ± 0.14 ^d
	180	2.14 ± 0.99 ^a	2.11 ± 0.72 ^a	2.20 ± 0.19 ^{ab}	-0.61 ± 1.18 ^b
	190	1.53 ± 2.10 ^a	1.50 ± 0.54 ^a	1.06 ± 0.84 ^a	-0.63 ± 0.66 ^a
b^*	170	19.90 ± 5.28 ^{abc}	17.18 ± 0.61 ^a	24.03 ± 0.98 ^b	21.40 ± 0.42 ^c
	180	12.39 ± 1.49 ^a	12.91 ± 2.54 ^a	17.04 ± 0.71 ^b	21.15 ± 1.49 ^c
	190	18.49 ± 1.29 ^a	15.44 ± 1.89 ^a	24.42 ± 0.90 ^b	27.22 ± 1.31 ^c

Les valeurs sont des moyennes avec trois estimations (n=3) ± écart type.

Les mêmes lettres en lignes font référence à des moyennes non statistiquement différentes une analyse de variance (ANOVA) suivie d'un test de Tukey.

T1, T2, T3 et T4 sont respectivement des farines de blé tendre, de blé complet, multi-usages sans gluten et mix pâtisserie sans gluten.

La luminosité L^* des cookies diminue quand la température augmente. Pour la farine T1 (farine de blé tendre) L^* diminue significativement passant de 56.11 à 45.96 pour une augmentation de température de 170°C à 180°C. Même constat pour les cookies T2 (farine de blé complet), où elle diminue de 54.14 à 46.68 puis se stabiliser à 46.51 à 190°C. Pour les cookies T3 (farine multi-usage sans gluten) et T4 (mix pâtisserie sans gluten) la luminosité

diminue légèrement puis reste stable à 190°C. Le paramètre a^* (indice rouge-vert), pour les quatre cookies T1, T2, T3 et T4 on constate une augmentation en passant de 170 à 180°C puis il diminue à 190°C. Cependant, pour T4 on remarque que a^* est toujours négatif, traduisant ainsi que cette farine est de couleur qui tend au vert qu'au rouge. Le paramètre b^* (indice jaune-bleu) des cookies T1 diminue de 19.90 à 12.39 en passant de 170°C à 180°C, puis augmente à 18.49 à 190°C. Pour les cookies T2, b^* diminue légèrement de 17.18 à 12.91 puis augmente à 15.44. b^* augmente de 24.03 à 24.42 puis reste stable pour les cookies T3. Cependant b^* augmente progressivement avec l'augmentation de la température pour cookies T4.

Globalement, la température de cuisson influence significativement les paramètres de couleur L^* , a^* et b^* . On observe des tendances variables selon le type de farine, ce qui montre l'importance de la composition de la farine dans la réponse aux conditions de cuisson. Pour certaines farines, la luminosité L^* tend à diminuer avec l'augmentation de la température (T1, T2), ce qui peut être dû au brunissement des cookies pendant la cuisson. Les indices a^* et b^* montrent des variations qui indiquent des changements dans la coloration des cookies, influencés par des réactions chimiques comme la caramélisation et la réaction de Maillard.

En effet les cookies élaborés avec des farines sans gluten (T3, T4) montrent des comportements différents par rapport aux farines contenant du gluten (T1, T2). Par exemple, T4 présente une augmentation notable de b^* à haute température, indiquant une coloration plus jaune. a^* qui signifie une rougeur influencée par le traitement thermique, où sa valeur augmente avec l'augmentation de la température, dans le cas des cookies aux farines sans gluten (T3 et T4), ce paramètre vire au vert au détriment du rouge (Azab et al., 2022). Les variations relativement faibles suggèrent que ces farines manifestent une moindre sensibilité aux changements de température.

1.1.2. Indice de brunissement

La figure 12 présente l'effet de la température de cuisson (170°C, 180°C, 190°C) sur l'indice de brunissement (IB) de cookies préparés à partir de quatre types de farines différentes : T1 (farine de blé tendre), T2 (farine de blé complet), T3 (farine multi-usage sans gluten), et T4 (mix pâtisserie sans gluten). Il peut être constaté que les cookies T1, l'IB augmente de 30 à environ 40 et reste autour de 40 pour respectivement des températures de cuisson de 170, 180 et 190°C.

Cette augmentation n'est pas statistiquement significative ($p < 0.05$), indiqué par une analyse de variance ANOVA. Donc, la cuisson aux trois températures ne montre pas de différence significative en termes de brunissement, ce qui indique que le brunissement atteint un plateau. Le même constat peut être rapporté pour les cookies T2 et cette similitude indique que la farine de blé complet suit une tendance similaire à celle de la farine de blé tendre.

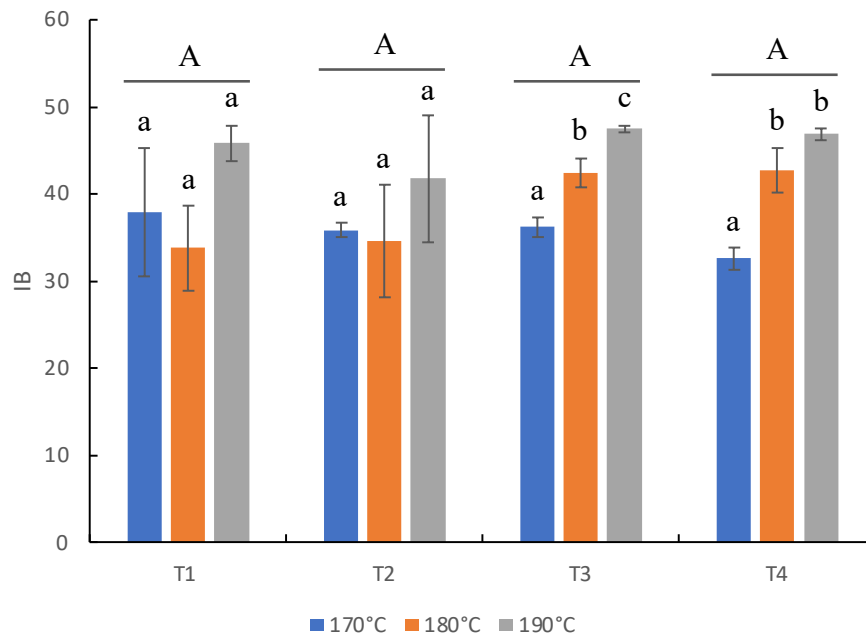


Figure 12. Effet de la température de cuisson sur l'indice de brunissement (IB) de quatre cookies préparés à partir de farines différentes. Les mêmes lettres font référence à des moyennes non statistiquement différentes selon une analyse ANOVA suivie d'un test de Tukey (Miniscule) et MANCOVA suivie d'un test de Bonferroni (Majuscules). Les barres d'erreurs présentent les écart-type ($n=3$).

Pour les cookies T3, l'IB est d'environ 35 à 170°C et augmente légèrement à environ 40 à 180°C, puis atteint environ 48 à 190°C. Contrairement aux farines T1 et T2, la farine T3 montre une augmentation significative ($p < 0.05$) de l'IB avec l'augmentation de la température, indiquant un brunissement plus marqué à des températures plus élevées. Les cookies de la farine T4 a manifesté un comportement relativement similaire à T3, mais avec une différence non notable entre 180°C et 190°C.

Une comparaison multifactorielle avec une analyse de température comme covariante, révèle que les cookies T1, T2, T3, et T4 partagent la lettre A, indiquant des indices de brunissement statistiquement similaires. Cependant, en termes d'influence de température sur le brunissement, les cookies issues des farines sans gluten T3 et T4 ont manifesté un

comportement différent comparativement aux cookies issus des farines classiques T1 et T2. En effet, le brunissement est plus prononcé à haute température pour ces farines, et cela peut être expliqué par la vitesse de formation des hydroxyméthylfurfural (HMF) et des pigments bruns lors de la réaction de Maillard. Ce dernier est un processus clés responsables du brunissement des produits de boulangerie comme les cookies. Ces résultats sont en adéquation par rapport aux observations de **Pérez et al. (2018)**.

Par ailleurs la formation de HMF est influencée par plusieurs facteurs, notamment la température, le pH, et la composition en sucres et en acides aminés des ingrédients (**Pérez et al. 2018**). Les farines T1et T2 contenant de gluten, une protéine qui peut interagir avec les sucres pour former des produits de Maillard, semblent atteindre un plateau de brunissement à partir de 180°C, peut-être en raison d'une saturation des réactions de Maillard ou d'une stabilité thermique du HMF formé. En effet, l'indice de brunissement augmente avec l'augmentation de la température pour toutes les farines, bien que les farines sans gluten montrent des augmentations plus significatives à des températures plus élevées. Avec des températures plus élevées et temps plus longs, on accélère les réactions de brunissement avec des changements d'arôme, de goût et de couleur des biscuit (**Azab et al. 2022**).

1.1.3. Différence de couleur totale

La figure 13 illustre l'effet de la température de cuisson (170°C, 180°C, 190°C) sur la différence de couleur totale (ΔE) de cookies préparés à partir de quatre types de farines différentes. En termes de cette différence entre les cookies témoin (T1) et les autres cookies, tous les échantillons présentaient une valeur ΔE statistiquement inférieure ($p < 0,05$, lettre en majuscules différentes) à celle de l'échantillon témoin. Cela signifie qu'ils étaient tous plus foncés que les biscuits témoins. De manière concordante, il y a eu une réduction de la couleur typique dorée ou brun très clair provoquée par les réactions de Maillard dans la croûte externe ; bien que des réactions de Maillard aient lieu tout au long de la pâte des cookies, le brunissement se produit plus intensément sur la surface externe, favorisé par des températures élevées et une faible teneur en humidité. Selon **Hadiyanto et al. (2007)**, la cuisson de la plupart des produits est terminée avant le début des réactions de caramélisation (et de carbonisation) à des températures supérieures à 150°C : même si des températures de four supérieures à 150°C sont utilisées, la température de la surface dépasse rarement cette valeur. Constat qui a été vérifié lors de nos expérimentations où la température est mesurée à cœur des différents cookies cuits à trois températures

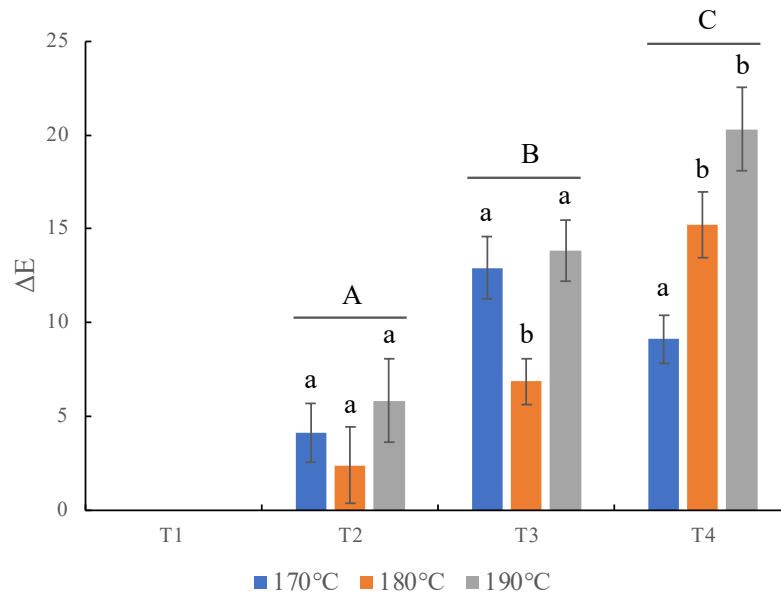


Figure 13. Effet de la température de cuisson sur la différence de couleur totale (ΔE) de quatre cookies préparés à partir de quatre farines différentes. Les mêmes lettres font référence à des moyennes non statistiquement différentes selon l'analyse suivie d'un test de Tukey (Miniscule) et MANCOVA suivie d'un test de Bonferroni (Majuscules). Les barres d'erreurs présentent les écart-type ($n=3$).

Ces résultats indiquent que toutes les différences couleurs sont facilement perceptibles. Selon **Rogowska (2015)**, la différence de couleur peut être interprétée comme suit : $0 < \Delta E < 1$ les différences de couleur sont méconnaissables par un observateur standard, $1 < \Delta E < 2$ seul un observateur expérimenté peut reconnaître les différences, $2 < \Delta E < 3,5$ un observateur inexpérimenté peut repérer les différences, $3,5 < \Delta E < 5$ tout observateur peut facilement voir les différences, $\Delta E > 5$ un observateur voit deux couleurs différentes.

Une analyse de variance de chaque type de cookies montre que pour T2 les différences de couleur totale ΔE pour les températures 170°C, 180°C, et 190°C ne sont pas significativement différentes, indiquant que les cookies avec la farine de blé tendre a une variation de couleur relativement stable avec l'augmentation de la température. En revanche pour T3, les différences de couleur totale ΔE augmentent significativement avec la température, montrant que la farine T3 multi-usages sans gluten réagit plus fortement à l'augmentation de la température en termes de changement de couleur. T4 montre également une augmentation significative de ΔE avec la température, particulièrement entre 170°C et 190°C, indiquant une sensibilité élevée au changement de couleur.

En outre, l'augmentation de la température de cuisson entraîne une augmentation de ΔE , plus marquée pour les farines sans gluten, cette sensibilité est due à la composition chimique de ces derniers qui favorise la formation accrue de pigments, contribuant aux changements plus prononcés de la couleur totale avec l'augmentation de la température, de plus l'absence de gluten est ça capacité de stabiliser la couleur (Manzocco et al., 2001).

1.2. Impact de la cuisson sur l'activité de l'eau

La figure 14 illustre l'effet de la température de cuisson s sur l'activité de l'eau (a_w) de cookies préparés à partir de quatre types de farines différentes. Il peut être observé que l'activité de l'eau des cookies diminue significativement avec l'augmentation de la température de cuisson pour T1 et T2, ce qui est particulièrement notable à 170°C. Cette tendance est en accord avec les principes rapportés par Labuza et Hyman (1998), qui indiquent que des températures plus élevées favorisent la perte d'humidité dans les produits alimentaires, réduisant ainsi l'activité de l'eau. Contrairement à T1 et T2, l' a_w ne montre pas de variation statistiquement significative ($p < 0.05$) avec la température de cuisson pour les farines sans gluten T3 et T4, ce qui peut indiquer une rétention d'eau plus stable dans ces farines sans gluten.

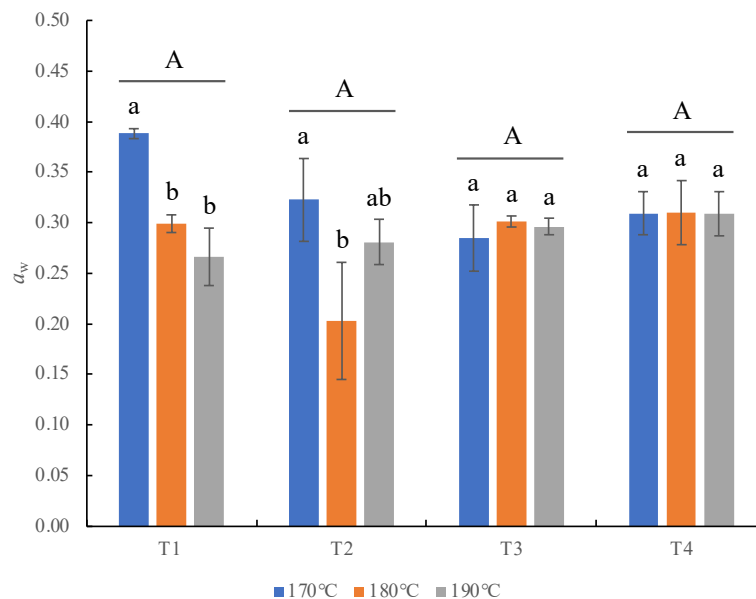


Figure 14. Effet de la température de cuisson sur de l'activité de l'eau de quatre cookies préparés à partir de farines différentes. Les mêmes lettres font référence à des moyennes non statistiquement différentes selon l'analyse suivie d'un test de Tukey (Minuscule) et MANCOVA suivie d'un test de Bonferroni (Majuscules). Les barres d'erreurs présentent les écart-type ($n=3$).

La diminution de l' a_w est plus importante pour les farines T1 et T2 que pour les farines T3 et T4. Cette différence est dû à des différences dans la composition des farines, telles que la teneur en amidon et en fibres ou la structure des protéines ; les farines T1 et T2 contiennent plus d'amidon que les farines T3 et T4. Il est connu que l'amidon est un polymère hydrophile, c'est-à-dire qu'il a une affinité pour l'eau, lors de la cuisson, l'eau est absorbée par l'amidon lors de la gélatinisation, ce qui réduit l'eau libre disponible, l'eau liée dans la structure gélatinisée de l'amidon contribue à réduire l' a_w (Barbosa et al.,2007). De plus, il est à noter qu'une grande partie de l'eau ajoutée dans la pâte de ses farines s'évapore pendant la cuisson, réduisant encore plus l' a_w .

On remarque également que l'activité de l'eau des cookies préparés avec de la farine T1 est significativement plus élevée que celle des cookies préparés avec les autres farines. Cela s'explique par le fait que la farine T1 est plus riche en amidon que les autres farines. L'amidon est un polymère hydrophile, c'est-à-dire qu'il a une affinité pour l'eau, donc il attire et retient l'eau.

Les propriétés hygroscopiques des farines de blé T1 et T2 se caractérisent par une forte sensibilité à la température, se traduisant par une baisse significative de l'activité de l'eau avec son augmentation. A contrario, les farines sans gluten T3 et T4 exhibent une inertie vis-à-vis des variations de température, conservant un a_w relativement stable.

1.3. Analyse microbiologique des quatre de farines

Le tableau 7 présente les résultats des tests microbiologiques des quatre farines de l'étude. La charge des germes aérobies mésophiles varie respectivement de $1,05 \times 10^2$ à $2,5 \times 10^2$ UFC/g et de $1,3 \times 10^3$ à $2,4 \times 10^3$ UFC/g, ces différentes charges sont inférieures aux critères microbiologiques concernant les germes aérobies mésophiles et les champignons respectivement de 10^5 UFC/g et de 10^3 UFC/g dans les farines (Codex Stan 74-1981) et la norme algérienne (JO 17/39). Ces faibles charges pourraient s'expliquer par le taux d'humidité très bas dans les différentes farines.

Les coliformes fécaux se situent à la limite typique et les coliformes fécaux n'ont pas été détectés dans cette étude, la même chose pour les levures et moisissures, ces résultats pourraient traduire le respect des bonnes pratiques d'hygiène au cours de la fabrication des farines

De ces résultats, il demeure clair que les échantillons de farines de blé analysés possèdent généralement une qualité microbiologique satisfaisante et rentre dans les normes internationales définies par le Codex Alimentarius Standard (1995) et la norme algérienne (JO 17/39).

Tableau 7. Résultats des analyses microbiologique des quatre farines étudiées.

Farines	Charge microbienne (UFC/g de farine)			
	FMAT	CT	CF	LM
T1	$2,5 \times 10^2$	$4,5 \times 10^2$	<10	$4,5 \times 10^3$
T2	$1,1 \times 10^2$	$2,3 \times 10^1$	<10	$5,0 \times 10^2$
T3	$2,4 \times 10^3$	$1,3 \times 10^1$	<10	$1,5 \times 10^2$
T4	$1,3 \times 10^3$	$3,1 \times 10^1$	<1	$3,1 \times 10^2$

T1, T2, T3 et T4 sont respectivement des farines de blé tendre, de blé complet, multi-usages sans gluten et mix pâtisserie sans gluten ; FMAT, flore mésophiles aérobie totale ; CT, coliformes totaux ; CF, coliformes fécaux ; LM, levures et moisissures.

2. Modélisation des isothermes de sorption

Les figures 4 et 5 présentent les isothermes de sorption des cakes sans gluten à la caroube et des biscuits respectivement étudiés respectivement à 30°C et 40°C. Les isothermes montrent comment la teneur en eau d'équilibre X_{eq} varie en fonction de l' a_w , avec des ajustements basés sur les modèles de BET et GAP. On remarque qu'une augmentation de la température s'accompagne d'une augmentation de l'activité de l'eau pour une teneur en eau constante. En s'approchant d'une humidité relative égale à l'unité, les isothermes prennent une allure sigmoïde de type II, les isothermes d'équilibres augmentent avec l'activité de l'eau pour une température fixe. Ceci peut être expliqué par le fait que la pression de la vapeur d'eau, dans les produits agroalimentaires, augmente avec celle de l'environnement (Shivhare et al., 2004).

L'incorporation de caroube dans les cakes sans gluten affecte l'isotherme de sorption en augmentant généralement la capacité de rétention d'eau. La caroube, riche en fibres solubles et en polyphénols, a une forte capacité d'adsorption d'eau, ce qui se traduit par une augmentation de la teneur en eau à l'équilibre pour une activité de l'eau donnée. Des études montrent que l'ajout de caroube tend à augmenter la quantité d'eau adsorbée par les cakes, particulièrement à des niveaux d'activité de l'eau élevés (Bouaziz et al., 2010).

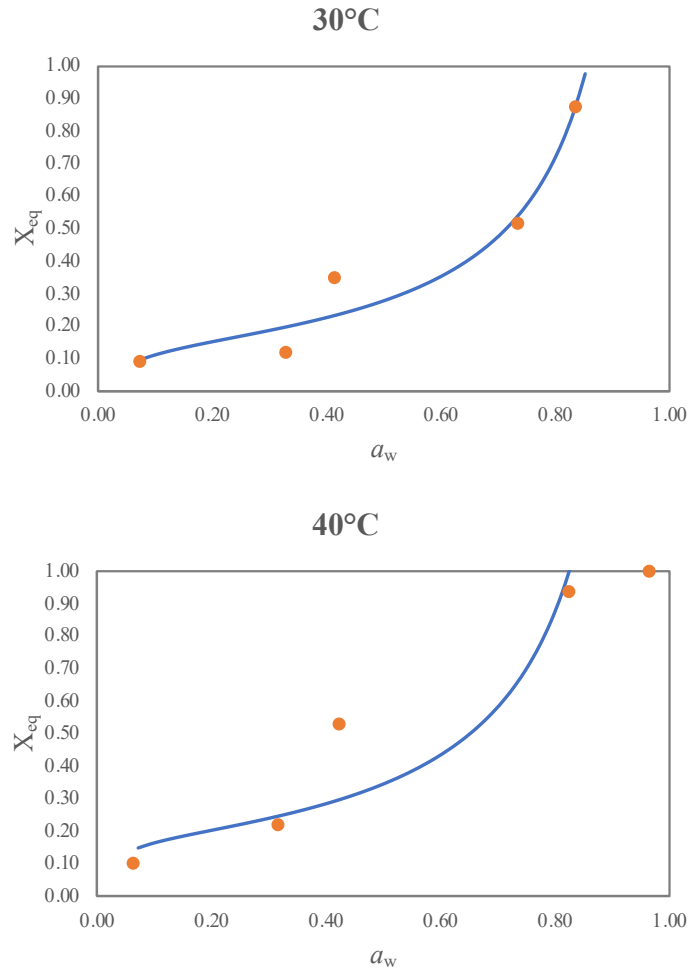


Figure 15. Isotherme de sorption des cakes étudié à 30 et 40°C. Les points représentent les valeurs expérimentales et les lignes représentent le modèle de BET ajusté.

L'isotherme de sorption des cakes sans gluten enrichis en caroube (model BET) présenté dans la figure 15 montre qu'à 30°C, la courbe manifeste une augmentation exponentielle de X_{eq} avec a_w , avec une sorption plus marquée aux valeurs élevées de a_w , indiquant une augmentation rapide de l'absorption d'eau à partir de 0,6. La sorption est légèrement moins prononcée à 40°C qu'à 30°C, mais elle suit une tendance similaire. De son côté, la figure 16 (model GAP) montre qu'à 30°C, la courbe suit une tendance similaire à celle des cakes, avec une augmentation exponentielle de X_{eq} avec a_w , et la capacité de sorption est similaire à celle des cakes, avec une tendance marquée à des valeurs élevées de a_w . La courbe montre une légère diminution de l'absorption d'eau à 40°C par rapport à 30°C.

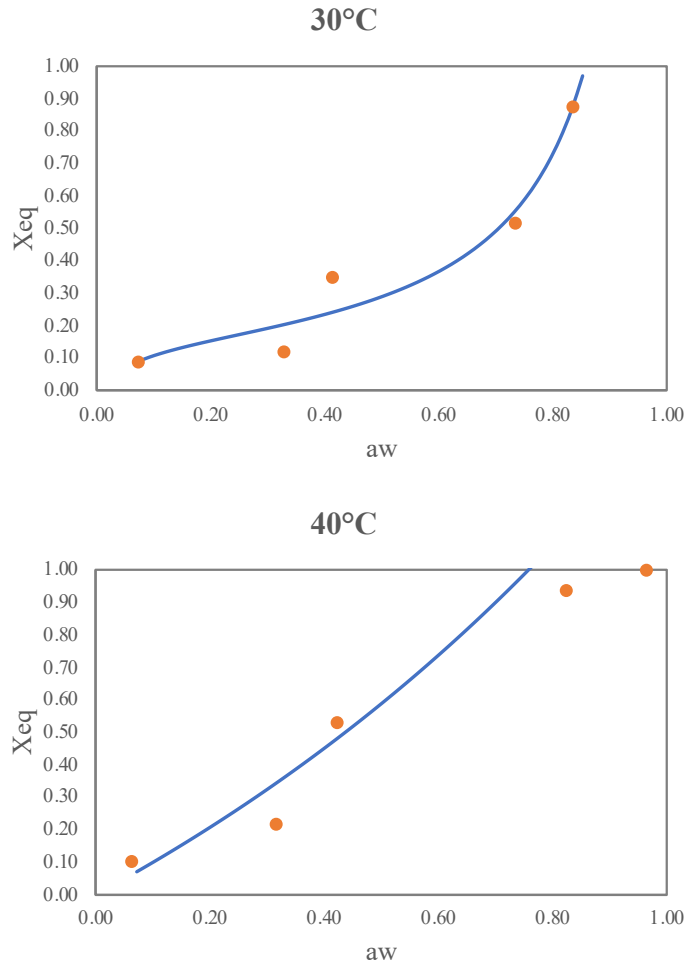


Figure 16. Isotherme de sorption des biscuits étudié à 30 et 40°C. Les points représentent les valeurs expérimentales et les lignes représentent le modèle de GAP ajusté

Les figures 15 et 16, qui d'écrivent l'ajustement des deux modèles BET et GAP aux X_{eq} , montrent que l'ajout de caroube entraîne une augmentation de la capacité de sorption. Par exemple, le paramètre X_m pour les cakes sans gluten enrichis en caroube, indiquant une plus grande capacité d'adsorption d'eau. De plus, les constantes C_b et C_g augmentent suggérant une affinité accrue pour l'eau, probablement en raison des composés hydrophiles présents dans la caroube, Ces modifications sont cohérentes avec l'augmentation de la capacité hygroscopique due aux fibres de caroube selon **Van den Berg et Bruin, 1981**.

Les paramètres estimés des deux modèles BET et GAP sont présentés dans le tableau 8. Les isothermes de sorption des cakes sont bien représentées par le BET et GAP avec un $RMSE < 0.2$, ce qui signifie que l'erreur moyenne entre les valeurs expérimentales et prédites des teneurs en eau d'équilibre X_{eq} est inférieure à 0,2.

La qualité d'ajustement des deux modèles BET et GAP exprimés par les valeurs de $R^2_{ajusté} > 0.85$ et de $RMSE < 0.2$ peut être qualifiée de moyen. Ce constat est confirmé par des

intervalles de confiance assez importants des paramètres estimés. De plus, le modèle BET semble légèrement mieux ajusté à 30°C qu'à 40°C, et le modèle GAP montre une meilleure capacité globale d'ajustement des données avec des valeurs de $R^2_{\text{ajusté}} > 0.85$ supérieur et de $RMSE < 0.2$ légèrement inférieur.

Les paramètres de modélisation montrent des différences dans la capacité de rétention d'eau (X_m) et la constante d'énergie (C_b ou C_g) entre les températures de 30°C et 40°C. Ces différences sont cohérentes avec l'augmentation de la température, qui tend à augmenter la mobilité de l'eau et la capacité de sorption, comme décrit par **Barbosa-Cánovas et al. (2007)**. Il est à noter, que les deux modèles BET et GAP sont les mieux appropriés pour modéliser les isothermes de sorption des cakes sans gluten et des biscuits, chacun ayant ses avantages spécifiques à différentes températures. Les résultats indiquent que la capacité d'adsorption et les interactions entre la vapeur d'eau et les produits augmentent avec la température, bien que les modèles montrent une précision légèrement différente à chaque température. Les isothermes de sorption décrit par BET et GAP confirment que la capacité de rétention d'eau et l'affinité pour l'eau des cakes enrichis en caroube augmente avec la température, ce qui est crucial pour comprendre et optimiser les conditions de stockage et de conservation des produits alimentaires et de boulangerie (**Fennema, 1996**).

Tableau 8. Paramètres de modélisation selon les deux modèles BET et GAP de l'adsorption de la vapeur d'eau à 30 et 40°C

Modèles	Paramètres	30°C	40°C
BET	C_b	19.22 ± 8.96	26.99 ± 10.51
	X_m	0.15 ± 0.04	0.18 ± 0.13
	$RMSE$	0.082	0.173
	$R^2_{\text{ajusté}}$	0.951	0.857
GAP	C_g	14.49 ± 4.26	24.87 ± 14.03
	X_m	0.16 ± 0.10	0.17 ± 0.12
	K	0.98 ± 0.38	0.22 ± 0.04
	$RMSE$	0.099	0.143
	$R^2_{\text{ajusté}}$	0.960	0.952

Valeurs moyennes ± intervalle de confiance à 95%.

$RMSE$ (Root Mean Squared Error): La racine de la moyenne des carrés des écarts entre les valeurs prédites et expérimentales

CONCLUSION GENERALE

La présente étude a permis de révéler l'impact significatif de la température de cuisson sur un certain nombre de paramètres importants, tels que la couleur, l'activité de l'eau et les isothermes de sorption. Ses conclusions peuvent être déclinées en quatre principales constatations :

a. Impact de la température sur la couleur. Une température de cuisson plus élevée favorise des réactions chimiques telles que la réaction de Maillard et la caramélisation des sucres ce qui réduit la luminosité des cookies, les rendant plus foncés, qui intensifient la coloration brune modifiant les paramètres de couleur $L^* a^* b^*$.

b. Influence sur l'activité de l'eau. L' a_w des cookies diminue avec l'augmentation de la température de cuisson. Cela est crucial pour la conservation, car une a_w plus faible peut prolonger la durée de vie des produits en limitant la croissance microbienne. Les différentes farines réagissent différemment à la température, mais la tendance générale reste la même : plus la température de cuisson est élevée, plus l'activité de l'eau est basse, ce qui contribue à une meilleure stabilité du produit.

c. Modélisation des isothermes de sorption. Les isothermes de sorption ont été modélisés en utilisant deux modèles robustes BET et GAP. Ces modèles aident à comprendre comment l'eau est adsorbée par les cakes en caroube à différentes températures. Les résultats montrent que les deux modèles offrent une bonne adéquation aux données expérimentales. Le modèle BET est particulièrement précis à 30°C, tandis que le modèle GAP offre une meilleure capacité globale d'ajustement à des températures plus élevées. La capacité d'adsorption, mesurée par les paramètres des deux modèles, augmente légèrement avec la température, ce qui indique des interactions moléculaires plus fortes à des températures plus élevées. Ceci est crucial pour déterminer les conditions de stockage optimales.

d. L'ajout de caroube. L'ajout de caroube dans les cakes sans gluten modifie significativement leurs isothermes de sorption, augmentant la capacité de rétention d'eau et l'affinité pour l'eau. Ces changements peuvent améliorer la texture et la durée de conservation des cakes, mais nécessitent une gestion précise des conditions de stockage pour éviter des problèmes de stabilité.

Les résultats expérimentaux fournissent des orientations précieuses pour l'optimisation des conditions de cuisson. Par exemple, en ajustant la température de cuisson, on peut contrôler le brunissement et l'humidité résiduelle des cakes à la caroube, répondant ainsi aux préférences des consommateurs en matière de texture et de couleur. Pour les industriels, comprendre les isothermes de sorption permet de mieux gérer les conditions de stockage, en évitant les changements indésirables de texture et en prolongeant la durée de conservation des produits, les modèles utilisés peuvent également être appliqués à d'autres produits de boulangerie pour améliorer leur qualité et leur stabilité.

REFERENCES

Arnoldi, A., C. Arnoldi, O. Baldi, and C. Guizzoni, eds. 1990. Effect of lipids in the Maillard reaction. Edited by P.A., H. U. Aeschbacher, r. F. Hurrell and R. Liardon: FINOT.

Arshad MU, Anjum FM, Zahoor T. 2007. Nutritional assessment of cookies supplemented with defatted wheat germ. *Food Chem* 102:123–8.

Assoumani, M. B., D. Maxime, and N. P. N'Guyen, eds. 1993. Evaluation of a lysine-glucose MAILLARD model system using three rapid analytical methods. Edited by T. P. Labuza, G.

Azab D.E.H., Almoselhy R.I.M., Mahmoud M.H. Improving the quality characteristics of low-fat toffee by using mango kernel fat, pectin and high-speed homogenizer. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2022, **46** (12) : e17235.

Barbosa-Cánovas, G. V., Fontana Jr, A. J., Schmidt, S. J., & Labuza, T. P. (Eds.). (2007). *Water Activity in Foods: Fundamentals and Applications*. Blackwell Publishing and the Institute of Food Technologists.

Belitz, H., Grosch, W., & Schieberle, P. (2009). *Food chemistry*. Berlin: Springer-Verlag.

Bell, L. N., & Hageman, M. J. (1994). Differentiating between the BET and GAB models for moisture sorption isotherms. **International Journal of Food Science & Technology**, 29(5), 543-550.

Bengoechea, C., Romero, A., Villanueva, A., Moreno, G., Alaiz, M., Milla' n, F., Guerrero, A., Puppo, M.C., (2008). Composition and structure of carob (*Ceratonia siliqua* L) germ proteins. *Food Chemistry* 107, 675–683.

Bennion, E. B. et Bamford, G. S. T. (1997). *The Technology of Cake Making*. (A. J. Bent, Éd).

Biner B, Gubbuk H., Karhan M., Aksu M. et Pekmezci M., (2007), Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey, *Food Chemistry* N°100, pp.1453-1455.

Bouaziz, M. A., Sebei, K., Besbes, S., Blecker, C., Deroanne, C., & Attia, H. (2010). Chemical composition and functional properties of Tunisian carob seed flours and their proteins. *Food and Chemical Toxicology*, 48(8-9), 2002-2010.

Broutain, C. (2001). *Fabrique des biscuits à base de farine composée*. PME agroalimentaires, Biscuiteries. 20 p.

Chevallier, S. 1998. *Modifications structurales des pâtes biscuitières au cours de la cuisson*, ENSIA, Massy.

Darimont, Lisa, 2022. *Conception de biscuits pour enfants à base de farine de pois chiches*. Master en management de l'innovation et de la conception des aliments. p65.

Davidson I. (2018). *Biscuit, cookie and cracker production: process, production and packaging equipment (Second edition)*. Academic Press, Elsevier. <https://www.sciencedirect.com/book/9780128155790/biscuit-cookie-and-cracker-production>.

Denis, H., Germain, E. (2013). *Traité scientifique de cuisine et de pâtisserie*, Les nouvelles influences en gastronomie 293, p 182.

Faridi H, editor. Rheology of wheat products. St Paul, MN: American Association of Cereal Chemists.

Fennema, O. R. (Ed.). (1996). *Food Chemistry* (3rd ed.). Marcel Dekker Inc.

Guiraud J.P. et Rosec J.P., 2004. Pratique des normes en microbiologie alimentaire. AFNOR, Saint Denis La Plaine: 300p.

Guy, R.C.E., Pithawala, H.R., 1981. Rheological studies of high ratio cake batters to investigate the mechanism of improvement of flours by chlorination or heat treatment. *Int. J. Food Sci. Technol.* 16, 153–166

H.R. Oziyci, N. Tetik, I. Turhan, E. Yatmaz, K. Ucgun, H. Akgul, H. Gubbuk, M. Karhan, Mineral composition of pods and seeds of wild and grafted carob (*Ceratonia siliqua* L.) fruits. *Sci. Hort.* 167, 149–152 (2014).

Hodge, J. E. (1953). Dehydrated Foods, Chemistry of Browning Reactions in Model Systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 1(15), 928–943.

Jannot, Yves. "Modélisation, simulation et dimensionnement d'un séchoir."

KIGER J. L., KIGER J. G. (1967) Techniques modernes de la biscuiterie, pâtisserie-boulangerie industrielles et artisanales et des produits de régime. Dunod. Tome 1. Paris. 696 p.

Kroh, L. W. 1994. Caramelisation in food and beverages. *Food Chemistry* 51:373-379.

Labuza, T. P., 1980, The effect of water activity on reaction kinetics of food deterioration, *Food Technol*, April: 36–59.

Lassoued, Nejla. *Structure alvéolaire des produits céréaliers de cuisson en lien avec les propriétés rhéologiques et thermiques de la pâte: Effet de la composition*. Diss. ENSIA (AgroParisTech), 2005

Loubar I. Mammeri H. (2019). La Synergie Entre La Teneur En Eau Et L'activité De L'eau Dans La Conservation Des Biscuits Secs. Master en génie des procédés (Génie alimentaire).

Lundqvist, H., Eliasson, A.C., 2005. Influence of the whey proteins b-lactoglobulins and a-lactalbumin on retrogradation of starch, in: *Progress in Food Biopolymer Research* 1. pp. 87–88.

Mahdi J, Dawoud H. 1986. The combined effect of surfactants and oxidants on dough rheology. *Iraqi J Agric Sci* 4:37–48.

Mamoumi, Mohamed, et al. "effect of baking on the physical-chemical characteristics and the hygienical quality of biscuits/effet de la cuisson sur les caractéristiques physico-chimiques et la qualité sanitaire des biscuits." *Scientific Study & Research. Chemistry & Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry* 13.2 (2012): 223.

Manley, D. 2005. *Technology of Biscuits, Crackers and Cookies*; Wood head Publishing in Food Science and Technology: Cambridge, United Kingdom. pp 499.

Manzocco, L., Calligaris, S., Mastrocola, D., Nicoli, M. C., & Lerici, C. R. (2001). Review of non-enzymatic browning and antioxidant capacity in processed foods. *Trends in Food Science & Technology*, 11(9), 340-346.

Martins, S. I. F. S., & Van Boekel, M. A. J. S. (2005). A kinetic model for the glucose/glycine Maillard reaction pathways. *Food Chemistry*, 90(1–2), 257–269.

Miller AR. 1985. The use of a penetrometer to measure the consistency of short doughs. In: Mine, Y., 2002. Recent advances in egg protein functionality in the food system. *Worlds. Poult. Sci. J.* 58, 31–39. <https://doi.org/10.1079/wps20020005>.

Multon, J. L., and H. Bizot. "Aliments À Humidité Intermédiaire Et Détermination De L'activité De L'eau." *Annales de la nutrition et de l'alimentation*. Centre National De La Recherche Scientifique, 1978.

Musa Özcan M, Arslan D, Gökçalik H (2007) Some compositional properties and mineral contents of carob (*Ceratonia siliqua*) fruit, flour and syrup. *Int J Food Sci Nutr* 58(8):652–658.

N. Bouzouita, A. Khaldi, S. Zgoulli, L. Chebil, M. Chaabouni, P. Thonart, The analysis of crude and purified locust bean gum: a comparison of samples from different carob tree populations in Tunisia. *Food Chem.* 101, 1508–1515 (2007).

NT.16.45-1, 2001. Microbiologie des aliments - Préparation des échantillons, de la suspension mère et des dilutions décimales en vue de l'examen microbiologique - Partie 1 : règles générales pour la préparation de la suspension mère et des dilutions décimales. INNORPI. Tunis : 5p.

Palier, Juliette. Développement d'un cake acidifié, sans sucre ajouté par une démarche de pétrissage sous pression. Diss. Nantes, Ecole nationale vétérinaire, 2022.p20.

Palier, Juliette. Développement d'un cake acidifié, sans sucre ajouté par une démarche de pétrissage sous pression. Nantes, Ecole nationale vétérinaire, 2022.p107.

Pathare, P. B., Opara, U. L., & Al-Said, F. A. J. (2013). Colour measurement and analysis in fresh and processed foods: a review. *Food and Bioprocess Technology*, 6(1), 36-60.

Pérez, M., Olivares, M. D., & Arcia, P. (2018). Maillard Reaction in Food Chemistry: Formation of Aromas and Colors. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 58(3), 463-475.

Pico, J., Bernal, J., & Gómez, M. (2015). Wheat bread aroma compounds in crumb and crust: A review. *Food Research International*, 75, 200–215.

Prajapati VD, Jani GK, Moradiya NG, Randeria NP, Nagar BJ (2013) Locust bean gum: a versatile biopolymer. *CarbohydrPolym* 94(2):814–821.

Quezel P. et Santa. S., 1963. « Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales (tome 1). Edition du centre national de la recherche scientifique, 557 p. *Research International* 35:807- 813. FEILLET P. (2000) Le grains de blé, composition et utilisation. INRA. Paris. 308p.

Reinevius A., V. M. Monnier, J. O'Brien and J. W. Baynes: *Roy. Soc. Chem.*

Rizvi, S. S. H. and Benado, A. L., 1984, Thermodynamic properties of dehydrated foods, *Food Technol*, 38: 83–92.

- Rogowska AM (2015) *Synaesthesia and individual differences*. Cambridge University Press, Cambridge
- Roussel, P., H. Chiron, and G. Paillard. 2002. *Evolution, qualité, production*. Edited by M.-E. Ed.
- Şahin H, Topuz A, Pischetsrieder M, Özdemir F (2009) Effect of roasting process on phenolic, antioxidant and browning properties of carob powder. *Eur Food Res Technol* 230(1):155
- Sai Manohar, R., and P. H. Rao. 2002. Interrelationship between rheological characteristics of dough and quality of biscuits; use of elastic recovery of dough to predict biscuit quality. *Food Sandulachi, E. (2012). Water activity concept and its role in food preservation. Meridian Ingineresc, (4), 40-48.*
- Shelke, K., Faubion, J., & Hosene, R. (1990). The dynamics of cake baking as studied by a combination of viscometry and electrical-resistance oven heating. *Cereal Chemistry*, 67(6), 575–580.
- Spiess, W.E.L. et Wolf, W. 1987. Critical evaluation of methods to determine moisture sorption isotherms. In: *Water activity: theory and application of food* (ed. Rlabab), pp. 215-233, New-York.
- Srour N, Daroub H, Toufeili I, Olabi A (2016) Developing a carob-based milk beverage using different varieties of carob pods and two roasting treatments and assessing their effect on quality characteristics. *J Sci Food Agric* 96(9):3047–3057
- Touil, Amira, Jihène Litaïem, and Fethi Zagrouba. "Isothermes de sorption et propriétés thermodynamique de l'Allium sativum." *Journal of the Tunisian Chemical Society* 17 (2015): 105-114.
- Tous, J., & Antoni, C. S. (2013). *The carob tree: Botany, horticulture, and genetic resources. Horticultural reviews, first edition*(Vol. 41, pp. 385–456), 500 mm.
- Van den Berg, C., & Bruin, S. (1981). Water activity and its estimation in food systems: Theoretical aspects. In L.B. Rockland & G.F. Stewart (Eds.), *Water Activity: Influences on Food Quality* (pp. 1-61). Academic Press.
- Vitali D, Dragojević IV, Šebečić B. 2009. Effects of incorporation of integral raw materials and dietary fibre on the selected nutritional and functional properties of biscuits. *Food Chemistry* 114:1462–9.
- Weisser, H. 1985. Influence of temperature on sorption equilibria. *In Properties of Water in Foods*, Ed. Simatos, D. et Muton, J.L. Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht, Netherlands, pp. 95-118.
- Yousif AK, Alghzawi HM (2000) Processing and characterization of carob powder. *Food Chem* 69(3):283–287.

ANNEXES

Décret ministériel N° : 17/39 fixe les critères microbiologiques des denrées alimentaires

Annexe II

Technique de prise d'essai et d'interprétation des résultats d'analyses microbiologiques :

I. Technique de prise d'essai :

- Pour une denrée alimentaire de même nature, l'échantillon doit être réparti, au moins, en cinq (5) unités issues d'un même lot.
- Le laboratoire doit disposer d'environ 500g de produit, soit 5 fois 100g. Ces 100g peuvent être fournis par une ou plusieurs pièces. Ces prélèvements doivent, respecter les règles d'asepsie et les règles de représentativité.
- Pour les conserves, l'échantillon doit être réparti, au moins, en six (6) unités issues d'un même lot.
- La prise d'essai destinée à la préparation de la suspension mère et des dilutions décimales porte :
 - Sur les parties superficielles et profondes, notamment pour les produits en tranches, hachés et les plats cuisinés à l'avance ;
 - Sur la partie profonde après cautérisation de la surface du produit, notamment pour les viandes (pièces), les volailles (pièces), les produits carnés (pièces) et les poissons entiers ;
 - Sur le produit homogénéisé ou sur les parties superficielles et profondes, selon la nature du produit liquide ou semi-liquide, notamment les produits laitiers.

• Dans le cas des examens microbiologiques effectués à la suite de toxi-infections alimentaires, il est nécessaire de pratiquer la recherche des germes pathogènes, toxigènes et/ou de leurs toxines, aussi bien en surface qu'en profondeur.

II. Interprétation des résultats d'analyses microbiologiques :

1. Interprétation selon un plan à trois classes :

L'interprétation des résultats s'effectue selon un plan à trois classes, dans le cas où la valeur « c » est différente de zéro (0).

Les résultats s'expriment de la façon suivante :

- si le résultat de l'analyse est inférieur ou égal à « m », le résultat du critère microbiologique est satisfaisant ;
- si le résultat de l'analyse n'excède pas « M » et si le nombre d'unités de l'échantillon donnant un résultat supérieur à « m » et compris entre « l » et « c », le résultat du critère microbiologique est acceptable ;
- si le résultat de l'analyse excède « M » ou si le nombre d'unités de l'échantillon donnant un résultat compris entre « m » et « M » est supérieur à « c », le résultat du critère microbiologique est non satisfaisant.

32

JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE N° 39

8 Chaoual 1438
2 juillet 2017

❖ Cas particulier pour l'histamine dans les produits de la pêche et de l'aquaculture provenant d'espèces de poissons associées à une grande quantité d'histidine, sauf dans la sauce de poisson produite par fermentation de produits de la pêche et de l'aquaculture.

Les résultats s'expriment de la façon suivante :

- Le résultat du critère microbiologique est satisfaisant lorsque les exigences suivantes sont remplies :
 1. la valeur moyenne observée est inférieure ou égale à « m » ;
 2. un maximum de c/n valeurs observées se situent entre « m » et « M » ;
 3. aucune valeur observée ne dépasse la limite « M ».
- Le résultat du critère microbiologique est non satisfaisant lorsque la valeur moyenne observée dépasse « m », lorsque plus de c/n valeurs se situent entre « m » et « M » ou lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont supérieures à « M » ;

2. Interprétation selon un plan à deux classes :

L'interprétation des résultats s'effectue selon un plan à deux classes, dans le cas où la valeur « c » est égale à zéro (0).

Les résultats s'expriment de la façon suivante :

- Pour l'expression "absence dans" :
 - le résultat du critère microbiologique est satisfaisant lorsqu'il y a absence du micro-organisme dans toutes les unités de l'échantillon ;
 - le résultat du critère microbiologique est non satisfaisant, lorsque la présence du micro-organisme est détectée dans, au moins, une unité de l'échantillon. Dans le cas des micro-organismes suivants : *Listeria monocytogenes*, *Salmonella*, *Campylobacter spp* (thermotolérants), le résultat révèle que le lot contrôlé est impropre à la consommation.

- Pour la valeur limite "m=M" :

Si le résultat de l'analyse est inférieur ou égal à « m », le résultat du critère microbiologique est satisfaisant ;

Si le résultat de l'analyse excède « m », le résultat du critère microbiologique est non satisfaisant. Dans le cas de *Listeria monocytogenes*, le résultat révèle que le lot contrôlé est impropre à la consommation.

3. Cas particulier :

L'échantillon est considéré toxique si la limite est supérieure ou égale à 10^5 pour les bactéries : Anaérobies sulfite-réducteurs, staphylocoques à coagulase+ et *Bacillus cereus*.

III. Evaluation de la qualité microbiologique du lot contrôlé :

Les résultats des analyses microbiologiques de l'échantillon révèlent la qualité microbiologique du lot :

- Qualité satisfaisante, si les résultats de tous les critères microbiologiques sont satisfaisants ;
- Qualité non satisfaisante si, au minimum, un résultat sur un des critères microbiologiques est non satisfaisant ;
- Qualité acceptable si, au minimum, un résultat sur un des critères est acceptable, aucun résultat n'étant par ailleurs, non satisfaisant ;
- Le lot est considéré toxique si la limite est supérieure ou égale à 10^5 pour les bactéries : Anaérobies sulfite-réducteurs, staphylocoques à coagulase+ et *Bacillus cereus*.

9- Céréales et produits dérivés

Catégories des denrées alimentaires	Micro-organismes/ métabolites	Plan d'échantillonnage		Limites microbiologiques (ufc/g)	
		n	c	m	M
Farines et semoules	<i>Escherichia coli</i>	5	2	10	10 ²
	Staphylocoques à coagulase +	5	2	10 ²	10 ³
	<i>Bacillus cereus</i>	5	2	10 ³	10 ⁴
	Moisissures	5	2	10 ³	10 ⁴
	Anaérobies sulfite-réducteurs	5	2	10 ²	10 ³
Céréales en grains destinées à la consommation en l'état et non à la transformation	Moisissures	5	2	10 ³	10 ⁴
	Anaérobies sulfite-réducteurs	5	2	10 ²	10 ³
Couscous et pâtes alimentaires	Moisissures	5	2	10 ²	10 ³
	Anaérobies sulfite-réducteurs	5	2	10 ²	10 ³
Pâtes précuites séchées (diouls, ktaef, rechta...)	Levures et moisissures	5	2	10 ⁴	10 ⁵
	<i>Escherichia coli</i>	5	2	10 ²	10 ³
	Staphylocoques à coagulase +	5	2	10 ³	10 ⁴
	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 25 g	
Pâtes fraîches (nature ou farcies)	<i>Escherichia coli</i>	5	2	10	10 ²
	Staphylocoques à coagulase +	5	2	10 ²	10 ³
	Anaérobies sulfite-réducteurs	5	2	10 ²	10 ³
	<i>Bacillus cereus</i>	5	2	10 ³	10 ⁴
	Moisissures	5	2	10 ⁴	10 ⁵
	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 25 g	
Produits de biscuiterie	Germes aérobies à 30 °C	5	2	10 ³	10 ⁴
	<i>Escherichia coli</i>	5	2	3	30
	Moisissures	5	2	10 ²	10 ³
	Staphylocoques à coagulase +	5	2	10 ²	10 ³
	<i>Salmonella</i> (1)	5	0	Absence dans 25 g	