



**HAL**  
open science

# Optimisation de la transformation de matières premières issues de cultures associées légumineuse - blé tendre par une bonne connaissance de la physico-chimie des ingrédients et du procédé de fabrication

Anne-Flore Monnet

## ► To cite this version:

Anne-Flore Monnet. Optimisation de la transformation de matières premières issues de cultures associées légumineuse - blé tendre par une bonne connaissance de la physico-chimie des ingrédients et du procédé de fabrication. Génie des procédés. Université Paris Saclay (COmUE), 2018. Français. NNT : 2018SACLA031 . tel-02377633v2

**HAL Id: tel-02377633**

**<https://theses.hal.science/tel-02377633v2>**

Submitted on 29 Nov 2019

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Optimisation de la transformation de matières premières issues de cultures associées légumineuse – blé tendre par une bonne connaissance de la physico-chimie des ingrédients et du procédé de fabrication

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay  
préparée à AgroParisTech

École doctorale n°581 Agriculture, alimentation, biologie,  
environnement et santé (ABIES)  
Spécialité de doctorat : Génie des Aliments

Thèse présentée et soutenue à Massy, le 23/11/2018, par

**Anne-Flore Monnet**

Composition du Jury :

Isabelle Souchon Directrice de recherche, INRA-AgroParisTech (– UMR GMPA)	Présidente du jury
Tiphaine Lucas ICPEF, HDR, IRSTEA (– UR OPAALE)	Rapporteur
Jean-François Petiot Professeur, École Centrale de Nantes (– UR LS2N)	Rapporteur
Pierre Aymard Scientifique principal, PhD, Mondelez International	Examineur
Camille Michon Professeure, AgroParisTech-INRA (– UMR GENIAL)	Directrice de thèse
Marie-Hélène Jeuffroy Directrice de Recherche, INRA-AgroParisTech (– UMR Agro homie)	Co-Directrice de thèse Invitée



À mes parents, grand-parents,  
mon frère et ma soeur

et tous ceux que ces vingt-huit années  
m'ont fait aimer

« Règle 3. Il n'y a pas de fautes, seulement des leçons.  
La croissance est un processus d'essais et erreurs : l'expérimentation.  
Les expériences 'ratées' font tout autant part du processus  
Que celles qui réussissent. »

Règles pour être humain  
Auteur inconnu



# Remerciements

Écrire ces remerciements n'a pas été une mince affaire. J'ai longtemps tourné autour du pot, épuisant jusqu'à la dernière petite poussière du sablier... C'est l'une des dernières étapes, et il semblerait qu'à l'image de la thèse toute entière, elle soit difficile à faire aboutir. Cette expérience de thèse m'a appris que, parfois, les choses les plus significatives sont les plus difficiles à terminer.

Je préviens par avance le lecteur averti de science et de légumineuses que cette partie est assez conséquente et que par conséquent, il peut se diriger directement vers le début du manuscrit situé 5 pages plus loin.

Je ne peux pas commencer ces remerciements sans remercier les institutions qui ont financé mon travail de thèse durant ces trois (et plus) années et ainsi montré leur confiance envers les objectifs portés par le projet FlexiProcess : l'Institut Carnot Qualiment, le Conseil scientifique d'AgroParisTech et le Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Recherche et de l'Innovation via la demi-bourse qui m'a été attribuée par l'École doctorale ABIES.

Je souhaiterais ensuite remercier Tiphaine Lucas et Jean-François Petiot, qui ont accepté de rapporter mon travail de thèse et qui y ont porté un soin remarquable. Je vous remercie pour la précision de votre analyse et pour l'apport de points de vue nouveaux et très enrichissants pour le développement de notre travail de recherche.

Je remercie Isabelle Souchon et Pierre Aymard d'avoir accepté de se joindre à eux pour former mon jury de soutenance. Je remercie les quatre membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et pour la qualité de l'échange que nous avons pu avoir lors de la soutenance. J'en garde un souvenir fort, de discussion scientifique et de bienveillance.

Je remercie tout particulièrement Isabelle Souchon qui fût mon encadrante de stage de master 2 et qui m'avait à l'époque guidé vers la thèse. Mon passage au sein de l'équipe ADP de Grignon a été déterminant car il m'a permis de découvrir le travail en équipe de recherche et de me mettre en lien avec le projet FlexiProcess. L'initiation au travail de recherche auprès de vous (Isabelle, Vincent, Steven, Anne, Maud) a été un vrai plaisir et je vous en remercie. J'en profite pour saluer symboliquement l'ensemble des techniciens, doctorants et stagiaires que j'ai cotoyés lors de ce séjour mémorable à Grignon (Solène, Eugénie, Grégoire, Guillaume, Lucile et tous les habitants du pavillon de l'horloge...).

Je remercie aussi particulièrement Pierre Aymard pour sa participation à mon jury de soutenance. L'éclairage apporté par son expertise industrielle a été d'une grande qualité.

Je souhaiterais à présent remercier mes deux directrices de thèse, Camille Michon et Marie-Hélène Jeuffroy. Je vous suis reconnaissante de m'avoir accordé votre confiance pour ce projet (même si parfois un 'mouton à cinq pattes' n'est pas si vaillant !..) et vous félicite pour cette belle collaboration qui a donné naissance à une thématique de recherche porteuse et innovante. Cela a été un plaisir d'interagir au sein de ces échanges abordant tantôt les effets de l'apport d'azote sur les cultures, tantôt les effets des différentes phases de battage sur la pâte à gâteau... Marie-Hélène, je souhaiterais te remercier pour ta disponibilité, ton écoute, ta patience et l'intérêt renouvelé que tu as montré lors de nos longs échanges concernant la physico-chimie ou la maîtrise de la qualité du gâteau. Ton regard sur les choses, vif, pertinent et joyeux et ta bonne humeur ont été de très beaux apports pour alimenter notre petite équipe en énergie. D'une façon générale, cela a toujours été un plaisir de te retrouver en réunion... Merci également pour les encouragements que tu m'as apportés. J'espère que l'on se recroisera.

Camille, il y a peu de mots pour décrire l'échange que nous avons mis en place progressivement depuis Décembre 2014. Je te remercie pour tout ce que tu m'as transmis, de connaissances, de compétences au travail et de savoir-être. J'ai certainement beaucoup changé au travers de cette expérience, et tu as contribué à apporter du recul et de la maturité à ma vision des choses. Je te remercie du fond du cœur pour l'investissement colossal que tu as déployé pour le suivi de ma thèse, parfois surbookée mais toujours réactive et présente, alors même que moi je ne l'étais pas... Tu as été d'une grande patience et confiance et je t'en remercie. Tes capacités d'écoute, de discernement et ta sensibilité sont remarquables. Je te remercie enfin pour tous les petits moments simples (à l'hôtel, derrière un écran skype tard le soir, à la terrasse d'une boulangerie ou dans un restaurant chinois) où nous avons travaillé, discuté ou plaisanté. Il est inutile de préciser que j'espère te revoir également. Merci donc aux deux membres de ma petite équipe projet 'rapprochée'.  
Merci ensuite à David Blumenthal, qui a pris une place croissante dans le suivi de mon projet de thèse à mesure que celui-ci avançait. Merci pour ton analyse franche et percutante, tes petites blagues finement égrenées au fil des discussions et ton soutien lors des derniers mois. Cela a été un réel plaisir d'apprendre de toi et de travailler ensemble.

Je remercie Catherine Bonazzi, représentante de l'UMR GENIAL, mon unité d'accueil pour cette thèse. Catherine, je te remercie de m'avoir ouvert la porte de ton bureau aux moments de doute et de m'avoir écouté sans jugement. Merci pour ton soutien.

Je tiens ensuite à remercier Véronique Bosc, responsable de l'équipe SP2 (Structuration du Produit par le Procédé) pour son écoute, son soutien et son optimisme particulièrement dans les derniers mois. Les petits moments d'échange que tu as su dégager pour parler concrètement de comment ça allait ont été précieux. Merci également pour l'énorme travail que tu réalises pour SP2 qui permet de faire fonctionner une bien belle équipe. Aussi donc... Merci à l'équipe SP2 dans son ensemble.

Merci à Brigitte Deau et Anne-Marie Gibon, que tout le monde s'accorde à désigner comme les 'mamans' du labo. Anne-Marie, avec sa fraîcheur, sa classe (son amour des couleurs), ses expressions bien trempées et son humour décapant, son dévouement et sa constance, restera à jamais dans nos cœurs. Brigitte, merci pour ton égale attention, ton écoute patiente aux grés des mois chahutés, ta gentillesse, ta propension à rire aux blagues de Pablo (!..), ta bonne humeur et ta générosité dans le partage, largement apprécié, de ton savoir-faire en pâtisserie. Merci également pour toutes les fois où tu nous as dépannés pour une chose ou l'autre, et a supporté nos demandes de doctorants, enfants terribles du labo...

Merci à Dominique qui t'a succédé à la fonction de secrétaire d'équipe et qui semble prendre magnifiquement la relève.

Pablo, Gabrielle, Sophie... Merci de veiller au bon fonctionnement, à la sécurité, à la pédagogie et à l'ambiance de l'équipe. Vous avez tous les trois été géniaux à vos façons. Pablo, ton style incomparable lorsque tu surgis en salle de pause vêtu de ta côte bleue et visiblement très affairé, ta maintenant célébrissime façon de traverser le couloir avant le premier café du matin et ayant visiblement (?) mal dormi (nous n'avons pas encore réussi à te faire sourire), ton engagement, ta passion bouillante et ton sens de l'humour. Merci pour nos échanges à propos d'agronomie, pour l'intérêt que tu as porté à mon travail (ta relecture), et pour toutes nos chamailleries. Gaby, merci pour tout !.. Pour tes rires et éternuements (ou sonnerie sncf) nous parvenant depuis derrière la cloison, pour ta bonne humeur et ta propension aiguë à rire (aigu ^^), pour ton aide lors des manips de microscopie et de tomographie, et pour ton esprit malicieux lors de ces mêmes manips (était-ce monsieur Stack ?)! Merci également pour ta grande sensibilité et ton attention aux autres.



Sophie... Que dire ? On regrettera peut-être d'extérieur que tu n'aies pas plus pris part à mon encadrement scientifique, mais c'est bien le sentiment inverse que je retire après ces années passées à tes côtés. Merci pour ce que tu m'as appris sur la filière céréalière, ses produits, ses opérations. Merci de m'avoir fait comprendre quel type de rapport il s'y jouait (il me semble ?), et de m'avoir appris à sentir les choses importantes lorsqu'on parle d'un produit ou d'un projet où intervient la composante humaine. Merci de m'avoir montré ta pédagogie auprès de stagiaires, étudiants Polytech ou autres caméramans... Merci de m'avoir accordé ta confiance et de m'avoir intégré dans une organisation collective au plateau FRECE. Ça a été vraiment un plaisir de fonctionner avec toi. Merci pour nos discussions plus profondes, ton écoute, et ta façon de tout résumer par un trait humoristique ! Cela fait du bien.

J'en profite pour remercier Philippe Roussel, avec qui j'ai pu avoir des échanges captivants tout au long de ma thèse. Merci Philippe pour tes mots d'encouragement et de félicitation. Merci également pour les bonnes fournées chaudes sortant de TP, particulièrement appréciées en SP2...

Artemio et Giana, soleils du laboratoire... Merci pour vos discussions en brésilien perçues avec enchantement de l'autre côté du couloir. Artemio merci pour tes mots toujours positifs, tes pointes d'humour, mais surtout pour ton soutien et tes encouragements. Giana, merci de nous illuminer de ton sourire et de belles boucles d'oreilles bleues-vertes. Merci pour ton expertise sur le MEBE ou la tomographie. Merci d'être venue un midi manger dans ma chambre !.. Et peut-être à bientôt au pied du ballon d'Alsace.

Cindy, une grosse pensée pour toi et un grand merci du fond du cœur. Merci de m'avoir initié à la fabrication au plateau FRECE, merci de m'avoir mis à disposition toute ta bibliographie (!), merci d'avoir toujours réservé une grande dose d'application et d'énergie à nos échanges. Merci pour les belles démonstrations de gestion de TP au plateau FRECE, pour ton partage d'expérience concernant la thèse, tes félicitations suite par exemple à des comités, et tes encouragements.

Merci également à Gérard, Delphine et Paul. J'ai pu avoir des échanges intéressants, différemment, avec vous trois. Merci Gérard pour ton aide lors de la préparation de l'oral et pour les connexions précieuses que tu réalises entre les gens et les thématiques. Merci Delphine pour un bon petit nombre de discussions éclairées et éclairantes, avec beaucoup d'humour ! Merci Paul pour les discussions légumineuse et pour tes conseils avisés en termes d'emploi. A bientôt je l'espère.

Merci à toi Cassandra. C'est vrai que toi aussi on t'avait surnommé 'Maman' !.. Et à présent tu l'es réellement. Quelle émotion de voir le chemin parcouru depuis que l'on se connaît. Merci pour ton attention inégalable envers chacun (bon sang mais est-ce possible qu'un détail t'échappe ?). Merci pour ton écoute sage et apaisante. Merci pour nos discussions passionnantes, même si parfois l'on se fait peur comme deux tigres qui se regardent dans la glace ? Merci pour le partage de ton expérience concernant la thèse, ta façon de nous rassurer, tes anecdotes croustillantes concernant Titi, Matka ou Jean-Antoine, et tes conseils avisés à tous les niveaux. J'espère pouvoir poursuivre cette aventure !..

Merci à tous les doctorants SP2 ou CALIPRO que j'ai connus et qui m'ont précédé : Lucie, Marine, Josselin, Rayo, Christiane, Pierre, Damien et Sarah. Spéciale dédicace à Marine D. qui m'a légué un capital de connaissances et de méthodes précieux pour le déroulement de ma thèse. Merci d'avoir posé les pierres fondatrices ! Ou les cakes fondateurs.

Un remerciement spécial également à Sarah et Damien qui ont formé tous deux des collègues doctorants particuliers. Sarah, merci pour nos discussions variées, pour les digressions sur les couleurs de cheveux, pour ton dynamisme et ta générosité légendaire en matière de chocolat. Merci pour ton accompagnement dans ma réflexion au temps où je ne parlais plus beaucoup. Damien, « l'oncle », les mots me manquent... Ton grain de folie, le carré de carottes à Grignon, les plantes à la fenêtre du bureau, les séances de piscine suivies d'une assiette de frites, les après-midi studieuses en thé et en musique au bureau... C'était trop chouette, merci.

Un remerciement qui se doit : Robert. Robert, tu es mon petit ange gardien, mon petit papa de Massy ? Je rigole, mais seulement un tout petit peu. Merci pour ta présence bienveillante, pour ton aide omniprésente (besoin d'un découpe-gâteau sur mesure ? Pas de soucis Robert est là), et pour tes tentatives de me secouer concernant ma thèse. Merci pour les jours du mois d'Août 2017 où tu passais me voir chaque fin de matinée, avec une boîte de bonbons... Merci de m'avoir fait découvrir le loto le jour de mon anniversaire, et merci pour tous les services que tu m'as rendus.

Merci Didier pour les moments que nous avons passés ensemble.

Une grosse pensée pour Richard que j'appréciais énormément et qui, en plus de ses connaissances et de son esprit débrouillard sur-développé, nous gratifiait d'une dose de sourire, de sympathie et d'humour régulière assez importante. Merci à Julien Cartailier qui m'a également aidé pour des manip sur le four réactif, toute en attention et en délicatesse.

J'en profite pour remercier toutes les personnes de SP2 qui m'ont gentiment donné un coup de main lors du plus gros de mes manips : Brigitte, Anne-Marie, Cassandre, Gabrielle... ainsi que toutes les personnes du site ayant participé au panel sensoriel que nous avons mis en place. Sans vous, je n'aurais pas pu acquérir ces résultats. Merci beaucoup.

Sans transition, j'aimerais remercier les membres de mon comité de suivi de thèse : Valérie Micard (UMR IATE), Laurent Bedoussac (UMR AGIR), Elise Pelzer (UMR Agronomie), ainsi que Sophie et Cindy. Merci à Valérie avec qui nous avons eue la chance de collaborer pour l'écriture d'un article de revue (en annexe) en compagnie de son ex-doctorante Karima. Merci à toutes les deux pour votre sympathie et votre investissement qui ont fait de cette collaboration une pleine réussite. Merci Laurent pour le regard plein de bon sens, empreint de l'œil expert de l'agronome, que tu as porté sur mon travail lors des comités. Merci à Élise d'avoir joué le binôme et complété cette approche. Merci également Laurent pour les moments passés en congrès et pour tes corrections et ton soutien en off.

Je souhaite également remercier l'ensemble des membres étendus du projet FlexiProcess : Valérie Lullien-Pellerin et Valérie Micard (UMR IATE), Stéphane Walrand et Jérôme Salles (UNH), Julien Delarue, Anne Saint-Eve, David Blumenthal (HAP-ADP), Isabelle Souchon et Steven Le Feunten (UMR GMPA), Lalatiana Rakotozafy et Rebeca Garcia (CNAM). Merci pour les échanges riches et diversifiés que nous avons pu avoir. Merci également à Marie-Benoît Magrini (UMR AGIR) et Gérard Duc (UMR Agroécologie) qui ont apporté au projet leur expertise.

Un merci particulier à l'équipe du CNAM (Stéphane, Lala, Rebeca) qui m'a accueilli à plusieurs reprises pour des manips de protéines ou de lipides... Un merci également à Hayat et Samir avec qui j'ai eu de bons échanges.

Passons à ceux qui forment le cœur de réjouissance actuel de SP2, ceux sans qui la fête ne batterait pas son plein en salle de pause chaque jour à 13h15 autour des mots croisés, de café fumant et d'horoscopes fumeux... J'ai nommé nos chers doctorants (et maître de conférence) Kévin, Laurena, Benoît, Valérie, Mathieu, Alban, Francesca, Charlotte et Marine. Pas de mots pour dire à quel point c'est sympa d'avoir fait votre connaissance et de vous cotoyer. Merci d'avoir formé ce collectif qui se soutient et sait passer des moments de convivialité qui lavent le cerveau. Malgré les difficultés que j'ai rencontrées, cela a été un bonheur de vous retrouver et de sentir votre bienveillance et votre absence de jugement, prêts à écrire plein d'autres pages. Un merci particulier à Laurena avec qui j'ai

pu échanger quelques mots sincères et apaisants au bon moment, à Valérie pour sa douceur et sa compréhension (et sa patience même quand j'étais 'gossante' !..), à Benoît et Mathieu pour leur gentille compréhension (et pour leur amour respectif des chats et de la mousse). J'en profite également pour remercier de nouveau Cassandre et Sarah pour quelques discussions au soleil de Massy, mais sous couvert de brouillard intérieur. Un coucou également à tous les autres doctorants (ou jeunes docteurs) du site : Maxime, Jeehyun, Aurélia, Marion, Thibaut, Grégoire, Adrien, Julie, Svenja, Hajar. You rock !

Il n'est pas possible de passer à travers ces remerciements sans mentionner la contribution majeure de Marine Moussier et Charlotte Floret au bon déroulement de ma thèse. Mes très chères collègues de bureau :

Marine nous nous sommes rencontrées lors de la configuration de bureau précédente où nous t'avions accueilli l'oncle et moi au sein d'un univers enchanteur peuplé de plantes, de classeurs métalliques rétro et de bédouins à digérer du thé... Nous nous sommes ensuite accompagnées au gré des hauts et bas, tantôt ridant des motos imaginaires, tantôt aplanies comme des carottes... La route a été longue, et pas aisée, mais elle a aussi été ponctuée de beaucoup de beaux moments de rire, de partage et de soutien. J'espère pouvoir avoir la chance d'en reparler plus tard avec toi, et de voir ce que l'on en retient... Puis un jour nous avons accueilli la créature Charlotte Floret... et que ne fût pas notre surprise ! Une pièce unique à ajouter au trio, pleine d'humour et d'énergie, et qui nous suprendra encore longtemps. Charlotte merci d'avoir partagé ces temps au bureau mais encore plus à la résidence (ou à Cora !). Ton énergie est contaminante et avec toi, on rigole toujours (ou presque). Je te souhaite bon courage et surtout te dis à très bientôt (Marine aussi !). Zoubizous !!!

J'ai une pensée amicale pour tous les étudiants, stagiaires ou en projet, qui ont contribué à mon projet de thèse ou que j'ai simplement connus au détour des couloirs d'AgroParisTech : Margaux, Gaspard, Antoine, Alexandre E., Alice, Constance, Emmanuel, Alexandre C., Geoffroy et Alicia. Merci !

Je souhaiterais finir mes remerciements Massicois en saluant différentes personnes du site qui ont été d'une aide et d'une sympathie remarquables : Jean-Claude Bonnefoy, Sarah Hoenen, Pascale Reichl, Agnès Bonneville, Sophie Couzinet, Tu-Chau Ho, Christiane Lajeune, Valérie Lafaux et Narimène Chouarfia.

Je sais qu'à ce stade vous trouvez ces remerciements franchement très longs. J'ose espérer que vous ne lirez que la partie vous concernant (si du moins elle s'y trouve). J'espère n'oublier personne au sein de cet écosystème de thèse magnifiquement riche. Si c'est le cas je vous prie de m'en excuser. D'une façon générale, je souhaiterais remercier l'ensemble des personnes dont j'ai croisé la route durant ce parcours et qui ont contribué à le rendre plus heureux ou du moins, plus intéressant.

J'en ai presque fini.

J'aimerais remercier Emmanuel, compagnon de la dernière heure. Tu m'as beaucoup donné et appris. C'est douloureux de définir comment tu es associé à ce travail de thèse. Merci cependant, pour tout...

J'aimerais remercier du fond du cœur Anne, qui m'a accompagné jusque dans la salle de soutenance. Merci pour les textes envoyés, la contemplation d'un ruisseau en crue au fond d'un jardin, la surprise d'une bouteille de champagne débouchée, et la chaleur de tes rires et sourires... Je te suis infiniment reconnaissante, et fière de t'offrir ce manuscrit.

Il en manque un. Antoine. Petit équilibriste sur le devant de la scène du théâtre intérieur... Et précieuse aide des matins difficiles. Équilibriste pendant la tempête, tu m'as tenu la main. Il n'est pas facile de se rencontrer dans de telles conditions, mais l'avantage c'est que ce qui prendrait quelques mois s'étend alors dans le temps... et c'est juste le temps à présent de le réaliser. Merci pour ton aide, plus concrète que tous (à présent je peux le dire, c'est le metteur en scène de ce manuscrit, tirant toutes les ficelles de Word), j'espère avoir l'occasion de te soutenir et de te supporter de la sorte. Mille bisous.

Enfin, merci à mon père, ma mère, mon frère et ma sœur (oh, oh \*).

Merci à tous les quatre d'avoir enduré avec moi les moments difficiles. Je sais combien cela a été dur à porter pour vous aussi et voudrais vous en remercier. C'est pourquoi je vous dédie cette thèse, ainsi qu'à mes chers grands-parents. Merci d'avoir été à mes côtés, parfois chaque jour au téléphone, et d'avoir suivi les moments positifs comme négatifs. Je suis fière d'avoir fini ce manuscrit aussi pour vous. Je vous aime.

Merci à tous ceux qui font également partie de mon cercle familial et affectif proche : Gaëlle, Christian et Fabienne, Gérald, Marie, mes oncles et tantes ainsi que mes cousins. Soyez tous remerciés.

Maintenant place à la suite. Vive les légumineuses, vive la Science.



\* Si j'avais un marteau, Claude François. « oh, oh, ce serait le bonheur ».

NB: A special thanks also to Daphne Goodfellow who corrected all five manuscripts in English. Your responsiveness and accuracy have been very valuable. Thank you for having corrected my thesis summary in a few minutes (and for free). You have contributed greatly to the success of our work. My respects, and maybe see you soon for future collaborations.



*Cultures associées céréale-pois (© CIAG)*



# Liste d'abréviations et de notations

*Les correspondances en anglais sont indiquées en italique.*

## Abréviations

AAI : Acide Aminé Indispensable  
CF : Finesse des alvéoles (*Cell Fineness*)  
CWT : Épaisseur des parois alvéolaires (*Cell Wall Thickness*)  
DTE : Dithioerythritol  
PM : Poids Moléculaire (kDa)  
SDS : Sodium Dodecyl Sulfate

## Méthodes

CEP : Coefficient d'Efficacité Protéique (*Protein Efficiency Ratio*)  
DAV : Digestibilité Azotée Vraie  
DSC : Calorimétrie différentielle à balayage (*Differential Scanning Calorimetry*)  
NIRS : Spectroscopie proche-infrarouge (*Near-Infrared Spectrometry*)  
PDCAAS : *Protein Digestibility Corrected Amino Acid Score*  
PSI : *Particle Size Index*  
SE-HPLC : Chromatographie liquide haute performance par exclusion stérique (*Size Exclusion High-Performance Liquid Chromatography*)  
SKCS : *Single-Kernel Characterization System*  
TPA : *Texture Profile Analysis*  
QDA : Analyse descriptive quantitative (*Quantitative Descriptive Analysis*)  
UPN : Utilisation Protéique Nette  
VB : Valeur Biologique

## Grandeurs physiques

$a_w$  : Activité de l'eau  
 $E_a$  : Module de Young d'un matériau cellulaire (kPa)  
 $E_c$  : Module de Young des parois d'un matériau cellulaire (kPa)  
 $g_i$  : Variation de la somme des niveaux de gris ou du « volume » de l'image  
 $T_g$  : Température de transition vitreuse (°C)  
 $T_d$  : Température de dénaturation (°C)  
 $T_m$  : Température de gélatinisation (°C)  
 $\eta$  : Viscosité dynamique (Pa.s)  
 $\sigma_{max}$  : Force à la rupture (MPa)  
 $\rho_a$  : Masse volumique d'un matériau cellulaire ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ )  
 $\rho_c$  : Masse volumique des parois d'un matériau cellulaire ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ )



## Unités

AI% : Pourcentage d'Absorption d'Iode

db ou % MS : pourcentage de matière sèche (*dry basis*)

S : Svedberg, unité de sédimentation valant  $10^{-13}$ s

SD% : Pourcentage d'endommagement de l'amidon (*Starch Damage*)

w/w % ou wt% : pourcentage massique (*weight/weight*)

w/v % : concentration massique (*weight/volume*)

wb : pourcentage de matière humide (*wet basis*)

## Éléments statistiques

$a_i$  : Coefficient d'un modèle de régression linéaire

ACP (PCA) : Analyse en Composantes principales

ANOVA : Analyse de la Variance

APG (GPA) : Analyse Procrustéenne Généralisée

a.v.p : variance moyenne de prédiction (*average variance of prediction*)

CAH (HCA) : Classification Ascendante Hiérarchique

F : Critère statistique du test de Fisher

LogWorth : Significativité statistique des effets d'un modèle multicritère, égal à  $-\log_{10}(\text{p-value})$

p-value : Significativité statistique d'un résultat, pour une hypothèse nulle que l'on cherche à réfuter

$R^2$  : Coefficient de détermination représentant la qualité de prédiction d'une régression linéaire

Tukey's HSD test : test des étendues de Tukey (*Tukey Honest Significant Difference test*)

$\bar{x}$  : Moyenne statistique

$X_i$  : Facteur expérimental, paramètre que l'on fait varier

$Y_i$  : Réponse mesurée

# Liste des figures

- Figure 1 – Photographies d'une association blé-pois à différents stades de développement, issu du Projet PerfCom (2012) ..... 8
- Figure 2 – Comparaison des indicateurs de productivité (rendement et teneur en protéines) obtenus avec des cultures associées ou des cultures pures, pour différentes associations céréale-légumineuse en conditions d'Agriculture Biologique (Bedoussac et al., 2015) ..... 10
- Figure 3 – Outils permettant un tri de graines selon différents niveaux de précision : **1** schéma des organes principaux d'une moissonneuse-batteuse illustrant la présence d'un système de séparation (grilles et ventilateur) et réglages préconisés dans le cas d'une culture de pois (UNIP, 2014) ; **2** schéma d'un nettoyeur-séparateur ; **3** schéma d'un trieur alvéolaire avec différents types de cylindres alvéolés ; **4** schéma d'une table densimétrique ; **5** schéma d'un trieur optique ; source pour **2-5** (Groupement National Interprofessionnel des Semences, 2015) ..... 12
- Figure 4 – Représentation de différents équipements de dépelliculage et de mouture des graines : **1** schéma de cylindres cannelés (a) et lisses (b) (Saravacos & Maroulis, 2011) ; **2** schéma d'un appareil à cylindres utilisé pour la mouture du blé (Bourson, 2009) ; **3** moulin à cylindre asymétrique (« carborum roller mill ») utilisé pour le dépelliculage des graines de légumineuse (Tiwari et al., 2011) ; **4** photographie d'une meule de pierre (source : Web) ; **5** schéma et photographie d'un broyeur à marteaux (Saravacos & Maroulis, 2011; Tiwari et al., 2011) ; **6** schéma (Saravacos & Maroulis, 2011) et photographie (source : Web) d'un broyeur turbo-impact ..... 15
- Figure 5 – Structures macroscopiques et mésoscopiques des graines de blé et de pois : **1** photographie des graines (GNIS, 2017) ; **2 & 3** répartitions histologiques schématiques (source : Web) ; **4** coupe histologique d'une graine de pois dans de la paraffine par Ben-Hdech (1993) issue de Perrot (1995) ; **5** coupe histologique d'une graine de blé observée par microscopie photonique par Perrot (1995) ; **6** images de grains d'amidon de pois et de blé par microscopie électronique à balayage par Boursier (2005) ..... 16
- Figure 6 – Images de grains d'amidon par microscopie électronique à balayage (① blé et ② pois lisse par Boursier (2005) ; ③ pois ridé par Otto et al. (1997) ; ④ lentille par Zhou et al. (2004)) et représentation schématique des niveaux de structure du grain d'amidon issue de Buléon et al. (1998). Propriétés d'affinité pour l'iode de l'amylose et de l'amylopectine multi-espèces issues de Feillet (2001), Hoover et al. (2010) et Simsek et al. (2009). ..... 19
- Figure 7 – Comparaison des pourcentages de dureté PSI des graines de blé et de légumineuse ..... 21
- Figure 8 – Différentes échelles de structure de la graine pouvant être obtenues à l'issue de la mouture : ① schéma d'une cellule et de ses composants avec leur taille adapté de Pelgrom et al. (2014) ; ② image de cellules de pois entières par microscopie électronique à balayage par Otto et al. (1997) ; ③-⑤ images de fragments de cellules et de grains d'amidon plus ou moins dissociés par microscopie électronique à balayage par Naguleswaran & Vasanthan (2010)..... 22
- Figure 9 – Distributions granulométriques de farines de blé exprimées en pourcentage de volume en fonction de la taille ( $\mu\text{m}$ ) : **A** Travaux de Greffeuille et al. (2007) sur blés soft (Crousty, Ornicar) et hard (Caphorn, Camp Rémy, Soissons) ; **B** Travaux de Hareland (1994) sur blés soft, hard (Hard Red Spring, Hard Red Winter, Hard White) et blé dur (Durum) ..... 23
- Figure 10 – Illustration de la distribution granulométrique d'une farine de fève et d'une farine de pois cassé comparées à celle d'une semoule de blé dur, par Petitot et al. (2010) ..... 24

Figure 11 – Schématisation et images de microscopie électronique à balayage de grains d'amidon endommagés : ① schéma de grains natifs, fissurés, aplatis et brisés par Dubat (2014) ; ② amidon de pois lisse par Gujska et al. (1994) ; ③ amidon de pois ridé par Zhou et al. (2004) ; ④ amidon de pois lisse par Zhou et al. (2004) .....	25
Figure 12 – Schéma récapitulatif de la composition des phases de la pâte, des fonctionnalités requises pour leur formation et des variables physico-chimiques essentielles de la pâte .....	34
Figure 13 – Composition de la phase continue de la pâte et caractéristiques des composés en termes de comportement vis-à-vis de l'eau et de fonctionnalité. Tg : température de transition vitreuse.....	36
Figure 14 – Composition des protéines de blé et de pois selon les familles définies par Osborne (1907) : pourcentage par famille, structure et type de liaisons, et le cas échéant sous-catégories et taille en kiloDaltons (kDa) : (1) Feillet (2000) ; Koehler & Wieser (2013) ; Lafiandra & MacRitchie (1997) ; Osborne (1907) ; Shewry et al. (1986) ; Shewry et al. (1995) ; Shewry & Halford (2002) ; Shewry (2009) ; (2) Boye, Zare, & Pletch (2010) ; Derbyshire, Wright, & Boulter (1976) ; Duranti & Gius (1997) ; Gueguen & Barbot (1995) ; Leterme, Monmart, & Baudart (1990) ; Perrot (1995) .....	37
Figure 15 – Comparaison des températures de transition vitreuse (Tg) de protéines du gluten, de protéines de pois et de protéines de soja .....	38
Figure 16 – Dynamique d'évolution de la quantité d'air incorporée et de la distribution de taille des bulles au cours du battage d'après Massey et al. (2001) .....	42
Figure 17 – Comparaison des températures de transition vitreuse (Tg) des amidons de blé et de pois.....	44
Figure 18 – Représentation des trois types de transfert thermique survenant lors de la cuisson, d'après Sakin et al. (2007) .....	46
Figure 19 – Cinétique d'évolution de la température à la surface et à cœur du produit lors de la cuisson pour une température de four de 170°C, d'après Fehaili et al. (2010), Lostie et al. (2002), et Baik et al. (1999).....	47
Figure 20 – Schéma des transferts de chaleur, des transferts d'eau et du mécanisme d'expansion ayant lieu de façon concomitante au sein du produit .....	50
Figure 21 – Evolution du volume relatif de la phase gazeuse et des différentes sources de pression au sein du produit en fonction de la température lors de la cuisson du pain, d'après Bloksma (1986) .....	52
Figure 22 – Représentation qualitative de la contribution des différents moteurs d'expansion au gain de volume total d'un cake en fonction de la température lors de la cuisson, inspiré de Bloksma (1986) .....	53
Figure 23 – Comparaison des températures de dénaturation (Td) des protéines de blé et de légumineuse .....	54
Figure 24 – Comparaison des températures de gélatinisation des amidons de blé (Tm1, Tm2, Tm3) et de légumineuse (Tm1) .....	55
Figure 25 – Schéma récapitulatif des mécanismes en jeu lors de la première phase de cuisson et du lien entre les variables physico-chimiques déterminantes en entrée (variables pâte) et lors de la cuisson.....	58
Figure 26 – Diagramme d'état Température-Teneur en eau avec quatre zones d'état de la matière délimitées par les températures de transition thermiques des protéines (—) et de l'amidon (—) des farines de blé et de légumineuse .....	59
Figure 27 – Trajet du produit au cours du procédé dans le diagramme d'état Température-Teneur en eau : (X) farine initiale ; (—) produit total ; (•••) cœur ; (—) surface ; (⬆) augmentation de la Tm et diminution des Tg liées à la présence de solutés ; températures de transition thermique des protéines (—) et de l'amidon (—) des farines de blé et de légumineuse .....	60

Figure 28 – Structure aux différentes échelles de la pâte et du cake : échelle microscopique à deux niveaux de zoom (250 $\mu\text{m}$ et 50 $\mu\text{m}$ ) et échelle macromoléculaire (1 $\mu\text{m}$ ) (Michon, 2018) .....	61
Figure 29 – Effet de la substitution blé/légumineuse à teneur en protéines constante sur la viscosité de la pâte de layer cake : <b>A</b> Diminution de la viscosité entre une pâte fabriquée à partir de farine de blé (« cake flour ») et une pâte fabriquée à partir d'un mélange de farine et d'amidon de haricot (« whole bean flour low »), issu de M. Singh et al.(2015) ; <b>B</b> Augmentation de la viscosité entre des pâtes comportant 10 ou 20% de protéines de soja (« SPI ») et des pâtes comportant 10 ou 20% de protéines de blé (« WP »), issu de Ronda et al. (2011). .....	65
Figure 30 – Principe de complémentarité des acides aminés indispensables pour la synthèse protéique. Schéma issu de Chardigny & Walrand (2016).....	71
Figure 31 – Positionnement du projet FlexiProcess, de ses partenaires et du projet de thèse vis-à-vis des tâches de FlexiProcess. ....	93
Figure 32 – Paramètres principaux du procédé de fabrication domestique et caractérisations physiques associées .....	111
Figure 33 – Paramètres principaux du procédé de fabrication industriel et caractérisations physiques associées .....	111
Figure 34 – Protocole de prélèvement pour la mesure de l' $a_w$ et de la teneur en eau des cakes.....	113
Figure 35 – Evolution de la teneur en eau et de l' $a_w$ au cours de la cuisson à 160°C (symboles ronds) et 200°C (symboles carrés) pour la formule 100% blé isoprotéique par rapport à 29% pois (●,■) et la formule 29% pois (●,■). Points de validation lors de cuissons sans prélèvement : (●) 160°C 23 min ; (▲) 180°C 19 min ; (■) 200°C 16 min .....	114
Figure 36 – Utilisation du volumètre laser pour le calcul de l'indice de symétrie : (A) configuration de la mesure ; (B) représentation du volume en 3D avec l'emplacement des trois couches utilisées pour le calcul ; (C) représentation des trois couches de circonférence avec les hauteurs mesurées au centre $H_c$ , $H_B$ et $H_D$ ..	118
Figure 37 – Images de coupe longitudinale de cakes possédant des indices de symétrie très proches mais des masses volumiques différentes.....	118
Figure 38 – Protocole de découpe des cakes et de calcul des propriétés mécaniques aux petites et grandes déformations.....	119
Figure 39 – Pré-traitement et traitement des images lors de l'analyse d'image par morphologie mathématique .....	121
Figure 40 – Protocole d'échantillonnage pour la tomographie à rayons X.....	122
Figure 41 – Placement du porte-échantillon vis-vis de la source de rayonnement et visualisation de l'échantillon selon deux niveaux de zoom : (A) vue intégrale de l'échantillon ; (B) vue de la base de l'échantillon choisie pour l'acquisition .....	123
Figure 42 – Traitement des images en 3 D : (A) images après reconstruction ; (B) seuillage et redimensionnement ; (C) application des masques .....	124
Figure 43 – Représentation d'une coupe en xy avec utilisation du modèle de lissage des pixels pour l'estimation du volume .....	125
Figure 44 – Scan d'un cake entier en résolution inférieure pour validation de la méthode.....	125
Figure 45 – Cartographie générale des structures alvéolaires avec les points moyens des images ayant servi d'individus principaux lors de la construction de l'ACP (campagnes Automne 2016, Décembre 2016, Janvier 2017) et les points moyens des images ayant servi d'individus supplémentaires.....	128

Figure 46 – Représentation de la contribution des variables (cycles d'érosion et de dilatation) à la construction des axes de l'ACP.....	128
Figure 47 – Identification des points représentatifs des axes parmi les images ayant servi d'individus principaux de l'ACP et images scannées des mies entières pour certains de ces points représentatifs : produits 10% pois (F3, F8, F12, F72), 35% pois (IV 35%P FG) et 60% pois (F26, F65, F69) .....	129
Figure 48 – Extraction de zooms au sein des images de mies entières pour l'observation des mies à l'échelle de taille d'observation de l'analyse d'image et de la micro-tomographie.....	130
Figure 49 – Représentation des carrés de 6mm extraits des images de mie entières pour les points représentatifs des axes présentés en Figure 47 .....	131
Figure 50 – Identification des dix-neuf produits observés par micro-tomographie parmi les images ayant servi d'individus principaux de l'ACP .....	133
Figure 51 – Comparaison d'images de coupe en xy issus de micro-tomographie et de carrés de 6 mm extraits des images de mies scannées pour dix produits répartis le long de l'axe F1 de la cartographie de la Figure 50 .....	134
Figure 52 – Comparaison d'images de coupe en xy issus de micro-tomographie et de carrés de 6 mm extraits des images de mies scannées pour neuf produits répartis le long de l'axe F2 de la cartographie de la Figure 50 .....	135
Figure 53 – Comparaison d'images de coupe en xy issus de micro-tomographie et de carrés de 6 mm extraits des images de mies scannées pour onze produits répartis de part et d'autre de l'axe diagonal F3 de la cartographie de la Figure 50 .....	137
Figure 54 – Agrandissement des carrés de 6 mm de mie et des images de coupe en xy pour six produits de la Figure 53 permettant la visualisation de petits trous dans les parois. Les flèches blanches et les cercles noirs indiquent la présence de trous à la jonction entre les alvéoles.....	138
Figure 55 – Cercle de corrélation de l'ACP reliant l'ensemble des variables de structure et de texture pour les dix-neuf produits observés en tomographie.....	139
Figure 56 – Répartition des lots de données correspondant aux différentes campagnes valorisées dans ce manuscrit parmi l'ensemble des points acquis (■). La légende figure en Tableau 39.....	140
Figure 57 – Protocole d'échantillonnage et de marquage pour la microscopie confocale à balayage laser .....	142
Figure 58 – Protocole d'échantillonnage pour la microscopie électronique à balayage environnemental.....	143
Figure 59 – Déroulé du panel sensoriel descriptif de mai 2017.....	144
Figure 60 – Profils granulométriques de plusieurs farines de blé (A), pois (B), lentille (C) et pois chiche (D). (Trois à cinq répétitions de mesure par échantillon) .....	153
Figure 61 – Caractéristiques des distributions bimodales : proportion en volume du 1 <sup>er</sup> mode (A), proportion en volume du 2 <sup>nd</sup> mode (B), taille en $\mu\text{m}$ du 1 <sup>er</sup> mode (C), taille en $\mu\text{m}$ du 2 <sup>nd</sup> mode (C). W1-W7 : farines de blé ; P1-P2 : farines de pois ; L1-L3 : farines de lentille ; CP1-CP2 : farines de pois chiche. Les caractéristiques de chaque farine en fonction de leur code sont disponibles dans le Tableau 21. ....	154
Figure 62 – Comparaison des proportions des ingrédients principaux dans dix recettes de cake domestiques et une recette industrielle. MG : matière grasse. ....	172
Figure 63 – Ordres d'incorporation des ingrédients recensés dans les recettes de cake domestiques .....	173
Figure 64 – Schémas des deux scénarii d'utilisation du modèle multicritère multi-contraintes pour la correction des propriétés des cakes.....	193

Figure 65 – Corrélations deux-à-deux entre les notes de fermeté sensorielle et les valeurs de fermeté instrumentale (A) et entre les notes de couleur perçue et les valeurs de couleur instrumentale (B). Le point « 35%P FG » correspond à un produit supplémentaire non présenté dans les résultats de l’Article 4 (Tableau 40). .....	222
Figure 66 – Corrélations deux-à-deux entre les notes de fermeté sensorielle (A), couleur perçue (B) et sensation de pâteux-collant (C) et les valeurs de finesse de la mie instrumentale.....	223
Figure 67 – Evolution de la consommation quotidienne moyenne de cake en fonction de la recette au long des trois semaines d’étude (moyenne réalisée sur les 12 rats composant chaque groupe et les différents jours de la semaine). Source des résultats : UNH Clermont-Ferrand. ....	229
Figure 68 – Calculs des indicateurs d’efficacité de la nutrition protéique pour les trois cakes : digestibilité azotée vraie, utilisation protéique, valeur biologique, PDCAAS et formules associées. Source des résultats : UNH Clermont-Ferrand.....	230
Figure 69 – Positionnement des 3 produits in vivo en points supplémentaires dans une ACP des propriétés instrumentales des 56 produits du plan d’expériences : cercles des corrélations selon F1-F2 (A) et F2-F3 (C) ; cartographie des produits selon F1-F2 (B) et F2-F3 (D). ....	233
Figure 70 – Images de coupes longitudinales de mie scannées (A), zooms pour observation à l’échelle de taille de la micro-tomographie (B) et images de coupe en xy de micro-tomographie (C) des trois produits in vivo	234
Figure 71 – Images de coupe en xy de micro-tomographie et images de microscopie électronique à balayage environnemental de la mie des trois produits in vivo.....	235
Figure 72 – Images de microscopie électronique à balayage environnemental et de microscopie confocale à balayage laser avec marquage (vert : matrice protéique ; rouge : matière grasse) de la mie des trois produits in vivo .....	236
Figure 73 – Positionnement des cakes 100% blé non isoprotéique, 35% pois Standard et 35% pois Fractions Grossières testés lors du panel dans l’ACP des propriétés sensorielles : cercle des corrélations (A) et cartographie des produits (B) selon F1-F2. ....	237
Figure 74 – Schématisation de la filière avec évolution du flux de matières premières et options de gestion de la matière première à chaque étape .....	243
Figure 76 – Circuit numéro 1 : Tri complet des graines .....	245
Figure 75 – Circuit numéro 2 : Tri simple des graines .....	245
Figure 77 – Circuit numéro 4 : Pas de tri des graines.....	247
Figure 78 – Circuit numéro 3 : Tri à façon des graines.....	247
Figure 79 – Exemple de règles de conduite en industrie de 2 <sup>nde</sup> transformation pour la gestion de farines mixtes issues d’un tri simple des graines.....	248
Figure 80 – Répartition du score énergétique en fonction des étapes pour les quatre circuits.....	252
Figure 81 – Connaissances acquises concernant la faisabilité et les leviers d’action des étapes amont, et hypothèses réalisées concernant la qualité des matières premières .....	255
Figure 82 – Représentation du modèle multicritère multi-contraintes pour l’optimisation des propriétés physiques et des résultats principaux concernant les propriétés sensorielles et nutritionnelles des produits. ....	260
Figure 83 – Trajet retour des connaissances acquises de l’aval de la filière vers l’amont.....	262

## Figures des annexes

Figure 84 – Palette des couleurs représentant l’orthogonalité des facteurs extraite du diagnostic d’évaluation de la qualité d’un plan. Source : logiciel JMP .....	325
Figure 85 – Captures des résumés des effets avant (A) et après (B) tri et de l’estimation des coefficients codés (C). Source : logiciel JMP .....	327
Figure 86 – L’erreur expérimentale et l’erreur d’ajustement comme sources de variation des réponses modélisées par rapport aux réponses mesurées. Source : Goupy (1999) .....	327
Figure 87 – Différents cas de répartitions des résidus : (A) répartition aléatoire ; (B) répartition en entonnoir ; (C) répartition courbe. Source : Goupy & Creighton (2006) .....	329
Figure 88 – Représentation d’une surface de réponse (A) et d’une courbe iso-réponse (B) : (A) Surface de réponse de la masse volumique des cakes en fonction du temps et de la vitesse de battage, issue de Tan et al. (2012) (B) Courbe iso-réponse de la fermeté des cakes en fonction de leur teneur en émulsifiant et du temps de cuisson en variables codées, issue de Turabi et al. (2008).....	330
Figure 89 – Illustration d’un profil de désirabilité (A) issu de Goupy & Creighton (2006) et de la définition d’une région optimale par superposition de courbes iso-réponse (B) issu de Lee & Hosney (1982) .....	331
Figure 90 – Schématisation générale du déroulé d’une démarche de plan d’expériences avec distinction entre une approche de modèles mono Y et une approche multicritère multi-contraintes .....	333

# Liste des tableaux

Tableau 1 – Liste et catégorisation des principales espèces de légumineuses cultivées. Images de lentille, pois chiche et pois, plantes et graines (source : Web) .....	7
Tableau 2 – Intérêts et inconvénients principaux des associations céréale-légumineuse par rapport aux cultures pures .....	9
Tableau 3 – Sources de variabilité de la qualité des graines et propriétés impactées dans le cas des cultures associées .....	11
Tableau 4 – Equipements utilisés pour la fragmentation des graines de blé et de légumineuses, adapté de Saravacos & Maroulis (2011) et Pelgrom, Vissers, Boom, & Schutyser (2013) .....	15
Tableau 5 – Indications de morphologie et de composition des grains d'amidon de blé et de légumineuse .....	18
Tableau 6 – Forces de compression maximales mesurées sur des endospermes de blé et des cotylédons de légumineuses .....	21
Tableau 7 – Caractéristiques des distributions granulométriques de farines et de fractions fines ou grossières de légumineuse .....	24
Tableau 8 – Récapitulatif de comparaison des méthodes enzymatiques et ampérométrie .....	27
Tableau 9 – Composition proximale des farines de blé et de légumineuses .....	28
Tableau 10 – Effet du tamisage et du rebroyage des farines sur leur teneur en protéines et en amidon endommagé .....	29
Tableau 11 – Comparaison des formules anglo-saxonnes de « soft cakes » et des formules françaises de gâteaux moelleux.....	32
Tableau 12 – Modes de préparation de la pâte .....	33
Tableau 13 – Solubilité dans l'eau à pH 7 et capacité d'absorption d'eau d'isolats protéiques de légumineuse et de blé.....	39
Tableau 14 – Indices d'activité et de stabilité émulsifiantes et moussantes d'isolats protéiques de légumineuse et de blé .....	40
Tableau 15 – Capacité d'absorption d'eau comparée des différents composants de la farine de blé, d'après Bushuk et al. (1966) .....	41
Tableau 16 – Masses volumiques de pâtes et cakes et rapport entre les deux variables pour différentes formules 100% blé.....	51
Tableau 17 – Effet de l'introduction de protéines ou de farine de légumineuse (à teneur en protéines équivalente ou pas) sur les propriétés des pâtes et des produits .....	68
Tableau 18 – Effet de l'augmentation de la teneur en protéines dans des mélanges 100% blé, 100% légumineuse ou mixte sur les propriétés des pâtes et des produits .....	69
Tableau 19 – Effet de la variation de la taille des particules.....	70
Tableau 20 – Références actuelles de la FAO concernant les besoins en AAI et la composition de la protéine de référence (Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO], 2007a).....	72



Tableau 21 – Provenance et caractéristiques de composition primaire de toutes les farines de blé et de légumineuse étudiées dans le cadre du projet FlexiProcess.....	100
Tableau 22 – Teneurs en acides aminés indispensables des farines et fractions .....	102
Tableau 23 – Teneurs en acides aminés soufrés, aromatiques, en acides aminés non indispensables et en azote non protéique des farines et fractions.....	102
Tableau 24 – Teneurs en eau, amidon, protéines et acides aminés totaux des farines et fractions .....	103
Tableau 27 – Teneurs en acides aminés soufrés, aromatiques, en acides aminés non indispensables et en azote non protéique des autres sources protéiques .....	105
Tableau 26 – Teneurs en acides aminés indispensables des autres sources protéiques.....	105
Tableau 25 – Provenance, teneurs en eau, en protéines et en acides aminés totaux des autres sources protéiques .....	105
Tableau 28 – Provenance et teneur en eau des ingrédients complémentaires.....	106
Tableau 29 – Liste des campagnes de fabrication principales et caractérisations associées .....	107
Tableau 30 – Campagnes de fabrication pour la caractérisation de la structure aux échelles inférieures.....	108
Tableau 31 – Formules de cake domestique et industrielle réalisées à partir de farine de blé (formules témoin 100% blé).....	109
Tableau 32 – Taux de mélange blé/pois testés pour la formule domestique .....	109
Tableau 33 – Taux de mélange blé/pois testés pour la formule industrielle .....	109
Tableau 34 – Paramètres des équations de régression linéaire reliant la teneur en eau et l' $a_w$ de la mie au temps de cuisson.....	114
Tableau 35 - Liste des caractérisations réalisées, localisation de l'information et principe des méthodes des caractérisations non détaillées dans cette section .....	116
Tableau 36 – Comparaison des caractéristiques des méthodes d'analyse d'image par morphologie mathématique et de micro-tomographie à rayons X.....	126
Tableau 37 – Détail des lots de données constitutifs de la cartographie générale de structure alvéolaire .....	127
Tableau 38 – Liste des 19 produits observés par tomographie, codage et répartition en campagnes .....	132
Tableau 39 – Légende des différents lots de données présentés sur la cartographie de la Figure 56 .....	141
Tableau 40 – Liste des produits testés lors du panel sensoriel descriptif (campagne de Mai 2017) .....	145
Tableau 41 – Liste des 16 descripteurs générés avec leur définition et la définition des bornes d'échelle de notation.....	146
Tableau 42 – Récapitulatif de l'ANOVA générale du panel .....	148
Tableau 43 – Méthodes d'analyse multivariée employées dans les différentes parties du manuscrit .....	149
Tableau 44 – Composition en macronutriments et score chimique des trois recettes testées lors de l'étude in vivo .....	228
Tableau 45 – Teneur en protéines, score chimique et teneur en amidon endommagé des farines entières et des fractions grossières de blé et de pois.....	228
Tableau 46 – Coefficient d'efficacité protéique des cakes. Source des résultats : UNH Clermont-Ferrand .....	229

Tableau 47 – Teneurs en facteurs antinutritionnels des farines et cakes et Protein Digestibility Corrected Amino Acid Score (PDCAAS) des cakes .....	231
Tableau 48 – Caractéristiques de structure macroscopique et mésoscopique des cakes .....	233
Tableau 49 – Répartition de la distribution en protéines dans la pâte et le cake en fonction de leur type de liaison pour les trois produits in vivo, mesurée par SE-HPLC .....	235
Tableau 50 – Bilan des propriétés nutritionnelles, physiques et sensorielles associées aux deux hypothèses de l'étude in vivo .....	238
Tableau 51 – Optimisation des paramètres de fabrication de cake 35% pois avec et sans contrainte de granulométrie .....	239
Tableau 52 – Comparaison des propriétés simulées des cakes 35% pois optimisés et des propriétés de la cible 100% blé.....	239
Tableau 53 – Optimisation des paramètres de fabrication d'un cake 35% pois Fractions grossières .....	240
Tableau 54 – Comparaison des propriétés simulées d'un cake 35% pois Fractions grossières optimisé et des propriétés de la cible.....	240
Tableau 55 – Comparaison des propriétés simulées de cakes 30% et 40% pois et des propriétés mesurées d'un cake 35% pois.....	246
Tableau 56 – Optimisation du procédé de fabrication de cakes 30% et 40% pois .....	248
Tableau 57 – Optimisation du procédé de fabrication des cakes dans le cas d'une forte variabilité de la proportion pois/blé .....	249
Tableau 58 – Optimisation du procédé de fabrication de cakes 35% pois à granulométrie variable .....	250
Tableau 59 – Perspectives des connaissances à acquérir pour les propriétés des matières premières en lien avec la première transformation.....	256
Tableau 60 – Perspectives des connaissances à acquérir pour les propriétés fonctionnelles des matières premières mises en jeu lors du battage .....	257
Tableau 61 – Perspectives des connaissances à acquérir concernant les propriétés des matières premières mises en jeu lors de la cuisson, concernant la compréhension de la cuisson, ou les effets spécifiques de l'utilisation de légumineuse ou de la granulométrie des farines sur la structuration .....	259
Tableau 62 – Perspectives des connaissances à acquérir concernant la création d'un outil de formulation raisonnée.....	261

## Tableaux des annexes

Tableau 63 – Analyse des variances .....	328
Tableau 64 – Test d'hypothèses sur les sources d'erreur (test de défaut d'ajustement ou « lack-of-fit ») .....	328
Tableau 65 – Test d'hypothèses sur le modèle général.....	328
Tableau 66 - Comparaison de l'exécution de démarches de plans d'expériences pour sept études s'intéressant à la seconde transformation céréalière .....	332



# Table des matières

<b>I. INTRODUCTION</b>	<b>1</b>
<b>II. ÉTAT DE L'ART</b>	<b>5</b>
<b>1. CARACTERISATION DES ETAPES AMONT DE LA FILIERE ET DE LEUR IMPACT SUR LA QUALITE DES MATIERES</b>	
<b>PREMIERES</b>	<b>7</b>
1.1 <i>Production au champ</i>	7
1.1.1 Introduction des légumineuses dans les systèmes de cultures actuels	7
1.1.2 Cultures associées blé-légumineuse	8
1.1.3 Facteurs de variabilité de la qualité des graines : génétiques, culturaux et environnementaux	11
1.2 <i>Étape de tri des graines</i>	12
1.2.1 Exécution classique au sein des filières	12
1.2.2 Tests réalisés sur cultures associées	13
1.3 <i>Bilan intermédiaire</i>	13
1.4 <i>Première transformation : des graines aux farines et à leurs propriétés</i>	14
1.4.1 Technologies classiquement utilisées	14
1.4.2 Structure de la graine : de la cellule au grain d'amidon	16
1.4.3 Résistance mécanique : dureté et vitrosité	20
1.4.4 Impact de la résistance mécanique sur les propriétés des farines	22
1.4.4.1 Distribution granulométrique	22
1.4.4.2 Endommagement de l'amidon	25
1.4.5 Composition des farines	28
1.4.5.1 Bilan général	28
1.4.5.2 Lien entre la granulométrie des farines et leur composition	29
1.5 <i>Bilan matières premières</i>	30
<b>2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION</b>	<b>32</b>
2.1 <i>Formation d'une pâte à cake</i>	32
2.1.1 Diversité des formules et des modes de préparation	32
2.1.2 La pâte, une structure triphasique	35
2.1.2.1 Phase aqueuse continue	36
2.1.2.2 Phases dispersées	42
2.1.3 Bilan sur le battage	45
2.2 <i>Cuisson</i>	46
2.2.1 Phénomènes thermiques et transformations physiques à l'échelle du cake	46
2.2.1.1 Transferts thermiques subis	46
2.2.1.2 Cinétique d'évolution de la température du produit	47
2.2.1.3 Mécanismes physico-chimiques de la première phase de cuisson	51
2.2.2 Trajet du produit au cours du procédé au sein d'un diagramme température-teneur en eau	59
2.2.3 Transformations physico-chimiques aux échelles inférieures	61
2.2.3.1 Evolution des protéines de la phase continue (échelle macromoléculaire)	61
2.2.3.2 Évolution des phases dispersées (échelle microscopique)	62
2.3 <i>Effet de la substitution blé/légumineuse, de la teneur en protéines et de la granulométrie des farines sur les propriétés des pâtes et des cakes</i>	64
2.4 <i>Bilan seconde transformation</i>	67

<b>3.</b>	<b>NOTIONS DE NUTRITION PROTEIQUE .....</b>	<b>71</b>
3.1	<i>Besoins protéiques chez l'Homme .....</i>	71
3.2	<i>Méthodes de qualification de la qualité protéique d'un aliment .....</i>	72
3.2.1	Evaluation de l'équilibre du profil en acides aminés indispensables .....	72
3.2.2	Mesures de la digestibilité et des teneurs en facteurs antinutritionnels.....	73
<b>4.</b>	<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>75</b>
<b>III.</b>	<b>OBJECTIFS ET STRATEGIE .....</b>	<b>91</b>
<b>IV.</b>	<b>MATERIEL ET METHODES .....</b>	<b>97</b>
<b>1.</b>	<b>MATERIEL.....</b>	<b>100</b>
1.1	<i>Ingrédients.....</i>	100
1.1.1	Gamme de farines de blé et de légumineuses étudiées au sein du projet .....	100
1.1.2	Farines et fractions utilisées en seconde transformation .....	101
1.1.2.1	Composition fine en macro-nutriments .....	101
1.1.2.2	Tamisage .....	104
1.1.2.3	Stockage des farines.....	104
1.1.3	Autres sources protéiques utilisées en seconde transformation .....	104
1.1.4	Ingrédients complémentaires .....	106
<b>2.</b>	<b>METHODES.....</b>	<b>107</b>
2.1	<i>Liste des campagnes de fabrication réalisées au cours de la thèse .....</i>	107
2.2	<i>Méthode de fabrication.....</i>	108
2.2.1	Formules de cake domestique et industrielle .....	108
2.2.2	Circuit de fabrication et caractérisations « de routine » associées.....	110
2.2.3	Mise au point des barèmes de cuisson équivalents pour le plan d'expériences .....	112
2.3	<i>Méthodes de caractérisation .....</i>	115
2.3.1	Ensemble des caractérisations matières premières, pâte et cake réalisées .....	115
2.3.2	Structure des cakes à l'échelle macroscopique .....	117
2.3.3	Structure des cakes à l'échelle mésoscopique .....	119
2.3.3.1	Propriétés mécaniques de la mie aérée et des parois.....	119
2.3.3.2	Structure alvéolaire par analyse d'image par morphologie mathématique.....	120
2.3.3.3	Micro-tomographie à rayons X.....	122
2.3.3.4	Validation de l'interprétation de la cartographie générale des structures alvéolaires .....	126
2.3.4	Structure des cakes à l'échelle microscopique .....	142
2.3.4.1	Microscopie confocale à balayage laser .....	142
2.3.4.2	Microscopie électronique à balayage environnemental .....	142
2.4	<i>Panel sensoriel descriptif.....</i>	144
2.4.1	Organisation.....	144
2.4.2	Liste des descripteurs générés .....	146
2.4.3	Validation des performances individuelles et globale du panel.....	147
2.5	<i>Méthodes statistique employées .....</i>	149
2.5.1	Design et analyse du plan d'expériences .....	149
2.5.2	Méthodes d'analyse multivariée.....	149

## V. RESULTATS ..... 151

### 1. CARACTERISATION DE LA MATIERE PREMIERE ET MISE AU POINT DU PROCEDE DE FABRICATION ..... 153

1.1	<i>Compréhension du lien entre degré d'endommagement et granulométrie des farines (Article 1)</i> ..	153
1.1.1	Introduction .....	157
1.1.2	Materials and methods .....	158
1.1.2.1	Materials .....	158
1.1.2.2	Particle size distribution of flours.....	158
1.1.2.3	Measurement of starch damage .....	158
1.1.2.4	Flour regrinding procedure .....	159
1.1.2.5	Flour sieving procedure.....	159
1.1.2.6	Statistical analyses .....	159
1.1.3	Results and discussion .....	160
1.1.3.1	Calibration of the amperometric method (SDmatic) for legume flours .....	160
1.1.3.2	Particle size distribution of flours and changes during regrinding .....	161
1.1.3.3	Particle size distribution of fractions and changes during regrinding .....	162
1.1.3.4	Changes in the level of damaged starch in the flours and in their fractions during regrinding .....	165
1.1.4	Conclusions .....	168
1.1.5	References .....	170
1.2	<i>Étude de l'effet de l'ordre d'incorporation des ingrédients et de l'introduction de farine de pois lors de la fabrication d'une recette domestique simplifiée (Article 2)</i> .....	172
1.2.1	Introduction .....	176
1.2.2	Materials and methods .....	177
1.2.2.1	Materials .....	177
1.2.2.2	Preparation of the batter and the cake.....	177
1.2.2.3	Properties of the batter .....	178
1.2.2.4	Cake properties .....	178
1.2.2.5	Statistical analysis .....	179
1.2.3	Results and discussion .....	180
1.2.3.1	Impact of mixing process on the introduction of air and the consistency of the batter .....	180
1.2.3.2	Impact of the incorporation of pea flour on the properties of the batter and of the final cake .....	182
1.2.4	Conclusions .....	187
1.2.5	References .....	188
1.3	<i>Conclusions</i> .....	190

### 2. MISE EN PLACE ET VALIDATION D'UN MODELE MULTICRITERE MULTI-CONTRAINTES DE MAITRISE DE LA QUALITE EN FONCTION DE VARIATIONS DE MATIERES PREMIERES ..... 191

2.1	<i>Conception du modèle multicritère multi-contraintes (Article 3)</i> .....	194
2.1.1	Introduction .....	195
2.1.2	Materials and methods .....	197
2.1.2.1	Materials .....	197
2.1.2.2	Preparation of flour fractions.....	197
2.1.2.3	Batter and cake preparation .....	197
2.1.2.4	Preliminary tests .....	198
2.1.2.5	Methodology of experimental design .....	198
2.1.2.6	Batter properties.....	199
2.1.2.7	Cake properties .....	199
2.1.2.8	Statistical analysis .....	200
2.1.3	Results and discussion .....	201
2.1.3.1	Preliminary tests for the selection of the independent variables .....	201
2.1.3.2	Response surface regression analysis .....	202
2.1.3.3	Validation of the multi-objective model .....	204
2.1.4	Conclusions .....	205
2.1.5	References .....	206

2.2	<i>Étude de l'efficacité de correction de l'outil du point de vue instrumental et sensoriel (Article 4)...</i>	208
2.2.1	Introduction .....	209
2.2.2	Materials and methods .....	210
2.2.2.1	Materials .....	210
2.2.2.2	Batter and cake preparation .....	210
2.2.2.3	Cake instrumental properties.....	211
2.2.2.4	Descriptive sensory analysis.....	211
2.2.2.5	Statistical analysis .....	212
2.2.3	Results and discussion .....	214
2.2.3.1	Selection of products representative of the design space .....	214
2.2.3.2	Instrumental correction efficiency of the model .....	216
2.2.3.3	Sensory characterization.....	218
2.2.4	Conclusions .....	220
2.2.5	References .....	221
2.3	<i>Conclusions</i> .....	222

## **VI. DISCUSSION GENERALE ..... 225**

1. INTEGRER OPTIMISATION DE LA SECONDE TRANSFORMATION ET PROPRIETES NUTRITIONNELLES ..... 227
2. INTEGRER LA DURABILITE A L'ECHELLE DE LA FILIERE ..... 242

## **VII. CONCLUSION ..... 253**

## **BIBLIOGRAPHIE GENERALE ..... 265**

## **ANNEXES ..... 289**

ANNEXE 1 : VALORISATION DES TRAVAUX DE THESE..... 291

ANNEXE 2 : ARTICLE DE REVIEW EN COLLABORATION..... 294

ANNEXE 3 : DEMARCHE DE PLAN D'EXPERIENCES POUR LA MODELISATION ET L'OPTIMISATION DE LA FABRICATION ..... 321

ANNEXE 4 : RESULTATS PRELIMINAIRES AU PLAN D'EXPERIENCES ..... 334

# I. Introduction





Les protéines sont des nutriments essentiels de notre alimentation, qui servent à fournir la synthèse protéique pour l'entretien de notre organisme, mais ne peuvent être stockés au-delà de nos besoins. À l'échelle mondiale, nous observons actuellement une augmentation de la demande protéique causée par la croissance de la population. Pour répondre à cette demande, nous avons à notre disposition deux types de source protéique : les protéines végétales et les protéines animales. En 2013, l'approvisionnement protéique mondial se composait de 60% de protéines végétales et 40% de protéines animales (Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO], 2016). L'évolution de la demande en protéines végétales et animales répond à l'évolution du niveau de vie dans chaque pays, selon le concept de la double transition nutritionnelle (Steinfeld, Gerber, Wassenaar, Castel, & De Haan, 2006). L'étape de première transition nutritionnelle est actuellement traversée par les pays émergents. Elle correspond à une augmentation de la demande totale en protéines portée par les protéines végétales puis par les protéines animales, du fait de l'augmentation des revenus. La demande protéique totale tend ensuite à se stabiliser en conservant une consommation de protéines animales supérieure. Il est intéressant de noter qu'à l'issue de la première transition la consommation journalière de protéines par habitant dépasse généralement le seuil des besoins nutritionnels. La seconde transition nutritionnelle concerne les pays occidentaux tels que la France ou les États-Unis. Partant d'une situation analogue à la fin de première transition, elle consiste en une augmentation de la demande en protéines végétales s'accompagnant ou non d'une diminution de la consommation de protéines animales. Étant donné que moins de 50% de la population mondiale aura achevé sa première transition en 2030, une forte augmentation de la demande en protéines animales reste à prévoir. La FAO prévoit en effet une augmentation de la consommation de viande de 70% d'ici à 2050 (Gerber et al., 2013). En parallèle s'opère une prise de conscience sur les impacts environnementaux de l'élevage (l'élevage contribuerait à 15% des émissions anthropiques de gaz à effet de serre) et sur les conséquences d'une forte consommation de produits carnés sur la santé (cancers et maladies de civilisation) (Bernstein, Sun, Hu, & Stampfer, 2010; Bouvard et al., 2015; Gerber et al., 2013; Walker, Rhubart-Berg, McKenzie, Kelling, & Lawrence, 2005). Cette prise de conscience est à l'origine d'une quête pour des régimes alimentaires plus végétariaux, des procédés de transformation plus durables et une agriculture écologiquement intensifiée dans les pays occidentaux.

Les céréales sont les premières sources de protéines végétales à l'échelle planétaire grâce à la présence de filières fortes. Une filière de production se définit comme la succession des opérations qui, partant en amont d'une matière première, aboutissent en aval après plusieurs stades de transformation et valorisation à un produit fini commercialisé auprès du consommateur. La filière blé, forte d'un savoir-faire ancien, permet de produire une diversité de produits de grande consommation selon des standards élevés de qualité et de régularité, grâce à un effort important de standardisation des matières premières. Durant les dernières décennies, motivés par la recherche d'économies d'échelle, nos systèmes alimentaires ont évolué dans le sens d'une simplification des systèmes de production agricoles (raccourcissement des rotations culturales, réduction du nombre d'espèces cultivées) et d'une augmentation du volume et de la standardisation de la transformation, impliquant l'utilisation d'une matière première de plus en plus homogène (De Vries et al., 2017; Magrini et al., 2014). Cela fait donc partie des logiques de fonctionnement en place dans l'industrie que d'exiger des étapes amont de la filière l'obtention d'une matière première régulière ayant toujours le même comportement en usine avant de considérer la possibilité d'adapter le procédé de transformation (Géhin, Guéguen, Bassot, & Seger, 2010). Cependant, dans le cas des filières céréalières, la simplification des rotations en faveur des céréales et l'utilisation importante d'intrants de synthèse (azote minéral) sont à l'origine d'une perte de biodiversité et de pollutions (Magrini et al., 2016). Par ailleurs, comme toute source protéique végétale, les céréales ne présentent pas une composition en acides aminés adéquate par rapport aux besoins humains. L'obtention d'une protéine de qualité satisfaisante, c'est-à-dire équivalente aux protéines animales, n'est possible que par mélange de sources protéiques végétales complémentaires. C'est là que peuvent intervenir les cultures de légumineuse. Les légumineuses ou « légumes secs » sont des graines riches en protéines dont le profil en acides aminés indispensables est complémentaire de celui des céréales. Les céréales sont carencées en lysine et riches en acides aminés soufrés, tandis que les légumineuses sont carencées en acides aminés soufrés et riches en lysine. Le mélange des deux matières premières au sein d'un produit céréalière peut ainsi en améliorer la qualité protéique. De plus, les cultures de légumineuse présentent de forts intérêts agronomiques lorsqu'elles sont insérées dans les rotations céréalières, ou lorsqu'elles sont cultivées directement en association avec des céréales sur la même parcelle. En effet, elles diminuent la quantité d'azote nécessaire pour les cultures en fixant l'azote

## I. INTRODUCTION

---

atmosphérique, ainsi que l'utilisation des pesticides en créant une barrière physique à la propagation des ravageurs (Magrini et al., 2014; Voisin et al., 2014). De par les importants bénéfices environnementaux qu'elles peuvent fournir, les cultures associées légumineuse-blé font l'objet de travaux de recherche en agronomie depuis de nombreuses années. La conception d'une filière de culture et de transformation associées des graines de blé et de légumineuse, aboutissant à la fabrication de produits céréaliers de grande consommation enrichis en farine de légumineuse, pourrait être une façon d'augmenter la durabilité de la filière blé tout en donnant un nouvel essor aux cultures de légumineuse. En effet, celles-ci ont été délaissées par manque d'attrait et de praticité à la consommation et de valorisation économique pour les agriculteurs. La consommation française de légumes secs (lentille, pois chiche, pois cassé, haricots) est ainsi passée de 7,3 kg/an/habitant à 1,4 kg/an/habitant en l'espace d'un siècle (Magrini et al., 2016). Une filière blé-légumineuse mixte permettrait de fournir des débouchés à ces matières premières tout en encourageant la seconde transition nutritionnelle au sein de nos pays.

Au sein d'une filière de transformation des cultures associées, un mélange de graines des deux espèces serait conservé à l'issue de la récolte, maîtrisé dans ses proportions par une opération de tri plus ou moins intense, puis transformé en une farine « mixte » lors de l'étape de première transformation renommée « co-fragmentation ». Ainsi dans cette situation l'industriel de seconde transformation se verrait exposé à une variation de la qualité des matières premières qu'il reçoit pour fabriquer les produits céréaliers. Parmi les sources de variabilité potentielles, une variation de la proportion de chaque espèce à la récolte, ainsi que des différences de caractéristiques des graines impliquant des difficultés lors de la mouture et un gradient de propriétés au sein de la farine peuvent être citées. Ainsi cette nouvelle façon de concevoir la filière implique de repenser complètement la gestion de la variabilité au sein de la filière en se plaçant à contre-courant des modes de fonctionnement actuels. Pour cela, il est nécessaire d'adopter une vision globale, intégrée de l'ensemble des étapes en associant tous les acteurs (Bedoussac et al., 2015) afin de raisonner la gestion de la variabilité et de la qualité de la façon la plus durable et la plus pertinente pour la filière. Concrètement, il s'agit de regarder comment la variabilité de qualité des matières premières se répercute de l'amont à l'aval de la filière et comment l'aval peut s'y adapter pour garantir une qualité de produit fini satisfaisante et constante. Les industriels de seconde transformation doivent ainsi accepter de gérer plus de variabilité en acquérant de la flexibilité dans leur procédé de fabrication. Nous savons par ailleurs que l'introduction de farine de légumineuse dans les produits céréaliers modifie leurs propriétés physiques et organoleptiques. Il est nécessaire d'étudier ces effets et de fournir à l'industrie de seconde transformation des outils pour ajuster les facteurs de procédé en fonction de la qualité des matières premières et des propriétés de produit désirées. Ce type d'outil répond à la dénomination d'« outil de formulation raisonnée ». Dans une revue de la littérature concernant l'application des farines mixtes dans la formulation des produits céréaliers, Noorfarahzilah et al. (2014) pointent en effet la nécessité d'adapter formule ou procédé par des démarches d'optimisation pour encourager l'utilisation de ces matières premières. Enfin, à partir des connaissances acquises à l'aval de la filière, il est possible grâce à une vision globale d'apporter des informations en retour aux étapes amont, dans une logique d'ingénierie reverse.

Le projet FlexiProcess dans lequel s'insère ce travail de thèse a porté sur l'étude d'une filière de transformation des cultures associées légumineuse-blé tendre en gâteaux moelleux enrichis en farine de légumineuse. Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la conception d'un outil de maîtrise de la qualité des produits de seconde transformation par le procédé de fabrication, en s'inscrivant dans une démarche de prise en compte de la filière globale.

Ce manuscrit exposera successivement un état de l'art concernant l'ensemble de la chaîne de transformation des matières premières blé et légumineuse, les objectifs de cette thèse ainsi que la stratégie expérimentale déployée, le matériel et les méthodes utilisés, l'ensemble des résultats sous la forme d'articles scientifiques, une discussion générale puis une conclusion. Les éléments entourant le corps du manuscrit comprennent une liste des abréviations, figures et tableaux du manuscrit, une bibliographie générale et une liste d'annexes.

## II. État de l'art







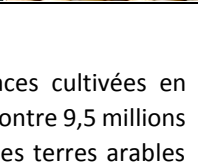
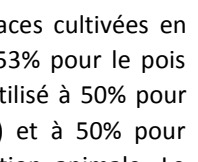
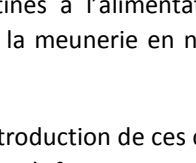
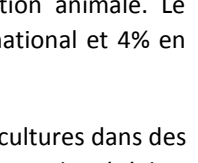
## 1. Caractérisation des étapes amont de la filière et de leur impact sur la qualité des matières premières

### 1.1 Production au champ

#### 1.1.1 Introduction des légumineuses dans les systèmes de cultures actuels

Au sens botanique les légumineuses sont des plantes dicotylédones appartenant à la famille des Fabacées. L'appellation « dicotylédone » fait référence à la structure de la graine se composant de deux cotylédons qui les oppose aux céréales, appartenant à la famille des Graminées, qui sont des monocotylédones. Plusieurs types d'espèces sont habituellement distingués au sein des légumineuses en fonction de leur usage : les légumineuses à graines, cultivées pour leurs graines pour l'alimentation humaine ou animale et les légumineuses fourragères, cultivées pour leurs parties aériennes à destination de l'alimentation animale. Une catégorisation des principales espèces cultivées est disponible en Tableau 1. Au sein des légumineuses à graines on distingue communément les « légumes secs » plutôt dédiés à la consommation humaine, des protéagineux et oléagineux (appellations soumises à la réglementation européenne) majoritairement utilisés en alimentation animale. L'espèce *Pisum sativum* possède un nombre important d'appellations différentes : pois protéagineux, pois sec (« dry pea »), pois cassé, « field pea » en anglais. Toutes ces appellations font référence à la même variété *Pisum sativum* var. *arvense* qui s'exprime selon différents génotypes donnant naissance à des pois verts ou jaunes, lisses ou ridés. La variété *arvense* est à différencier de la variété *hortense* qui correspond au pois potager ou petit pois, généralement consommé frais.

Tableau 1 – Liste et catégorisation des principales espèces de légumineuses cultivées. Images de lentille, pois chiche et pois, plantes et graines (source : Web)

Légumineuses cultivées	Sous-catégorie	Espèces		
<b>Légumineuses à graines</b> cultivées pour leurs graines pour l'alimentation humaine ou animale	« Légumes secs »	- Lentille <i>Lens Culinaris</i> ① - Pois chiche <i>Cicer arietinum</i> ② - Haricot <i>Phaseolus vulgaris</i>		
	« Protéagineux »	- Pois protéagineux <i>Pisum sativum</i> ③ - Lupin <i>Lupinus albus</i> - Fève et féverole <i>Vicia faba</i>		
	« Oléagineux »	- Soja <i>Glycine max</i>		
<b>Légumineuses fourragères</b> cultivées pour leurs parties aériennes pour l'alimentation animale	-	- Luzerne <i>Medicago sativa</i> - Sainfoin <i>Onobrychis viciifolia</i> - Trèfle <i>Trifolium pretense</i> - Pois fourrager <i>Pisum sativum</i>		

D'après la statistique agricole annuelle du ministère en charge de l'agriculture, les surfaces cultivées en légumineuses équivalaient à 320 000 hectares en 2016 soit seulement 1,8% des terres arables contre 9,5 millions d'hectares pour les céréales qui arrivent au premier rang des surfaces cultivées avec 52% des terres arables (Ministère de l'Agriculture et de l'Agroalimentaire [MAAF], 2016). Sur l'ensemble des surfaces cultivées en légumineuses, les légumes secs (lentille et pois chiche) ne comptent que pour 7% contre 53% pour le pois protéagineux, 20% pour la féverole et 19% pour le soja (Terres Univia, 2017). Le pois est utilisé à 50% pour l'alimentation humaine (dont 20% en national et 30% en export à destination de l'Inde) et à 50% pour l'alimentation animale. La féverole et le soja sont majoritairement destinés à l'alimentation animale. Le débouché alimentation humaine représente 8% pour la féverole (4% pour la meunerie en national et 4% en export à destination de l'Egypte) et 5% pour le soja (Terres Univia, 2017).

Bien que leur place à l'échelle du territoire soit pour l'instant limitée, la réintroduction de ces cultures dans des systèmes de culture de plus en plus spécialisés, faits des rotations courtes à forte proportion de céréales, présente des bénéfices environnementaux non négligeables (Magrini et al., 2014). Premièrement, de par leur

## 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

capacité spécifique de fixation d'azote atmosphérique (due à une symbiose avec les bactéries du genre *Rhizobium* au sein de leurs nodosités racinaires) les cultures de légumineuses ne nécessitent pas de fertilisation azotée pour leur développement (Magrini et al., 2014; Voisin et al., 2014). Deuxièmement, au sein d'une succession culturale, elles peuvent permettre de réduire les besoins en fertilisation azotée des cultures suivantes avec un rendement au moins équivalent. Cet effet (« effet précédent ») est dû à une augmentation de la disponibilité en azote dans le sol ainsi qu'à une amélioration de la structure du sol par le système racinaire de la légumineuse qui permet d'augmenter l'efficacité d'utilisation de l'azote présent pour la culture suivante (Carrouée, Schneider, Flénet, Jeuffroy, & Nemecek, 2012; Cavaillès, 2009). Cependant ces effets précédents sont plus importants dans le cas des légumineuses fourragères dont les résidus de cultures peuvent être enfouis et minéralisés à l'issue de la récolte et dont l'enracinement est plus profond (Cavaillès, 2009). Ils sont moins nets dans les cas des légumineuses à graines dont une bonne partie de l'azote est exporté sous la forme des graines et dont l'enracinement est plus superficiel. L'introduction des légumineuses dans les systèmes de culture permet donc de réduire l'utilisation des engrais azotés à la fois par effet direct (substitution à des cultures fertilisées) et indirect (effet précédent). Une réduction de l'utilisation de ces intrants permet de contribuer à limiter les externalités négatives de l'agriculture : réduction de la consommation en énergie fossile et en dioxyde de carbone liée à la fabrication, au transport et à l'application des engrais, diminution de la volatilisation de protoxyde d'azote au moment de l'application et d'ammoniac par la suite (Magrini et al., 2014; Voisin et al., 2014). La culture des légumineuses contribue donc à limiter la production de gaz à effet de serre (Carrouée et al., 2012) ce qui en fait un atout en comparaison des filières céréalières qui dépendent fortement de l'apport en azote pour garantir une productivité importante en termes de rendement et de teneur en protéines.

Par ailleurs, une réintroduction de ces cultures dans les systèmes présente les bénéfices habituels d'une diversification des rotations, à savoir une réduction de la pression phytosanitaire par une rupture des cycles des bioagresseurs (adventices et champignons), ce qui contribue indirectement à maintenir une diversité d'espèces animales et végétales (Cavaillès, 2009; Magrini et al., 2014). De façon complémentaire, chez les légumineuses la présence de phénomènes de symbiose (bactérienne et mycorrhization avec des champignons) et de rhizodéposition (exsudation de nutriments par les racines) favorisent le développement de la microfaune (Cavaillès, 2009). Ainsi, les cultures de légumineuses présentent des bénéfices environnementaux mobilisables à l'échelle de la culture, des successions et du système de culture. Les introduire de façon plus importante au sein des rotations à dominante céréalière, sous la forme de culture pure ou de culture associée, peut contribuer à rendre les filières blés plus durables.

### 1.1.2 Cultures associées blé-légumineuse



Figure 1 – Photographies d'une association blé-pois à différents stades de développement, issu du Projet PerfCom (2012)

Une culture associée (Figure 1) se définit comme « la culture simultanée d'au moins deux espèces sur une même parcelle pendant une période significative de leur croissance mais sans nécessairement être semées et récoltées en même temps » (Bedoussac et al., 2013; Willey, 1979).

C'est une pratique qui permet d'augmenter l'efficacité d'utilisation des ressources du milieu par un phénomène de « complémentarité de niche » entre plusieurs espèces végétales à l'échelle de la culture ou de la succession (Magrini et al., 2014; Pelzer et al., 2014; Voisin et al., 2014). En effet, mises dans les bonnes conditions, les espèces sont à même de se répartir les ressources (eau, lumière, nutriments) de façon optimisée par rapport à ce qu'elles feraient de façon indépendante en tant que cultures pures. De plus, elles peuvent entrer en complémentarité pour la lutte contre les bioagresseurs (dont les adventices) par la mise en place d'un couvert mixte qui limite leur progression (effet de « barrière physique »), ceux-ci étant généralement spécifiques à une espèce (Pelzer et al., 2014). Étant donné les atouts des cultures de légumineuse évoqués précédemment, la mise en place d'associations végétales comprenant des légumineuses permet de bénéficier d'une meilleure efficacité d'utilisation de l'azote à l'échelle de la culture (Magrini et al., 2014). Il est ainsi possible en culture associée céréale-légumineuse de maintenir un niveau de productivité important avec un niveau de fertilisation azotée plus faible qu'en culture de céréale pure, ce qui permet de diminuer les risques de perte d'azote dans l'environnement par volatilisation ou lixiviation (Magrini et al., 2014; Voisin et al., 2014). En terme de productivité, il a en effet été prouvé que les associations permettent d'obtenir un rendement équivalent voire supérieur aux rendements moyens des cultures pures dans le cas des associations blé tendre-pois, blé tendre - féverole, blé dur-pois ou blé dur-féverole (Bedoussac et al., 2015 ; résultats du projet PerfCom, 2012). Les associations permettent également de « lisser » la variabilité des rendements en palliant le fait que les légumineuses sont sensibles aux aléas biotiques (bioagresseurs) et climatiques (Cholez & Magrini, 2014). Cependant, il est important de mettre en avant le fait que ces bénéfices sont essentiellement observés en conditions de bas niveaux d'intrants azotés, ce qui en fait pour l'instant une pratique réservée à l'agriculture biologique ou à la valorisation de parcelles à moins bon potentiel en agriculture conventionnelle. Il n'en reste pas moins que ces pratiques correspondent sans doute à un des leviers mobilisable pour améliorer la durabilité des systèmes agroalimentaires, dans un contexte de fragilisation des ressources naturelles (Alexandratos & Bruinsma, 2012; Millenium Ecosystem Assessment, 2005).

Un résumé des points principaux distinguant la culture des légumineuses en culture pure et en culture associée est disponible en Tableau 2.

Tableau 2 – Intérêts et inconvénients principaux des associations céréale-légumineuse par rapport aux cultures pures

Intérêts principaux des cultures associées	Inconvénients principaux des cultures associées
- Rendements $\geq$ aux rendements moyens des cultures pures en conditions de bas niveaux d'intrants azotés <sup>(1)</sup>	- Maîtrise des proportions céréale-légumineuse à la récolte : « on sait ce que l'on sème, pas ce que l'on récolte », témoignage d'agriculteur <sup>(3)</sup>
- Stabilité du rendement global : sécuriser les rendements en légumineuse plus sensibles aux aléas biotiques et abiotiques <sup>(2)</sup>	- Technicité des opérations culturales : semis, désherbage, récolte <sup>(3)</sup> - Potentielle multiplication des opérations culturales : impact sur l'organisation du travail et la dépense énergétique. <sup>(2,3)</sup> - Peu de conseil technique adapté à ces pratiques. <sup>(1,2)</sup>
- Augmentation de la teneur en protéines de la céréale pour un même niveau de fertilisation <sup>(1)</sup>	- Certaines opérations nécessitent un investissement supplémentaire : stockage et tri par les coopératives. <sup>(3,4,5)</sup>
- Souvent meilleur contrôle des adventices et bioagresseurs <sup>(2)</sup>	- Peu de sélection variétale adaptée à ces pratiques, ni d'herbicides homologués. <sup>(1,2)</sup>
- Effet tuteur de la céréale limitant la verse de la légumineuse (affaïssement problématique à la récolte) <sup>(2)</sup>	<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="margin-right: 10px;">Thématique concernée :</div> <div style="display: flex; flex-direction: column; gap: 5px;"> <div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="width: 15px; height: 15px; background-color: #fff9c4; border: 1px solid black; margin-right: 5px;"></div> <span>Quantité et qualité des produits de récolte</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="width: 15px; height: 15px; background-color: #e6ffe6; border: 1px solid black; margin-right: 5px;"></div> <span>Gestion de la culture</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="width: 15px; height: 15px; background-color: #e6f2ff; border: 1px solid black; margin-right: 5px;"></div> <span>Organisation de la filière amont et aval</span> </div> </div> </div>
- Flexibilité de conduite : possibilité d'adapter l'itinéraire technique en cours de culture en privilégiant une espèce <sup>(2)</sup>	
Sources : <sup>(1)</sup> Projet PerfCom (2012) ; <sup>(2)</sup> Pelzer et al. (2014) ; <sup>(3)</sup> Cholez & Magrini (2014) ; <sup>(4)</sup> Magrini et al. (2014) ; <sup>(5)</sup> Bousseau (2009)	



## 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

Un avantage supplémentaire des cultures associées est la possibilité de bénéficier d'une augmentation de la teneur en protéines de la céréale en conditions de bas niveaux d'intrants azotés, en proportion de la diminution du rendement de la céréale par rapport à celui qu'elle obtient habituellement en culture pure (Bedoussac et al., 2015; résultats du projet PerfCom, 2012). En Figure 2 ci-dessous est illustré cet effet ainsi que celui de l'augmentation du rendement de l'association par rapport au rendement moyen des cultures pures, démontrés par Bedoussac et al. (2015). L'inconvénient principal des cultures associées en terme de gestion des produits de récolte est la maîtrise des proportions à la récolte : pour un même potentiel défini par la densité et les proportions de chaque espèce au semis, les proportions de chaque espèce évoluent en cours de culture de manière difficile à prévoir en fonction de leur rapport de compétition, de la disponibilité en azote et des conditions climatiques (Pelzer et al., 2014; résultats du projet PerfCom, 2012). Enfin, pour l'instant les inconvénients des cultures associées se comptent autant dans l'organisation de la filière amont et aval qui peine à fournir les conditions d'un développement attractif pour les agriculteurs : manque de variétés, de produits phytosanitaires et de conseil technique adaptés, problématiques de récolte, tri et stockage des graines plus complexes qu'en cultures pures et potentiellement sources de surcoûts (Tableau 2).

Le fait que la pratique de la culture associée se cantonne pour l'instant aux systèmes à bas niveaux d'intrants, la présence de verrous techniques pour la mise en place d'une filière organisée et le manque d'incitations économiques expliquent que les associations végétales ne représentent qu'environ 50 000 hectares soit environ 0,3% des terres arables, contre 1,8% pour les cultures de légumineuses pures (MAAF, 2016; résultats du projet PerfCom, 2012). Pour remédier à cela, les acteurs de la filière légumineuse s'accordent sur la nécessité de créer des débouchés en alimentation humaine permettant d'apporter de la valeur ajoutée et de constituer une réelle incitation pour le développement de filières de cultures associées céréale-légumineuse et/ou légumineuse pure (Magrini et al., 2014; Pelzer et al., 2014; résultats du projet PerfCom, 2012; Voisin et al., 2014).

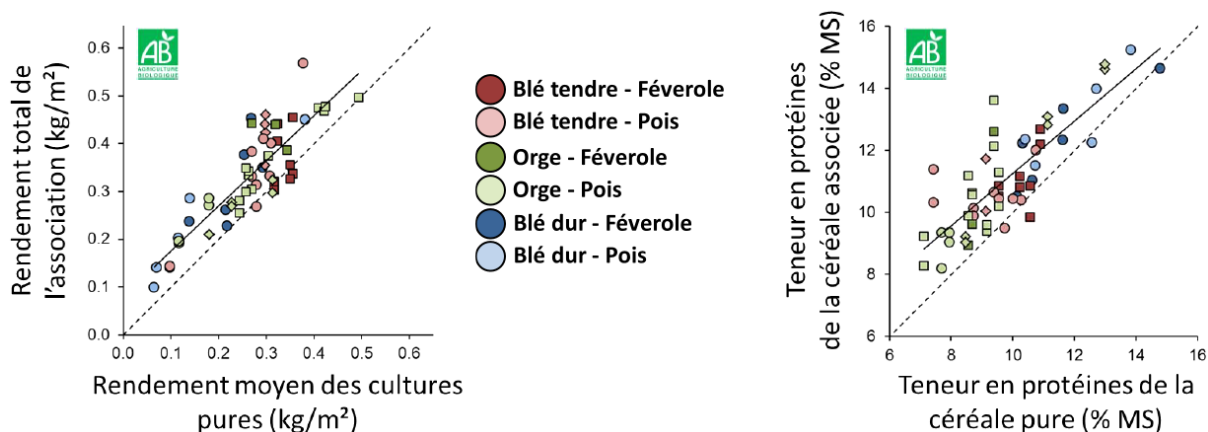


Figure 2 – Comparaison des indicateurs de productivité (rendement et teneur en protéines) obtenus avec des cultures associées ou des cultures pures, pour différentes associations céréale-légumineuse en conditions d'Agriculture Biologique (Bedoussac et al., 2015)

1.1.3 Facteurs de variabilité de la qualité des graines : génétiques, culturels et environnementaux

Les sources de variabilité principales de qualité des graines issues de cultures associées sont listées en Tableau 3. Elles concernent principalement : i) la proportion blé/légumineuse à la récolte et la proportion de graines cassées ; ii) la composition des graines (quantité et qualité des protéines, teneur en amidon, teneur en eau) ; iii) la taille et les propriétés mécaniques des graines qui impactent leur comportement à la mouture (II.1.4.4).

Tableau 3 – Sources de variabilité de la qualité des graines et propriétés impactées dans le cas des cultures associées

Sources de variabilité	Moment d'expression	Variable concernée	Propriété(s) de graine impactée(s)
<b>Variabilité génétique : Choix des espèces et des variétés</b>	Caractéristiques intrinsèques des graines	- Composition des graines	- Teneur en protéines, nature des protéines, teneur en amidon, teneur en facteurs antinutritionnels, etc.
		- Morphologie des graines - Dureté des graines	- Comportement à la mouture
	En cours de culture	- Concordance des cycles culturels : risque de décalage de maturité à la récolte (Pelzer et al., 2014)	- Proportion de graines cassées - Teneur en eau des graines - Remplissage des graines (vitrosité/porosité)
		- Structure de la plante → structure du couvert	Performance de l'association (résultats du projet PerfCom, 2012) :
<b>Variabilité culturelle : Gestion de l'itinéraire technique</b>	En cours de culture	- Semis : proportions, densité, en une ou deux fois → structure du couvert	- Proportion blé/légumineuse à la récolte - Teneur en protéines du blé
		- Fertilisation azotée : influence le rapport de compétition (Naudin, Corre-Hellou, Pineau, Crozat, & Jeuffroy, 2010)	- Nature des protéines du blé : variation de la teneur en protéines du gluten et du ratio gliadines/gluténines (Koehler & Wieser, 2013).
<b>Variabilité environnementale : Effet du milieu</b>	En cours de culture	- Conditions climatiques, édaphiques, pression des maladies	- Teneur en eau des graines - Remplissage des graines (vitrosité/porosité) (Hoseney & Delcour, 2010; Oury et al., 2015) - Taille des graines

## 1.2 Étape de tri des graines

### 1.2.1 Exécution classique au sein des filières

Au sein des filières le tri des graines est réalisé à plusieurs niveaux grâce à une diversité d'outils (Figure 3). La première opération de tri a lieu à l'intérieur de la moissonneuse-batteuse dont le système de séparation comporte deux grilles choisies en fonction de la graine à récolter, qui permettent d'éliminer les graines plus petites (généralement des graines d'adventices). Différents réglages permettent de s'adapter au mieux à l'espèce récoltée (cf. préconisations pour le pois en Figure 3.1), dont l'ouverture des grilles et la puissance de ventilation qui sont à même de moduler l'efficacité du tri.

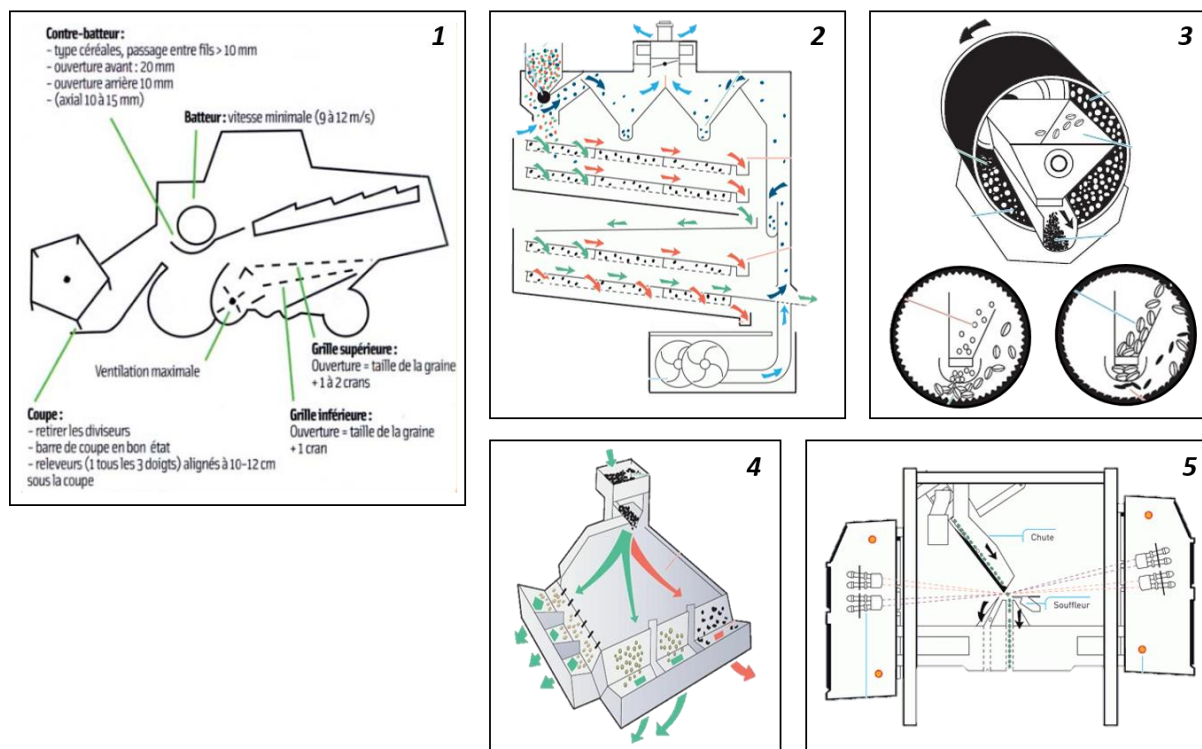


Figure 3 – Outils permettant un tri de graines selon différents niveaux de précision : **1** schéma des organes principaux d'une moissonneuse-batteuse illustrant la présence d'un système de séparation (grilles et ventilateur) et réglages préconisés dans le cas d'une culture de pois (UNIP, 2014) ; **2** schéma d'un nettoyeur-séparateur ; **3** schéma d'un trieur alvéolaire avec différents types de cylindres alvéolés ; **4** schéma d'une table densimétrique ; **5** schéma d'un trieur optique ; source pour 2-5 (Groupement National Interprofessionnel des Semences, 2015)

Une seconde opération de tri est réalisée à la coopérative de stockage. Il existe une gamme d'outils disponibles permettant d'accéder à des niveaux de précision de tri variables. Le choix de l'outil dépend à la fois du degré de séparation voulu et de la difficulté technique à séparer les graines présentes en fonction de leurs caractéristiques. Les outils de séparation se distinguent en deux catégories :

- Les outils simples, d'utilisation courante : le nettoyeur-séparateur (Figure 3.2) et le trieur alvéolaire (Figure 3.3). Avec ces outils les graines sont séparées selon leur morphologie (longueur, largeur, épaisseur) et leur poids, soit par des grilles assorties d'un système de soufflerie (nettoyeur-séparateur), soit par des cylindres perforés en rotation (trieurs alvéolaires).
- Les outils de précision : la table densimétrique (Figure 3.4) et le trieur optique (Figure 3.5). Avec ces outils les graines sont respectivement séparées selon leur densité (migration sur un coussin d'air vibrant) ou selon leur couleur (passage devant une caméra). Ces outils, du fait de leur coût d'achat et de fonctionnement, sont réservés à des débouchés à forte valeur ajoutée (production de semences ou tri de lots de graines pour des débouchés particuliers).

Une dernière opération de tri a lieu au moulin. En effet dans le cas de la filière blé, le procédé de mouture débute par différentes opérations visant à éliminer les impuretés résiduelles. Ces opérations sont réalisées par le nettoyeur-séparateur, l'épierreux (séparation des pierres par densité), le tarare (séparation des poussières par densité) et l'épointeuse ou brosse à blé (friction des grains).

### 1.2.2 Tests réalisés sur cultures associées

En culture associée l'étape de récolte peut être délicate à cause de la forte probabilité de décalage de maturité entre les deux espèces qui augmente le risque de casse des graines de légumineuses dans le cas d'espèces plus précoces que le blé comme le pois (Pelzer et al., 2014). Des réglages peuvent être adoptés au niveau de la moissonneuse-batteuse (contre-batteur desserré, soufflerie augmentée) pour limiter la casse et la perte de grains, sans que de solution optimale n'existe pour l'instant (Groupe technique AB Franche-Comté, 2012; Pelzer et al., 2014).

Des tests de tri de graines issues de cultures associées ont été réalisés par la coopérative Terrena. Lors du tri de mélanges blé-lupin à l'aide d'un outil simple (nettoyeur-séparateur), des taux d'impuretés proches de 10% de lupin dans le blé étaient obtenus, empêchant la commercialisation du blé pour l'alimentation humaine (Pelzer et al., 2014). Dans le rapport du projet PerfCom (2012) il est fait mention de taux d'impuretés de 15% de légumineuse dans le blé suite à l'utilisation de trieurs alvéolaires. Ce taux d'impuretés peut être réduit en limitant la casse des graines à la récolte et en choisissant des variétés ayant des tailles et formes contrastées (résultats du projet PerfCom, 2012). L'utilisation d'outils de séparation plus sophistiqués, optiques ou densimétriques (Figure 3.4 et Figure 3.5), peut pallier ce manque de séparation et permettre l'obtention de taux d'impuretés très faibles si cela est recherché.

Ainsi la diversité d'outils à disposition permet une flexibilité quant à la qualité de tri souhaitée. La contrainte posée par cette étape de la filière est plus d'ordre économique que technique. En effet le coût du tri d'une association par outil simple a été estimé à 15€/tonne par la coopérative Terrena, et des investissements supplémentaires sont nécessaires pour des cellules de stockage et de séchage (Pelzer et al., 2014). Ces dépenses doivent être équilibrées par des gains en amont (intrants, rendement, teneur en protéines) et en aval. Une problématique annexe à mentionner concerne le dé-mélange des graines après tri, dans le cas d'un tri avec outil simple (avec lequel on obtient maximum 15% d'un type de graine dans l'autre).

### 1.3 Bilan intermédiaire

A l'issue de ces parties concernant la production et le tri des graines, nous pouvons retenir les points suivants :

- **Les cultures associées sont à même de fournir des produits de récolte en quantité et en qualité suffisante, dans des conditions compétitives du point de vue environnemental.**
- **La valorisation des matières premières issues des cultures associées nécessite une organisation de la filière autour de la gestion de la variabilité des matières, et la définition de débouchés pour prendre en charge les investissements nécessaires.**
- **Les principales variabilités identifiées des graines issues de cultures associées sont la proportion de mélange blé/légumineuse, la composition des graines, la taille et les propriétés mécaniques des graines ainsi que la proportion de graines cassées.**
- **La diversité des outils de tri disponibles permet de maîtriser la variabilité de proportion du mélange blé/légumineuse en conservant un degré de mélange plus ou moins important. Ce n'est pas un verrou technologique au développement de la filière.**

### 1.4 Première transformation : des graines aux farines et à leurs propriétés

#### 1.4.1 Technologies classiquement utilisées

Un comparatif des principaux équipements utilisés pour la mouture des graines de blé et de légumineuse au sens large est disponible en Tableau 4. La stratégie de mouture diffère selon la structure histologique de la graine (II.1.4.2) ce qui impacte, dans une certaine mesure, le choix de l'équipement. Dans le cas du blé, une séparation des tissus est nécessaire pour isoler l'endosperme amylicé des enveloppes (le son, Figure 4) et du germe (l'embryon, Figure 4). Étant donné que le grain de blé comporte un sillon empêchant la séparation initiale des enveloppes par abrasion, la séparation des tissus a lieu par tamisage de façon combinée avec les opérations de broyage. Le procédé de mouture classique du blé repose ainsi sur un enchaînement précis d'opérations parmi lesquelles plusieurs passages sur des cylindres lisses et cannelés (Figure 4.1 et Figure 4.2) permettent de réduire la taille des particules et de séparer les tissus avant que ceux-ci soient tamisés. Les cylindres appliquent des contraintes de compression et de cisaillement sur les graines (Tableau 4). Une humidification des grains (équilibre à une teneur en eau de 16% base humide) est réalisée avant mouture pour modifier leurs propriétés mécaniques et optimiser les opérations de séparation et de fragmentation.

Dans le cas des légumineuses, un dépelliculage peut être nécessaire pour enlever la pellicule qui enveloppe les deux cotylédons (le testa, Figure 5). Le dépelliculage n'est nécessaire que pour les espèces dont la pellicule n'est pas fortement attachée aux cotylédons (pois, pois chiche de variété *desi*), pour lesquelles il conduit généralement à séparer les cotylédons (Tiwari, Gowen, McKenna, Wood, & Malcolmson, 2011). Le dépelliculage peut être réalisé grâce à des équipements fonctionnant par attrition comme le moulin à cylindre asymétrique représenté en Figure 4.3 (Tiwari et al., 2011). Pour les espèces dont la pellicule adhère plus fortement (lentille, pois chiche de variété *kabuli*) la mouture est réalisée de façon intégrale ou d'autres procédés de dépelliculage sont employés (chocs thermiques). Le broyeur à marteaux est généralement utilisé pour réduire la taille des particules des graines de légumineuse (Figure 4.5). Ce broyeur applique des contraintes mécaniques aux graines par le biais d'impacts (Tableau 4). Il permet d'obtenir une gamme de taille de particules variée allant jusqu'à des particules assez grossières (10 mm). Il est employé pour la fabrication de moutures de légumineuse à destination de l'alimentation animale qui ne nécessitent pas des granulométries très fines. La mouture sur cylindres n'est pas adaptée aux graines de légumineuse en raison de leur différence de composition (plus d'éléments solubles, parfois plus de matière grasse) qui cause l'encrassement des cylindres lorsqu'il y a humidification des graines (Tiwari et al., 2011). Hormis le broyeur à marteaux, le broyeur turbo-impact et le broyeur à jet d'air sont d'autres types de broyeur à impact utilisés pour les graines de légumineuses (Tableau 4, Figure 4.6 pour le broyeur turbo-impact). Ce sont des broyeurs puissants produisant des moutures fines qui sont pour l'instant réservés aux procédés de fractionnement des graines en isolats de protéines et d'amidon.

Une dernière technologie utilisée pour le blé et pour les légumineuses pour des applications spécifiques (farines biologiques notamment) est la mouture sur meule de pierre (Figure 4.4). C'est une technique plus ancienne qui se place en intermédiaire entre le procédé de mouture du blé et le broyage des légumineuses avec ou sans dépelliculage puisqu'elle permet une séparation partielle des tissus par attrition puis une réduction de la taille des particules par compression et cisaillement (Tableau 4). Ainsi, cet outil pourrait constituer une alternative intéressante pour la mise en place d'un procédé de « co-fragmentation » des deux types de graine.

Tableau 4 – Equipements utilisés pour la fragmentation des graines de blé et de légumineuses, adapté de Saravacos & Maroulis (2011) et Pelgrom, Vissers, Boom, & Schutyser (2013)

Equipement de mouture	Type de contrainte appliquée	Gamme de taille de particules obtenue	Utilisé pour le blé	Utilisé pour les légumineuses
Cylindres lisses et cannelés « roll mills » ou « roller mill »	Compression, cisaillement	5-100 µm	X	
Broyeur à marteaux « hammer mill »	Impact	50 µm – 10 mm		X
Broyeur turbo-impact « pin mill » ou « disc mill »	Impact, cisaillement (collisions particules – parois)	2-50 µm		X pour fractionnement
Broyeur à jet d'air « jet mill »	Impact (collisions particules – particules)	1-100 µm		X pour fractionnement
Meule de pierre « stone mill »	Compression, cisaillement et attrition	hypothèse 1-200 µm	X	X

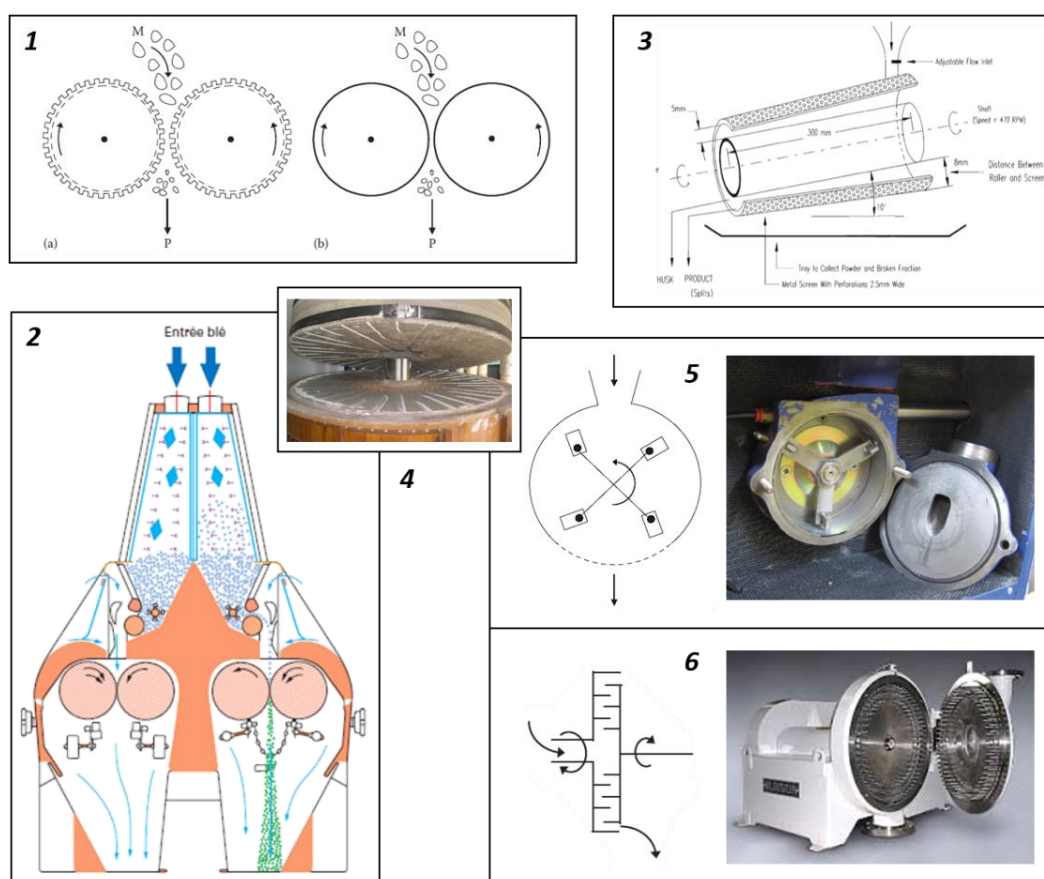


Figure 4 – Représentation de différents équipements de dépelliculage et de mouture des graines : **1** schéma de cylindres cannelés (a) et lisses (b) (Saravacos & Maroulis, 2011) ; **2** schéma d'un appareil à cylindres utilisé pour la mouture du blé (Bourson, 2009) ; **3** moulin à cylindre asymétrique (« carbodurum roller mill ») utilisé pour le dépelliculage des graines de légumineuse (Tiwari et al., 2011) ; **4** photographie d'une meule de pierre (source : Web) ; **5** schéma et photographie d'un broyeur à marteaux (Saravacos & Maroulis, 2011; Tiwari et al., 2011) ; **6** schéma (Saravacos & Maroulis, 2011) et photographie (source : Web) d'un broyeur turbo-impact

# 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

## 1.4.2 Structure de la graine : de la cellule au grain d'amidon

Concernant la structure histologique des graines de légumineuse, nous nous sommes concentrés sur celle du pois qui constitue notre objet d'étude et pour lequel plus d'informations sont disponibles. Un examen de la structure des graines de blé et de pois aux échelles macroscopique et mésoscopique permet d'identifier plusieurs différences (Figure 5). Les graines varient en taille et en forme (Figure 5.1) mais aussi dans l'organisation de leurs tissus (Figure 5.2 et Figure 5.3). La graine de blé est dite « albuminée » ; l'embryon de plantule qu'elle contient (ici « germe ») dispose d'un tissu de réserves à part entière appelé albumen ou endosperme. La graine de pois est dite « exalbuminée » ; elle se constitue quasiment intégralement de l'embryon sous la forme de deux cotylédons contenant leurs propres réserves (Perrot, 1995). Une coupe histologique des graines à partir des tissus périphériques permet de distinguer les structures cellulaires des cotylédons de pois (Figure 5.4) et de l'albumen de blé (Figure 5.5) qui constituent la matière principale des farines. Les cellules de pois sont de forme ronde et de taille comprise entre 100 et 150  $\mu\text{m}$  (Otto, Baik, & Czuchajowska, 1997; Pelgrom, Boom, & Schutyser, 2015; Tyler, 1984). Les cellules de blé sont de forme et de taille variable en fonction de leur position au sein de l'albumen; pour la plupart elles sont longitudinales avec une longueur de 100 à 200  $\mu\text{m}$  et une largeur de 40 à 120  $\mu\text{m}$  (Surget & Barron, 2005). Il semblerait qu'un gradient de structure cellulaire soit également présent au sein des graines de légumineuses, mais ce phénomène reste pour l'instant peu renseigné (Otto et al., 1997).

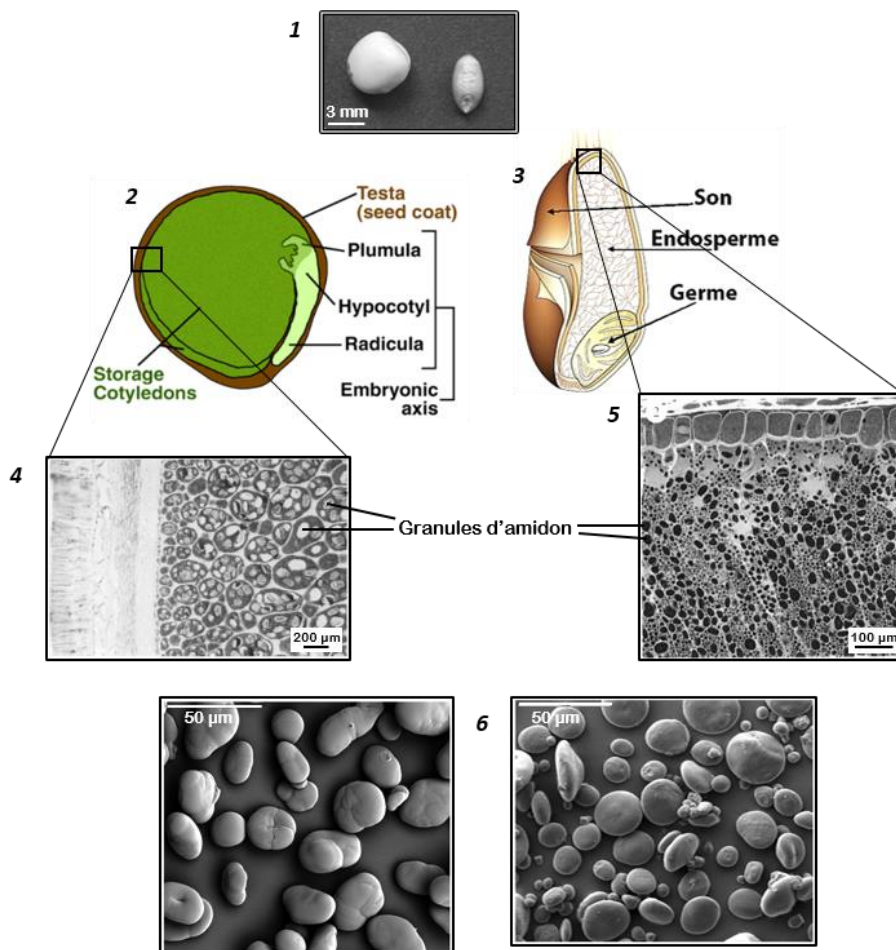


Figure 5 – Structures macroscopiques et mésoscopiques des graines de blé et de pois : **1** photographie des graines (GNIS, 2017) ; **2 & 3** répartitions histologiques schématiques (source : Web) ; **4** coupe histologique d'une graine de pois dans de la paraffine par Ben-Hdech (1993) issue de Perrot (1995) ; **5** coupe histologique d'une graine de blé observée par microscopie photonique par Perrot (1995) ; **6** images de grains d'amidon de pois et de blé par microscopie électronique à balayage par Boursier (2005)

Dans les deux cas, les cellules se composent de grains d'amidon entourés d'une matrice protéique. À l'échelle de la graine ces deux composants s'expriment dans des proportions différentes, avec plus de protéines et moins d'amidon pour les légumineuses bien que l'amidon reste le composant majoritaire dans les deux cas. La composition précise des farines, qui reflète celle des graines, est présentée en paragraphe II.1.4.5.1.

Les grains d'amidon sont une construction complexe de polymères de D-glucose faiblement ramifiés (amyloses) et fortement ramifiés (amylopectines) assemblés de façon à former une structure granulaire semi-cristalline spécifique. Au sein de cette structure les zones cristallines sont essentiellement constituées des chaînes d'amylopectine ramifiées tandis que les zones amorphes sont constituées des chaînes d'amylose et des zones de jonction des chaînes d'amylopectine (Morrison, Tester, & Gidley, 1994). Différents modes de cristallisation des amylopectines sont observés en fonction de la longueur de leurs chaînes. On distingue les structures cristallines de type A, propres aux céréales, des structures de type B (amidons riches en amylose) et des structures intermédiaires de type C propres aux légumineuses (Buléon, Colonna, Planchot, & Ball, 1998; Hoover, Hughes, Chung, & Liu, 2010; Ratnayake, Hoover, & Warkentin, 2002). Une schématisation de la structure aux différentes échelles du grain d'amidon, de l'unité de D-glucose à la forme granulaire, est disponible en Figure 6. Les grains d'amidon varient en morphologie, composition et structure interne selon l'espèce botanique (Tester, Karkalas, & Qi, 2004). Les différences principales à mentionner entre blé et légumineuse(s) concernent la distribution de taille des grains, leur forme, leur teneur en amylose, leur teneur en lipides résiduels et en complexes amylose-lipides. Ces informations sont résumées dans le Tableau 5 auquel les images 1 à 4 de la Figure 6 se rapportent.

Ainsi, les grains d'amidon de blé et de légumineuse présentent des tailles similaires comprises entre 2 et 50µm, bien que la correspondance du nombre de populations de taille entre les espèces ne soit pas claire. Ainsi la distribution granulométrique des grains d'amidon de blé est considérée bimodale voire trimodale alors que celle des grains d'amidon de légumineuse est considérée monomodale par défaut. Elle s'avère cependant bimodale pour certaines espèces (pois lisse) lorsqu'elle est étudiée plus finement (Gujska, Reinhard, & Khan, 1994; Hoover & Ratnayake, 2002; Tester, 1997). Les formes des grains les plus grands sont différentes, avec des grains lenticulaires dans le cas du blé et des grains ovales ou « réniformes » dans le cas des légumineuses. Les grains plus petits sont sphériques dans les deux cas. La surface des grains est généralement décrite comme étant lisse (Hoover et al., 2010; Ratnayake et al., 2002). Cependant la présence de fissures à la surface des grains a été rapportée par certains auteurs dans le cas du pois lisse, du pois ridé et de la lentille (Aggarwal, Singh, Kamboj, & Brar, 2004; Bertoft, Manelius, & Qin, 1993; Gujska et al., 1994; Naivikul & D'Appolonia, 1979; Zhou, Hoover, & Liu, 2004) sans qu'il ait pu être nettement déterminé si ces fissures étaient d'origine génétique, culturelle ou liées à un séchage post-mouture. De la même façon la présence de grains composés est parfois mentionnée ; elle a été seulement confirmée dans le cas du pois ridé (Ratnayake et al., 2002; Zhou et al., 2004). En terme de composition, les grains d'amidon de céréale contiennent moins d'amylose et plus d'amylopectine en proportion que les amidons de légumineuse. On parle de ratio amylose/amylopectine plus faible. Ils ont aussi pour caractéristique de contenir une proportion plus importante de lipides internes ce qui favorise la formation de complexes amylose-lipides (Buléon et al., 1998). Les chaînes d'amylose adoptent en effet des conformations hélicoïdales au sein desquelles des cavités hydrophobes permettent la complexation de divers composés, dont les lipides. Étant donné le rôle de l'amylose et de l'amylopectine dans la formation des zones amorphes et cristallines de l'amidon, ces différences de ratio amylose/amylopectine et de teneur en complexes amylose-lipides ont une incidence sur les propriétés de gélatinisation de l'amidon (Biliaderis, Maurice, & Vose, 1980; Condé-Petit, 2001; Ratnayake et al., 2002). Lors d'un traitement thermique et en conditions suffisamment hydratées, l'amidon passe en effet par une transition vitreuse de ses zones amorphes puis par une phase de fusion de ses zones cristallines, qui ont des conséquences irréversibles sur ses propriétés. Ces phénomènes ainsi que les différences de comportement entre amidons de blé et de légumineuse seront abordés en paragraphe II.2.2.1.3.



# 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

La matrice protéique est issue d'un ensemble de corps protéiques qui sont visibles chez le pois sous la forme de petits grains sphériques d'environ 2 µm (Perrot, 1995) mais qui ont naturellement fusionné dans le cas du blé (Hoseney & Delcour, 2010). Outre une différence de teneur en protéines, la nature des protéines en termes de composition en acides aminés et de structure varie de façon importante entre blé et légumineuses. Ces différences seront exposées dans le paragraphe II.2.1.2.1 pour illustrer les différences de comportement au cours du battage, puis abordées de nouveau dans le paragraphe II.3.2.1 à propos de la comparaison des profils d'acides aminés à visée nutritionnelle.

Tableau 5 – Indications de morphologie et de composition des grains d'amidon de blé et de légumineuse

Espèce	Distribution	Tailles en µm	Forme des grains	% Amylose	% lipides
<b>Blé tendre</b> ①	Bimodale  (Trimodale)	Type A : de 10 à 50 µm Type B : de 2 à 10 µm (Type C < 5 µm)	- Type A : lenticulaires - Type B : sphériques - Type C : irréguliers	25-31 %	1 à 2%
				Complexes amylose-lipides 15-20%	
<b>Pois lisse</b> ②	Monomodale Bimodale	2 à 40 µm 'Grands' : de 10 à 40 µm 'Petits' : de 2 à 10 µm <i>épaisseur &lt; longueur</i>	- Grands : ovales, elliptiques - Petits : sphériques - Surface lisse, grains simples mais fissures et grains composés parfois rapportés.	23-50%	0,4%
				Complexes amylose-lipides 7-12%	
<b>Pois ridé</b> ③	Monomodale	5 à 40 µm <i>épaisseur &lt; longueur</i>	- En majorité ovales - Mélange de grains simples et composés - Idem pois lisse pour état de surface.	61-88%	0,8%
				Complexes amylose-lipides 12%	
<b>Lentille</b> ④	Monomodale	5 à 40 µm <i>épaisseur &lt; longueur</i>	- En majorité ovales - <i>A priori</i> grains simples et sans fissure (fissures parfois rapportées pour la lentille).	24-46%	0,2%
				Complexes amylose-lipides 8-11%	
<b>Pois chiche</b>		9 à 30 µm <i>épaisseur &lt; longueur</i>		23-35%	0,3%
				Complexes amylose-lipides 9-10%	

Sources : Aggarwal et al. (2004) ; Buléon et al. (1998) ; Feillet (2000) ; Gujska et al. (1994) ; Hoover et al. (2010) ; Hoover & Ratnayake (2002) ; Jane (2009) ; Kumar et al. (2016) ; Maningat, Seib, Bassi, Woo, & Lasater (2009) ; Naivikul & D'Appolonia (1979) ; Raeker, Gaines, Finney, & Donelson (1998) ; Ratnayake, Hoover, Shahidi, Perera, & Jane (2001) ; Ratnayake et al. (2002) ; Simsek, Tulbek, Yao, & Schatz (2009) ; N. Singh, Singh Sandhu, & Kaur (2004) ; Sosulski, Hoover, Tyler, Murray, & Arntfield (1985a) ; Surget & Barron (2005) ; Tester (1997) ; Tester et al. (2004) ; S. Wang, Sharp, & Copeland (2011) ; Zhou et al. (2004)

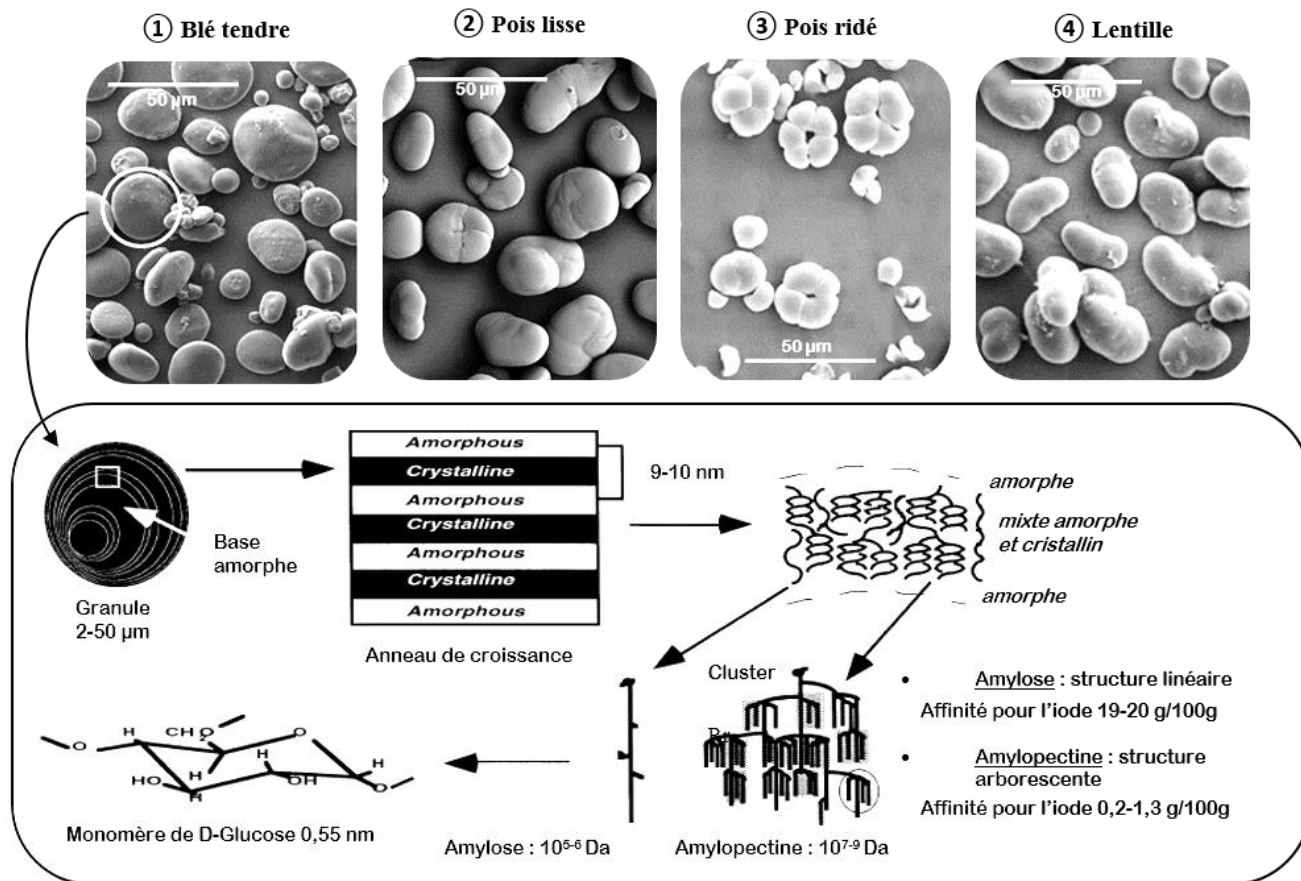


Figure 6 – Images de grains d'amidon par microscopie électronique à balayage (① blé et ② pois lisse par Boursier (2005) ; ③ pois ridé par Otto et al. (1997) ; ④ lentille par Zhou et al. (2004)) et représentation schématique des niveaux de structure du grain d'amidon issue de Buléon et al. (1998). Propriétés d'affinité pour l'iode de l'amylose et de l'amylopectine multi-espèces issues de Feillet (2001), Hoover et al. (2010) et Simsek et al. (2009).

### 1.4.3 Résistance mécanique : dureté et vitrosité

Au sein de la structure des graines, plusieurs facteurs sont susceptibles d'influencer les propriétés mécaniques des graines et donc leur comportement à la mouture : le degré de porosité de la graine, la proportion protéines/amidon, la dureté relative des grains d'amidon et de la matrice protéique, leur cohésion ainsi que la nature des zones de fracture préférentielles (interface protéine-amidon, pores ou parois cellulaires) (Greffeuille et al., 2007; Oury et al., 2015; Pelgrom, Schutyser, & Boom, 2013).

Dans le cas relativement bien étudié du blé, deux facteurs ont été identifiés comme principaux déterminants de la résistance mécanique des graines : il s'agit de la dureté et de la vitrosité possédant chacune leur propre méthode de mesure. La **dureté** est un facteur génétique qui correspond au degré d'adhésion entre les grains d'amidon et la matrice protéique. Elle est déterminée par l'expression d'un allèle du gène codant pour la production des « purindolines » (Oury et al., 2015). Ces protéines ont un effet d'anti-adhésion entre les granules d'amidon et la matrice protéique. La présence de purindolines est à l'origine de la distinction entre les variétés de blé tendre « soft » présentant peu de cohésion à l'interface protéines-amidon et les variétés « hard » présentant une forte cohésion à l'interface protéines-amidon (faible teneur en purindolines). Trois méthodes de mesure sont classiquement utilisées pour mesurer la dureté : la méthode du Particle Size Index (PSI), la méthode de spectroscopie dans le proche infrarouge (NIRS) et la méthode du Single-Kernel Characterization System (SKCS). La méthode PSI repose sur la détermination de la proportion de particules de taille inférieure à 75µm après un broyage standardisé (Oury et al., 2015). La méthode NIRS est une méthode rapide d'estimation de la taille des particules à partir de leur réflectance optique (Morris, 2002). Elle présente une bonne corrélation avec la méthode PSI et s'y substitue donc couramment. La méthode SKCS détermine un hardness index (HI) à partir de la force nécessaire pour écraser un grain individuel (Oury et al., 2015). La **vitrosité** correspond au degré de compaction de l'endosperme, c'est-à-dire à l'inverse du degré de porosité de la matrice protéique (Greffeuille et al., 2007). Elle augmente avec le degré de remplissage des graines à la récolte qui dépend de facteurs climatiques et culturaux (notamment la gestion de la maturité à la récolte et la gestion de la fertilisation azotée) (Oury et al., 2015). L'augmentation de la vitrosité cause une augmentation de la résistance mécanique des graines de façon indépendante de la dureté. Elle est souvent positivement corrélée avec la teneur en protéines des graines pour une même variété de blé, à dureté constante (Greffeuille et al., 2007). La vitrosité s'observe sous la forme d'une propriété optique correspondant au degré de transparence du grain (Oury et al., 2015). Elle s'estime de façon simple par la proportion de grains vitreux (translucides) dénombrés lors de l'observation de cinquante graines sectionnés dans un farinotome de Pohl.

Parmi les autres facteurs impactant la résistance mécanique des graines figure la dureté relative des grains d'amidon et de la matrice protéique (Pelgrom, Schutyser, et al., 2013). Chichti et al. (2013) ont pu mesurer la dureté de pastilles d'amidon et de protéines isolés à partir de blés de variétés soft et hard grâce à un protocole original de microscopie à force atomique. Leurs mesures ont permis de mettre en évidence une dureté supérieure de l'amidon par rapport à la dureté de la matrice protéique sans différence entre les variétés soft et hard étudiées (Chichti, George, Delenne, Radjai, & Lullien-Pellerin, 2013). Ces propriétés peuvent par ailleurs être mises en lien avec les températures de transition vitreuse des polymères considérés en tant que matériaux ; dans le cas du blé comme du pois les températures de transition vitreuse de l'amidon sont légèrement supérieures à celles des protéines pour un même niveau d'hydratation, en lien notamment avec des poids moléculaires plus élevés (Cuq, Abecassis, & Guilbert, 2003; Pelgrom, Schutyser, et al., 2013). Dans le cas des graines de légumineuse, la compréhension des déterminants de la résistance mécanique des graines à partir de la connaissance de leur structure est moins avancée (Otto et al., 1997; Schutyser, Pelgrom, Van der Goot, & Boom, 2015). Les quelques valeurs de dureté des graines disponibles dans la littérature sont anciennes et hors des ordres de grandeurs actuellement mesurés par la méthode PSI (Tyler, 1984). Par conséquent les seules valeurs de référence que nous possédons dans le cadre de ces travaux sont issues de mesures réalisées en interne à l'UMR IATE de Montpellier. Une comparaison des gammes de valeurs PSI obtenues pour les légumineuses par l'UMR IATE et pour des blés tendres hard et soft par quatre études est disponible en Figure 7. Les qualificatifs de dureté (« hard », « medium hard », « soft ») attribués aux blés dans chaque article ont été reportés aux bornes de chacune des gammes. Les zones identifiées de cette façon correspondent à la norme généralement admise (Topin, 2008): blé hard en dessous de 20% PSI (le blé dur se plaçant en dessous de 11% PSI) et blé tendre

au-dessus de 20% PSI jusqu'à des valeurs pouvant atteindre 35% PSI. Les résultats obtenus par l'UMR IATE montrent que les graines de légumineuses présentent des valeurs de dureté intermédiaires entre celles des graines de blé hard et de blé soft. D'après ces résultats la dureté des graines de légumineuses pourrait être qualifiée comme variant de « medium hard » à « soft » (Figure 7).

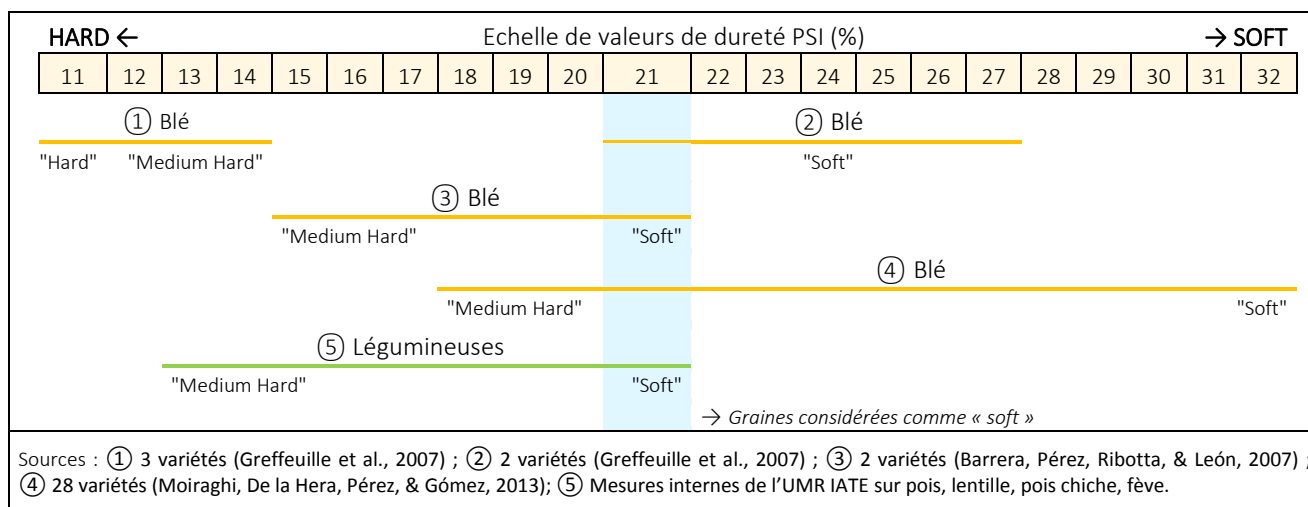


Figure 7 – Comparaison des pourcentages de dureté PSI des graines de blé et de légumineuse

Cependant un autre type de comparaison des propriétés mécaniques des graines est permise grâce à l'existence de données de fermeté de cotylédons de légumineuses mesurée par compression par Pelgrom et al. (2015). Ces données sont exprimées en tant que valeurs de « seed hardness » en Newton. En l'absence d'interprétation supplémentaire il semblerait que ces forces mesurées soient les forces maximales de la courbe force-déformation correspondant aux forces à la rupture. Ces données peuvent être comparées aux données disponibles concernant le stress à la rupture (en MPa, soit N/mm<sup>2</sup>) de grains de blé tendre et de blé dur, moyennant une division par la surface de compression utilisée (Glenn, Younce, & Pitts, 1991; Greffeuille et al., 2007; Haddad, Benet, & Abecassis, 1998; Haddad, Benet, Delenne, Mermet, & Abecassis, 2001; Pelgrom et al., 2015). Ces valeurs sont disponibles en Tableau 6. Au contraire des valeurs PSI, les valeurs de force à la rupture des cotylédons de légumineuse seraient nettement inférieures à celles du blé tendre, d'un facteur 10 à minima. Les graines de légumineuse seraient donc nettement moins résistantes. Les forces à la rupture du blé dur correspondent quant à elles à peu près au double de celles du blé tendre (Tableau 6). Ainsi les tendances concernant les propriétés mécaniques comparées des graines de blé et de légumineuse ne sont pas claires, et mériteraient des investigations supplémentaires au sujet des graines de légumineuse.

Tableau 6 – Forces de compression maximales mesurées sur des endospermes de blé et des cotylédons de légumineuses

Espèce	Force à la rupture $\sigma_{max}$ (MPa)	Référence(s)
<b>Blé dur</b>	56-68	Glenn et al. (1991)
	23-73	Haddad et al. (1998)
	26-49	Haddad et al. (2001)
<b>Blé tendre</b>	12-39	Glenn et al. (1991)
	13	Haddad et al. (1998)
	11-23	Haddad et al. (2001)
	19	Greffeuille et al. (2007)
<b>Légumineuses</b>	Pois 1,2	Pelgrom et al. (2015)
	Pois chiche 1,1	
	Lentille 0,2	

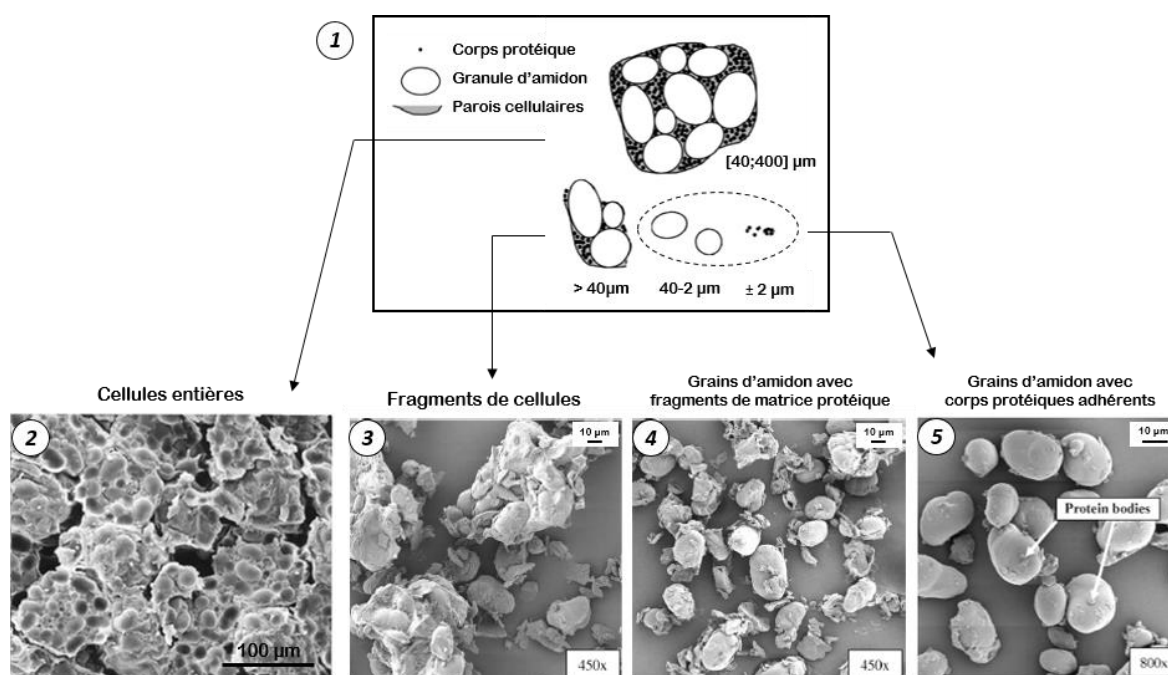
# 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

## 1.4.4 Impact de la résistance mécanique sur les propriétés des farines

Les propriétés mécaniques des graines interagissent avec le procédé de mouture pour donner des farines aux propriétés spécifiques. Les propriétés de farine connues pour être impactées par la mouture sont la **distribution de taille des particules** (ou distribution granulométrique) ainsi que la **dissociation et l'endommagement des grains d'amidon** (Greffeuille et al., 2007; Oury et al., 2015).

### 1.4.4.1 Distribution granulométrique

La **distribution de taille des particules** dépend de la façon dont la structure histologique de la graine se désagrège en fonction des zones de fracture définies par ses niveaux de dureté et de vitrosité (Greffeuille et al., 2007). La Figure 8 représente les différentes tailles de particules qui peuvent être générées, illustré avec des images de cellules de pois. Selon le niveau de dureté, la fracture s'oriente au niveau des interfaces protéines-amidon dans le cas d'une faible adhésion protéines-amidon (cas des blés soft) ou de façon plus aléatoire au sein de la cellule et le long des parois cellulaires dans le cas d'une forte adhésion protéines-amidon (cas des blés hard) (Pearson et al., 2007). Dans le premier cas, la libération de grains d'amidon accompagnés de petites portions de matrice protéique (Figure 8.4 et Figure 8.5) est observée. Dans le deuxième cas, la présence de cellules ou de fragments de cellules est favorisée (Figure 8.2 et Figure 8.3). Enfin, la présence d'une porosité au sein des cellules, correspondant à l'inverse du niveau de vitrosité, favorise la production de fragments de cellules, généralement de taille assez grande (Greffeuille et al., 2007).



Ainsi, deux populations de taille de particules peuvent être trouvées au sein des farines (Figure 8.1) :

Ainsi, deux populations de taille de particules peuvent être trouvées au sein des farines (Figure 8.1) :

- **Population « Fraction fine »** : population de taille comprise entre 2 et 50 µm et généralement centrée autour de 20-30 µm correspondant aux grains d'amidon, accompagnés de corps protéiques adhérents et de fragments de matrices protéiques. Les corps protéiques adhérents seraient des résidus des chloroplastes dans lesquels les grains d'amidon se développent (Tyler, 1984). La proportion de cette population de particules dépend essentiellement de la dureté de la graine. Le diamètre moyen des particules dépend de la taille des grains d'amidon de l'espèce considérée (Tableau 5).

- **Population « Fraction grossière »** : population de taille variable, comprise entre 40  $\mu\text{m}$  et 400  $\mu\text{m}$ , correspondant à des fragments de cellules et/ou à des cellules entières. La proportion et la taille de cette population dépendent à la fois de la dureté et de la vitrosité de la graine, ainsi que des paramètres de mouture.

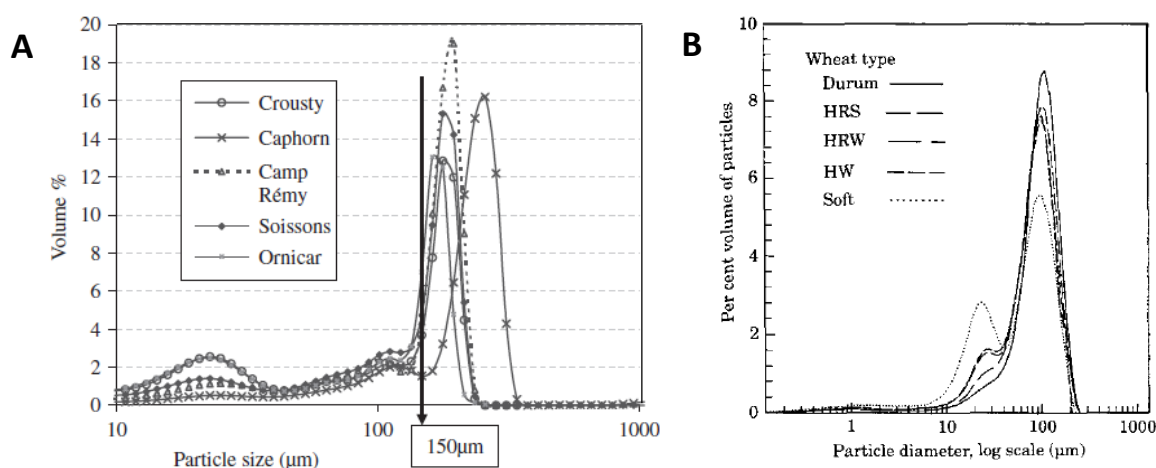


Figure 9 – Distributions granulométriques de farines de blé exprimées en pourcentage de volume en fonction de la taille ( $\mu\text{m}$ ) : **A** Travaux de Greffeuille et al. (2007) sur blés soft (Crousty, Ornica) et hard (Caphorn, Camp Rémy, Soissons) ; **B** Travaux de Hareland (1994) sur blés soft, hard (Hard Red Spring, Hard Red Winter, Hard White) et blé dur (Durum)

En Figure 9 sont visibles des distributions granulométriques de farines de blé soft, hard et de blé dur observées dans le cadre de deux études (Greffeuille et al., 2007; Hareland, 1994). Dans les travaux de Greffeuille et al. (2007) portant sur des blés tendre soft et hard (Figure 9A), toutes les farines présentent une distribution bimodale avec une taille de petites particules similaire centrée à 25 $\mu\text{m}$  (population « fraction fine ») et une taille de grande particules variable comprise entre 160 et 260  $\mu\text{m}$  (population « fraction grossière »). Les variétés soft *Crousty* et *Ornica* présentent une proportion de petites particules plus importante que les variétés hard *Caphorn*, *Camp Rémy* et *Soissons*. Elles présentent également une taille et une proportion de particules de grande taille plus faibles (160 à 180  $\mu\text{m}$  ; 13% en volume) que les variétés hard *Camp Rémy* et *Soissons* (180 à 200  $\mu\text{m}$  ; 16 à 20% en volume). La variété hard *Caphorn* présente la particularité d'être plus vitreuse que les autres ; la taille de ses grandes particules est plus élevée (260  $\mu\text{m}$  ; 16%). Un troisième mode peut être cependant observé à 110  $\mu\text{m}$ . Il est présent pour toutes les farines. Il correspond à une fraction peu importante en volume de cellules entières et donc à une partie complémentaire de la « fraction grossière ». Les travaux de Hareland (1994) confirment les résultats observés par Greffeuille et al. (2007) : blés soft comportant une plus grande proportion de fraction fine et une plus petite proportion de fraction grossière que les blés hard, et que le blé dur de façon extrême (Figure 9B). Une distribution bimodale est bien observée, avec des fractions fine et grossière avoisinant les 20 et 120  $\mu\text{m}$ .

Assez peu de données sont disponibles dans la littérature concernant les profils granulométriques des farines de légumineuse. Un récapitulatif des informations issues de cinq sources est disponible en Tableau 7. L'illustration des distributions granulométriques issues d'une de ces sources est présentée en Figure 10 (Petitot, Boyer, Minier, & Micard, 2010). Comme pour le blé tendre, la distribution de la taille des particules des farines de légumineuse est généralement bimodale (Tableau 7). Les deux populations « fraction fine » et « fraction grossière » telles que décrites précédemment sont également observées (Petitot et al., 2010; Zucco, Borsuk, & Arntfield, 2011) avec des tailles correspondant respectivement au grain d'amidon peu ou pas entouré de matrice protéique (Mode 1, 17 à 25  $\mu\text{m}$ , cf. tailles des grains d'amidon décrites en Tableau 5) et à la cellule fragmentée, individuelle ou en amas (Mode 2, 120 à 340  $\mu\text{m}$ ). Il subsiste cependant une diversité assez importante quant à la taille de la « fraction grossière » (120 à 400  $\mu\text{m}$ ) voire quant à celle de la « fraction fine » qui est mentionnée comme pouvant atteindre 75, 150 voire 250  $\mu\text{m}$  dans certaines études (Han, Janz, & Gerlat, 2010; M. Singh, Byars, & Liu, 2015). Ces différences sont sûrement à attribuer aux conditions de mouture, occasionnant dans certains cas l'obtention de deux populations de type « fraction grossière » de taille différente, sûrement à cause d'un procédé de mouture moins intensif (cas de l'étude de Han et al. (2010)). Ce même facteur est vraisemblablement

# 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

responsable de la diversité observée dans les proportions relatives de chaque population, le pourcentage en volume du Mode 1 variant entre 0,9 et 2,4 fois celui du Mode 2 (Tableau 7).

Tableau 7 – Caractéristiques des distributions granulométriques de farines et de fractions fines ou grossières de légumineuse

F : farine ; FF : fraction fine ; FG : fraction grossière

Référence	Type F / FF / FG - Espèce	Distribution	Taille Mode 1 (µm)	Taille Mode 2 (µm)	Ratio % volume Mode 1 / % volume Mode 2	Conditions de mouture
Petitot et al. (2010)	F - Pois cassé	Bimodale	25	340	0,9	farine commerciale
	F - Fève	Bimodale	25	120	1	farine commerciale
Lazou & Krokida (2011)	F - Lentille	Bimodale	< 90	[200 ; 315]	1,3	farine commerciale
M. Singh et al. (2015)	F - Haricot Navy	Bimodale	75	250	2,4	broyeur à impact domestique
Han et al. (2010)	F - Lentille verte	Bimodale	[125 ; 150]	[250 ; 400]	0,9	farine commerciale
	F- Haricot Navy	Bimodale	[177 ; 250]	[125 ; 150]	0,7	farine commerciale
	F- Pois jaune	Monomodale	[125 ; 150]	-	-	farine commerciale
Zucco et al. (2011)	FF- Lentille verte	-	17	-	-	broyeur marteaux + broyeur à impact
	FG - Lentille verte	-	190	-	-	broyeur à marteaux
	FF - Haricot Navy	-	23	-	-	broyeur marteaux + broyeur à impact
	FG - Haricot Navy	-	155	-	-	broyeur à marteaux

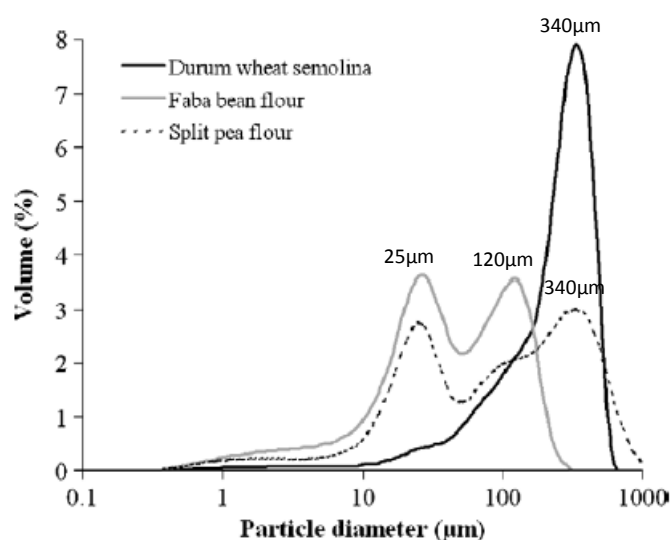


Figure 10 – Illustration de la distribution granulométrique d'une farine de fève et d'une farine de pois cassé comparées à celle d'une semoule de blé dur, par Petitot et al. (2010)

Enfin, pour les légumineuses il est intéressant de remarquer qu'une partie non négligeable de l'information concernant leur mouture est constituée par des travaux sur le fractionnement des protéines et de l'amidon en voie sèche (Horváth, Ormai-Cserhalmi, & Czukor, 1989; Naguleswaran & Vasanthan, 2010; Otto et al., 1997; Pelgrom, Berghout, Van der Goot, Boom, & Schutyser, 2014; Pelgrom, Vissers, Boom, & Schutyser, 2013; Schutyser et al., 2015; Tyler, 1984). Ces travaux étudient des procédés de mouture puissants (broyeurs à impact) couplés à de la turbo-séparation (« *air-classification* » en anglais). Les distributions granulométriques obtenues

dans ces conditions sont également bimodales mais elles se composent d'une population à la taille des grains d'amidon et d'une population de taille inférieure contenant les protéines. Les connaissances actuelles concernant la microstructure des grains de pois proviennent de ces travaux (Otto et al., 1997; Pelgrom et al., 2014; Schutyser et al., 2015).

#### 1.4.4.2 Endommagement de l'amidon

La seconde propriété de farine impactée à la mouture est **la dissociation et l'endommagement des grains d'amidon**. Celle-ci dépend directement de la dureté de la graine (Greffeuille et al., 2007; Morgan & Williams, 1995). Dans le cas d'une faible adhésion protéines-amidon, les granules d'amidon sont libérés facilement avec un endommagement limité. Dans le cas d'une plus forte adhésion protéines-amidon, les granules d'amidon peuvent se situer sur la zone de rupture et être fissurés ou brisés.

Comme expliqué en paragraphe II.1.4.2, le grain d'amidon est un solide semi-cristallin. Cette structure semi-cristalline lui confère des propriétés mécaniques particulières, qui n'ont pour l'instant été approchées que par les mesures de dureté de Chichti et al. (2013) (II.1.4.3), et des propriétés d'évolution structurale en fonction des conditions d'hydratation, de température et d'impact mécanique. Lors de la mouture, en fonction de la dureté de la graine, une partie des grains d'amidon est susceptible d'être endommagée par les contraintes mécaniques appliquées par l'appareil de mouture. Comme vu en paragraphe II.1.4.1, ces contraintes peuvent être de différents types : compression, impact, cisaillement, attrition (Karkalas, Tester, & Morrison, 1992). Sous ces contraintes les grains d'amidon peuvent être aplatis, fissurés à leur surface voire complètement brisés (Dubat, 2004; Tester, Morrison, Gidley, Kirkland, & Karkalas, 1994). En Figure 11 sont présentés un schéma des différents formes d'endommagement par Dubat (2004) et des images en microscopie électronique à balayage de grains d'amidon endommagés de pois lisse et de pois ridé (Gujska et al., 1994; Zhou et al., 2004).

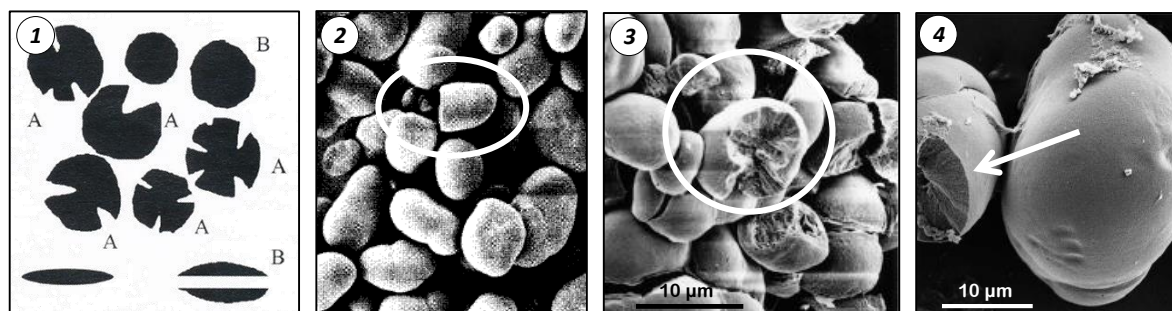


Figure 11 – Schématisation et images de microscopie électronique à balayage de grains d'amidon endommagés : ① schéma de grains natifs, fissurés, aplatis et brisés par Dubat (2014) ; ② amidon de pois lisse par Gujska et al. (1994) ; ③ amidon de pois ridé par Zhou et al. (2004) ; ④ amidon de pois lisse par Zhou et al. (2004)

La fissuration du grain correspond à une déstabilisation de son intégrité granulaire et entraîne une perte partielle de sa cristallinité (Karkalas et al., 1992). En effet il a pu être montré que l'endommagement mécanique provoque une transformation des régions cristallines ordonnées en régions amorphes désordonnées qui deviennent plus accessibles à l'eau et aux éventuelles enzymes amylolytiques (Morrison et al., 1994). Ainsi à température ambiante les grains d'amidon endommagés acquièrent la capacité d'absorber environ quatre fois plus d'eau que les grains d'amidon natifs (Tableau 15) (Bushuk, 1966; Feillet, 2000). Ils gonflent d'environ 50% de leur volume (Champ & Colonna, 1993) et subissent un phénomène analogue à la gélatinisation à chaud (présenté en paragraphe II.2.2.1.3.2) de sorte à atteindre un état amorphe (Karkalas et al., 1992). Cette transition serait facilitée par une fusion des zones cristallines lors de la mouture causée par les échauffements locaux (Champ & Colonna, 1993). Des macromolécules d'amidon peuvent alors s'échapper de la structure granulaire et devenir disponibles à l'hydrolyse par des  $\alpha$  ou  $\beta$ -amylases (Dubat, 2004). Cette possibilité prend son importance dans le cas de procédés favorisant l'action des enzymes endogènes du grain de blé, tel le procédé de panification, ou dans le cas des méthodes de mesure du degré d'endommagement de l'amidon qui dépendent de ce principe.



## 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

---

Il existe une variété importante de méthodes de mesure du degré d'endommagement de l'amidon. Les méthodes enzymatiques sont les méthodes dites de référence. On en compte trois principales : la méthode Farrand, la méthode AACC 76-30A initiale et sa révision AACC 76-31. Ces méthodes sont basées sur le principe de libération ou d'accessibilité de macromolécules d'amidon dans le cas de granules endommagées. Elles appliquent une hydrolyse enzymatique à ces macromolécules et relient la teneur en sucres simples obtenue à un pourcentage d'endommagement de l'amidon initial. La relation consiste en un lien proportionnel effectué par comparaison avec la quantité de sucres simples mesurée dans de l'amidon de blé gélatinisé (Donelson & Yamazaki, 1962). Le pourcentage d'endommagement est une indication globale dépendant à la fois du nombre de grains endommagés et de leur degré individuel d'endommagement (Champ & Colonna, 1993). Les étapes qui constituent ces méthodes sont énoncées ci-dessous (Dubat, 2004; Karkalas et al., 1992).

1. *Hydrolyse par l' $\alpha$ -amylase en conditions maîtrisées (temps de contact, température) → Obtention d' $\alpha$ -glucanes*
2. *Les  $\alpha$ -glucanes sont réduits en maltose et oligosides par l'action prolongée de l' $\alpha$ -amylase (Farrand et AACC 76-30A) puis éventuellement en glucose par une seconde incubation avec de l' $\alpha$ -amyloglucosidase (AACC 76-31).*
3. *Arrêt des réactions d'hydrolyse par ajout d'acide.*
4. *Filtration ou centrifugation et récupération d'un surnageant, dilution du surnageant.*
5. *Dosage de la concentration en glucose ou maltose et oligosides par titrage ou spectrométrie.*
6. *Conversion pour obtenir un pourcentage d'endommagement.*

Les méthodes Farrand et AACC 76-30A sont similaires sur leur principe d'action car elles n'impliquent qu'une seule étape d'hydrolyse produisant du maltose et d'autres types d'oligosides. Leurs résultats sont facilement corrélables par une équation linéaire. Cependant elles surestiment toutes deux le pourcentage d'endommagement à cause de la diversité d'oligosides obtenus. Un biais de linéarité a ainsi pu être démontré par Karkalas et al. (1992) entre les pourcentages d'endommagement mesurés par ces méthodes et les pourcentages d'endommagement connus de mélanges d'amidons natifs et pré-gélatinisés. La méthode AACC 76-31 résout ce problème en convertissant maltose et oligosides en glucose par l'action de l' $\alpha$ -amyloglucosidase. Elle permet de déterminer directement le pourcentage d'endommagement « absolu » sans avoir recours aux facteurs de correction théoriquement nécessaires dans le cas des autres méthodes. Elle se corrèle d'ailleurs très bien aux premières méthodes corrigées (Karkalas et al., 1992). Enfin, dans le cas des trois méthodes, deux facteurs de structure de l'amidon propres à l'espèce botanique peuvent être mentionnés comme étant sources de variation sur le résultat mesuré : la présence de complexes amylose-lipides qui limite l'attaque enzymatique et la taille des granules (Karkalas et al., 1992). Un facteur de correction peut être utilisé dans le cas des amidons de céréales contenant une proportion importante de complexes amylose-lipides (Tableau 5).

En parallèle de ces méthodes de référence plutôt réservées à un usage en laboratoire, il existe des outils de mesure rapides adaptés à une utilisation de terrain en industrie de première ou seconde transformation. L'outil le plus répandu est le SDmatic commercialisé par la société Chopin (Chopin Technologies, Villeneuve-la-Garenne) qui fonctionne selon une méthode ampérométrique. Cette méthode est basée sur l'affinité particulière des molécules d'amylose avec l'iode (Figure 6). En effet, la conformation hélicoïdale des chaînes d'amylose permet la complexation de composés au sein de régions hydrophobes (II.1.4.2) dont les molécules d'iode. En présence de grains d'amidon endommagés des macromolécules sont libérées et/ou rendues accessibles. Étant donné que le ratio amylose/amylopectine de composition de l'amidon varie selon les espèces (Tableau 5), on peut s'attendre à des profils de macromolécules disponibles différents entre blé et légumineuse. Autant la méthode ampérométrique est clairement sélective des molécules d'amylose (affinité à l'iode de l'amylose 19-20g/100g contre environ 1g/100g pour l'amylopectine), autant il est moins clair d'identifier quelles macromolécules sont visées par les méthodes enzymatiques. Certains auteurs considèrent que l'amylose est rendue accessible plus facilement, d'autres considèrent que ces sont les fragments d'amylopectine (Dubat, 2004; Karkalas et al., 1992). Il en découle deux conséquences : i) en étant potentiellement sélective d'une macromolécule les méthodes doivent tenir compte du ratio amylose/amylopectine pour comparer le degré d'endommagement entre différentes espèces ; ii) le fait qu'elles soient potentiellement sélectives de macromolécules différentes peut entraîner un défaut de corrélation entre elles.

Le principe de la méthode ampérométrique est de déterminer la cinétique d'absorption d'iode d'une farine mise en suspension, dans des conditions maîtrisées (temps de contact et température). Voici les étapes qui composent cette méthode ainsi que les mécanismes qui y sont associés (Dubat, 2004) :

1. *Création d'ions  $I_3^-$  libres dans une solution d'iodure de potassium à 35°C par génération d'un courant électrique par des électrodes. Ces ions créent un courant qui est mesuré par une deuxième paire d'électrodes. La concentration en ions  $I_3^-$  créés est fixée en fonction de la masse de farine ajoutée ensuite (généralement 1g).*
2. *La farine est introduite dans le bol de réaction : les ions  $I_3^-$  libres se fixent aux chaînes d'amylose issues de l'amidon endommagé → L'intensité du courant électrique mesuré diminue. Le temps de contact entre les réactifs est maîtrisé.*
3. *L'intensité du courant résiduel est mesurée à la fin du temps de d'essai : plus cette intensité est faible, plus il y a théoriquement d'amidon endommagé. Un pourcentage d'absorption d'iode peut alors être calculé :  
Absorption d'iode AI (%) = 1 - (Intensité résiduelle / Intensité maximale initiale)*

Lors de l'utilisation du SDmatic, le pourcentage d'absorption d'iode (AI%) est converti automatiquement par l'appareil en pourcentage d'endommagement de l'amidon exprimé dans la même unité que les méthodes enzymatiques (SD%). L'équation de conversion entre AI% et SD% a été définie par Chopin par comparaison avec une méthode enzymatique sur un grand nombre d'échantillons de farines de blé. Cette équation doit cependant être adaptée pour les farines de légumineuse qui présentent une teneur en amidon et un ratio amylose/amylopectine différents.

Un récapitulatif des points de comparaison principaux entre les méthodes de mesure de l'endommagement de l'amidon dans l'optique d'une utilisation pour les farines de légumineuse est disponible en Tableau 8. Concernant la méthode ampérométrique, des calculs théoriques à partir des différences de composition entre blé et légumineuses montrent que la valeur de SD% exprimée directement par l'appareil (calibré pour le blé) surestimerait le degré d'endommagement réel de farines de légumineuse, confirmant le besoin de développer une nouvelle équation de conversion AI% → SD% spécifique aux farines de légumineuse.

Tableau 8 – Récapitulatif de comparaison des méthodes enzymatiques et ampérométrique

Type de méthode	Sources d'erreur possibles liées au changement d'espèce blé (B) → légumineuse (L)	Equations de corrélation en SD% y → x	Durée pour 1 échantillon / 1 batch de 12 éch.
<p><u>Enzymatique</u></p> <p><b>1. Farrand</b> (Farrand, 1964)</p> <p><b>2. AACC 76-30A</b> (Donelson &amp; Yamazaki, 1962)</p> <p><b>3. AACC 76-31</b> (Gibson, Al Qalla, &amp; McCleary, 1992)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Teneur en complexes amylose-lipides : B &gt; L → Sous-estimation pour le blé : facteurs de correction disponibles dans la littérature</li> <li>- Taille des granules → Pas de tendance discernable</li> <li>- Ratio amylose/amylopectine ? → Incertitude littérature</li> </ul>	<p>Farrand → AACC 76-31 <math>y = 5,2 x - 10,3</math> (r = 0,98)</p> <p>AACC 76-30A → AACC 76-31 <math>y = 1,4 x - 0,09</math> (r = 0,99)</p>	<p>1. 95 min / 150 min</p> <p>2. 50 min / 105 min</p> <p>3. 50 min / 85 min → batch + favorable</p>
<p><u>Ampérométrique</u></p> <p><b>SDmatic Chopin</b> (Medcalf &amp; Gilles, 1965)</p>	<p>Si comparaison du résultat en SD% directement :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Teneur en amidon : B &gt; L → Sous-estimation pour la légumineuse</li> <li>- Ratio amylose/amylopectine : L &gt; B → Sur-estimation pour la légumineuse</li> <li>- Teneur en complexes amylose-lipides : B &gt; L → Sur-estimation pour la légumineuse</li> <li>→ Au global : Sur-estimation</li> <li>→ Besoin d'une équation de calibration adaptée</li> </ul>	<p>SDmatic → AACC 76-31</p> <p>Mise au point sur farines de blé : <math>y = 0.02436 x^2 + 3.904 x + 156.5</math></p>	<p>10 min / 120 min → test très rapide mais pas de batch possible</p>

Sources : Dubat (2004) ; Karkalas et al. (1992) ; Morgan & Williams (1995) ; Ranhotra et al. (1993) ; Notice kit de dosage Megazyme (AACC 76-31)

Un bilan des teneurs en amidon endommagé rapportées pour des farines de blé et de légumineuse est disponible en Tableau 9 de la page suivante.

# 1. CARACTÉRISATION DES ÉTAPES AMONT DE LA FILIÈRE [...]

## 1.4.5 Composition des farines

### 1.4.5.1 Bilan général

La composition en eau, amidon, amidon endommagé, protéines, lipides, fibres et cendres des farines de blé et de légumineuse est comparée en Tableau 9.

Les farines de blé semblent plus riches en eau que les farines de légumineuse. Elles sont plus riches en amidon (62 à 75% sur le total de farine en base sèche) que les farines de légumineuse qui en comportent environ 50% à l'exception du pois chiche qui peut en comporter jusqu'à 65%, et du lupin qui n'en comporte que 1 à 4%. Les farines de légumineuse sont cependant plus riches en protéines avec des teneurs de 20 à 30% voire 40% pour le lupin, contre 8 à 15% pour les farines de blé (considérant une estimation de la teneur en protéines par l'utilisation du coefficient de conversion de l'azote standard de 6,25). Des coefficients de conversion spécifiques de l'azote ont été définis pour les protéines de blé (5,5) et de légumineuses (moyenne de 5,4) à partir de leur composition en acides aminés et de la teneur en azote des acides aminés (AFSSA, 2007a). L'utilisation de ces coefficients revient à réduire les teneurs en protéines estimées de façon générale et à réduire l'écart entre blé et légumineuses (Tableau 9). Pour ce qui est des lipides, les teneurs varient entre 1 et 2% pour les farines de blé comme les farines de pois, lentille et fève. En revanche les farines de pois chiche et de lupin en contiennent plus (respectivement 4 à 6% et 9 à 14% en base sèche). La teneur en fibres et en cendres des farines de blé varie avec la proportion d'enveloppes conservée lors de la mouture. Les valeurs assez faibles indiquées en Tableau 9 correspondent à des farines de type 55 c'est-à-dire avec une faible proportion d'enveloppes, généralement utilisées dans le cas d'applications cake ou pâtisserie. Les teneurs en fibres et en cendres des farines de légumineuse sont plus élevées. Ceci est dû à deux facteurs : i) l'absence de dépelliculage avant mouture dans certains cas ; ii) la plus forte teneur en fibres des parois cellulaires (Tyler, 1984).

Tableau 9 – Composition proximale des farines de blé et de légumineuses

Farines :	Blé tendre Hard/Soft (1)	Pois lisse (2)	Lentille (3)	Pois chiche (4)	Fève (5)	Lupin (6)
Eau (%base humide)	11-13	8	-	7-9	-	-
Amidon (% base sèche)	62-75	46-56	46-53	50-65	42-58	1-4
Amidon endommagé (SD% AACCC 76-31)	Hard 2,9-9,9 Soft 2,1-6,0	0,2-3,4	0,2-1,2	1,2-1,6	-	-
Protéines coefficient standard (N = 6,25) (% base sèche)	8-15	20-27	21-29	20-26	22-32	31-41
Protéines coefficients spécifiques (N = 5,5 blé / 5,4 lég.)	7-13	17-24	18-25	18-23	19-27	27-32
Lipides (% base sèche)	1,2-2,3	0,9-2,5	1,1-1,4	4,4-6,2	1,4-2,1	9-14
Fibres (% base sèche) (« total dietary fibers »)	2-4	2-13	13-17	4-13	2-9	3,0
Cendres (% base sèche)	0,4-0,9	2,8-3,4	2,8	3,0-3,5	3,4	3,0
Sources :						
(1) Ahmed (2014) ; Barak, Mudgil, & Khatkar (2012) ; Barrera et al. (2007) ; Choi & Baik (2013) ; Dervas, Doxastakis, Hadjisavva-Zinoviadi, & Triantafillakos (1999) ; Feillet (2000) ; Gaines & Donelson (1985) ; Glenn & Saunders (1990) ; Gómez, Oliete, Rosell, Pando, & Fernández, (2008) ; Hareland (1994) ; Laleg, Cassan, Barron, Prabhaskar, & Micard (2016) ; Moiraghi et al. (2013) ; Osorio-Díaz, Agama-Acevedo, Mendoza-Vinalay, Tovar, & Bello-Pérez (2008) ; Petitot et al. (2010) ; Pomeranz, Bolling, & Zwingelberg (1984) ; Stone, Morell, Khan, & Shewry (2009) ; Zucco et al. (2011)						
(2) Hoover & Ratnayake (2002) ; Kohajdová, Karovičová, & Magala (2013) ; Ma et al. (2011) ; Naguleswaran & Vasanthan (2010) ; Pelgrom, Vissers, et al. (2013) ; Petitot et al. (2010) ; Simsek et al. (2009) ; Sosulski et al. (1985) ; Sosulski & Mc Curdy (1987) ; Sosulski & Youngs (1979) ; Tester (1997) ; Zhao, Manthey, Chang, Hou, & Yuan (2005) ; Zhou et al. (2004) ; Zucco et al. (2011)						
(3) D'Appolonia (1977) ; Hoover & Ratnayake (2002) ; Laleg, Cassan, Barron, et al. (2016) ; Previtali et al. (2014) ; Sosulski et al. (1985) ; Sosulski & Youngs (1979) ; N. Wang, Hatcher, Toews, & Gawalko (2009) ; Zhao et al. (2005) ; Zhou et al. (2004)						
(4) Gómez, Oliete, Rosell, et al. (2008) ; Hoover & Ratnayake (2002) ; Ma et al. (2011) ; Osorio-Díaz et al. (2008) ; Sosulski & Youngs (1979) ; Zhao et al. (2005)						
(5) Abou-Zaid, Ramadan, & Al-Askany (2011) ; D'Appolonia (1977) ; Laleg, Barron, Cordelle, et al. (2016) ; Petitot et al. (2010) ; Sosulski et al. (1985) ; Sosulski & Mc Curdy (1987) ; Sosulski & Youngs (1979)						
(6) Ahmed (2014) ; Dervas et al. (1999) ; Doxastakis, Zafiriadis, Irakli, Marlani, & Tananaki (2002) ; Sosulski & Youngs (1979)						

1.4.5.2 Lien entre la granulométrie des farines et leur composition

Plusieurs études montrent l'existence de liens entre la taille de particules des farines et leur teneur en protéines ou en amidon endommagé après séparation des fractions de taille par tamisage, avec ou sans ajout d'une étape de rebroyage pour moduler la taille des particules et/ou la teneur en amidon endommagé. Un récapitulatif des résultats est disponible en Tableau 10. Barak et al. (2012) et Choi & Baik (2013) ont respectivement mis en évidence que les particules de taille inférieure à 100 ou 55 µm présentaient des teneurs en amidon endommagé plus élevées et des teneurs en protéines plus faibles que les particules supérieures à ces tailles, sur des farines de blé. Ceci est logique dans la mesure où ces classes de taille correspondent aux populations « fraction fine » et « fraction grossière » détaillées en paragraphe II.1.4.4.1. Hormis cela, Choi & Baik (2013) ont montré qu'un rebroyage des farines causait une augmentation de la proportion de particules inférieures à 100 µm ainsi qu'une tendance à l'augmentation de la proportion d'amidon endommagé. Enfin, les travaux réalisés sur le fractionnement des protéines et de l'amidon des légumineuses confirment l'existence d'un lien entre la taille de particules et la teneur en protéines, mais sur des gammes de taille de particules plus petites. En effet, dans ce cas la fraction fine inférieure à 15-16 µm est plus riche en protéines (fragments de matrice protéique, corps protéiques) que la fraction grossière supérieure à 15-16 µm (grains d'amidon) (Horváth et al., 1989; Sosulski & Youngs, 1979; Tyler, 1984).

Tableau 10 – Effet du tamisage et du rebroyage des farines sur leur teneur en protéines et en amidon endommagé

FF : fraction fine ; F intermed : fraction de taille intermédiaire ; FG : fraction grossière

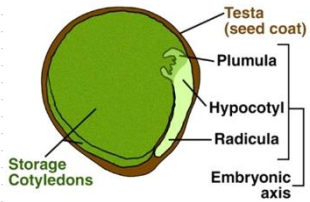
Référence	Farines étudiées	Modalités tamisage	Effet du tamisage	Modalités et effet du rebroyage
Barak et al. (2012)	Blé 2 variétés ; Moulin de laboratoire Chopin	< 100 µm (FF) 100-150 (F intermed) > 150 µm (FG)	Classement de la teneur en amidon endommagé : FG << Fintermed << FF	-
Choi & Baik (2013)	Blé 6 variétés ; Moulin à cylindres lisses et cannelés	< 55 µm (FF) 55-88 (F intermed) > 88 µm (FG)	Classement de la teneur en protéines : Pour 4 variétés de blé tendre : FF < FG ≈ Fintermed Pour 2 variétés de blé dur : FF ≤ FG ≤ Fintermed	Broyeur turbo-impact ; ↗ proportion de FF Tendance ↗ proportion d'amidon endommagé
Tyler (1984)	Pois, lentille, pois chiche, fève lupin ; Broyeur turbo-impact (« pin-mill »)	Turboséparation (« air-classification ») Pour fractionnement : FF < 15-16 µm FG > 15-16 µm	Classement de la teneur en protéines : FF riche en protéines FG riche en amidon	-
Sosulski & Youngs (1979)				
Horvath et al. (1989)				

### 1.5 Bilan matières premières

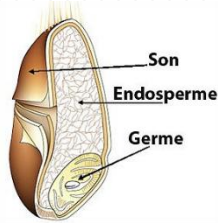
Voici les principaux éléments à retenir concernant les propriétés des matières premières blé et légumineuse :

- **Les graines de blé et de légumineuse présentent des structures histologiques différentes qui impactent la technologie de mouture utilisée. Une technologie intermédiaire telle que la mouture sur meule de pierre serait plus propice à la réalisation d'une « co-fragmentation ».**
- **Les farines de légumineuse sont plus riches en protéines et en fibres que les farines de blé, et moins riches en amidon et en amidon endommagé.**
- **Les tailles de cellule et de grain d'amidon sont du même ordre de grandeur pour les deux espèces. Ces deux entités de structure se retrouvent dans la distribution de taille des particules bimodale des farines. La distribution de taille des particules varie de façon concomitante avec la composition : la « fraction fine » est plus riche en amidon et moins riche en protéines que la « fraction grossière ».**
- **La compréhension du lien entre structure de la graine et propriétés mécaniques est moins avancée dans le cas des légumineuses que dans le cas du blé. Une plus forte proportion d'amidon endommagé, une proportion de « fraction fine » plus importante et des valeurs inférieures de dureté par compression pourraient indiquer que les graines de légumineuses sont moins résistantes.**
- **Les amidons de légumineuse sont plus riches en amylose, et moins riches en lipides et complexes amylose-lipides que les amidons de blé. Ces différences combinées à la différence de proportion en amidon des farines entraînent le besoin d'utiliser des facteurs de correction ou de définir de nouvelles équations de conversion pour les méthodes de mesure du degré d'endommagement de l'amidon.**

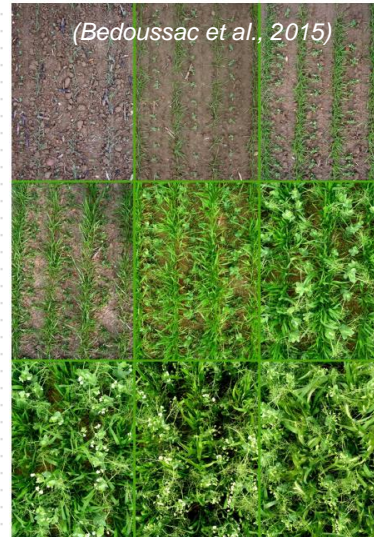
## Pois



## Blé

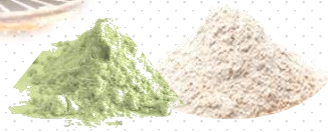
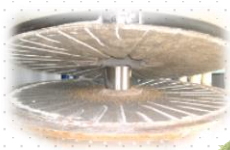


## Culture associé



*variabilité inter & intra génétique :*  
*composition { protéines; amidon }*  
*nature des protéines*  
*morphologie et dureté des graines*

*variabilité : % pois/blé, teneur et nature des protéines de blé, dureté des graines*



## Quel impact du mélange à la 2<sup>nde</sup> transformation ?



Mise au contact de l'eau    Fonctionnalisation  
 Aération    Émulsification    Prise en consistance  
 Chauffe    Expansion    Rigidification    Agrégation

----- ( caractéristiques déterminantes ) -----

*proportion protéines & amidon    présence d'amidon endommagé*

*propriétés fonctionnelles protéines & amidon    températures de transition thermique*

### 2. Étude de la seconde transformation

#### 2.1 Formation d'une pâte à cake

##### 2.1.1 Diversité des formules et des modes de préparation

Dans la culture française, le terme « cake » fait référence à un gâteau moelleux à base de matière grasse fabriqué de façon domestique ou industrielle selon différentes aromatisations (par exemple, cake aux fruits confits ou goûters pour enfants). L'acception anglo-saxonne du mot est quant à elle plus large puisqu'elle désigne différents types de gâteaux moelleux sous le terme de « *soft cakes* ». Ces types se distinguent selon la proportion des quatre ingrédients principaux qui les composent (farine, sucre, matière grasse, œufs éventuellement additionnés d'eau) et selon le facteur de levée du gâteau (ajout de poudres levantes ou foisonnement des œufs).

Les formules des quatre types de soft cake les plus fréquemment rencontrés dans la littérature scientifique sont présentées dans le Tableau 11. Il s'agit du *pound cake* (quatre-quarts), du *layer cake*, du *sponge cake* (génoise) et de l'*angel food cake*. Il est possible de les comparer à des formules de cake domestique et industrielle françaises connues. La formule du *pound cake* se caractérise par une forte teneur en matière grasse (25%). Les formules de cake domestiques se situent entre le *pound cake*, et le *layer cake* qui comporte moins de matière grasse et plus de farine et sucre en proportion. La formule de cake industrielle comporte moins de matière grasse et plus de farine que le *layer cake*. Pour l'ensemble de ces formules la teneur en œufs éventuellement additionnés d'eau est constante (~30%) et la levée est assurée par l'ajout de poudres levantes. Le *sponge cake* et l'*angel food cake* sont des gâteaux sans matière grasse pour lesquels la levée est assurée par le foisonnement des œufs (40%). Le *sponge cake* présente des proportions de farine et de sucre similaires aux gâteaux avec matière grasse (~30%) alors que l'*angel food cake* présente une forte proportion de sucre au regard de la farine.

Tableau 11 – Comparaison des formules anglo-saxonnes de « *soft cakes* » et des formules françaises de gâteaux moelleux

Type de gâteau moelleux « <i>soft cake</i> »	Farine (%)	Sucre (%)	Matière grasse (%)	Œufs (%)	Eau (%)	Facteur de levée	Sources
Pound cake : Quatre-quarts	25	25	25	25	-	Poudres levantes	(1)
Formule de cake domestique	30	20-30	15-25	20-30	-	Poudres levantes	(2)
Layer cake	20-30	30	10-20	15	15	Poudres levantes	(1,3)
Formule de cake industrielle	35	25	10	15	15	Poudres levantes	(4)
Sponge cake : Génoise	30	30	-	25-40	0-15	Foisonnement	(1,3)
Angel food cake	10-15	40-45	-	40-45	-	Foisonnement	(1,5)

Sources : (1) Wilderjans, Luyts, Brijs, & Delcour (2013) ; (2) Sur la base de huit recettes issues de recueils domestiques ; (3) Gómez, Doyagüe, & De la Hera. (2012) ; (4) Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al (2017) ; (5) Donovan (1977)

Plusieurs modes de préparation de la pâte peuvent être référencés (Tableau 12). Ils diffèrent par le nombre d'étapes correspondant à l'ajout d'ingrédients lors du battage et par l'ordre de ces étapes. Hormis le battage « tout-en-un » (« *single stage* », « *single bowl* » ou « *all-in-method* » en anglais) parfois utilisé en industrie, tous les modes de préparation référencés se composent de plusieurs étapes (battages « *multi-stage* »). Trois catégories de battage « *multi-stage* » peuvent être distinguées en fonction des deux ingrédients associés lors de la première phase de mélange. Le battage par **crémage** débute par le mélange d'une matière grasse concrète et de sucre à forte vitesse permettant de piéger de l'air au sein de la matière grasse. Il se poursuit par l'ajout des œufs et de la farine qui est accompagnée des autres poudres (poudres levantes, sel).

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

Le battage par **foisonnement** débute quant à lui par le mélange des œufs et du sucre à forte vitesse permettant de former une mousse. Il se poursuit par l'ajout de farine et, dans le cas des formules avec matière grasse, par l'ajout de la matière grasse sous forme liquide. Ce dernier cas correspond à des recettes de cake domestique préconisant l'usage de beurre fondu (Tableau 12). Une variante du battage par foisonnement classique issue de recettes domestiques consiste à inverser l'ordre des deux étapes suivant le foisonnement. Enfin, un dernier mode de préparation consiste à **mélanger les ingrédients pulvérulents** puis à ajouter les œufs et la matière grasse sous forme liquide. Ce mode de préparation, d'origine industrielle, a également sa variante domestique qui inverse les deux dernières étapes.

Tableau 12 – Modes de préparation de la pâte

Les numéros dans les colonnes donnent l'ordre de mise en œuvre de l'ingrédient pour chaque type de battage.

Type de battage	Origine	Farine et autres poudres	Sucre	Matière grasse liquide / concrète	Œufs - Eau
Tout-en-un	industriel	1			
Crémage	industriel / domestique	3	1	1 concrète	2
Foisonnement sans matière grasse (sponge cake, angel food cake)	industriel / domestique	2	1	-	1
Foisonnement avec matière grasse	domestique	2	1	3 liquide	1
Foisonnement « inversé »	domestique	3	1	2 liquide	1
Mélange des pulvérulents	industriel / domestique	1	1	3 liquide	2
Mélange des pulvérulents « inversé »	domestique	1	1	2 liquide	3

Quel que soit le mode de préparation, le battage aboutit à **la formation d'une pâte macroscopiquement homogène** dont la microstructure, bien que différente, peut être définie de façon générique. Dans la partie suivante, nous allons nous attacher à définir cette structure dans le cas de formules contenant de la matière grasse à l'état liquide.



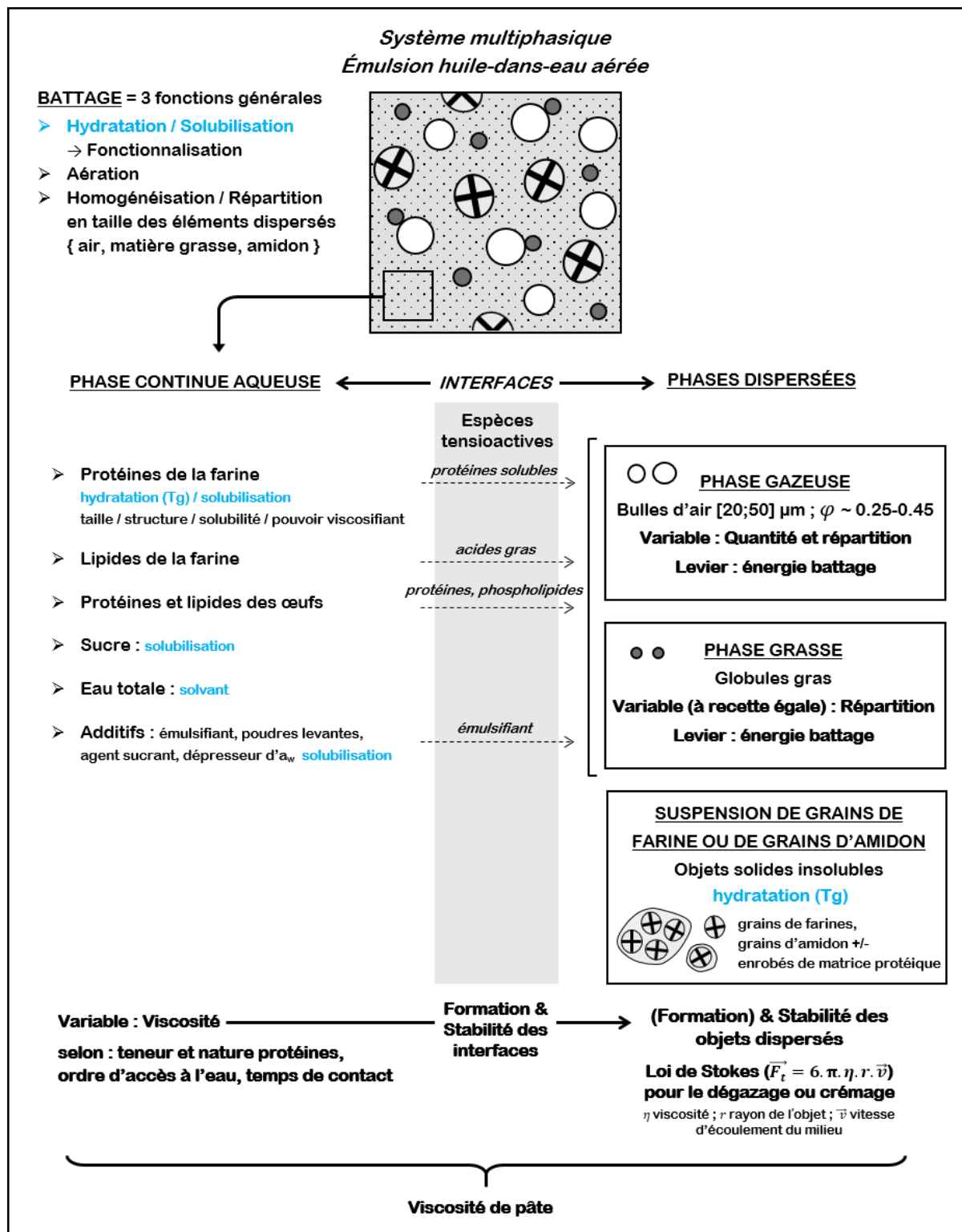


Figure 12 – Schéma récapitulatif de la composition des phases de la pâte, des fonctionnalités requises pour leur formation et des variables physico-chimiques essentielles de la pâte

### 2.1.2 La pâte, une structure triphasique

En Figure 12 est présent un schéma récapitulatif de l'ensemble des notions qui seront évoquées dans cette partie.

De par sa composition, la pâte à gâteau peut se décrire comme la combinaison d'une phase aqueuse « continue » et de trois phases « dispersées » : gouttelettes d'huile, bulles d'air et grains d'amidon. Lors du battage, ces quatre phases interagissent pour former un système de structures triphasique pouvant se décrire comme une **émulsion huile-dans-eau aérée doublée d'une suspension de grains d'amidon**. La phase aqueuse est issue de l'ajout d'œufs et d'eau. Elle constitue la phase continue dans laquelle sont dissous ou hydratés les protéines de la farine, le sucre et les éventuels additifs (poudres levantes, émulsifiant, dépresses d' $a_w$ ). Elle comprend également les composants de l'œuf (protéines et certains lipides). La création d'une mousse et d'une émulsion huile-dans-eau est permise par l'action du battage et par la présence d'espèces tensioactives au sein de la phase continue.

Les caractéristiques recherchées pour une pâte sont l'introduction d'une quantité suffisante d'air, la répartition de cet air en un nombre important de petites bulles de taille homogène, la répartition de la matière grasse en une émulsion régulière et la conservation de ces caractéristiques à travers l'étape de cuisson qui conduit la pâte liquide à passer à l'état solide. Ainsi plusieurs variables physico-chimiques sont essentielles pour qualifier la structuration de la pâte (Gómez, Oliete, García-Álvarez, Ronda, & Salazar, 2008; Sahi & Alava, 2003) :

- la **viscosité de la phase continue**, qui dépend de sa composition en éléments à hydrater ou à solubiliser, de l'ordre d'accès à l'eau entre ces éléments qui sont en compétition, et de leur temps de contact avec l'eau. La notion de viscosité optimale de pâte est souvent évoquée (Ronda, Oliete, Gómez, Caballero, & Pando, 2011) : il s'agit d'une viscosité suffisamment faible pour permettre une incorporation d'air facile par les rayons du fouet mais suffisamment élevée pour contribuer à la stabilisation des bulles, des globules gras et des grains d'amidon en fin de battage et en début de cuisson. Par la suite une viscosité de pâte suffisamment faible est nécessaire pour permettre une levée à la cuisson (Sahi & Alava, 2003). Une distinction est à apporter entre la viscosité de la phase continue et la **viscosité de la pâte** puisque cette dernière dépend également de la fraction volumique occupée par les phases dispersées, notamment l'air. En effet il a été observé par différents auteurs que la viscosité de la pâte augmentait avec la fraction volumique d'air incorporé pour des gammes de fraction volumique comprises entre 20 et 55 % d'air (équivalent en masse volumique 0,54-0,96 g.cm<sup>-3</sup> pour une densité de phase continue de 1,20 g.cm<sup>-3</sup>) dans des formules de *sponge cake* et de *layer cake* (Chesterton, Meza, Moggridge, Sadd, & Wilson, 2011; Massey, Khare, & Niranjana, 2001).

- la **quantité d'air introduite**, indiquée par la masse volumique de la pâte ou la fraction volumique d'air, ainsi que la **distribution de taille** des bulles d'air. Les bulles d'air introduites lors du battage constituent les seuls foyers d'expansion de la structure pour la cuisson (pas de formation de bulles post-battage) (Hoseney & Delcour, 2010). Leur nombre et taille déterminent le potentiel de création de la structure alvéolaire ; il est préférable que l'air soit réparti en un grand nombre de petites bulles de taille régulière pour obtenir une mie fine et régulière (Bennion, Bamford, & Bent, 1997). Par ailleurs la taille des bulles d'air influe sur leur stabilité tel que défini par la loi de Stokes (Figure 12) : plus les bulles sont grandes plus elles sont susceptibles de remonter à la surface de la pâte et de s'échapper (Allais, Edoura-Gaena, Gros, & Trystram, 2006).

- la **tension de surface aux interfaces air-eau et huile-eau**, qui dépend des espèces tensioactives en présence. En réduisant la tension de surface, ces espèces permettent de favoriser la formation et la stabilisation de bulles d'air et de globules gras de plus petits diamètres et donc plus nombreux. La tension de surface impacte la quantité d'air incorporée et sa répartition, ainsi que la répartition des globules gras, en interaction avec l'énergie apportée lors du battage (durée et vitesse de battage) (Figure 12).

Les rôles du battage sont donc les suivants : i) accélérer l'hydratation et la solubilisation des composants de la phase continue et ainsi maximiser leur fonctionnalisation ; ii) introduire de l'air ; iii) obtenir un mélange homogène et une répartition des objets dispersés suffisamment stable.

Dans les parties suivantes nous allons décrire brièvement la composition de chaque phase de la pâte en s'intéressant aux déterminants des variables physico-chimiques précédemment citées. Lorsque cela s'y prêtera, nous comparerons les propriétés des matières premières blé et légumineuse.

## II. ÉTAT DE L'ART

### 2.1.2.1 Phase aqueuse continue

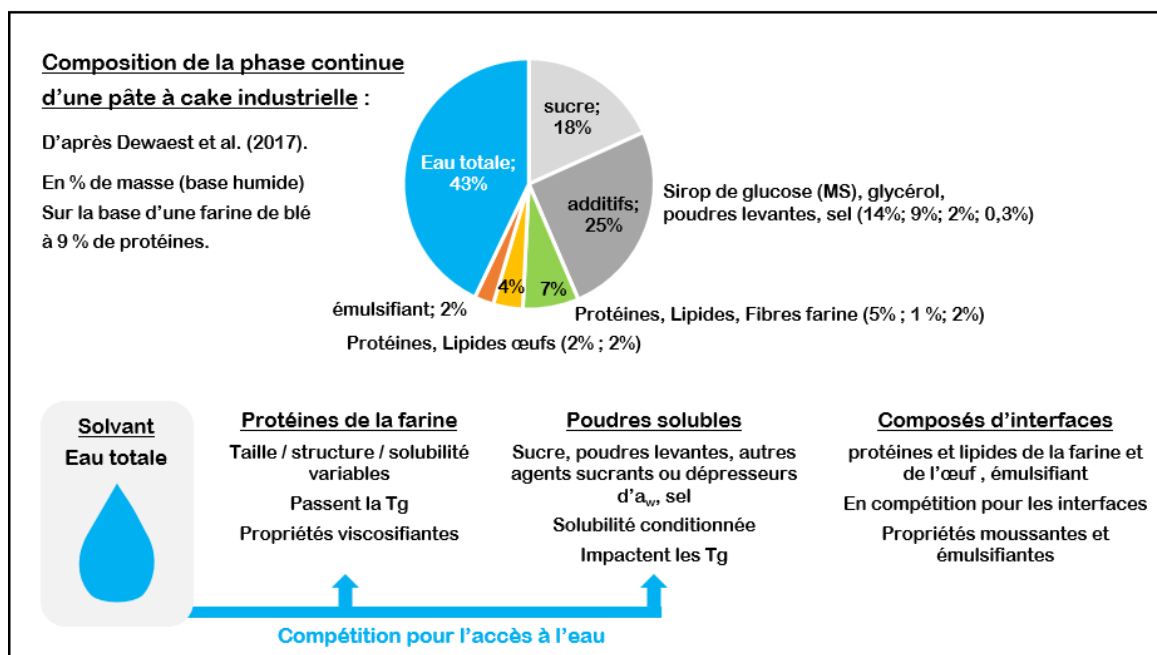


Figure 13 – Composition de la phase continue de la pâte et caractéristiques des composés en termes de comportement vis-à-vis de l'eau et de fonctionnalité. Tg : température de transition vitreuse.

La Figure 13 résume la composition de la phase continue et les caractéristiques principales de ses composés. Chaque composé a son propre comportement vis-à-vis de l'eau et ses propres fonctionnalités. Les deux fonctionnalités pouvant être apportées par les composants sont la capacité à **augmenter la viscosité de la phase continue** et la capacité à **réduire la tension de surface aux interfaces**.

Nous allons traiter dans l'ordre des protéines de la farine, des protéines de l'œuf et des autres espèces tensioactives en présence, puis des « poudres solubles » représentant le sucre et les additifs.

Les **protéines de la farine** représentent une faible proportion de la phase continue (5% dans le cas d'une recette 100% blé). La composition des protéines de blé et de légumineuse est différente. La classification des protéines par Osborne (1907) en quatre familles définies par leur solvant d'extraction est généralement utilisée pour décrire la composition des protéines végétales. La Figure 14 représente la répartition en pourcentage de chaque famille de protéine dans la composition des protéines de blé et de pois, ainsi que l'ensemble des informations de taille et de structure disponibles pour chaque famille et chaque espèce. La taille des cadres propres à chaque famille a volontairement été disproportionnée de façon à illustrer les différences de composition en protéines entre espèces.

Les protéines de blé sont majoritairement composées de gluténines (glutélines, environ 50%) et de gliadines (prolamines, 35 à 50%), toutes deux appartenant à la catégorie des protéines de réserve et insolubles dans l'eau. Les gluténines sont des protéines polymériques de grande taille (> 100 ou 1000 kDa) composées de sous-unités de faible ou haut poids moléculaire associées par des ponts disulfure. Les gliadines sont des protéines monomériques de taille comprise entre 30 et 75 kDa pouvant s'associer par des liaisons faibles et comportant également des ponts disulfure intramoléculaires. Les gluténines et gliadines sont rassemblées sous l'appellation générique de « protéines du gluten » du fait de leur capacité à former un réseau viscoélastique dans certaines conditions de pétrissage et d'hydratation. Ce réseau dépend fortement de la présence des ponts disulfure.

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

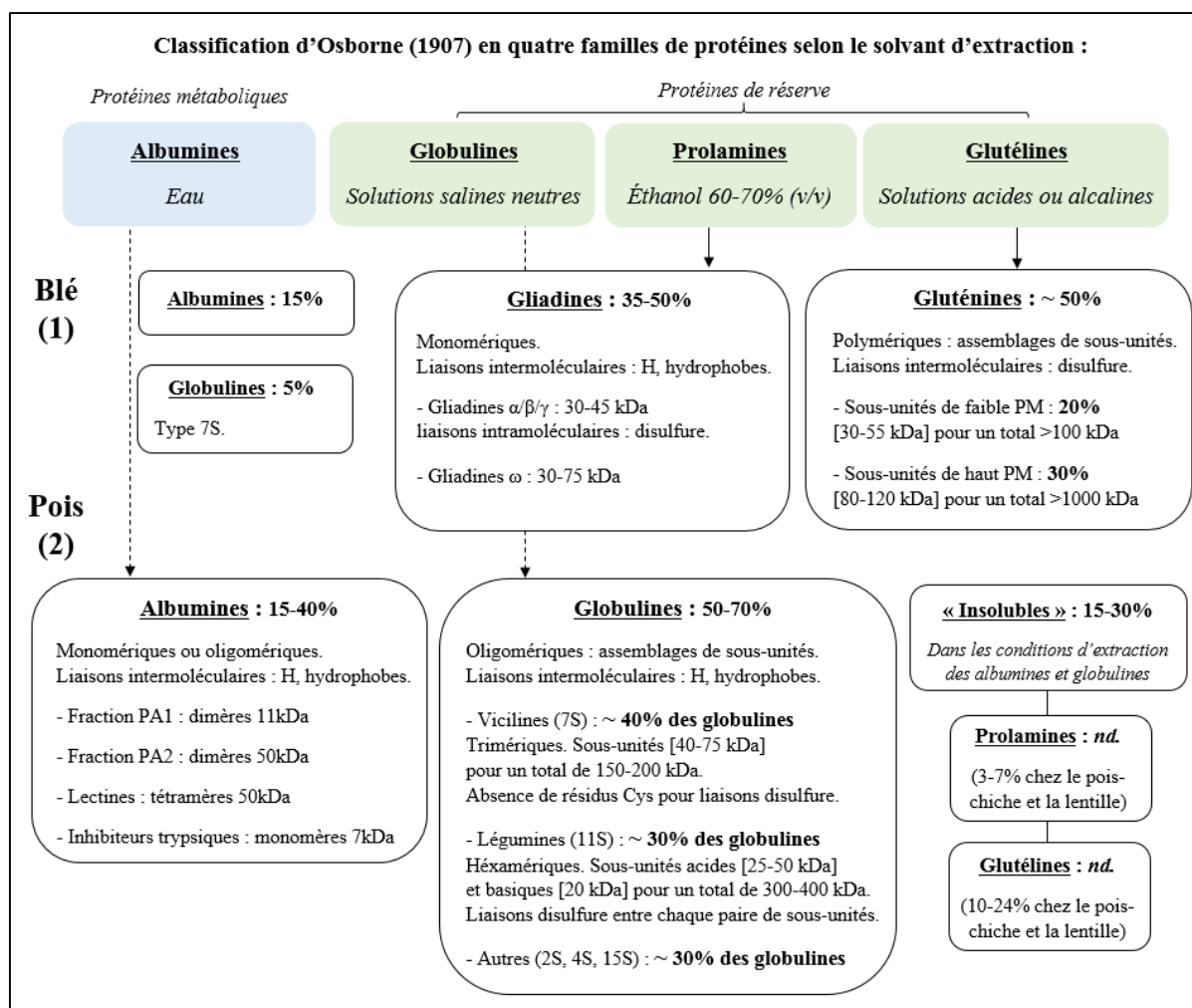


Figure 14 – Composition des protéines de blé et de pois selon les familles définies par Osborne (1907) : pourcentage par famille, structure et type de liaisons, et le cas échéant sous-catégories et taille en kiloDaltons (kDa) : (1) Feillet (2000) ; Koehler & Wieser (2013) ; Lafiandra & MacRitchie (1997) ; Osborne (1907) ; Shewry et al. (1986) ; Shewry et al. (1995) ; Shewry & Halford (2002) ; Shewry (2009) ; (2) Boye, Zare, & Pletch (2010) ; Derbyshire, Wright, & Boulter (1976) ; Duranti & Gius (1997) ; Gueguen & Barbot (1995) ; Leterme, Monmart, & Baudart (1990) ; Perrot (1995)

Abréviations utilisées : PM pour poids moléculaire, H pour Hydrogène. L'usage des crochets est réservé aux sous-unités.

Les protéines de pois sont majoritairement composées de globulines (50 à 70%), protéines de réserve, et d'albumines (15 à 40%), protéines métaboliques, respectivement solubles en solutions salines neutres et dans l'eau. Les globulines du pois sont des protéines oligomériques associant des sous-unités par des liaisons faibles. Il en existe différentes sortes dont les deux principales sont les vicilines et les légumine. Les premières sont trimériques et présentent un poids moléculaire de 150 à 200 kDa. Les secondes sont hexamériques, présentent un poids moléculaire de 300 à 400 kDa et forment des ponts disulfure intramoléculaires. Les globulines sont habituellement distinguées par le coefficient de sédimentation de Svedberg exprimé par un chiffre accompagné de la lettre « S ». Ce coefficient représente la vitesse de sédimentation, qui augmente avec la taille de la protéine. Les albumines du pois sont des protéines monomériques ou oligomériques de taille comprise entre 7 et 50 kDa. Elles peuvent s'associer entre elles par des liaisons faibles. Ces petites protéines métaboliques correspondent en partie à ce qu'on appelle les facteurs antinutritionnels des graines de légumineuse (lectines et inhibiteurs trypsiques, cf. II.3.2.2).

## II. ÉTAT DE L'ART

Les protéines de pois se composent d'une fraction résiduelle de 15 à 30% de prolamines et de glutélines. À l'opposé les protéines de blé contiennent une fraction résiduelle d'albumines et de globulines pour un maximum de 20%. De par leurs différences majeures de taille et de capacité de liaison (forte présence de ponts disulfure pour les protéines de blé vs. prédominance des liaisons faibles pour les protéines de légumineuse), les protéines des deux espèces sont prédisposées à exprimer des fonctionnalités différentes au sein de la pâte tant en ce qui concerne leur capacité viscosifiante que leur capacité de formation de réseau, ou encore leur capacité à stabiliser les interfaces. Pour toutes ces fonctionnalités un prérequis est **l'hydratation voire la solubilisation** des protéines.

Mises au contact de l'eau, les protéines de la farine passent la **transition vitreuse**. La transition vitreuse se définit par une augmentation de la mobilité moléculaire au sein des chaînes de polymères permise par une augmentation de la température et/ou de la teneur en eau du milieu (Condé-Petit, 2001). Ce changement d'organisation au niveau moléculaire s'accompagne d'un changement des propriétés mécaniques du matériau qui, à l'origine solide amorphe, passe d'un état vitreux cassant à un état caoutchoutique viscoélastique (Cuq et al., 2003). L'évolution de la température de transition vitreuse, nommée  $T_g$ , a été classiquement étudiée en fonction de la teneur en eau pour différents matériaux, par calorimétrie différentielle à balayage (DSC en anglais). Les propriétés des protéines du gluten et de l'amidon de blé ont été étudiées (Cuq et al., 2003). En revanche très peu d'études se sont intéressées à la transition vitreuse des amidons et protéines de légumineuse. La Figure 15 présente la comparaison de données d'évolution de la  $T_g$  des protéines du gluten de blé synthétisées par Cuq et al. (2003) à partir de cinq études (gamme indiquée par une astérisque), et de données d'évolution de la  $T_g$  d'isolats protéiques de pois et de soja entre 0 et 20% d'eau mesurées par deux études (Pelgrom, Schutyser, et al. (2013) et Bengoechea et al. (2007), respectivement). Cette représentation permet de voir qu'il n'y a pas de différence nette entre les températures de transition vitreuse des protéines du gluten et celles des protéines de légumineuses.

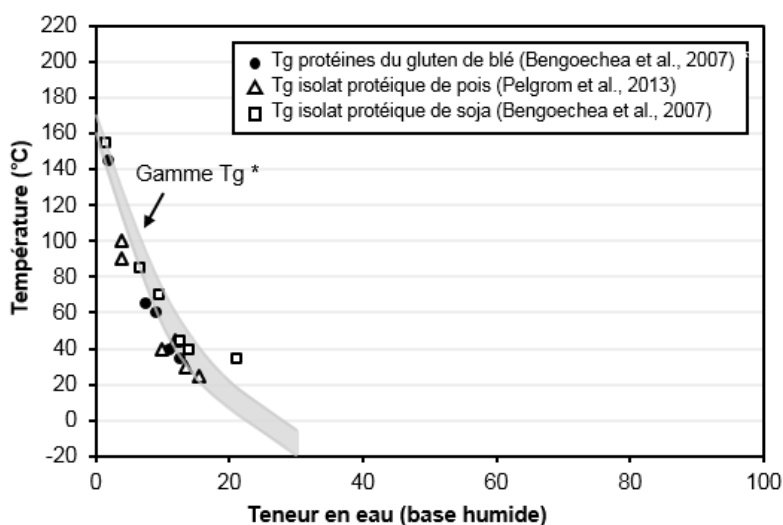


Figure 15 – Comparaison des températures de transition vitreuse ( $T_g$ ) de protéines du gluten, de protéines de pois et de protéines de soja

\* Gamme de  $T_g$  de l'amidon de blé adapté de Cuq et al. (2003).

Une fois passée la transition vitreuse, les protéines peuvent s'hydrater et se gonfler d'eau voir se solubiliser en fonction de leur composition (Figure 14). La solubilité d'isolats protéiques (représentatifs des compositions en protéines des farines dont ils sont issus) de différentes espèces est présentée en Tableau 13. Afin de limiter la variabilité apportée par le mode d'extraction de l'isolat, seuls les isolats obtenus par précipitation isoélectrique (mode d'extraction le plus courant) ont été considérés. Les isolats protéiques de légumineuse présentent des pourcentages de solubilité à pH 7 compris entre 70 et 90% ce qui est élevé et correspond à la présence des albumines et globulines. La solubilité d'un isolat de gluten de blé ne peut être mesurée en raison de la forte proportion de glutélines et gliadines insolubles dans l'eau à pH 7 ; elle est donc considérée comme nulle.

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

En revanche, toutes les protéines quelle que soit leur solubilité ont une **capacité d'absorption d'eau**. Les valeurs présentées pour les mêmes isolats protéiques en Tableau 13 indiquent que la capacité d'absorption d'eau des isolats de légumineuse est légèrement supérieure à celle d'un isolat de gluten de blé tout en restant du même ordre de grandeur. La capacité d'absorption d'eau des farines et plus spécifiquement des protéines (voir pour certaines leur solubilisation) contribue à **l'augmentation de la viscosité de la phase continue** (Karaca, Low, & Nickerson, 2011; Wilderjans, Pareyt, Goesart, Brijs, & Delcour, 2008).

Tableau 13 – Solubilité dans l'eau à pH 7 et capacité d'absorption d'eau d'isolats protéiques de légumineuse et de blé

Isolat protéique (précipitation isoélectrique)	Solubilité dans l'eau à pH 7 (%)	Capacité d'absorption d'eau (g d'eau/g d'isolat)
Pois (1-10)	74 ± 12	2,9 ± 1,1
Lentille (2 ; 4)	69 ± 19	3,8 ± 0,1
Pois chiche (10-11)	87 ± 16	3,1 ± 0,6
Soja (12-13)	83 ± 11	2,8 ± 1,5
Gluten de blé (14)	-	2,2 ± <i>nd</i>
Sources : (1) Agboola, Mofolasayo, Watts, & Aluko (2010) ; (2) Boye et al. (2010) ; (3) Fernández-Quintela, Macarulla, Barrio, & Martínez (1997) ; (4) Toews & Wang (2013) ; (5) Withana-Gamage, Wanasundara, Pietrasik, & Shand (2011) ; (6) Butt & Batool (2010) ; (7) Karaca et al. (2011) ; (8) Shevkani, Singh, Kaur, & Rana (2015) ; (9) Adebisi & Aluko (2011) ; (10) Papalamprou, Doxastakis, Biliaderis, & Kiosseoglou (2009) ; (11) Paredes-Lopez et al. (1991) ; (12) Chove, Grandison, & Lewis (2007) ; (13) L'Hocine, Boye, & Arcand (2006) ; (14) Bushuk (1966) Méthodes : capacité d'absorption d'eau d'après Lin et al. (1974).		

Les protéines des farines sont susceptibles de présenter des **propriétés émulsifiantes ou moussantes**. Le Tableau 14 compare les propriétés d'isolats protéiques de légumineuse et de blé mesurées par les indices courants d'activité et de stabilité émulsifiantes, et d'activité et de stabilité moussantes (Lam, Can Karaca, Tyler, & Nickerson, 2018). Les isolats protéiques de légumineuse présentent des indices d'activité et de stabilité émulsifiante faibles à moyens par rapport aux isolats protéiques animaux (sérum albumine bovine, caséinate de sodium, protéines du lactosérum, lysozyme) qui présentent des indices d'activité compris entre 95 et 129 m<sup>2</sup> d'huile/g d'isolat et des indices de stabilité atteignant pour certains 365 minutes (Joshi et al., 2012). Une forte variabilité intra-espèce peut être constatée, équivalente à la variabilité inter-espèce. Les travaux de tensiométrie de Karaca et al. (2011) ont montré que la présence d'isolats protéiques de pois, lentille et pois chiche permettait de réduire la tension de surface à l'interface huile-eau. Ceux de Joshi et al. (2012) ont montré qu'un isolat protéique de lentille réduisait plus rapidement et plus fortement la tension de surface à l'interface huile-eau que les autres types de protéine globulaire d'origine animale étudiées (sérum albumine bovine, protéines du lactosérum, lysozyme) ce qui lui conférait un indice d'activité émulsifiante relativement élevé (93 m<sup>2</sup> d'huile/g d'isolat) par rapport aux valeurs obtenues dans les autres études (Tableau 14). Cependant sa faible charge de surface limitait sa capacité à stabiliser l'émulsion par rapport aux protéines animales. Les isolats protéiques de légumineuse présentent des indices d'activité et de stabilité moussante relativement élevés (Tableau 14). Alamanou & Doxastakis (1997) ont ainsi montré que les isolats protéiques de légumineuse riches en albumines présentaient des propriétés moussantes équivalentes à celles du blanc d'œuf. Les protéines du gluten de blé ne présentent ni d'activité ni stabilité émulsifiante. Elles présentent cependant des indices d'activité et de stabilité moussante faibles à moyens (Tableau 14).

## II. ÉTAT DE L'ART

Tableau 14 – Indices d'activité et de stabilité émulsifiantes et moussantes d'isolats protéiques de légumineuse et de blé

Isolat protéique (précipitation isoélectrique)	Indice d'activité émulsifiante (m <sup>2</sup> d'huile/g d'isolat)	Indice de stabilité émulsifiante (min)	Indice d'activité moussante (% de gain de volume /volume initial)	Indice de stabilité moussante (% de volume à 30 min /volume initial)
Pois (1-10)	17 ± 12	53 ± 37	88 ± 38	89 ± 10
Lentille (2, 4, 7, 11)	37 ± 43	50 ± 51	70 ± 11	86 ± 0
Pois chiche (2, 4, 5, 7, 12, 13)	25 ± 13	26 ± 23	50 ± 20	84 ± 15
Soja (3, 5, 7, 14-16)	30 ± 16	43 ± 38	58 ± 33	91 ± nd
Gluten de blé (17)	5 ± nd	9 ± 2	29 ± nd	40 ± nd

Sources : (1) Agboola et al. (2010) ; (2) Boye et al. (2010) ; (3) Fernández-Quintela et al. (1997) ; (4) Toews & Wang (2013) ; (5) Withana-Gamage et al. (2011) ; (6) Butt & Batool (2010) ; (7) Karaca et al. (2011) ; (8) Shevkani et al. (2015) ; (9) Adebisi & Aluko (2011) ; (10) Sun & Arntfield (2010) ; (11) Joshi et al. (2012) ; (12) Paredes-Lopez et al. (1991) ; (13) Kaur & Singh (2007a) ; (14) L'Hocine et al. (2006) ; (15) Chove et al. (2007) ; (16) Aluko, Mofolasayo, & Watts (2009) ; (17) J. Wang, Zhao, Yang, & Jiang (2006).

Méthodes : activité et stabilité émulsifiantes d'après Pearce & Kinsella (1978) ; activité moussante d'après Waniska & Kinsella (1979) ; stabilité moussante d'après Lin, Humbert, & Sosulski (1974).

Les **protéines de l'œuf** représentent 2% de la phase continue de la pâte (Figure 13). Le blanc d'œuf est constitué de protéines de type globulaire parmi lesquelles l'ovalbumine (54%, 45 kDa), l'ovotransferrine (12%, 78 kDa) et l'ovomucoïde (11%, 28 kDa) (Mine, 2008). Ces protéines comportent de nombreux ponts disulfure et résidus soufrés. Le jaune d'œuf est composé de lipoprotéines de faible ou haute densité. Les lipoprotéines de faible densité sont des particules sphériques de 3300 à 10300 kDa composées de cholestérol en leur centre et de lipoprotéines et de phospholipides à leur périphérie (Mine, 2008). Les lipoprotéines de haute densité sont des protéines globulaires de 400 kDa. Étant apportées au sein d'une phase liquide, les protéines de l'œuf sont d'emblée solubilisées et prêtes à être fonctionnalisées. Tout comme les protéines de la farine, leur présence apporte de la **viscosité à la phase continue**. Par ailleurs, ces protéines présentent de **très bonnes propriétés tensioactives**. Les protéines globulaires du blanc d'œuf sont amphiphiles et possèdent des propriétés moussantes. Elles se déploient aux interfaces de façon à exposer leurs régions hydrophiles au contact de l'eau et leurs régions hydrophobes au contact de l'air, ce qui forme un film viscoélastique autour des bulles. Les lipoprotéines de faible densité du jaune d'œuf possèdent des propriétés émulsifiantes : elles se dissocient au contact de l'interface huile-eau et contribuent à la stabiliser grâce au réarrangement de leurs composants (Mine, 1998). Le jaune d'œuf contient par ailleurs des phospholipides libres, en plus de ceux contenus dans les lipoprotéines de faible densité, qui présentent de bonnes propriétés émulsifiantes. La forme majoritaire de phospholipide est la lécithine (Mine, 2008). Tout comme les protéines, les lipides de l'œuf représentent 2% de la phase continue.

**Deux autres sources d'espèces tensioactives** peuvent être citées : l'émulsifiant (2%) et les lipides de la farine (1% dans le cas d'une recette 100% blé). Les émulsifiants sont des molécules amphiphiles composées d'un alcool ou polyol hydrophile et d'un acide gras hydrophobe qui sont en mesure de stabiliser les interfaces air-eau ou eau-huile. Les émulsifiants les plus courants sont les mono et diglycérides d'acides gras (E471, E472), les esters de polyglycérol (E475) ou de propylène glycol (E477). Les lipides de la farine sont composés majoritairement de triglycérides. En cas d'entreposage prolongé de la farine à température ambiante, un vieillissement de la farine peut entraîner la libération d'acides gras libres par lipolyse. Ces acides gras libres ont des propriétés émulsifiantes qui sont susceptibles de modifier l'équilibre des tensions de surface au sein de la pâte et la structure alvéolaire finale des cakes (Dewaest, Villemejjane, Berland, Neron, et al., 2017). Ceci n'a cependant été montré que dans le cas de la farine de blé.

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

La composition de la phase continue implique donc la présence d'une **diversité d'espèces tensio-actives** parmi lesquelles des protéines globulaires (blanc d'œuf, jaune d'œuf, légumineuse), des lipides (phospholipides du jaune d'œuf, acides gras de la farine) et d'autres types de molécules amphiphiles telles que les émulsifiants. Ces molécules varient en taille, en structure et conformation, en mécanisme de stabilisation des interfaces et en affinité pour les interfaces air-eau et huile-eau. Les protéines globulaires ont un poids moléculaire plus élevé que les lipides. Elles migrent aux interfaces plus lentement et les stabilisent par la formation d'un film viscoélastique épais avec liaisons (hydrogène, interactions électrostatiques et hydrophobes) qui nécessite le dépliement de leur structure tertiaire et secondaire. Les lipides migrent aux interfaces très rapidement et sont en mesure de les stabiliser de façon très réactive (notamment par l'effet Gibbs-Marangoni). Ces comportements à l'interface peuvent cependant rentrer en interférence, et les lipides sont à même de déplacer les protéines de l'interface (Sahi & Alava, 2003). Allais et al. (2006) expliquent ainsi que la capacité moussante de l'œuf entier est réduite jusqu'aux deux tiers par rapport à la capacité du blanc d'œuf en raison de la présence simultanée de protéines et de lipides. Il y a donc des **phénomènes de compétition aux interfaces**.

La phase continue se compose enfin d'un ensemble d'ingrédients regroupés sous l'appellation « poudres solubles » en Figure 13 en raison de leur état pulvérulent au moment de leur incorporation. Il s'agit du sucre, des poudres levantes et du sel (et du sirop de glucose et du glycérol si on les considère en base sèche). Ces ingrédients représentent 43% de la phase continue soit la même quantité que l'eau disponible. Le sucre, ou saccharose, représente 18% de la masse de la phase continue (Figure 13). Par sa dissolution, le sucre **augmente la viscosité de la phase continue** (Hoseney & Delcour, 2010; Liang & Tang, 2013; Yang & Foegeding, 2010). Il fait partie des agents sucrants de la formule au même titre que le sirop de glucose et le glycérol. Le sirop de glucose, considéré en base sèche, représente 14% de la masse de la phase continue soit une quantité quasiment équivalente au sucre. Le glycérol (9%) n'est pas un sucre mais un polyol. Il est fortement hygroscopique. Avec des valeurs de solubilité comprises entre 0,9 kg/L pour le glucose et 2 kg/L pour le saccharose, la présence de ces poudres en de telles proportions implique une relative compétition pour l'accès à l'eau avec les autres composés hydrophiles de la pâte que sont les protéines de la farine, les fibres de la farine et les grains d'amidon. Le Tableau 15 présente la capacité d'absorption d'eau des différents composants de la farine de blé mesurée par Bushuk et al. (1966).

Tableau 15 – Capacité d'absorption d'eau comparée des différents composants de la farine de blé, d'après Bushuk et al. (1966)

Composant de la farine de blé	Capacité d'absorption d'eau (g d'eau/g de matière sèche de composant)
Protéines du gluten	2,2 → cf. Tableau 13 pour d'autres types de protéines
Grains d'amidon natifs	0,4
Grains d'amidon endommagés	2,0
Fibres : pentosanes	15

L'ordre d'accès à l'eau entre les différents composés viscosifiants (poudres solubles, protéines et fibres de la farine) peut ainsi impacter la résultante en terme de **viscosité de la phase continue**.



## II. ÉTAT DE L'ART

### 2.1.2.2 Phases dispersées

#### 2.1.2.2.1 Phase gazeuse

L'introduction d'air au cours du battage est un phénomène dynamique (Massey et al., 2001) : à chaque instant la quantité d'air au sein de la pâte est la résultante de l'incorporation et de la perte d'air. Massey et al. (2001) ont montré que l'évolution de la **quantité d'air** et de la **distribution de taille des bulles** suivait une dynamique générique qui avait déjà pu être observée par Cauvain & Cyster (1996). Cette dynamique dépend à la fois de la durée et de la vitesse de battage ; elle est schématisée en Figure 16.

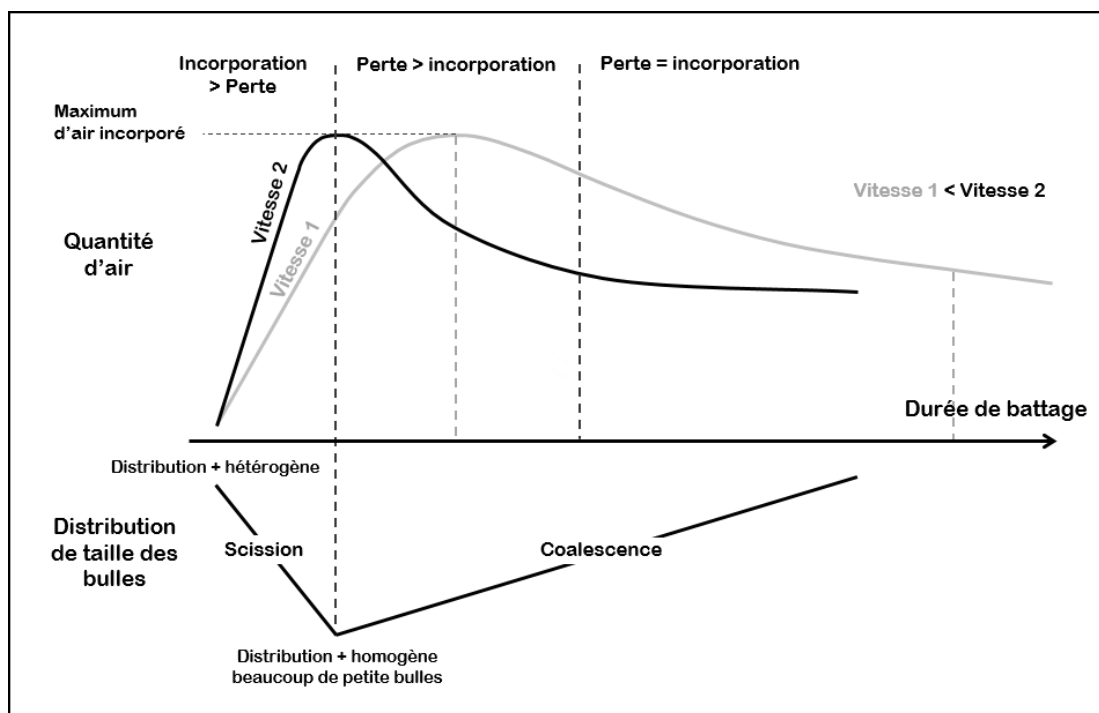


Figure 16 – Dynamique d'évolution de la quantité d'air incorporée et de la distribution de taille des bulles au cours du battage d'après Massey et al. (2001)

Durant la première phase de battage la quantité d'air incorporée augmente fortement pour atteindre un maximum. Ce maximum ne dépend pas de la vitesse de battage, il correspond à un potentiel d'air incorporé défini par la formule et la géométrie du batteur, qui est atteint plus ou moins vite selon la vitesse adoptée. Pendant cette phase de forte incorporation d'air, la turbulence créée par l'action du fouet provoque la scission des bulles et la migration des tensioactifs aux interfaces pour les stabiliser (Massey et al., 2001). La distribution de taille des bulles, à l'origine hétérogène, s'homogénéise de plus en plus jusqu'au moment où l'optimum d'incorporation d'air est atteint. La pâte est alors composée d'un grand nombre de petites bulles de taille régulière. Passé cet optimum, le confinement des bulles et la turbulence mènent à des phénomènes de coalescence causant la perte d'air par dégazage. La quantité d'air présente dans la pâte diminue alors progressivement et la taille des bulles augmente. La coalescence est l'un des trois phénomènes de déstabilisation de la mousse avec le drainage et le mûrissement d'Ostwald (Allais et al., 2006). La coalescence dépend de la résistance à la rupture des films, qui diminue avec une augmentation de la tension superficielle ou une diminution de la taille des bulles. Le drainage correspond à la perte du liquide formant les films interfaciaux. Le mûrissement d'Ostwald correspond à la diffusion de gaz de petites bulles à de grandes bulles. En raison de la fraction volumique d'air relativement faible par rapport à certaines mousses dites « pures », de la viscosité de la phase continue et des pas de temps relativement courts durant le battage et la cuisson, les phénomènes de drainage et de mûrissement d'Ostwald sont limités par rapport à celui de coalescence (Allais et al., 2006; Campbell & Mougeot, 1999). Enfin, si le battage est prolongé la quantité d'air incorporée atteint un plateau pour lequel l'introduction d'air équivaut à la perte. La taille des bulles a cependant tendance à continuer à augmenter

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

---

au cours du battage. La vitesse de battage n'a pas d'impact en soi sur la quantité d'air incorporée ni sur la distribution de taille des bulles. C'est un facteur permettant seulement d'accélérer ou de ralentir la dynamique imposée par la durée de battage. La combinaison des deux facteurs permet ainsi d'obtenir des « stades d'évolution » dans la dynamique équivalents pour des durées de battage différentes, ce qui correspond à des temps de contact différents entre les composants viscosifiants et l'eau, et donc à des viscosités de pâte différentes.

Les gammes de fraction volumique mesurées dans des pâtes à gâteau 100% blé sont de 20 à 55% dans une formule de *sponge cake* par Massey et al. (2001) (équivalent en masse volumique 0,54-0,96 g.cm<sup>-3</sup> pour une densité de phase continue de 1,20 g.cm<sup>-3</sup>), 25 à 45% dans une formule de *layer cake* par Chesterton et al. (2011) (équivalent 0,66-0,90 g.cm<sup>-3</sup>) et 0,85 à 1,10 g.cm<sup>-3</sup> dans une formule de boudoir par Allais et al. (2006). La taille des bulles incorporées varie entre 20 et 50 µm pour Massey et al. (2001) et 25 et 50 µm pour Allais et al. (2006).

Les autres ingrédients de la formule sont à même de modifier la quantité d'air incorporée dans la pâte. Il a été montré que la présence de sucre réduisait la capacité moussante bien qu'augmentant la stabilité moussante par une augmentation de la viscosité de la phase continue (Liang & Tang, 2013; Yang & Foegeding, 2010). La présence d'huile liquide, pour les raisons de compétition aux interfaces évoquées précédemment, réduit aussi la capacité moussante. La préparation de la pâte est généralement réalisée de façon à ce que les interfaces air-eau et huile-eau soient stabilisées indépendamment sans contact direct l'une avec l'autre. Cependant, Vaisey-Genser, Ylimaki & Johnston (1987) ont prouvé que l'utilisation d'huile en combinaison avec des émulsifiants permettait de produire des *layer cakes* de qualité équivalente à ceux produits par crémage d'une matière grasse concrète.

### 2.1.2.2.2 Phase grasse

Les matières grasses sont principalement composées d'acides gras (97-99%) libres ou organisés en triglycérides (assemblage de trois acides gras et d'une molécule de glycérol). Il existe une diversité d'acides gras variant selon la longueur de leur chaîne carbonée et leur degré d'insaturation. Ces propriétés confèrent aux acides gras un point de fusion plus ou moins élevé (augmentation du point de fusion avec la longueur de chaîne et le degré d'insaturation) et distinguent les matières grasses concrètes des huiles.

Contrairement à la phase gazeuse, la répartition de la phase grasse au cours du battage a été peu étudiée pour les gâteaux moelleux. Étant donné que la matière grasse représente 10 à 25 % des formules de gâteaux moelleux (Tableau 11), en considérant une huile de densité 0,9 g.cm<sup>-3</sup>, cette phase équivaldrait à une fraction volumique de 10 à 30% de la phase continue. La présence de matière grasse **diminue la viscosité de la pâte** (Sakiyan, Sumnu, Sahin, & Bayram, 2004). Peu d'informations sont disponibles quant aux gammes de taille des globules gras obtenues lors du battage. Globalement, comme les bulles d'air, les globules gras sont soumis aux mécanismes de scission et déstabilisation par coalescence. Leur stabilité au sein de la pâte est également régie par la loi de Stokes (susceptibilité au crémage).

### 2.1.2.2.3 Suspension de grains d'amidon

La structure et la composition des grains d'amidon de blé et de légumineuse ont été présentées au paragraphe II.1.4.2. Mis au contact de l'eau, les grains d'amidon natifs s'hydratent en absorbant environ 0,4 g d'eau/g de matière sèche (Bushuk, 1966). Cette absorption d'eau entraîne le passage de la transition vitreuse des zones amorphes de la structure semi-cristalline du grain d'amidon (chaînes d'amylose et zones de jonction des amylopectines). Concernant la transition vitreuse des amidons de légumineuse, seule une étude par Pelgrom, Schutyser, et al. (2013) fournit une estimation de la température de transition vitreuse de l'amidon de pois sur une gamme de teneur en eau comprise entre 10 et 16 % d'eau (base humide). Ces données ont été comparées à la gamme de Tg de l'amidon de blé synthétisée par Cuq et al. (2003) à partir de trois études. La comparaison, disponible en Figure 17, indique que les températures de transition vitreuse des amidons de blé et de pois sont du même ordre de grandeur, c'est-à-dire comprises entre -20°C pour 40 % d'eau et 210°C en absence d'eau.

## II. ÉTAT DE L'ART

Par conséquent, à la température de formation de la pâte, c'est-à-dire à température ambiante, le passage de la  $T_g$  des grains d'amidon (non endommagés) ne change pas leurs propriétés mécaniques et à peine leur volume de par leur faible absorption d'eau (Tableau 15). Ils demeurent des particules rigides et denses dispersées dans la pâte. Concernant l'amidon endommagé, aucune information n'est disponible à notre connaissance dans la littérature sur le devenir des chaînes d'amylose et d'amylopectine rendues accessibles, à température ambiante lors du battage. Ces chaînes pourraient être partiellement solubilisées dans la phase continue aqueuse de la pâte.

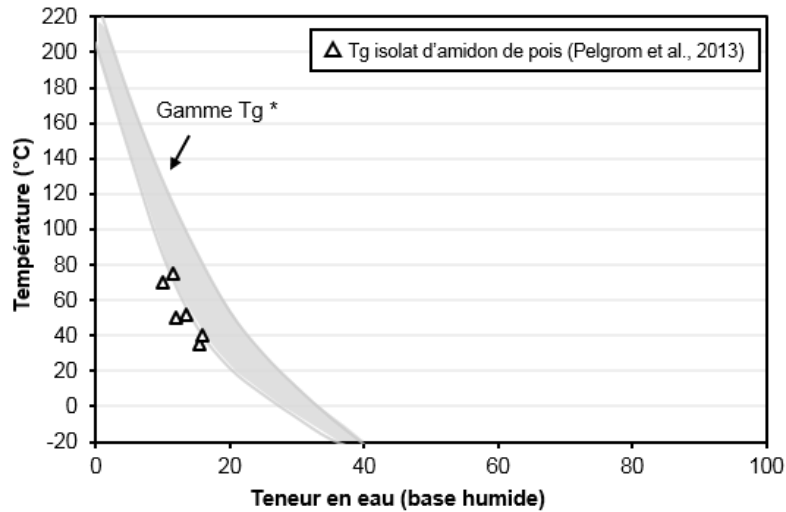


Figure 17 – Comparaison des températures de transition vitreuse ( $T_g$ ) des amidons de blé et de pois

\* Gamme de  $T_g$  de l'amidon de blé adapté de Cuq et al. (2003).

La stabilité de la répartition des grains d'amidon au sein de la pâte est également régie par la loi de Stokes. Du fait de leur grande densité les grains d'amidon sont susceptibles de sédimenter si la viscosité de la pâte est trop faible.

### 2.1.3 Bilan sur le battage

- Les protéines de blé sont majoritairement composées de gluténines et de gliadines insolubles dans l'eau et liées par des ponts disulfure inter ou intramoléculaires. Les protéines de légumineuse (pois) sont majoritairement composées de globulines solubles en solutions salines et d'albumines solubles dans l'eau, s'associant par des ponts disulfure intramoléculaires ou des liaisons faibles.
- Les températures de transition vitreuse des protéines et des amidons de blé et de légumineuse sont similaires (celles des protéines étant légèrement inférieures à celles des amidons pour une teneur en eau donnée). Ainsi les deux types de polymères des deux origines ne montrent pas de différence quant à leur comportement à l'hydratation du point de vue du passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique.
- Les capacités d'absorption d'eau des isolats protéiques de légumineuse et de blé sont équivalentes. Les grains d'amidon natifs et endommagés et les poudres solubles absorbent une quantité d'eau inférieure ou égale à celle absorbée par les protéines. Les fibres absorbent environ 7 fois plus d'eau que les protéines (pour le blé). L'ensemble contribue à augmenter la viscosité de la phase continue. On peut supposer une compétition pour l'accès à l'eau dans laquelle l'ordre d'incorporation des ingrédients aurait une importance.
- Les isolats protéiques de légumineuse présentent de bonnes propriétés moussantes ( $\approx$  blanc d'œuf) mais des propriétés émulsifiantes modérées ( $<$  jaune d'œuf). Les isolats de gluten de blé présentent des propriétés moussantes et des propriétés émulsifiantes très faibles. Dans une pâte à gâteau, il y a compétition entre les différentes espèces tensio-actives aux interfaces.
- Lors du battage la dynamique d'introduction d'air connaît un optimum en termes de quantité d'air incorporée et de taille de bulles. Cet optimum dépend de la durée de battage mais pas de la vitesse. La vitesse de battage permet d'accélérer ou de ralentir la dynamique par rapport au temps de contact entre l'eau et les composants viscosifiants.
- Il existe des interactions entre les ingrédients pour la formation et la stabilisation des interfaces. L'huile notamment est connue pour réduire la capacité moussante au sein d'un mélange.

### 2.2 Cuisson

La cuisson permet de transformer la pâte fluide, émulsion huile-dans-eau aérée, en un cake se définissant comme une **mousse solide** composée à l'échelle macroscopique de deux compartiments de structure : une mie souple et humide comportant une structure alvéolaire au degré d'ouverture variable, entourée d'une croûte brune dont l'épaisseur et le degré de cuisson (couleur et intensité aromatique par les réactions de Maillard et de caramélisation) varient selon les paramètres de cuisson (barème temps/température, intensité de la convection).

La teneur en eau finale classique d'un gâteau moelleux varie entre 18 et 28 % w/w (Wilderjans, Luyts, Brijs, & Delcour, 2013). Cette teneur est le produit d'un équilibre entre la teneur en eau de la croûte et celle de la mie lors du stockage en conditions hermétiques. La teneur en eau de la croûte diminue fortement lors de la cuisson contrairement à celle de la mie qui diminue très peu par rapport à la teneur en eau initiale de la pâte estimée à 30% w/w pour des formules de layer cake ou de cake industrielle française (Tableau 12). La perte en eau globale lors de la cuisson est estimée comme étant comprise entre 5 et 10 % w/w (Baik, Sablani, Marcotte, & Castaigne, 1999; Sato, Matsumura, & Shibukawa, 1987).

Du fait d'une bibliographie quantitativement plus importante, la plupart des informations de cette partie proviennent d'études sur le pain, à propos des thèmes suivants : transferts de chaleur et de matière (notamment le mécanisme d'évapo-condensation-diffusion), contribution des différents moteurs d'expansion, évolution de la structure alvéolaire et de l'agrégation protéique. Néanmoins, il existe quelques publications sur les gâteaux moelleux sur les thèmes suivants : cinétique d'évolution de la température du produit (Fehaili, Courel, Rega, & Giampaoli, 2010), transferts de chaleur et de matière (Lostie, Peczalski, Andrieu, & Laurent, 2002) et évolution de l'agrégation protéique (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017; Wilderjans et al., 2008).

#### 2.2.1 Phénomènes thermiques et transformations physiques à l'échelle du cake

##### 2.2.1.1 Transferts thermiques subis

Trois types de transfert thermique surviennent lors de la cuisson (Sakin, Kaymak-Ertekin, & Ilicali, 2007). Elles sont illustrées en Figure 18 :

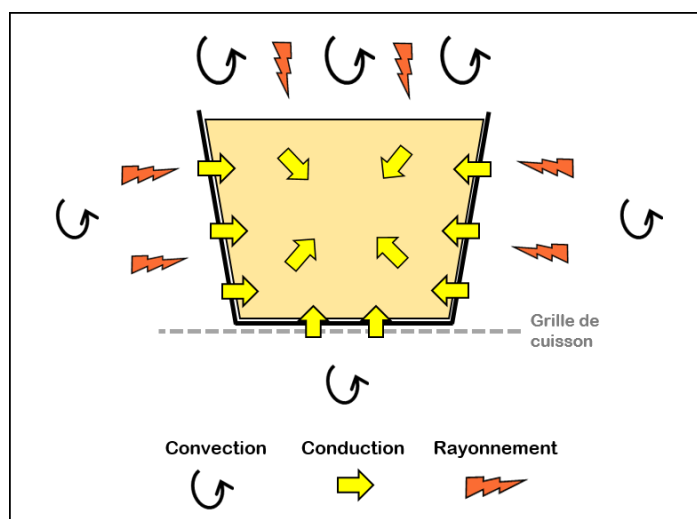


Figure 18 – Représentation des trois types de transfert thermique survenant lors de la cuisson, d'après Sakin et al. (2007)

- **transfert par convection** : il s'effectue par mouvement de l'air contre la surface supérieure du produit, et contre les parois inférieure et latérales du moule de cuisson si la grille de cuisson et l'écartement des moules permettent le passage de l'air. Le phénomène de convection intervient de façon naturelle mais peut également être forcé par la présence d'un ventilateur au sein du four. L'intensité du transfert est régie par la surface d'échange et l'écart de température entre l'air et le produit, ainsi que par le coefficient de convection de l'air (influencé par la vitesse de rotation du ventilateur dans le cas d'une convection forcée).

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

- **transfert par conduction** : il s'effectue par contact entre la grille de cuisson et la paroi inférieure du moule de cuisson, entre les parois inférieure et latérales du moule de cuisson et le produit, ainsi qu'au sein du produit (Figure 18). L'intensité du transfert est régie par la surface d'échange et l'écart de température entre les différentes zones, ainsi que par la conductivité thermique et l'épaisseur des matériaux qui les composent.

- **transfert par rayonnement** : il correspond à la diffusion d'ondes électromagnétiques (essentiellement dans le domaine infrarouge) par les parois du four en direction de la surface supérieure du produit et des parois latérales du moule. L'intensité du transfert dépend de l'émissivité du matériau source et de sa température.

Ces trois types de transfert contribuent différemment à la transformation du produit au cours de la cuisson. Les transferts par convection et rayonnement s'apparentent plutôt à des traitements de surface tandis que le transfert par conduction permet la montée en température au sein du produit. Sato et al. (1987) ont étudié les effets respectifs d'une variation de la température de l'air et de la vitesse de ventilation au sein d'un four à convection forcée sur la perte en eau au cours de la cuisson, le volume, la forme du dôme, la couleur de la croûte et la fermeté de la mie de *sponge cake*. La perte en eau au cours de la cuisson était impactée par la température et la vitesse de ventilation. Le volume et la forme du dôme des *sponge cake* augmentaient principalement avec une augmentation de la température. La couleur de la surface augmentait de façon linéaire avec la température et de façon quadratique avec la vitesse de ventilation.

### 2.2.1.2 Cinétique d'évolution de la température du produit

Les cinétiques d'évolution de la température à la surface et au cœur du cake ont été schématisées en Figure 19. Elles ont été adaptées à partir des données de Fehaili et al. (2010) sur la cuisson de *sponge cake* à 170°C, confirmées par celles de Lostie et al. (2002) (cuisson de *sponge cake* à 200°C) et de Baik et al. (1999) (cuisson de *cup cake* à 177°C).

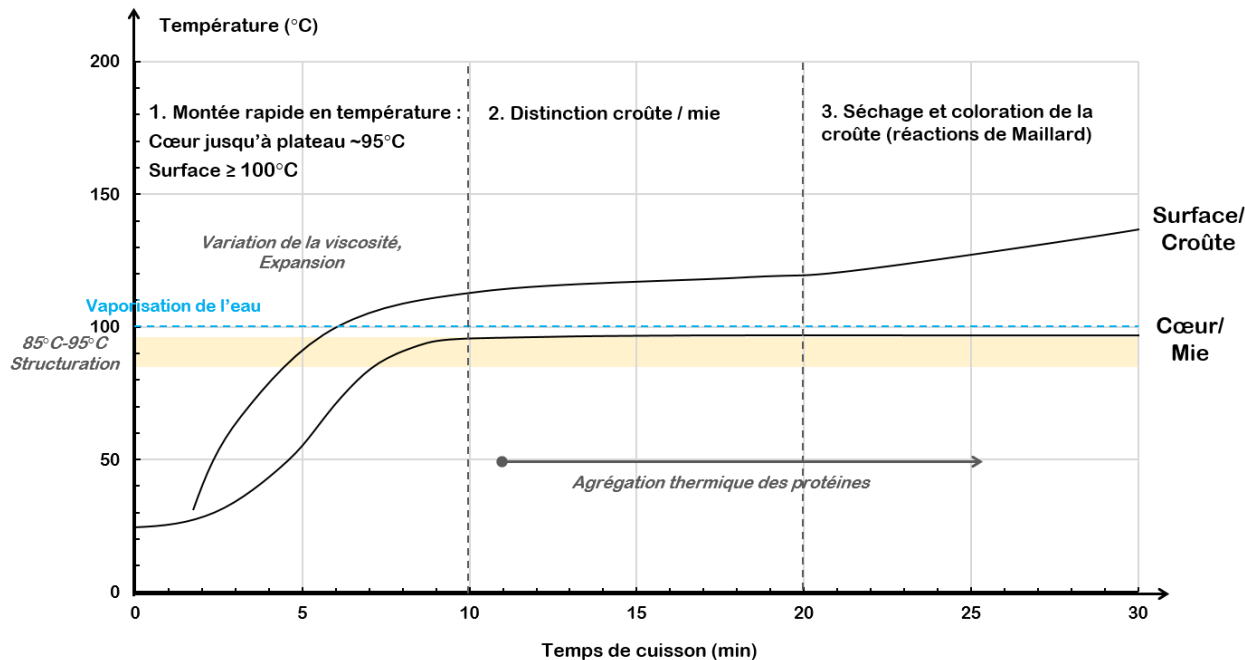


Figure 19 – Cinétique d'évolution de la température à la surface et à cœur du produit lors de la cuisson pour une température de four de 170°C, d'après Fehaili et al. (2010), Lostie et al. (2002), et Baik et al. (1999).

## II. ÉTAT DE L'ART

---

La combinaison des cinétiques d'évolution de la température à la surface et au cœur du produit peut se décrire en trois phases (Figure 19). Ces cinétiques sont reliées de manière intrinsèque aux transferts de chaleur et d'eau au sein du produit. Ceux-ci sont commentés en parallèle et schématisés en Figure 20.

La **première phase** de cuisson dure entre 5 et 12 minutes (Baik et al., 1999; Fehaili et al., 2010). Elle est le siège de multiples phénomènes (Lostie et al., 2002; Lucas et al., 2015; Wagner, Lucas, Le Ray, & Trystram, 2007; Wagner, Quellec, Trystram, & Lucas, 2008) :

- **Initiation des transferts à la surface** : les phénomènes de convection et de rayonnement chauffent la surface. Un front d'évaporation d'eau se met en place entre la surface et l'atmosphère du four. La surface monte rapidement en température (Figure 19).
- **Propagation des transferts vers le centre** : un gradient de température se met en place de l'extérieur vers le centre du produit, de par la montée en température de la surface et des parois (paroi inférieure par conduction, parois latérales par rayonnement). La présence de ce gradient de température a de multiples conséquences (Figure 20) :
  - Mise en place d'un transfert de chaleur vers le centre par conduction.
  - Mise en place d'un transfert d'eau du centre vers la surface par diffusion dans la phase continue liquide.
  - Mise en place d'un transfert d'eau en sens opposé -de la surface vers le centre- par le mécanisme d'**évapo-condensation-diffusion**. Ce transfert est lié à la présence d'un gradient de pression partielle de vapeur d'eau, via la pression de vapeur d'eau saturante, qui est plus faible au centre. Le mécanisme est le suivant (Wagner et al., 2007) : l'eau migre dans le sens opposé du gradient de température. Présente dans la phase continue liquide, elle s'évapore au contact de la paroi chaude d'une bulle -orientée vers l'extérieur- et migre sous forme de vapeur jusqu'à sa paroi froide -orientée vers l'intérieur- où elle se condense. Elle est ensuite transportée dans la phase continue liquide par diffusion jusqu'à la bulle suivante. Ce mécanisme contribue au transfert de chaleur vers le centre.
- **Diminution de la viscosité** de la pâte : elle a été observée pour des températures de pâte comprises entre 35°C et 44°C (Bell, Berger, Russo, White, & Weathers, 1975), 20°C et 50°C (Gaines & Donelson, 1982) ou 25°C et 40°C (Wilderjans et al., 2008). Elle peut être associée au phénomène de fusion des matières grasses concrètes mais s'explique plus généralement par l'augmentation de l'agitation thermique au sein des composants de la pâte.
- **Evolution de la structure alvéolaire** (Figure 20) : la montée en température progressive du cœur du produit entraîne la **croissance progressive des bulles**. Elle démarre en périphérie puis progresse vers l'intérieur. Les mécanismes d'expansion sont détaillés en II.2.2.1.3.1. La croissance des bulles s'accompagne d'une **ouverture de la structure alvéolaire**.
- L'ouverture de la structure entraîne la modification des transferts d'eau du centre vers la surface : les transferts par diffusion en phase liquide sont remplacés par des transferts par diffusion et convection en phase gazeuse (Figure 20).
- **Structuration** : la surface atteint la **plage de température de structuration** (85-95°C) rapidement puis dépasse les 100°C. Le cœur du produit atteint la plage de température de structuration en fin de première phase de cuisson, puis se maintient à 100°C (ou juste en-deçà) car sa montée en température est limitée par sa forte teneur en eau. Les mécanismes de structuration sont détaillés en II.2.2.1.3.2. Ils comprennent la dénaturation des protéines et la gélatinisation de l'amidon.
- **Formation progressive de la croûte** : l'évaporation d'eau à la surface prédomine sur la diffusion de l'eau depuis le centre ce qui entraîne le séchage de la surface. La surface devient une croûte, un « mur poreux » limitant les échanges de matière et de chaleur entre l'atmosphère du four et l'intérieur du cake (Lostie et al., 2002).

La **distinction entre la croûte et la mie** marque la transition vers la **seconde phase** de cuisson. À partir de ce moment la température et la teneur en eau au sein de la mie sont relativement homogènes et les gradients associés diminuent donc. La pression au sein de la mie diminue également et un certain affaissement du cake est observé (Figure 20). Les transferts d'eau résiduels ont lieu par convection en phase gazeuse dans la structure ouverte. La présence de la croûte oppose une résistance au transfert d'eau et de chaleur par convection ; c'est la conduction qui contrôle alors ces transferts à travers son épaisseur. La température de la croûte continue à augmenter très progressivement (Figure 19).

Enfin, lors de la **troisième phase** de cuisson, l'augmentation de la température de la croûte atteint un second régime avec une plus forte pente (Figure 19). Lors de cette phase la croûte finit de s'assécher et les températures atteintes favorisent les **réactions de Maillard** permettant la production de composés d'arômes et de couleur (Fehaili et al., 2010). Ces réactions mettent en jeu des sucres réducteurs ainsi que les fonctions amines des acides aminés constitutifs des protéines. Parmi les agents sucrants des formules de cake (sucre, sirop de glucose, glycérol), seul le sirop de glucose est réducteur en tant que monosaccharide. Le saccharose, en tant que disaccharide composé de glucose et de fructose, ne peut pas intervenir dans les réactions de Maillard. Le glycérol quant à lui n'est pas un sucre mais un polyol. Lorsque la température de consigne du four permet de dépasser une température d'environ 160°C dans la croûte, des **réactions de caramélisation** peuvent également entrer en jeu, contribuant au développement de couleur et de saveurs. Ces réactions n'impliquent que les sucres, mono- ou disaccharides.

Lors des deuxième et troisième phases de cuisson, la mie, isolée par la présence de la croûte, subit peu de variations de température ni de teneur en eau. Cependant le **mécanisme d'agrégation des protéines** consécutif à leur dénaturation lors de la phase de structuration contribue à renforcer sa structure (Figure 19). Il est détaillé en II.2.2.3.1.



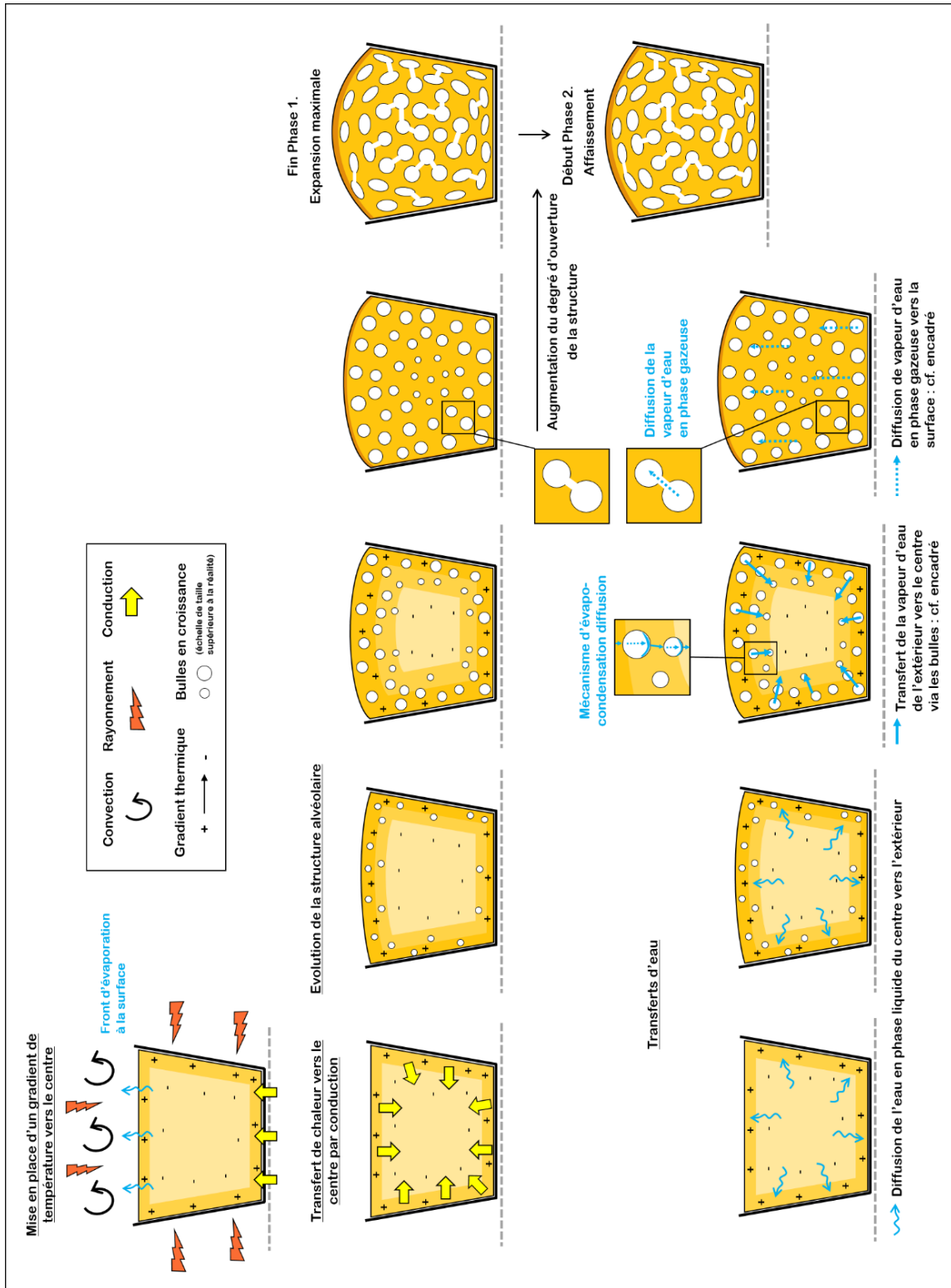


Figure 20 – Schéma des transferts de chaleur, des transferts d'eau et du mécanisme d'expansion ayant lieu de façon concomitante au sein du produit

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

### 2.2.1.3 Mécanismes physico-chimiques de la première phase de cuisson

La montée en température du produit (surface jusqu'au cœur) engendre la diminution de la viscosité de la pâte, l'expansion et la structuration du produit.

#### 2.2.1.3.1 Expansion et évolution de la structure alvéolaire

L'expansion de la pâte s'effectue à partir des bulles d'air incorporées lors du battage. La quantité d'air introduite et la distribution de taille des bulles déterminent donc le potentiel d'expansion de la pâte à la cuisson. Le Tableau 16 présente une comparaison des masses volumiques finales de pâte et de cake mesurées par différentes études pour des formules de *layer cake*, *sponge cake* ou *cup cake* 100% blé. Comparées aux gammes de masse volumique présentées en II.2.1.2.2.1 (0,66-0,90 g.cm<sup>-3</sup> pour les *layer cake* et 0,54-0,96 g.cm<sup>-3</sup> pour les *sponge cake*), les masses volumiques mesurées dans ces études sont respectivement plus élevées et plus faibles. Pour estimer le gain de volume lors de la cuisson le rapport de la masse volumique de la pâte sur celle du cake a été calculé et pondéré par un facteur 0,9 correspondant à une perte eau maximale de 10% lors de la cuisson (Baik et al., 1999; Sato et al., 1987). Le volume du produit serait en moyenne multiplié par 2,7 pour les formules de *layer cake* et celle de *cup cake* et par 1,5 pour les formules de *sponge cake*. D'après Bennion et al. (1997), le volume d'un *soft cake* au sens large augmenterait d'environ 3 fois et demi pendant la cuisson.

Tableau 16 – Masses volumiques de pâtes et cakes et rapport entre les deux variables pour différentes formules 100% blé

Formule	Référence	(1) Masse volumique pâte (g.cm <sup>-3</sup> )	(2) Masse volumique cake (g.cm <sup>-3</sup> )	(3) Gain de volume = 0,9 x $\frac{(1)}{(2)}$
Layer cake	Gómez et al. (2008)	1,05	0,46	2,1
	Gómez et al. (2012)	1,16	0,31	3,4
	Gularte et al. (2012)	1,00	0,37	2,4
	De la Hera et al. (2012)	0,99	0,31	2,9
Sponge cake	Gómez et al. (2008)	0,51	0,39	1,2
	Gómez et al. (2012)	0,47	0,23	1,8
	De la Hera et al. (2012)	0,39	0,24	1,5
autre	Baik et al. (1999) : cup cake	0,80	0,29	2,5

L'expansion est permise par l'action conjointe de plusieurs moteurs : la libération de CO<sub>2</sub> par la réaction des poudres levantes, l'évaporation de l'eau et la dilatation de l'ensemble des gaz. Dans le cas du pain, Bloksma (1986) a étudié l'évolution du volume relatif de la phase gazeuse au sein du pain et des différentes sources de pression au cours de la cuisson (Figure 21). Celles-ci sont la pression de vapeur d'eau saturante associée à l'évaporation de l'eau, la pression partielle de CO<sub>2</sub> générée par l'évaporation du CO<sub>2</sub> et la dilatation des gaz. L'évaporation d'eau débiterait dès 30°C et l'augmentation de la pression de vapeur d'eau saturante suivrait une tendance quadratique. L'évaporation du CO<sub>2</sub> dissous dans la pâte suite à la fermentation débiterait à 30°C également et engendrerait une augmentation de la pression partielle de CO<sub>2</sub> linéaire. L'expansion des gaz débiterait à 40°C et suivrait une tendance linéaire. L'augmentation du volume relatif de la phase gazeuse du produit qui en résulte adopterait une tendance intermédiaire et atteindrait la valeur finale de 3. Bien que non rigoureusement équivalente, l'augmentation du volume relatif de la phase gazeuse peut être assimilée à l'augmentation du volume total du produit lors de la cuisson. La valeur de 3 est proche des valeurs de facteur multiplicatif évoquées précédemment pour les cakes (2,7 pour les formules de *layer cake*).

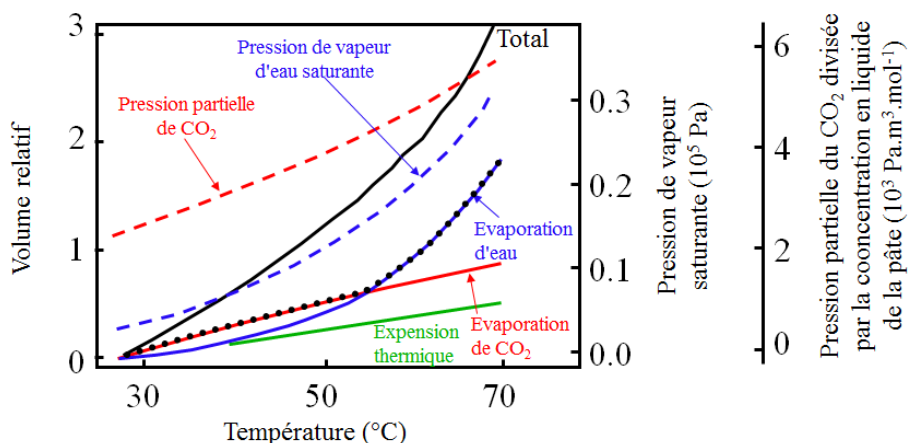


Figure 21 – Evolution du volume relatif de la phase gazeuse et des différentes sources de pression au sein du produit en fonction de la température lors de la cuisson du pain, d'après Bloksma (1986)

Dans le cas de la cuisson du cake, la principale différence réside dans la contribution du  $\text{CO}_2$ . Contrairement au pain, il n'y a pas de  $\text{CO}_2$  présent initialement dans la pâte. Celui-ci est produit par la réaction des poudres levantes à partir d'une température de  $35^\circ\text{C}$  (Shepherd & Yoell, 1974). Les poudres levantes se composent d'un agent levant alcalin et d'un agent levant acide agissant en synergie (Feillet, 2000). L'agent levant alcalin, généralement le bicarbonate de sodium, se décompose sous l'action de la chaleur pour former du dioxyde de carbone, de l'eau et un résidu alcalin. L'agent levant acide, généralement du pyrophosphate de sodium, permet de doubler la quantité de dioxyde de carbone et d'eau formés et de neutraliser le résidu alcalin pouvant contribuer à la formation d'arômes indésirables par saponification avec les acides gras présents dans la pâte (Feillet, 2000). Dans ce cas, l'augmentation de la pression partielle de  $\text{CO}_2$  associée à l'évaporation du  $\text{CO}_2$  suivrait plutôt une tendance sinusoïdale liée à l'avancement des réactions de décomposition des poudres levantes.

La Figure 22 est une représentation qualitative de ce que pourrait être la contribution des différents moteurs à l'augmentation du volume total d'un cake lors de la cuisson. D'après Shepherd & Yoell (1974), l'évaporation de l'eau comme celle du  $\text{CO}_2$  démarrerait à  $35^\circ\text{C}$  lors de la cuisson de cakes. D'après Bell et al. (1975), la dilatation des gaz débuterait également entre  $30^\circ\text{C}$  et  $40^\circ\text{C}$ . En conservant des tendances d'évolution pour l'évaporation de l'eau et l'expansion des gaz similaires à celles proposées par Bloksma (1986) pour le pain, il est possible de reconstituer un profil d'augmentation du volume total du cake à la cuisson en fonction de la température au sein du produit (Figure 22). D'après Lostie et al. (2002), le gain en volume du cake serait visible à partir de  $45^\circ\text{C}$ , et à partir de  $50$  à  $60^\circ\text{C}$  d'après Gaines & Donelson (1982). L'augmentation du volume total du cake résulterait donc de la combinaison des tendances d'évolution des pressions associées au  $\text{CO}_2$  et à la vapeur d'eau, pondérées par l'effet de la dilatation des gaz (Figure 22).

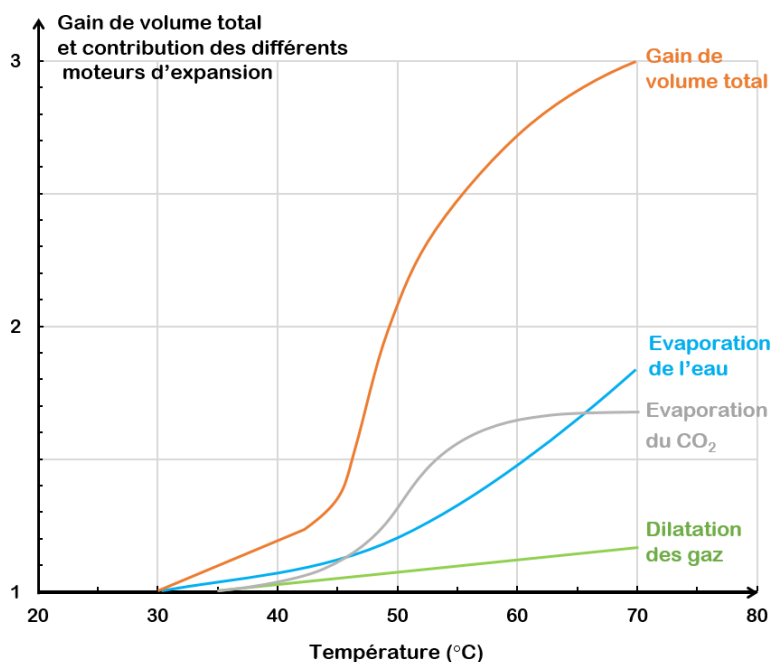


Figure 22 – Représentation qualitative de la contribution des différents moteurs d'expansion au gain de volume total d'un cake en fonction de la température lors de la cuisson, inspiré de Bloksma (1986)

A l'intérieur du cake en formation, l'expansion se traduit par **une évolution de la structure alvéolaire non homogène**. L'évolution de la structure alvéolaire au cours de la première phase de cuisson est représentée en Figure 20. Ces informations sont issues de l'étude de la croissance des alvéoles lors de la cuisson du pain par imagerie par résonance magnétique (Wagner et al., 2007, 2008). La taille des bulles représentée a été volontairement exagérée par rapport à leur taille réelle dans un cake (de plusieurs dizaines de microns à plusieurs millimètres) de façon à illustrer le phénomène. La mise en place d'un transfert de chaleur vers le centre par conduction entraîne l'expansion des bulles situées à la périphérie du produit (Figure 20). Les bulles des couches inférieures grossissent ensuite à leur tour de sorte qu'un décalage entre les cinétiques d'expansion des bulles s'opère en fonction de leur distance au centre. En grossissant les unes à proximité des autres les bulles rentrent en contact et fusionnent plus ou moins selon la résistance à la rupture du film de pâte (ou des « interfaces ») qui les sépare, ce qui produit une ouverture de la structure (Figure 20). Pendant que les bulles des couches les plus centrales finissent de grandir, la croûte se forme et devient une contrainte physique partielle à l'expansion. Les bulles centrales en grossissant compriment donc les bulles périphériques et l'on obtient en fin de première phase de cuisson une structure alvéolaire hétérogène faite d'alvéoles comprimées à la périphérie et d'alvéoles intactes au centre. En parallèle de l'expansion des bulles s'opère une **augmentation du degré d'ouverture de la structure** (Figure 20) (Lostie et al., 2002).

### 2.2.1.3.2 Structuration

La fin de la première phase de cuisson est marquée par la **structuration** du cœur du produit donnant lieu à la formation de la mie entourée de la croûte déjà structurée. La structuration se traduit par une **augmentation de la viscosité** due à la **dénaturation thermique des protéines**, à la **gélatinisation de l'amidon** et à la **diminution de la quantité d'eau libre au sein de la phase continue**. La structuration de formules de *soft cake* a été observée entre 85°C et 95°C par Bell et al. (1975) et Wilderjans et al. (2008), à partir de 90°C par Gaines & Donelson (1982) ou à 95°C par Donovan (1977). Nous retiendrons donc une plage de température de 85°C à 95°C.



## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

La **gélatinisation de l'amidon** est la résultante de la fusion de ses cristallites (zones cristallines). L'hydratation des grains d'amidon lors du battage a entraîné le passage de la transition vitreuse. La plasticisation des zones amorphes de l'amidon (chaînes d'amylose et chaînes d'amylopectine intercristallines) permet la diffusion de l'eau jusqu'aux zones cristallines constituées des ramifications d'amylopectine. L'hydratation des zones cristallines entraîne leur fusion par transition solide-liquide. La fusion des cristallites de l'amidon est une transition thermique étudiée au même titre que la transition vitreuse. L'évolution de la **température de fusion (Tm)** en fonction de la teneur en eau a été étudiée de façon fine en prenant pour modèle l'amidon de blé (Condé-Petit, 2001; Vanin, Lucas, & Trystram, 2009). Il s'agit d'un **processus composé de plusieurs transitions** : la fusion rapide d'une partie des cristaux à la température Tm1, la fusion lente des cristaux résiduels à la température Tm2 et la fusion des complexes amylose-lipides à la température Tm3. Les transitions Tm1 et Tm2 n'interviennent pas sur les mêmes plages de teneur en eau (Condé-Petit, 2001; Roos & Drusch, 2016). Les gammes de Tm de l'amidon de blé synthétisées par Vanin et al. (2009) à partir de six études sont présentées en Figure 24. La transition Tm2 intervient seule en dessous de 35% d'eau (base humide). Généralement la transition Tm1 est décrite comme intervenant seule au-dessus de 60% d'eau et les deux transitions Tm1 et Tm2 de façon concomitante entre 35% et 60% d'eau. Ici la synthèse des données par Vanin et al. (2009) intègre les résultats d'une étude par Eliasson et al. (1980) qui comporte des valeurs de Tm1 pour des teneurs en eau supérieures à 60%. La Tm1 reste constante à une valeur comprise entre 50 et 60°C sur toute sa plage de variation. La Tm2 avoisine les 70°C aux plus fortes teneurs en eau puis augmente à mesure que la teneur en eau diminue pour atteindre 140°C à 20% d'eau. La Tm3 varie entre 100°C à 80% d'eau et 130°C à 35% d'eau (Figure 24).

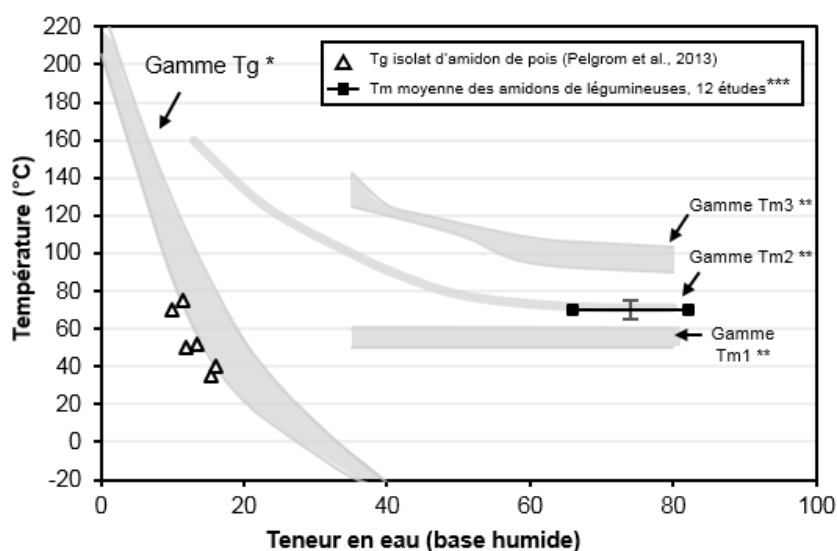


Figure 24 – Comparaison des températures de gélatinisation des amidons de blé (Tm1, Tm2, Tm3) et de légumineuse (Tm1)

\* Gamme de Tg de l'amidon de blé adapté de Cuq et al. (2003).

\*\* Gammes de Tm1, Tm2, Tm3 de l'amidon de blé adapté de Vanin et al. (2009).

\*\*\* Tm1 moyenne des amidons de légumineuse ( $Tm1 = 70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ). Sources : Chung et al. (2008); Hoover & Ratnayake (2002); Huang et al. (2007); Kaur & Singh (2007b); Kaur et al. (2010); Miao et al. (2009); Ratnayake et al. (2001); Sandhu & Lim (2008); N. Singh et al. (2004); Sosulski et al. (1985); S. Wang et al. (2011); Zhou et al. (2004).

## II. ÉTAT DE L'ART

---

La fusion des cristallites en dessous de 60% d'eau entraîne une disparition irréversible de la cristallinité native de l'amidon sans que la structure granulaire ne soit affectée (Champ & Colonna, 1993; Condé-Petit, 2001). En revanche au-dessus de 60% d'eau le passage de la Tm1 provoque **l'initiation du phénomène de gélatinisation** de l'amidon. Ce phénomène est causé par la rupture des liaisons hydrogène entre les chaînes d'amylopectine des zones cristallines ce qui conduit à une désorganisation au sein du grain d'amidon qui perd sa forme granulaire. La gélatinisation a des répercussions physiques : un gonflement irréversible du grain par absorption d'eau (on parle d'empesage) et une solubilisation de molécules d'amylose (Champ & Colonna, 1993; Condé-Petit, 2001). L'encombrement du milieu causé par le gonflement des grains entraîne une augmentation de la viscosité du milieu et la solubilisation de l'amylose y contribue également (Goesaert et al., 2005). La fusion des cristallites des amidons de légumineuse n'a été étudiée qu'au regard de la gélatinisation. De nombreuses études ont mesuré la température de gélatinisation (Tm1) de l'amidon de diverses légumineuses à de fortes teneurs en eau (70-82% d'eau). Une température moyenne de gélatinisation a été calculée sur 74 valeurs représentant 13 espèces et 2 vitesses de chauffe (5 et 10°C/min) après s'être assuré que la vitesse de chauffe avait un impact mineur sur le résultat. Elle est indiquée en Figure 24. Comparée à la Tm1 de l'amidon de blé, elle indiquerait une température de gélatinisation supérieure des amidons de légumineuse (70°C vs. 50 à 60°C). Les différences de température de gélatinisation entre espèces sont liées à des différences de ratio amylose/amylopectine, de teneur en complexes amylose-lipides ou de structure de l'amylopectine. Dans les deux premiers cas ces différences sont observées entre blé et légumineuses (II.1.4.2).

Les **températures de gélatinisation de l'amidon** sont influencées par **la présence de solutés hydrophiles** tels que le sucre, le sirop de glucose, le glycérol et le sel qui sont à même de limiter la disponibilité de l'eau pour l'amidon (Evans & Haisman, 1982; Roos & Drusch, 2016). Il a ainsi été prouvé par Freke (1971) que la présence de sucre augmentait la température de gélatinisation de l'amidon de 3,5°C par augmentation de la concentration en sucre de 10% w/v, au-delà d'une concentration de 20% w/v (d'après la Figure 13 la concentration théorique de sucre dans l'eau totale de la recette est de 42% w/v). De même Hosney, Zeleznak, & Lai. (1986) ont montré que la température de gélatinisation augmentait de 68°C à 75°C pour une augmentation de la concentration en sucre de 0 à 45% w/v. Donovan (1977). Mizukoshi (1979) a quant à lui montré que la présence de sucre augmentait la température de dénaturation des protéines du blanc d'œuf. Il est également probable qu'un effet similaire soit observé sur la température de dénaturation des protéines de la farine.

La **diminution de la quantité d'eau libre au sein de la phase continue** est liée à l'absorption d'eau par les grains d'amidon et au séchage de la mie dans de faibles proportions.

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

---

### 2.2.1.3.3 Schéma récapitulatif des mécanismes

Un **schéma récapitulatif des mécanismes physico-chimiques en jeu lors de la première phase de cuisson** est proposé en Figure 25. Ce schéma a pour objectif de faire le lien entre les variables physico-chimiques de la pâte présentées en Figure 12 et les variables physico-chimiques déterminantes lors de la cuisson. Nous le commentons ci-dessous.

La qualité d'un cake se définit par un volume important, une structure alvéolaire fine et homogène, et de bonnes propriétés de moelleux (Gélinas, Roy, & Guillet, 1999; Gómez, Ronda, Caballero, Blanco, & Rosell, 2007). Le volume et la structure alvéolaire du cake résultent de **l'équilibre entre la cinétique d'expansion et la cinétique de structuration**, qui dépend de la composition de la formule et peut donc être amené à varier avec l'introduction de farine de légumineuse.

Lors de la cuisson il y a expansion de la structure à partir de 35°C puis ouverture de la structure entre 70 et 90°C (Lostie et al., 2002). Ce mécanisme dépend du **potentiel initial de la pâte** en termes de quantité et répartition de l'air, mais également en terme de viscosité. La viscosité initiale de la pâte définit sa viscosité à la chauffe. La notion de **viscosité optimale** est souvent évoquée (Ronda et al., 2011). Il faut une viscosité suffisamment importante lors des premiers stades de cuisson pour stabiliser les bulles d'air (Hoseney & Delcour, 2010). Ainsi une augmentation de la viscosité initiale de la pâte peut permettre une expansion plus importante comme cela a été prouvé par Wilderjans et al. (2008) dans le cas de pâtes à gâteaux enrichies en gluten. Cependant il faut également que la viscosité de pâte ne soit pas trop élevée pour permettre la levée (Sahi & Alava, 2003). La **résistance à la rupture du film de pâte séparant les bulles** (ou des « interfaces ») impacte également l'évolution du mécanisme d'expansion. Tout comme une diminution de la viscosité de la pâte en-dessous d'un certain optimum, une diminution de la résistance à la rupture du film de pâte séparant les bulles va favoriser la coalescence des bulles et leur perte par dégazage (courbes 2 à 4 en Figure 25).

Cependant **cette cinétique d'expansion est à confronter à la cinétique de structuration de la mie**. La cinétique de structuration définit à quel stade la cinétique d'expansion est figée, ce qui peut mener à des résultats très différents en terme de volume selon la cinétique d'expansion considérée (Figure 25). Comme pour la viscosité de la pâte, une notion de **point de structuration optimal** (de la mie) a été avancée. D'après Kim & Walker (1992), ce point de structuration serait principalement contrôlé par la température de gélatinisation de l'amidon. Les proportions relatives d'amidon et de protéines, ainsi que la température de dénaturation des protéines influenceraient également le moment de la structuration (Ronda et al., 2011). Comme nous l'avons vu précédemment, l'ensemble de ces paramètres est susceptible de varier entre les farines de blé et de légumineuse.

La **structuration de la croûte** intervient avant celle de la mie. Contrairement au cas du pain où la croûte, plus épaisse, peut former une forte barrière physique à l'expansion du volume total du produit, dans le cas du cake la croûte, plus fine, ne la restreint pas (Wagner et al., 2008). Dans la plupart des cas, la croûte se fissure lors de l'expansion. La contrainte mécanique qu'elle représente engendre cependant la compression des alvéoles situées à la périphérie extérieure de la mie. Dans le cas d'une faible quantité d'air présente, d'une forte viscosité de pâte et/ou d'une faible résistance à la rupture des interfaces, il est possible que l'expansion soit suffisamment faible pour que la croûte ne fissure pas. L'impact de la fissuration de la croûte tout comme celui de l'ouverture de la structure alvéolaire sur l'équilibre entre expansion et structuration est cependant mal connu.

Au moment de la structuration de la mie, le volume du cake est maximal. Passé le point de structuration, un affaissement du volume est systématiquement constaté (Donovan, 1977; Gaines & Donelson, 1982; Lostie et al., 2002; Wilderjans et al., 2008). Le volume du cake diminue puis se stabilise jusqu'à la fin de la cuisson (Figure 20 et Figure 25). Lostie et al. (2002) ont montré qu'une augmentation de la température de cuisson augmentait la levée du cake et le phénomène d'affaissement dans les mêmes proportions.



## II. ÉTAT DE L'ART

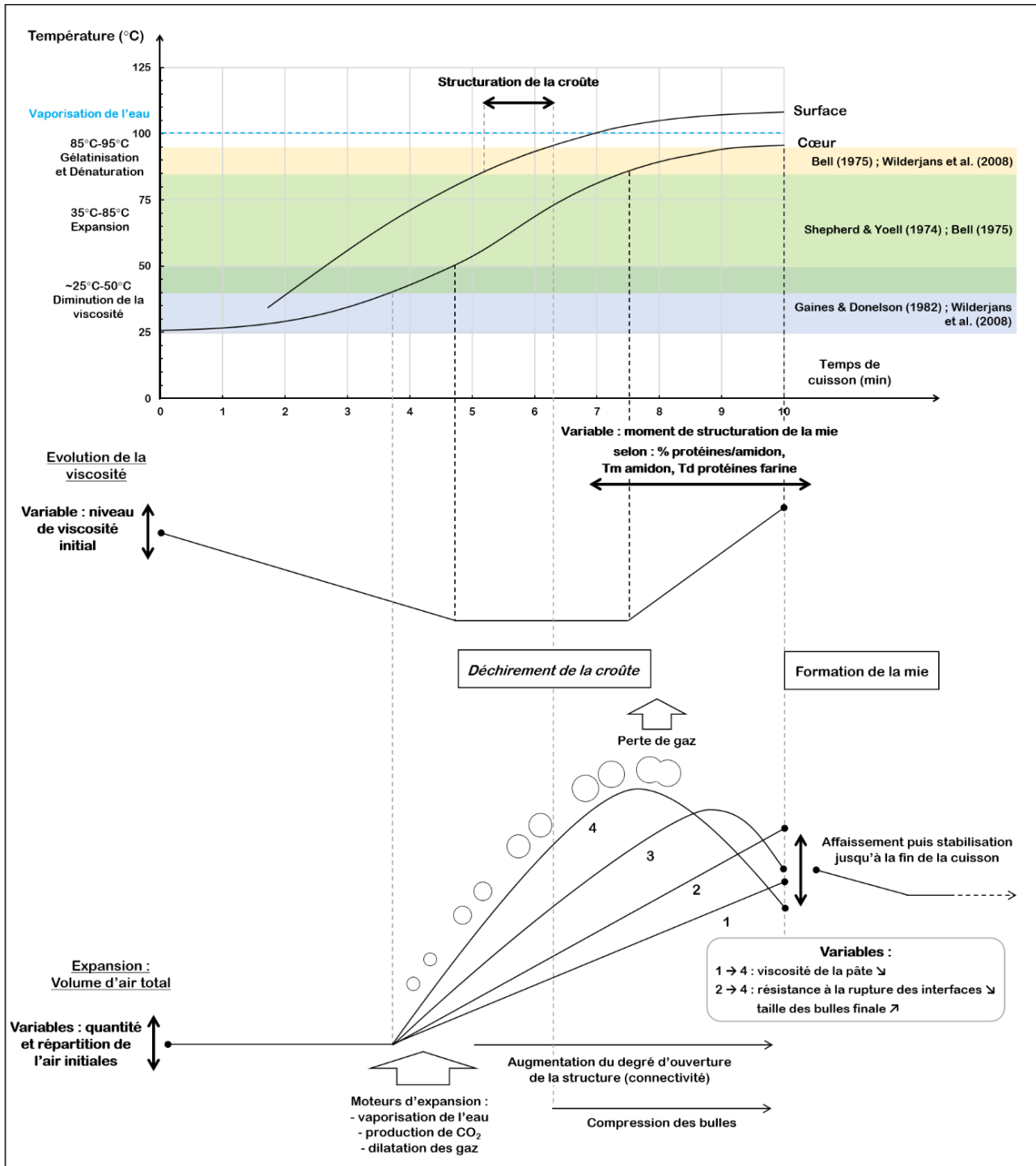


Figure 25 – Schéma récapitulatif des mécanismes en jeu lors de la première phase de cuisson et du lien entre les variables physico-chimiques déterminantes en entrée (variables pâte) et lors de la cuisson

### 2.2.2 Trajet du produit au cours du procédé au sein d'un diagramme température-teneur en eau

Les mécanismes décrits précédemment sont largement impactés par les états des protéines et de l'amidon qui évoluent en fonction de la température et de la teneur en eau au sein du produit. Il est donc intéressant de se doter d'une vision claire du chemin température-teneur en eau parcouru par le produit au cours du procédé de fabrication, et d'identifier les différences induites par un changement de matière farine de blé/farine de légumineuse. À partir des informations concernant les températures de transition thermique des protéines et de l'amidon de blé et de légumineuse (Figure 23 et Figure 24), il est possible de reconstituer un diagramme d'état général distinguant quatre zones d'état de la matière (numéros 1 à 4 sur la Figure 26).

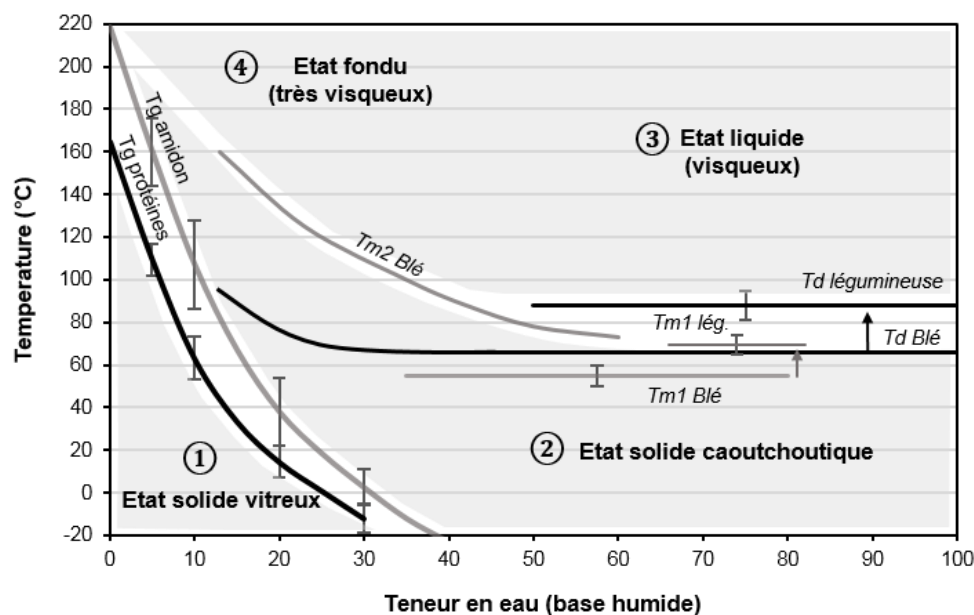


Figure 26 – Diagramme d'état Température-Teneur en eau avec quatre zones d'état de la matière délimitées par les températures de transition thermique des protéines (—) et de l'amidon (—) des farines de blé et de légumineuse

Le trajet du produit tout au long du procédé peut être suivi au sein de ce diagramme pour une gamme de teneur en eau comprise entre 0 et 50% cohérente pour un gâteau moelleux (Figure 27). Les teneurs en eau utilisées pour tracer ce trajet sont les suivantes : farine initiale 13%, pâte à gâteau 32%, mie en fin de cuisson 32%, mie après refroidissement 30%, croûte en fin de cuisson 7%, croûte après refroidissement 5%, produit final après équilibrage de la teneur en eau entre mie et croûte 22%. Lors du battage, amidon et protéines de la farine sont hydratés et passent la transition vitreuse. Lors de la cuisson, les trajets de la surface et du cœur du produit se distinguent. La surface monte en température et sèche très rapidement ce qui lui permet de passer la température de dénaturation des protéines mais pas celle de gélatinisation de l'amidon (T<sub>m2</sub>). Le cœur reste à la teneur en eau de la pâte (32%) et monte à une température avoisinant 100°C ce qui lui permet de passer la température de dénaturation des protéines et d'atteindre le début de la T<sub>m2</sub>. La gélatinisation des grains d'amidon au sein de la mie est partielle : les grains d'amidon gonflent en absorbant de l'eau mais ne perdent pas leur structure granulaire, conformément à la définition de la T<sub>m2</sub> (Champ & Colonna, 1993; Condé-Petit, 2001). Au cours de leur montée en température, la surface et le cœur du produit passent également les températures de dénaturation des protéines de l'œuf : entre 60 et 70 °C pour le lysozyme et l'ovotransferrine et à partir de 85°C pour l'ovalbumine. Au cours du refroidissement la croûte s'assèche légèrement et repasse la température de transition vitreuse des protéines et de l'amidon ce qui permet sa rigidification. La mie s'assèche légèrement mais reste à l'état caoutchoutique. Étant donné que sa structure alvéolaire est ouverte, la mie est sensée subir peu de phénomène de rétractation lié à la redescende en température des gaz. Cependant, la rigidité des parois alvéolaires reste un critère important pour sa tenue. Durant le stockage en conditions hermétiques, les teneurs en eau de la croûte et de la mie s'équilibrent pour donner un produit final de teneur en eau homogène comprise

## II. ÉTAT DE L'ART

entre 18 et 28 % w/w (Wilderjans et al., 2013), ici positionnée à 22%. Le produit final se place dans la gamme des températures de transition vitreuse des protéines et de l'amidon. Cependant, de par la présence de sucre, ces températures sont diminuées (II.2.2.1.3.2) et le gâteau reste à l'état caoutchoutique, ce qui lui confère ses propriétés de moelleux.

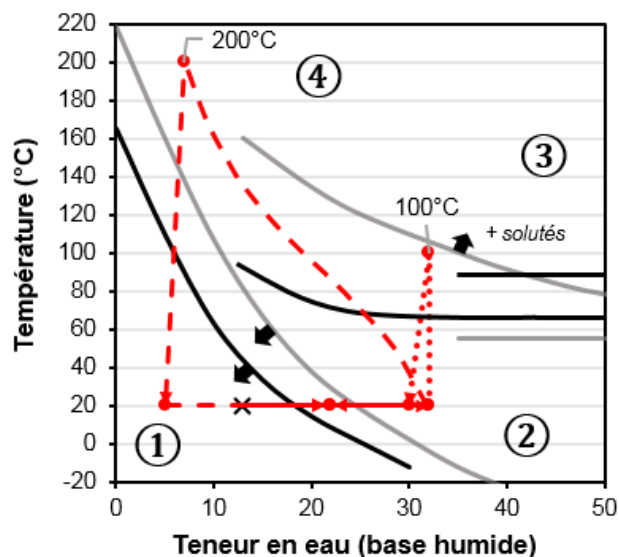


Figure 27 – Trajet du produit au cours du procédé dans le diagramme d'état Température-Teneur en eau : (X) farine initiale ; (—) produit total ; (· · ·) cœur ; (- - -) surface ; (▲) augmentation de la Tm et diminution des Tg liées à la présence de solutés ; températures de transition thermique des protéines (—) et de l'amidon (—) des farines de blé et de légumineuse

### 2.2.3 Transformations physico-chimiques aux échelles inférieures

Nous avons abordé les transformations physico-chimiques principales lors de la cuisson à l'échelle du cake. Nous allons à présent compléter cette approche en abordant le devenir de chacune des phases composant la pâte (phase aqueuse continue, phase gazeuse, phase amidon et phase grasse dispersées) aux échelles microscopique voire macromoléculaire. Le schéma en Figure 28 représentant la structure de la pâte et du gâteau à ces échelles servira de support à la discussion.

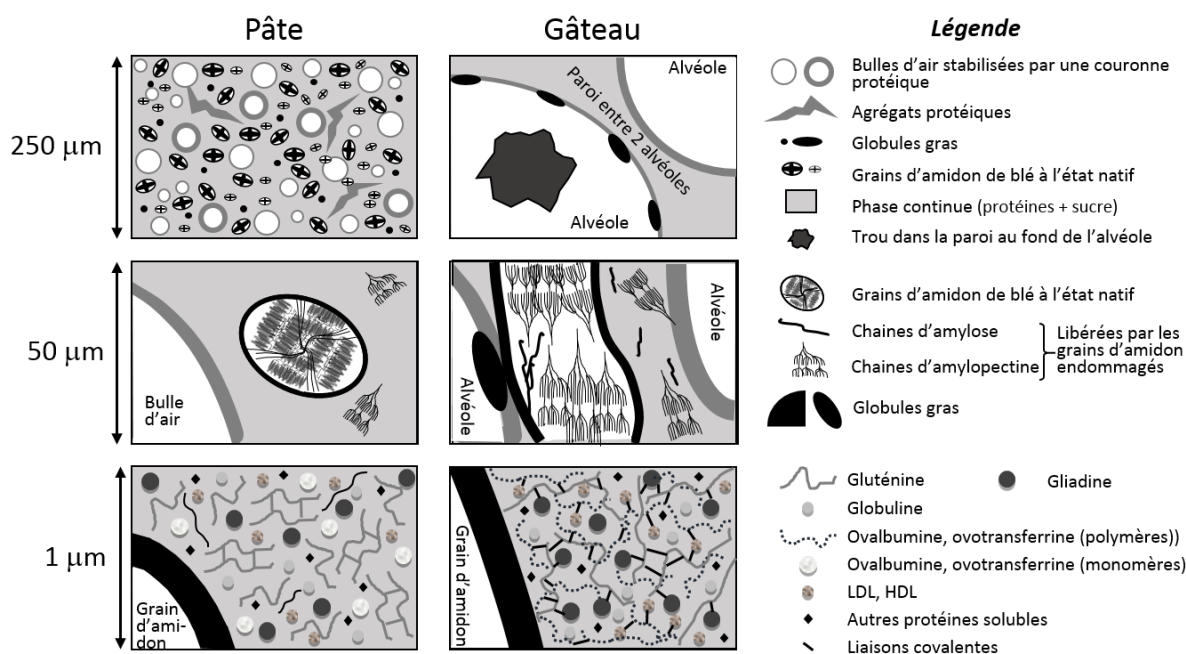


Figure 28 – Structure aux différentes échelles de la pâte et du cake : échelle microscopique à deux niveaux de zoom (250 µm et 50 µm) et échelle macromoléculaire (1 µm) (Michon, 2018)

#### 2.2.3.1 Evolution des protéines de la phase continue (échelle macromoléculaire)

Dénaturées, les protéines sont soumises à l'**agrégation thermique** par la formation de liaisons hydrophobes et de ponts disulfure, et l'échange de ponts disulfure. À mesure que les protéines s'agrègent entre elles au cours de la cuisson, leur taille augmente et leur degré de solubilité diminue (Wilderjans et al., 2008). Ce faisant, elles libèrent de l'eau qui est redistribuée aux grains d'amidon. Ce phénomène contribue à la **structuration de la matrice via la rigidification des parois**. Wilderjans et al. (2008) ont ainsi démontré une relation inversement proportionnelle entre le pourcentage de protéines solubles en fin de cuisson (= protéines non agrégées) et le degré d'affaissement de la structure du cake.

Les protéines du blanc d'œuf comportent de nombreux ponts disulfure et résidus soufrés (Mine, 2008). Les protéines de la farine de blé sont riches en acides aminés soufrés et ponts disulfure (liaisons intermoléculaires des gluténines et intramoléculaires des gliadines, Figure 14). Les protéines de légumineuse sont déficitaires en acides aminés soufrés et leurs liaisons intermoléculaires sont de type hydrogène ou hydrophobe.

Le suivi de l'agrégation au cours de la cuisson est rendu possible par la mesure de la distribution de taille des protéines par SE-HPLC suite à une extraction séquentielle des protéines par un dénaturant (rompant les liaisons faibles, généralement le SDS) et par un réducteur (rompant les ponts disulfure, généralement le DTE).

Classiquement la structuration du cake est attribuée à l'agrégation des protéines d'œufs décrites comme formant un « ciment flexible » autour des grains d'amidon (Willhoft, 1973). Cependant, Wilderjans et al. (2008) ont montré qu'une augmentation de la teneur en gluten dans une formule de *pound cake* diminuait la proportion de protéines liées par liaisons faibles (= non agrégées). Ils en ont conclu l'existence d'un **réseau protéique mixte formé par l'agrégation des protéines d'œufs et de blé**.

## II. ÉTAT DE L'ART

---

Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al. (2017) ont étudié plus finement l'évolution des interactions entre les protéines de blé et les protéines de l'œuf au cours de la cuisson. Ils ont montré une agrégation indépendante de chaque type de protéine par la formation de ponts disulfure internes à partir de 65°C menant à une insolubilisation complète et rapide des protéines de l'œuf et à une insolubilisation partielle des protéines de blé. Lors d'une seconde phase débutant à partir de 90°C, les deux types de protéine interagissent par l'échange de ponts disulfure formant un réseau mixte dont la force augmente avec le temps (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017). Cependant, la quantité de protéines solubles formée au sein d'un réseau mixte est inférieure à celle formée dans des pâtes ne comportant qu'œuf ou que gluten, à cause d'une limitation de l'agrégation par effet stérique lors de la présence de deux sources protéiques. Il est possible que d'autres composants de la phase continue génèrent un effet stérique limitant l'agrégation, telles les macromolécules d'amylose ou d'amylopectine libérés par les grains d'amidon endommagé ou certains types de fibres de la farine de blé (arabinoxylanes), mais cela n'a pas été démontré.

Le nombre de groupements thiols (résidus soufrés) portés par les protéines **conditionne leur capacité à l'agrégation** (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017). Par conséquent, la capacité des protéines de légumineuse peut être questionnée. La contribution de ces protéines à un réseau protéique mixte pourrait être de deux natures : limitation de l'agrégation des protéines d'œuf et de blé par effet stérique sans capacité à former un réseau, ou effet stérique accompagné d'une capacité de liaison intermoléculaire et/ou avec les protéines d'œuf et de blé.

### 2.2.3.2 Évolution des phases dispersées (échelle microscopique)

#### 2.2.3.2.1 Phase gazeuse

A la fin du battage la taille des bulles d'air varie entre 20 et 50  $\mu\text{m}$  (cf. paragraphe II.2.1.2.2.1). Sous l'effet de la pression causée par la formation de vapeur d'eau et de  $\text{CO}_2$  ainsi que la dilatation des gaz, ces bulles grossissent pour atteindre en fin de cuisson des tailles de l'ordre du millimètre.

L'évolution de la taille et de la forme des bulles dépend de la cinétique d'évolution de la phase continue. La phase continue, contenant initialement les composants stabilisant les interfaces eau-air, se fluidifie en premier lieu puis gagne en viscosité à un moment défini par la dénaturation des protéines et la gélatinisation des grains d'amidon. En fonction de sa composition (ratio entre protéines et amidon, nature des protéines), ses propriétés de viscosité et de résistance à l'extension seront différentes et impacteront la tenue des parois vis-à-vis des phénomènes de coalescence. Ainsi lors de la croissance des bulles, les films de pâte les séparant peuvent rester intègres ou présenter des points de rupture. Ces points de rupture, s'ils sont maintenus par la structuration de la matrice, donnent lieu à la présence de petits trous (ordre de grandeur de taille 0,15 mm) au sein des parois (Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al., 2017). Si la rupture est plus importante, les bulles coalescent ce qui peut mener à une forte augmentation de leur taille. La structuration peut survenir à différents stades de la coalescence, ce qui peut mener à l'obtention d'alvéoles portant les traces des parois ayant rompu (on parle de « pieds de parois »). De cette façon la structure finale du cake correspond à une structure ouverte au **degré d'ouverture variable**. Gibson & Ashby (1982) ont proposé un modèle mathématique reliant la masse volumique d'un matériau cellulaire ( $\rho_a$ ), la masse volumique de ses parois ( $\rho_c$ ) et le degré d'ouverture de sa structure aux propriétés mécaniques du matériau entier et de celles de ses parois, traduites par leurs modules de Young respectifs  $E_a$  et  $E_c$ . L'expression de ce modèle est la suivante :

$$\frac{E_a}{E_c} = C \times \left(\frac{\rho_a}{\rho_c}\right)^n \quad (1)$$

Où  $E_a$  et  $E_c$  représentent les modules de Young respectifs du matériau cellulaire et de ses parois,  $\rho_a$  et  $\rho_c$  les masses volumiques respectives du matériau cellulaire et de ses parois, C une constante représentative de la géométrie de la structure alvéolaire décrit comme étant généralement proche de 1, et  $n$  un exposant égal à 2 dans le cas d'un matériau comportant une structure complètement ouverte.

### 2.2.3.2.2 Amidon

Au sein des parois en formation les grains d'amidon occupent une place centrale. Ayant débuté le processus de gélatinisation, ils gonflent en absorbant une quantité d'eau importante, dont celle libérée par la dénaturation des protéines. Ce rôle de « pompe à eau locale » contribue au passage d'une pâte liquide à un produit solide (Donovan, 1977). En comparaison des capacités d'absorption de l'eau des différents composants de la farine de blé présentées en Tableau 15, les grains d'amidon en cours de gélatinisation absorbent 11g d'eau/g de matière sèche, contre 0,4 g/g et 2,0 g/g pour les grains d'amidon natifs et endommagés, respectivement (Bushuk, 1966). Étant donné que le milieu de la phase continue les entourant est relativement encombré, il est peu probable que la solubilisation des molécules d'amylose classiquement décrite comme associée au processus de gélatinisation (II.2.2.1.3.2) ait véritablement lieu. Par ailleurs, la présence de molécules d'amylose et d'amylopectine au sein de la phase continue ne peut pas être liée à la rupture de grains car le degré de gélatinisation n'atteint pas ce stade. Ces molécules peuvent en revanche être libérées par des grains d'amidon endommagés.

Les grains d'amidon gonflent tout en subissant la pression des bulles grossissant à leurs côtés. À la fin de la cuisson ils se retrouvent aplatis entre les alvéoles et enchâssés dans la matrice des protéines dénaturées. Les grains d'amidon sont décrits comme les « briques » constitutives des parois, entourées d'un « ciment » protéique (Donovan, 1977; Shepherd & Yoell, 1974; Wilderjans et al., 2008). La combinaison de ces deux composantes (amidon et protéines) assure la rigidité des parois. En tant que briques essentielles, les grains d'amidon peuvent avoir une contribution différente à la rigidité des parois en fonction de leur forme. L'influence de la taille du grain d'amidon sur la tenue de la structure à la cuisson a été prouvée par Sollars & Rubenthaler (1971). La légère différence de forme existant entre les amidons de blé et de légumineuse (forme lenticulaire vs. ovoïde, Tableau 5 et Figure 6) pourrait avoir un impact.

### 2.2.3.2.3 Phase grasse

Comme sa répartition au cours du battage, le devenir des globules gras lors de la cuisson a été peu étudié. Les seules informations disponibles proviennent de travaux sur la formation de la pâte par crémage impliquant l'utilisation de matière grasse concrète (Tableau 12). Lors de la formation de la pâte par crémage, les bulles d'air sont piégées dans les particules de matière grasse solide en suspension. Lorsque la matière grasse fond à la cuisson, les bulles rejoignent la phase continue aqueuse en conservant une couche d'huile à leur périphérie (Shepherd & Yoell, 1974; Wilderjans et al., 2013). Les alvéoles finales des cakes se retrouvent partiellement tapissées de lipides ce qui peut impacter les propriétés rhéologiques des parois. Dans le cas de procédé impliquant l'utilisation d'huile, les globules gras sont directement dispersés dans la phase continue. Il est possible qu'une partie de ces globules se déplace à la surface des bulles et se retrouvent à la surface des alvéoles. Ceci pourrait rentrer en interaction avec les phénomènes d'étirement des parois. D'une façon générale, Paton et al. (1981) ont démontré que l'augmentation de la teneur en matière grasse sous forme liquide diminuait la force de cohésion développée dans le cake lors de la cuisson. Mizukoshi et al. (1985) ont également montré que l'augmentation de la teneur en huile diminuait le module mesuré en cisaillement de cakes faits à partir d'une pâte sans air, soit du matériau « parois » brut.

### 2.3 Effet de la substitution blé/légumineuse, de la teneur en protéines et de la granulométrie des farines sur les propriétés des pâtes et des cakes

Différentes études se sont intéressées à l'effet de l'introduction de farine de légumineuse, de l'introduction de protéines (blé ou légumineuse) ou du changement de la taille de particules des farines sur les propriétés des pâtes et des cakes. Elles sont respectivement référencées dans le Tableau 17, le Tableau 18 et le Tableau 19. Étudier ces effets de façon indépendante n'est pas évident puisqu'une variation de la teneur en farine de légumineuse ou de la taille des particules des farines (II.1.4.5.2) implique une variation de la teneur en protéines. Certaines études ont adopté des stratégies pour contourner le problème : mélange de fractions protéines et amidon d'origines différentes pour obtenir une teneur en protéines équivalente (Ronda et al., 2011; M. Singh et al., 2015), utilisation de farines de granulométrie variable à teneur en protéines équivalente ou rebroyage des farines (Choi & Baik, 2013). Les autres études observent implicitement plusieurs effets.

Nous allons faire le recensement des informations disponibles concernant l'effet du remplacement des protéines de blé par des protéines de légumineuse et de l'augmentation de la teneur en farines ou en protéines de légumineuse sur les propriétés des pâtes et des cakes (Tableau 17 et Tableau 18). La plupart des études ont utilisé des recettes de *layer cake* ou de *sponge cake* pour lesquelles les observations peuvent différer.

La **masse volumique de la pâte** des *layer cake* diminue dans la plupart des cas lors de l'introduction de farine de légumineuse (De la Hera et al., 2012, Gómez, Oliete, Rosell, et al., 2008) (Tableau 17). C'est également le cas dans l'étude de Ronda et al. (2011) qui observe l'effet de la substitution de gluten de blé par de l'isolat protéique de soja. L'effet inverse est cependant observé par M. Singh et al. (2015) qui substituent un mélange de farine et d'amidon d'haricot (*navy bean*) à de la farine de blé à une teneur en protéines équivalente de 11%. **L'introduction de farine de légumineuse permettrait donc d'incorporer plus d'air dans la pâte de layer cake**, ce qui peut être dû aux propriétés moussantes des protéines de légumineuse. Cependant, lorsque les études de Gómez et al. (2012), Ronda et al. (2011) et M. Singh et al. (2015) s'intéressent à l'effet de l'augmentation de la teneur en protéines de légumineuse, elles n'observent pas de diminution de la masse volumique (Tableau 18). Dans le cas des *sponge cake* au contraire, l'introduction de farine de légumineuse aurait tendance à augmenter la masse volumique de la pâte (De la Hera et al., 2012, Gómez, Oliete, Rosell, et al., 2008). Avec une masse volumique à peu près deux fois moins élevée que celle des *layer cake*, le système de structure de la pâte se comporte de façon différente. Son fort degré de foisonnement est assuré par les espèces tensioactives de l'œuf qui pourraient subir une compétition aux interfaces plus importante lorsque des protéines de légumineuse sont présentes. L'étude de Gómez et al. (2012) montre cependant une diminution de la masse volumique de la pâte de *sponge cake* lorsque qu'une fraction de farine de pois riche en protéines (50%) est substituée à une fraction riche en amidon (10% de protéines), bien que la première soit de granulométrie légèrement inférieure à la seconde (10 µm vs. 24 µm, Tableau 18). Il est également possible que les farines de légumineuse soient à l'origine d'une déstabilisation mécanique des interfaces si celles-ci comportent des particules de plus grande taille, mais leur granulométrie n'est pas précisée dans les études.

Concernant la **viscosité de la pâte**, l'étude de M. Singh et al. (2015) montre une diminution de la viscosité lorsqu'une farine de blé est remplacée par un mélange de farine et d'amidon d'haricot à teneur en protéines équivalente (Figure 29A, Tableau 17). L'étude de Ronda et al. (2011) observe au contraire une augmentation de la viscosité lorsque 10 ou 20% de protéines de blé sont remplacées par l'équivalent en protéines de soja (Figure 29B, Tableau 17). De la Hera et al. (2012) ont montré que la viscosité de la pâte de *layer cake* et de *sponge cake* augmentait avec l'augmentation de la teneur en farine de lentille de 0 à 50% et de 50 à 100% de la masse de farine totale (Tableau 17). De la même façon, Gualarte, Gómez & Rosell (2012) ont montré que l'augmentation de la teneur en farine de pois chiche, pois, lentille ou haricot de 0 à 50% de la masse de farine totale augmentait la viscosité de la pâte de *layer cake*. En rajoutant un niveau d'incorporation intermédiaire à 25% dans le cas de la farine de pois, Gómez et al. (2012) ont observé **l'apparition d'une variation non linéaire de la viscosité**. Dans le cas de *layer cake*, ils observaient une diminution de la viscosité entre 0 et 25% puis une augmentation de 25 à 50% et de 50 à 100%. La tendance inverse était observée dans les cas de *sponge cake* (augmentation puis diminution de la viscosité autour du seuil de 25%). Les études s'intéressant à l'effet de l'augmentation de la teneur en protéines dans des mélanges 100% blé, 100% légumineuse ou mixtes observent toutes une

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

augmentation de la viscosité de la pâte pour des teneurs inférieures ou égales à 20% dans le cas de recettes de *layer cake*, *sponge cake* ou *pound cake* (Tableau 18).

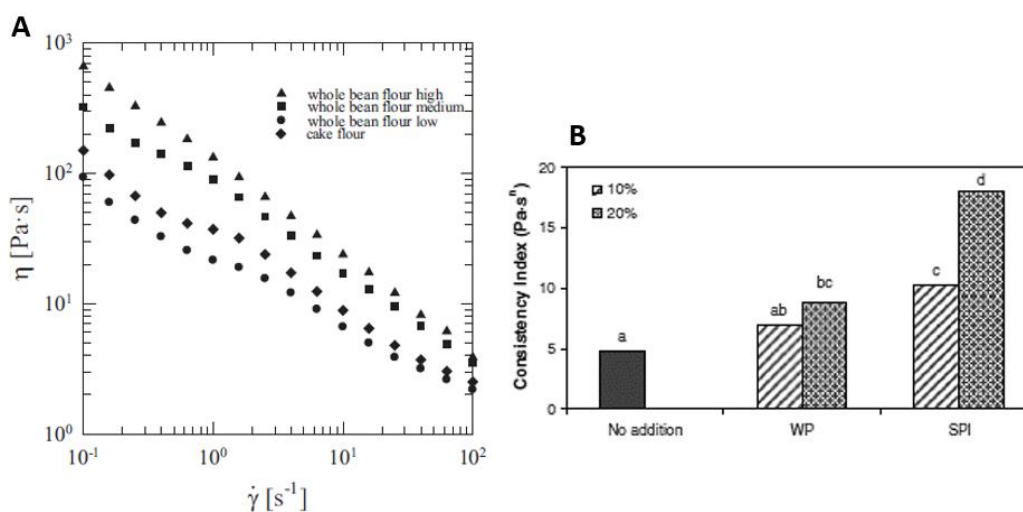


Figure 29 – Effet de la substitution blé/légumineuse à teneur en protéines constante sur la viscosité de la pâte de layer cake : **A** Diminution de la viscosité entre une pâte fabriquée à partir de farine de blé (« cake flour ») et une pâte fabriquée à partir d'un mélange de farine et d'amidon de haricot (« whole bean flour low »), issu de M. Singh et al. (2015) ; **B** Augmentation de la viscosité entre des pâtes comportant 10 ou 20% de protéines de soja (« SPI ») et des pâtes comportant 10 ou 20% de protéines de blé (« WP »), issu de Ronda et al. (2011).

Le **volume** des layer cake diminue lorsque la farine ou les protéines de blé sont remplacées par leurs équivalents légumineuse à teneur en protéines constante (Ronda et al., 2011; M. Singh et al., 2015) (Tableau 17). De la même façon, les études de Gómez et al. (2008, 2012) et De la Hera et al. (2012) ont montré que l'introduction de farine de légumineuse augmentait la **masse volumique** des layer cake. Certains de ces auteurs signalent qu'il n'y aurait **pas de corrélation apparente entre la masse volumique de la pâte et la masse volumique des layer cake** (De la Hera et al., 2012; Ronda et al., 2011). L'effet de l'introduction de farine de légumineuse sur la masse volumique des sponge cake est nettement moins clair et cette conclusion n'est pas valable (Tableau 17). Par ailleurs l'augmentation de la teneur en protéines de blé ou de pois a tendance au contraire à diminuer la masse volumique de pound cake, layer cake ou sponge cake (Gómez et al., 2012b; Wilderjans et al., 2008) (Tableau 18). L'effet de diminution de la masse volumique observé sur les layer cake serait donc plutôt lié à la nature des protéines et de la farine de légumineuse plutôt qu'à une augmentation de la teneur en protéines dans l'absolu. Les pistes d'explication proposées par les auteurs concernent la **moindre teneur en amidon des farines** de légumineuse ainsi que la **température de gélatinisation plus élevée** qui donneraient une structure se figeant plus tard et présentant plus d'affaissement pendant et après la cuisson.

Concernant les **propriétés de texture**, une augmentation de la fermeté de la mie associée à une diminution de sa cohésion et de son élasticité mesurées par test TPA sont observées lors de l'augmentation de la teneur en farine de légumineuse (Tableau 17). L'augmentation de la fermeté est généralement reliée à l'augmentation de la masse volumique par les auteurs tel qu'établi par la relation de Gibson & Ashby présentée en II.2.2.3.2.1. En s'appuyant sur la même relation, Wilderjans et al. (2008) observent une diminution de la fermeté et une diminution de la masse volumique lorsqu'ils augmentent la teneur en gluten de blé dans une recette de *pound cake* (Tableau 18).

Concernant les propriétés de **couleur** des cakes, une tendance partagée réside dans la **diminution de la clarté de la croûte** (Tableau 17 et Tableau 18) liée à la favorisation des réactions de Maillard par l'augmentation de la teneur en protéines. Dans le cas de l'augmentation de la teneur en farine de légumineuse, une **diminution de la clarté de la mie** est également observée, ainsi qu'une augmentation de la teinte  $b^*$  vers le jaune voire une augmentation de la teinte  $a^*$  vers le rouge. Ces variations de couleur de mie reflètent la couleur d'origine des farines. L'étude d'Ahmed (2014) montre une évolution similaire des teintes  $a^*$  et  $b^*$  sur la croûte dans le cas de *butter cake* enrichis en farine de lupin.



## II. ÉTAT DE L'ART

---

Enfin, quelques études renseignent sur l'impact d'un **changement de la taille de particules des farines** sur certaines propriétés des pâtes et des cakes (Tableau 19). De la Hera et al. (2012) ont montré que l'utilisation de fractions de farine de lentille de granulométrie inférieure pour deux variétés différentes (94 vs. 163  $\mu\text{m}$  et 124 vs. 150  $\mu\text{m}$ ) augmentait la masse volumique de la pâte de layer cake et de sponge cake. Ce résultat a été confirmé par une étude de Gómez et al. (2010) sur l'impact de l'utilisation de différentes fractions de farine de blé issues du procédé de mouture sur les propriétés de layer cake et de sponge cake. L'étude de De la Hera et al. (2012) a également montré une diminution de la viscosité de la pâte des layer cake dans le cas de l'utilisation d'une fraction fine de farine de lentille. Ceci est au contraire au principe énoncé par Miller, Trimbo, & Powell (1967) selon lequel une granulométrie inférieure augmenterait la vitesse d'hydratation de la farine et la viscosité de la pâte. L'utilisation d'une farine de blé de granulométrie inférieure ou d'une fraction fine de farine de lentille diminue la masse volumique des layer cake ou sponge cake (Choi & Baik, 2013; De la Hera et al., 2012; Gómez, Ruiz-París, & Oliete, 2010). De façon complémentaire De la Hera et al. (2012) montrent une diminution de la fermeté de la mie lorsque 100% de fraction de fine est substituée à 100% de fraction grossière de farine de lentille (Tableau 19).

### 2.4 Bilan seconde transformation

Voici les informations principales que nous pouvons retenir des parties II.2.2 et II.2.3 :

- La première phase de la cuisson est déterminante car elle est le siège de l'équilibre entre la cinétique d'expansion et la cinétique de structuration.
- L'expansion de la pâte est contrôlée par la viscosité de la pâte qui peut donc être ajustée en visant un optimum d'expansion. L'introduction de farine de légumineuse cause une augmentation de la viscosité de la pâte, qui se traduit dans certaines recettes sous la forme d'une variation quadratique en fonction de la concentration en farine de légumineuse.
- La cinétique d'expansion dépend également des cinétiques de coalescence et dégazage, d'ouverture de la structure et de formation de la croûte qui impactent les variations de pression au sein de la structure. Cependant la contribution de ces cinétiques à l'équilibre entre expansion et structuration est mal connue.
- La cinétique de structuration est contrôlée par les proportions relatives d'amidon et de protéines ainsi que par leur température de gélatinisation et dénaturation. Les températures de dénaturation des protéines et de gélatinisation de l'amidon pour les légumineuses seraient supérieures à celles des protéines et de l'amidon pour le blé. La différence de morphologie des grains d'amidon pourrait également avoir un impact.
- De par leur faible teneur en résidus soufrés, les protéines de légumineuse ne semblent pas être prédisposées à contribuer à la formation du réseau protéique mixte entre les protéines d'œufs et celles du gluten.
- Plusieurs études indiquent une déconnexion entre la capacité des farines de légumineuse à incorporer plus d'air lors du battage (recettes de *layer cake*) et l'augmentation de la masse volumique des cakes qui en résulte. Ceci est attribué à la moindre teneur en amidon et à sa gélatinisation plus tardive, et reflète généralement un moins bon équilibre entre expansion et structuration.
- L'augmentation de la masse volumique des cakes s'accompagne généralement d'une augmentation de la fermeté de leur mie.
- Une taille de particules de farine inférieure diminuerait la masse volumique des cakes et leur fermeté et constituerait ainsi une piste d'optimisation intéressante.
- L'introduction de farine de légumineuse impacte également la couleur du produit : la clarté de la croûte en interaction avec les modalités de cuisson, et la clarté et la teinte de la mie en fonction de la farine d'origine.

Tableau 17 – Effet de l'introduction de protéines ou de farine de légumineuse (à teneur en protéines équivalente ou pas) sur les propriétés des pâtes et des produits

Référence	Modalités testées	Formule	Effets observés sur les propriétés de la pâte	Effets observés sur les propriétés du cake
Singh et al. (2015)	Absence/présence de légumineuse à teneur en protéines équivalente (11%) : mélange de farine et d'amidon d'haricot (navy bean) vs. farine de blé	Layer cake	- ↗ masse volumique - ↘ pH de la pâte - ↘ viscosité	- ↘ volume - pas d'effet sur la fermeté de la mie mesurée par test TPA - ↘ élasticité mesurée par test TPA - ↘ clarté (L*) de la croûte
Ronda et al. (2011)	Absence/présence de légumineuse à teneur en protéines équivalente (10 et 20%) : mélange d'isolat protéique de soja et d'amidon de blé vs. mélange de gluten et d'amidon de blé	Layer cake	- ↘ masse volumique - ↗ viscosité en lien avec la capacité d'absorption d'eau des protéines de soja	- ↘ volume
Gomez et al. (2008)	0, 50, 100% de farine de pois chiche / farine de blé	Layer cake Sponge cake	- ↘ masse volumique - ↗ masse volumique	- ↗ masse volumique - ↘ indice de symétrie - ↗ fermeté de la mie mesurée par test TPA - ↘ cohésion (et élasticité) mesurées par test TPA - ↘ clarté (L*) de la croûte - ↘ clarté (L*), ↗ teinte bleu-jaune (b*) de la mie
De la Hera et al. (2012)	0, 50, 100% de farine de lentille / farine de blé	Layer cake Sponge cake	- ↘ masse volumique - ↗ viscosité - ↗ masse volumique - ↗ viscosité	- ↗ fermeté de la mie mesurée par test TPA - ↘ cohésion et élasticité mesurées par test TPA - ↘ clarté (L*), ↗ teinte bleu-jaune (b*) de la mie - masse volumique ↗ 0-50 et ↘ 50-100 - ↗ fermeté de la mie mesurée par test TPA - ↘ cohésion mesurée par test TPA
Gomez et al. (2012)	0, 25, 50, 100% de farine de pois / farine de blé	Layer cake Sponge cake	- ↘ masse volumique et meilleure répartition des bulles - viscosité ↘ 0-25 et ↗ 25-50-100 - pas d'effet sur la masse volumique - viscosité ↗ 0-25 et ↘ 25-50-100	- ↗ masse volumique - ↘ indice de symétrie - ↗ fermeté de la mie mesurée par test TPA - pas d'effet sur la masse volumique - indice de symétrie ↗ 0-25 et ↘ 25-50-100 - ↘ cohésion mesurée par test TPA
Giularte et al. (2012)	0, 50% de farine de pois-chiche, pois, lentille ou haricot / farine de riz	Layer cake	- pas d'effet sur la masse volumique - ↗ viscosité	- ↗ fermeté de la mie mesurée par test TPA - ↗ teinte vert-rouge (a*) de la croûte - ↘ clarté (L*), ↗ teintes vert-rouge (a*) et bleu-jaune (b*) de la mie
Ahmed (2014)	0, 5, 10, 15% de farine de lupin / farine de blé	Butter cake	-	- ↘ clarté (L*), ↗ teintes vert-rouge (a*) et bleu-jaune (b*) de la croûte et de la mie

Tableau 18 – Effet de l'augmentation de la teneur en protéines dans des mélanges 100% blé, 100% légumineuse ou mixte sur les propriétés des pâtes et des produits

Référence	Modalités testées	Formule	Effets observés sur les propriétés de la pâte	Effets observés sur les propriétés du cake
Wilderjans et al. (2008)	Recette 100% Blé : 5%, 7,5%, 10%, 12,5% et 15% de gluten dans un mélange avec de l'amidon de blé	Pound cake	- ↘ masse volumique - ↗ viscosité	- ↘ masse volumique : l'augmentation de la viscosité de la pâte permet de stabiliser les bulles d'air et donc de maximiser l'expansion - ↘ fermeté
Choi & Baik (2013)	Recette 100% Blé : Utilisation de farines de blé de teneurs en protéines croissantes : 6,5%, 8,7%, 12,6%	Sponge cake		- ↘ volume
Gomez et al. (2012)	Recette mixte : 25 et 50% de fraction de pois / farine de blé Utilisation de fractions de pois : - fraction fine (FF, 10 µm) riche en protéines (51%) - fraction grossière (FG, 24 µm) riche en amidon (10% protéines)	Layer cake	- ↗ viscosité pour FF par rapport à FG	- ↘ masse volumique pour FF par rapport à FG - ↗ indice de symétrie pour FF par rapport à FG
		Sponge cake	- ↘ masse volumique pour FF par rapport à FG - ↗ viscosité pour FF par rapport à FG	- ↘ masse volumique pour FF par rapport à FG - ↘ indice de symétrie pour FF par rapport à FG
Ronda et al. (2011)	Recette mixte : 10 et 20% d'isolat protéique de soja dans un mélange avec de l'amidon de blé	Layer cake	- ↗ viscosité en lien avec la capacité d'absorption d'eau des protéines	
Singh et al. (2015)	Recette 100% Légumineuse : mélanges de farine et d'amidon d'haricot (navy bean) pour atteindre 3 niveaux de teneur en protéines : 11%, 18%, 21%	Layer cake	- ↗ viscosité en lien avec la capacité d'absorption d'eau des protéines	- ↘ clarté (L*) de la croûte

## 2. ÉTUDE DE LA SECONDE TRANSFORMATION

Tableau 19 – Effet de la variation de la taille des particules

Référence	Modalités testées	Formule	Effets observés sur les propriétés de la pâte	Effets observés sur les propriétés du cake
Choi & Baik (2013)	Recette 100% Blé : Utilisation de farines de blé de granulométrie variable caractérisée par le % de particules <55µm, 55-88µm et >88 µm. à teneur en protéines équivalente. Rebroyage des farines (augmentation du % de particules <55 µm)	Sponge cake	-	- une diminution de la taille des particules (augmentation du % de particules <55 µm) entraîne une ↗ du volume
De la Hera et al. (2012)	Recette mixte : 50 et 100% de farine de lentille / farine de blé Fractions de farine de lentille de granulométrie variable pour 2 variétés : - fraction fine (FF) : 94 µm variété 1, 124 µm variété 2 - fraction grossière (FG) : 163 µm variété 1, 150 µm variété 2	L'ayer cake	- ↗ masse volumique FF par rapport à FG - ↘ viscosité FF par rapport à FG	- ↘ masse volumique FF par rapport à FG - ↘ fermeté de la mie FF par rapport à FG à 100% de farine de lentille
		Sponge cake	- ↗ masse volumique FF par rapport à FG	

### 3. Notions de nutrition protéique

#### 3.1 Besoins protéiques chez l'Homme

Les informations utilisées dans cette partie sont issues des documents de référence de l'Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments (AFSSA, nouvellement ANSES) et de l'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (AFSSA, 2007b; Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO], 2007a).

Le besoin protéique chez l'Homme se définit comme « l'apport protéique habituel permettant de maintenir un équilibre azoté chez une personne en bonne santé, de composition corporelle normale, en bilan énergétique normal et en activité physique modérée » (AFSSA, 2007b). La quantité de protéines nécessaire à cet équilibre a pu être déterminée de façon standardisée pour différents types de population à partir de la méthode du bilan azoté. Cette méthode consiste à comparer les entrées d'azote liées à la prise alimentaire et les sorties irréversibles d'azote (par voie fécale, urinaire et autre) à apport protéique croissant. Chez l'adulte, la quantité minimale d'azote nécessaire à équilibrer le bilan {entrées d'azote - sorties d'azote} de façon journalière est définie comme besoin protéique journalier moyennant une conversion azote-protéine par le facteur 6,25. La valeur actuellement établie, publiée par la FAO et l'OMS en 2007, est de 0,66 g de protéines/kg de masse corporelle/jour.

L'équilibre du bilan azoté permet le maintien d'un pool d'acides aminés servant au renouvellement de la masse protéique. Pour l'alimenter, l'organisme a besoin des vingt types d'acides aminés existants qu'il tire de l'hydrolyse des protéines alimentaires ou qu'il peut dans certains cas synthétiser. Les acides aminés non synthétisables sont dits « indispensables » car ils doivent nécessairement être apportés par l'alimentation. On compte **onze acides aminés indispensables (AAI)** : l'histidine, l'isoleucine, la leucine, la lysine, la thréonine, le tryptophane, la valine, les deux acides aminés soufrés (cystéine et méthionine) et les deux acides aminés aromatiques (tyrosine et phénylalanine). La présence de ces acides aminés dans des quantités suffisantes conditionne la synthèse protéique dans son ensemble. En effet, s'il y a déficience en un ou plusieurs d'entre eux, l'ensemble de la synthèse protéique est affectée à **hauteur de l'acide aminé le plus limitant** et les acides aminés excédentaires, indispensables ou non, sont dégradés. Ce principe est illustré en Figure 30.

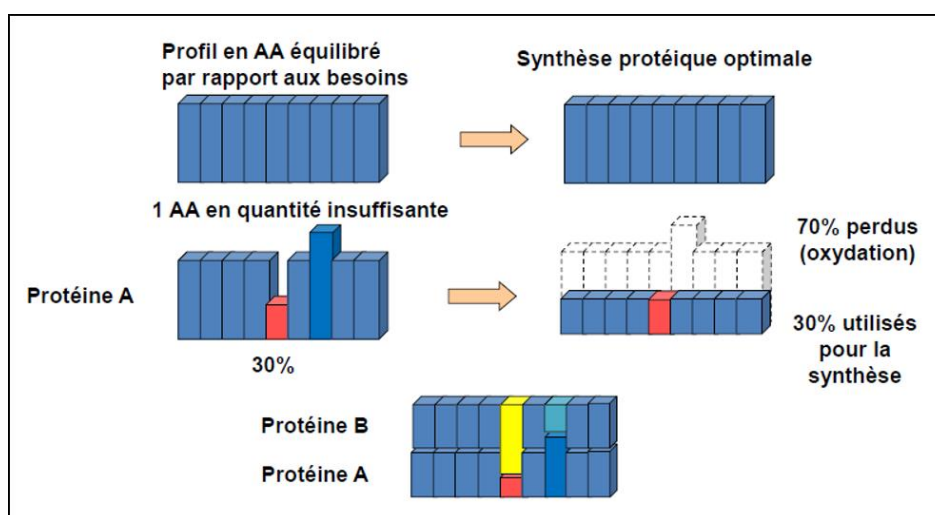


Figure 30 – Principe de complémentarité des acides aminés indispensables pour la synthèse protéique. Schéma issu de Chardigny & Walrand (2016)

Les besoins journaliers en chaque acide aminé indispensable ont été déterminés par la méthode du bilan azoté également (définition de la quantité d'acide aminé menant à un bilan azoté nul dans un régime par ailleurs parfaitement équilibré). Un profil précis des quantités nécessaires pour chaque acide aminé a été établi pour

### 3. NOTION DE NUTRITION PROTÉIQUES

différentes tranches d'âge. La version 2007 du profil pour un âge supérieur à 18 ans est disponible dans la partie (1) du Tableau 20.

Tableau 20 – Références actuelles de la FAO concernant les besoins en AAI et la composition de la protéine de référence (Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO], 2007a)

(1) Profil de besoins en AAI pour un âge supérieur à 18 ans (mg d'AAI/kg de masse corporelle/jour)								
Histidine	Isoleucine	Leucine	Lysine	Acides aminés soufrés = Méthionine + Cystéine	Acides aminés aromatiques = Phénylalanine + Tyrosine	Thréonine	Tryptophane	Valine
10	20	39	30	15	25	15	4	26
(2) Composition de la protéine de référence (mg d'AAI/g de protéine) = Besoins en AAI (1) ÷ 0,66g de protéine nécessaire/kg/jour								
Histidine	Isoleucine	Leucine	Lysine	Acides aminés soufrés = Méthionine + Cystéine	Acides aminés aromatiques = Phénylalanine + Tyrosine	Thréonine	Tryptophane	Valine
15	30	59	45	22	38	23	6	39

Les besoins humains en protéines se définissent donc comme un **besoin en azote total non spécifique** associé à un **besoin en acides aminés indispensables spécifique**. Les besoins en AAI ont été exprimés sous la forme de la composition d'une **protéine dite de « référence »**, en divisant chaque teneur nécessaire en acide aminé en mg/kg/jour par la valeur du besoin protéique total de 0,66 g/kg/jour. En faisant de la sorte on obtient une composition de la protéine de référence en chaque AAI exprimée en mg d'acide aminé/g de protéine (partie (2) du Tableau 20).

La qualité protéique d'un régime alimentaire va donc se mesurer par sa capacité à remplir au mieux ces besoins en azote et en acides aminés indispensables en limitant au maximum les pertes. Classiquement, la qualité protéique est évaluée à l'échelle de l'ingrédient ou de l'aliment par comparaison avec la composition de la protéine de référence, notamment via **le calcul de l'indice chimique** (II.3.2.1). Une telle approche peut être vue comme réductrice dans la mesure où l'équilibrage des apports d'AAI a lieu sur un ensemble d'aliments ingérés et sur un pas de temps relativement long (Young & Pellett, 1994). Un équilibrage à l'échelle du repas ou de la journée est évoqué (Chardigny & Walrand, 2016; Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO], 2007b). Cependant, l'amélioration de la qualité protéique à l'échelle de l'aliment constitue une première étape incontournable vers l'amélioration du régime alimentaire général, à l'équilibre duquel il faut veiller.

#### 3.2 Méthodes de qualification de la qualité protéique d'un aliment

Les informations utilisées dans ce paragraphe se réfèrent à d'autres sections des documents de référence de l'AFSSA et de la FAO (AFSSA, 2007a; Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO], 2007c).

##### 3.2.1 Evaluation de l'équilibre du profil en acides aminés indispensables

Les graines de céréale et de légumineuse présentent des profils en acides aminés indispensables (AAI) complémentaires l'une de l'autre au regard des besoins humains. Les céréales sont carencées en lysine, ce qui n'est pas le cas des légumineuses. Les légumineuses présentent de faibles teneurs en acides aminés soufrés (méthionine et cystéine), alors que les céréales en sont bien pourvues (Chardigny & Walrand, 2016). Le calcul de **l'indice chimique** (également appelé **score chimique**) permet de rendre compte de l'équilibre du profil en AAI d'un ingrédient protéique (tel qu'une farine) ou du produit fini par rapport à la composition de la protéine de référence. Dans cette méthode, la teneur en chaque AAI dans le produit (en mg/g de protéine) est ramenée à la teneur du même AAI dans la protéine de référence (en mg/g de protéine) (Tableau 20). Une valeur inférieure à 1 indique une carence en AAI par rapport aux besoins, et la valeur la plus faible indique l'AAI qui limitera théoriquement la synthèse protéique. Cette valeur constitue l'indice chimique de la source protéique.

Il est possible de reconstituer théoriquement les quantités de chaque AAI qui pourront être valorisées en fonction de l'indice chimique de l'AAI limitant. La quantité théoriquement valorisée de chaque AAI est égale au produit de l'indice chimique, de la teneur en AAI dans la protéine de référence (en g/g de protéine) et de la quantité totale de protéine dans le produit (en g). La quantité théoriquement perdue de chaque AAI peut être déduite par soustraction de la quantité théoriquement valorisée à la quantité totale de l'AAI dans la recette. Il est enfin possible de calculer un pourcentage théorique d'AAI valorisés en divisant la quantité totale d'AAI valorisés sur la quantité totale d'AAI présents dans la recette.

### 3.2.2 Mesures de la digestibilité et des teneurs en facteurs antinutritionnels

L'examen de l'équilibre du profil en AAI d'un aliment ne suffit pas à qualifier sa qualité protéique. En effet, la capacité des acides aminés à être valorisés est conditionnée par leur **biodisponibilité** ou **digestibilité**. Il existe différents indicateurs pour estimer la biodisponibilité des protéines et acides aminés. Tous impliquent cependant la réalisation d'une étude in vivo pour leur calcul, le plus souvent sur rats. On distingue quatre types d'indicateurs (AFSSA, 2007a):

- les indicateurs de **biodisponibilité digestive** qui comparent les entrées d'azote aux sorties par voie fécale. Un des indicateurs principaux de cette catégorie est la **digestibilité azotée vraie (DAV)** dont la formule est la suivante :

$$DAV = \frac{[azote\ consommé - (azote\ fécal - azote\ fécal\ endogène)] \times 100}{azote\ consommé} \quad (2)$$

- les indicateurs de **biodisponibilité métabolique** qui prennent également en compte les sorties d'azote par voie urinaire. Parmi les indicateurs de cette catégorie on trouve l'**utilisation protéique nette (UPN)** et la **valeur biologique (VB)**.

$$UPN = \frac{[azote\ consommé - (azote\ fécal + azote\ urinaire) + (azote\ fécal\ endogène + azote\ urinaire\ endogène)] \times 100}{azote\ consommé} \quad (3)$$

$$VB = \frac{Utilisation\ Protéique\ Nette}{Digestibilité\ Azotée\ Vraie} \quad (4)$$

Où l'azote fécal endogène et l'azote urinaire endogène représentent les pertes endogènes d'azote liées au métabolisme.

- l'**indice chimique corrigé de la digestibilité (PDCAAS)** : il s'agit de l'indicateur intégratif de référence qui pondère l'indice chimique par la digestibilité azotée vraie.

- le **coefficient d'efficacité protéique (CEP)** issu de la mesure de la croissance. Il s'agit d'un indicateur global qui compare le gain de poids sur une durée de 28 jours à la quantité de protéines ingérée sur cette même durée.

Nous savons que les graines de légumineuse peuvent contenir une quantité non négligeable de **facteurs dits « antinutritionnels »**. Ces facteurs sont des molécules de diverses sortes (protéines, sucres ou phénols) qui sont à même de limiter la digestibilité d'un aliment ou de provoquer des inconforts digestifs s'ils persistent au long des étapes de transformation (farine puis produit fini). Les facteurs antinutritionnels potentiellement présents dans les graines de légumineuse sont les suivants : l'acide phytique, les inhibiteurs d'enzymes digestives (trypsine, chymotrypsine,  $\alpha$ -amylase), les lectines, les phénols (incluant les tannins), les  $\alpha$ -galactosides (raffinose, stachyose, verbascose), les hémagglutinines, la vicine et la convicine responsables d'allergies (Abd El-Hady & Habiba, 2003; Duranti & Gius, 1997; Elkowicz & Sosulski, 1982). Les principaux facteurs antinutritionnels dosés dans les graines ou farines de légumineuse sont **l'acide phytique, l'activité anti-trypsique et les  $\alpha$ -galactosides**.



### 3. NOTION DE NUTRITION PROTÉIQUES

---

À titre d'exemple, quelques ordres de grandeur mesurés dans les graines ou farines de céréale et/ou légumineuse sont les suivants :

- Les teneurs mesurées en **acide phytique** sont comprises entre 4 -14 mg/g dans le blé, 2 et 13 mg/g dans le pois, 3 et 15 mg/g dans la lentille et 3 et 16 mg/g dans le pois chiche (Alonso, Orúe, & Marzo, 1998; Elkowicz & Sosulski, 1982; Schlemmer, Frølich, Prieto, & Grases, 2009).

- L'**activité anti-trypsique** exprimée en TIU/mg (« Trypsin Inhibitor Unit ») est comprise entre 1 et 8 TIU/mg pour le pois, 3 et 8 TIU/mg pour la lentille et de 19 TIU/mg pour la lentille (Elkowicz & Sosulski, 1982; Frias et al., 2011; Guillamon et al., 2008; Khattab & Arntfield, 2009). Exprimée en mg de trypsine/g de produit, elle s'échelonne entre 1 et 3 mg/g dans le pois, et 2 et 3 mg/g pour le pois chiche (N. Wang, Daun, & Malcolmson, 2003; N. Wang, Hatcher, & Gawalko, 2008; N. Wang, Hatcher, Toews, & Gawalko, 2009).

- Les teneurs en  **$\alpha$ -galactosides** pour le pois sont estimées entre 0,3 et 1,6 g/100g pour le raffinose, 1,3 et 5,5 g/100g pour le stachyose et 1,6 et 4,2 g/100g pour le verbascope (Guillon & Champ, 2002).

Il existe quelques études nous renseignant sur la digestibilité des protéines dans des farines de légumineuse traitées thermiquement ou dans des produits céréaliers enrichis en farine de légumineuse (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2016; Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, Walrand, & Micard, 2016; Martín-Cabrejas et al., 2009; Torres, Frias, Granito, Guerra, & Vidal-Valverde, 2007; Torres, Frias, Granito, & Vidal-Valverde, 2007). Toutes observent le maintien ou l'augmentation de la digestibilité suite à l'introduction de légumineuse : augmentation de la digestibilité de farines de légumineuse déshydratées mesurée de façon *in vitro* (Martín-Cabrejas et al., 2009), maintien ou augmentation de la digestibilité de pâtes enrichies mesurée de façon *in vivo* (Torres, Frias, Granito, Guerra, et al., 2007; Torres, Frias, Granito, & Vidal-Valverde, 2007), augmentation de la digestibilité de pâtes enrichies mesurée de façon *in vitro* (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2016; Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, et al., 2016). L'augmentation de la digestibilité est attribuée à une différence de composition voire de structure des produits à base de légumineuse. En parallèle, certaines de ces études observent une diminution de la teneur en facteurs antinutritionnels de façon consécutive aux traitements thermiques subis (Martín-Cabrejas et al., 2009; Torres, Frias, Granito, Guerra, et al., 2007; Torres, Frias, Granito, & Vidal-Valverde, 2007). Il n'existe donc pas d'évidence concernant le lien entre la présence de facteurs antinutritionnels et une réduction de la digestibilité pour les produits contenant de la farine de légumineuse. De nombreuses études prouvent par ailleurs l'effet de différents traitements mécaniques ou thermiques sur la réduction de la teneur en facteurs antinutritionnels des graines de légumineuse (Abd El-Hady & Habiba, 2003; Alonso et al., 1998; Frias et al., 2011; Ghavidel & Prakash, 2007; Kataria, Chauhan, & Gandhi, 1988; Khattab, Arntfield, & Nyachoti, 2009; Rehman & Shah, 2005; Zia-ur-Rehman & Salariya, 2005). Ces traitements peuvent s'apparenter aux traitements que subit la farine de légumineuse lors de la fabrication des produits céréaliers. Cependant l'efficacité des procédés de fabrication pour l'élimination des facteurs antinutritionnels reste à prouver pour différents produits céréaliers. Il est donc nécessaire, lorsque l'on introduit des légumineuses dans une recette à base de céréale et a fortiori dans le cas de gâteaux moelleux, d'évaluer la qualité protéique du produit en lien avec son profil en AAI, sa digestibilité et la présence éventuelle de facteurs antinutritionnels.

#### 4. Références bibliographiques

- Abd El-Hady, E. A., & Habiba, R. A. (2003). Effect of soaking and extrusion conditions on antinutrients and protein digestibility of legume seeds. *LWT - Food Science and Technology*, 36(3), 285–293. [http://doi.org/10.1016/S0023-6438\(02\)00217-7](http://doi.org/10.1016/S0023-6438(02)00217-7)
- Abou-Zaid, A. A. M., Ramadan, M. T., & Al-Askany, S. A. (2011). Utilization of Faba bean and lupin flours in gluten free cake production. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 5(12), 2665–2672.
- Adebiyi, A. P., & Aluko, R. E. (2011). Functional properties of protein fractions obtained from commercial yellow field pea (*Pisum sativum* L.) seed protein isolate. *Food Chemistry*, 128(4), 902–908. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.03.116>
- AFSSA. (2007a). Apport en protéines: consommation, qualité, besoins et recommandations. Agence française de sécurité sanitaire des aliments (Vol. 282). Paris.
- AFSSA. (2007b). Evaluation de la qualité de l'apport protéique. In Apport en protéines : consommation, qualité, besoins et recommandation (pp. 202–211). Paris: Afssa.
- AFSSA. (2007c). Evaluation des besoins et apports nutritionnels conseillés en protéines et acides aminés indispensables. In Apport en protéines : consommation, qualité, besoins et recommandation (p. 461 pages). Paris: Afssa.
- Agboola, S. O., Mofolasayo, O. A., Watts, B. M., & Aluko, R. E. (2010). Functional properties of yellow field pea (*Pisum sativum* L.) seed flours and the in vitro bioactive properties of their polyphenols. *Food Research International*, 43(2), 582–588. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.013>
- Aggarwal, V., Singh, N., Kamboj, S. S., & Brar, P. S. (2004). Some properties of seeds and starches separated from different Indian pea cultivars. *Food Chemistry*, 85(4), 585–590. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.07.036>
- Ahmed, A. R. (2014). Influence of Chemical Properties of Wheat-Lupine Flour Blends on Cake Quality. *American Journal of Food Science and Technology*, 2(2), 67–75. <http://doi.org/10.12691/ajfst-2-2-4>
- Alamanou, S., & Doxastakis, G. (1997). Effect of wet extraction methods on the emulsifying and foaming properties of lupin seed protein isolates (*Lupinus albus* ssp. *Graecus*). *Food Hydrocolloids*, 11(4), 409–413.
- Alexandratos, N., & Bruinsma, J. (2012). World agriculture towards 2030/2050: the 2012 revision. Rome.
- Allais, I., Edoura-Gaena, R.-B., Gros, J.-B., & Trystram, G. (2006). Influence of egg type, pressure and mode of incorporation on density and bubble distribution of a lady finger batter. *Journal of Food Engineering*, 74(2), 198–210. <http://doi.org/doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.03.014>
- Alonso, R., Orúe, E., & Marzo, F. (1998). Effects of extrusion and conventional processing methods on protein and antinutritional factor contents in pea seeds. *Food Chemistry*, 63(4), 505–512. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00037-5](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00037-5)
- Aluko, R. E., Mofolasayo, O. A., & Watts, B. M. (2009). Emulsifying and foaming properties of commercial yellow pea (*Pisum sativum* L.) seed flours. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(20), 9793–9800. <http://doi.org/10.1021/jf902199x>
- Arntfield, S. D., & Murray, E. D. (1981). The influence of processing parameters on food protein functionality I. Differential scanning calorimetry as an indicator of protein denaturation. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 14(4), 289–294. Retrieved from <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0315546381729298>
- Baik, O. D., Sablani, S. S., Marcotte, M., & Castaigne, F. (1999). Modeling the thermal properties of a cup cake during baking. *Journal of Food Science*, 64(2), 295–299. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1999.tb15886.x>

#### 4. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Barak, S., Mudgil, D., & Khatkar, B. S. (2012). Effect of flour particle size and damaged starch on the quality of cookies. *Journal of Food Science and Technology*, 51(7), 1342–1348. <http://doi.org/10.1007/s13197-012-0627-x>
- Barrera, G. N., Pérez, G. T., Ribotta, P. D., & León, A. E. (2007). Influence of damaged starch on cookie and bread-making quality. *European Food Research and Technology*, 225(1), 1–7. <http://doi.org/10.1007/s00217-006-0374-1>
- Bedoussac, L., Journet, E.-P., Hauggaard-Nielsen, H., Naudin, C., Corre-Hellou, G., Jensen, E. S., ... Justes, E. (2015). Ecological principles underlying the increase of productivity achieved by cereal-grain legume intercrops in organic farming. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 35(3), 911–935. <http://doi.org/10.1007/s13593-014-0277-7>
- Bedoussac, L., Triboulet, P., Magrini, Marie-Benoît, Rambault, G., Foissy, D., & Corre-Hellou, G. (2013). Conséquences de l'introduction des cultures associées céréale-légumineuse à graines dans les filières. Analyse du point de vue des agriculteurs et des coopératives. *Innovations Agronomiques*, 32, 199–212.
- Bell, A. V., Berger, K. G., Russo, J. V., White, G. W., & Weathers, T. L. (1975). A study of the micro-baking of sponges and cakes using cine and television microscopy. *International Journal of Food Science & Technology*, 10(2), 147–156. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1975.tb00017.x>
- Bengoechea, C., Arrachid, A., Guerrero, A., Hill, S. E., & Mitchell, J. R. (2007). Relationship between the glass transition temperature and the melt flow behavior for gluten, casein and soya. *Journal of Cereal Science*, 45(3), 275–284. <http://doi.org/10.1016/J.JCS.2006.08.011>
- Bennion, E. B., Bamford, G. S. T., & Bent, A. J. (1997). Cake-making processes. In E. B. Bennion, G. S. T. Bamford, & A. J. Bent (Eds.), *The technology of cake making* (pp. 251–274). Boston, MA: Springer.
- Bertoft, E., Manelius, R., & Qin, Z. (1993). Studies on the Structure of Pea Starches. Part 1: Initial Stages in  $\alpha$ -Amylolysis of Granular Smooth Pea Starch. *Starch-Stärke*, 45(7), 215–220. <http://doi.org/10.1002/star.19930450702>
- Biliaderis, C. G., Maurice, T. J., & Vose, J. R. (1980). Starch gelatinization phenomena studied by differential scanning calorimetry. *Journal of Food Science*, 45(6), 1669–1674.
- Bloksma, A. H. (1986). Rheological aspects of structural changes during baking. In J. M. V Blanshard (Ed.), *Chemistry and physics of baking: materials, processes, and products*. Sutton Bonington: London: Royal Society of Chemistry.
- Boursier, B. (2005). Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires. *Techniques de l'ingénieur*. Ed. Techniques Ingénieur.
- Bourson, Y. (2009). Mouture du blé tendre et techniques d'obtention de la farine. *Techniques de l'ingénieur*. Ed. Techniques Ingénieur.
- Bousseau, D. (2009). Associations céréales-légumineuses et mélanges de variétés de blé tendre : point de vue agronomique et pratique d'une coopérative. *Innovations Agronomiques*, 7, 129–137.
- Boye, J. I. I., Aksay, S., Roufik, S., Ribéreau, S., Mondor, M., Farnworth, E., & Rajamohamed, S. H. H. (2010). Comparison of the functional properties of pea, chickpea and lentil protein concentrates processed using ultrafiltration and isoelectric precipitation techniques. *Food Research International*, 43(2), 537–546. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.021>
- Boye, J. I., Zare, F., & Pletch, A. (2010). Pulse proteins: Processing, characterization, functional properties and applications in food and feed. *Food Research International*, 43(2), 414–431. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.003>
- Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 23(2), 85–112.

- Bushuk, W. (1966). Distribution of water in dough and bread. *Baker's Digest*, 40(5), 38–40.
- Butt, M. S., & Batool, R. (2010). Nutritional and Functional Properties of Some Promising Legumes Protein Isolates. *Pakistan Journal of Nutrition*, 9(4), 373–379. <http://doi.org/10.3923/pjn.2010.373.379>
- Campbell, G. M., & Mougeot, E. (1999). Creation and characterisation of aerated food products. *Trends in Food Science & Technology*, 10(9), 283–296. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(00\)00008-X](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(00)00008-X)
- Carrouée, B., Schneider, A., Flénet, F., Jeuffroy, M.-H., & Nemecek, T. (2012). Introduction du pois protéagineux dans des rotations à base de céréales à paille et colza : impacts sur les performances économiques et environnementales. *Innovations Agronomiques*, 25, 125–142.
- Cauvain, S. P., & Cyster, J. (1996). *Sponge cake technology*. Chipping Campden: Campden & Chorleywood Food Research Association.
- Cavaillès, E. (2009). La relance des légumineuses dans le cadre d'un plan protéine : quels bénéfices environnementaux. *La Défense*.
- Champ, M., & Colonna, P. (1993). Importance de l'endommagement de l'amidon dans les aliments pour animaux. *INRA Productions Animales*, 6(3), 185–198.
- Chardigny, J.-M., & Walrand, S. (2016). Plant protein for food: opportunities and bottlenecks. *Oilseeds & Fats Crops and Lipids*, 23(4), D404. <http://doi.org/10.1051/ocl/2016019>
- Chesterton, A. K. S., Meza, B. E., Moggridge, G. D., Sadd, P. A., & Wilson, D. I. (2011). Rheological characterisation of cake batters generated by planetary mixing: Elastic versus viscous effects. *Journal of Food Engineering*, 105(2), 332–342. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.043>
- Chichti, E., George, M., Delenne, J.-Y., Radjai, F., & Lullien-Pellerin, V. (2013). Nano-mechanical properties of starch and gluten biopolymers from atomic force microscopy. *European Polymer Journal*, 49(12), 3788–3795. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.08.024>
- Choi, H.-W., & Baik, B.-K. (2013). Significance of wheat flour particle size on sponge cake baking quality. *Cereal Chemistry*, 90(2), 150–156. <http://doi.org/10.1094/CCHEM-07-12-0088-R>
- Cholez, C., & Magrini, M.-B. (2014). Cultiver des légumineuses à graines en pure ou en association avec des céréales : points de vue d'acteurs du système sociotechnique agricole. In *Actes du colloque CIAG Associations végétales* (pp. 45–63). Angers.
- Chove, B. E., Grandison, A. S., & Lewis, M. J. (2007). Some functional properties of fractionated soy protein isolates obtained by microfiltration. *Food Hydrocolloids*, 21(8), 1379–1388. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.10.018>
- Chung, H. J., Liu, Q., Hoover, R., Warkentin, T. D., & Vandenberg, B. (2008). In vitro starch digestibility, expected glycemic index, and thermal and pasting properties of flours from pea, lentil and chickpea cultivars. *Food Chemistry*, 111(2), 316–321. <http://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2008.03.062>
- Condé-Petit, B. (2001). *Structural features of starch in food : a polymeric and colloidal approach*. Swiss Federal Institute of Technology.
- Cuq, B., Abecassis, J., & Guilbert, S. (2003). State diagrams to help describe wheat bread processing. *International Journal of Food Science and Technology*, 38(7), 759–766. <http://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2003.00748.x>
- D'Appolonia. (1977). Rheological and baking studies of legume-wheat flour blends. *Cereal Chemistry*, 54(1), 53–63.
- De la Hera, E., Ruiz-París, E., Oliete, B., & Gómez, M. (2012). Studies of the quality of cakes made with wheat-lentil composite flours. *LWT - Food Science and Technology*, 49(1), 48–54. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.05.009>

#### 4. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Derbyshire, E., Wright, D. J., & Boulter, D. (1976). Legumin and vicilin, storage proteins of legume seeds. *Phytochemistry*, 15(1), 3–24. [http://doi.org/10.1016/S0031-9422\(00\)89046-9](http://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)89046-9)
- Dervas, G., Doxastakis, G., Hadjisavva-Zinoviadi, S., & Triantafillakos, N. (1999). Lupin flour addition to wheat flour doughs and effect on rheological properties. *Food Chemistry*, 66(1), 67–73. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00234-9](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00234-9)
- Dewaest, M., VILLEMEJANE, C., BERLAND, S., MICHON, C., VEREL, A., & MOREL, M.-H. (2017). Changes in protein size distribution during wheat flour cake processing. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 333–341. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.01.036>
- Dewaest, M., VILLEMEJANE, C., BERLAND, S., NERON, S., CLEMENT, J., VEREL, A., & MICHON, C. (2017). Effect of crumb cellular structure characterized by image analysis on cake softness. *Journal of Texture Studies*, 49(3), 328–338. <http://doi.org/10.1111/jtxs.12303>
- Donelson, J. R., & Yamazaki, W. T. (1962). Note on a rapid method for estimation of damaged starch in soft wheat flours. *Cereal Chemistry*, 39(6), 460.
- Donovan, J. W. (1977). A study of the baking process by differential scanning calorimetry. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(6), 571–578. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740280616>
- Doxastakis, G., Zafiriadis, I., Irakli, M., Marlani, H., & Tananaki, C. (2002). Lupin, soya and triticale addition to wheat flour doughs and their effect on rheological properties. *Food Chemistry*, 77(2), 219–227. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00362-4](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00362-4)
- Dubat, A. (2004). Importance de l'endommagement de l'amidon et évolution des méthodes de mesure. *Industries Des Céréales*, (137), 2–8.
- Duranti, M., & Gius, C. (1997). Legume seeds: protein content and nutritional value. *Field Crops Research*, 53(1–3), 31–45. [http://doi.org/10.1016/S0378-4290\(97\)00021-X](http://doi.org/10.1016/S0378-4290(97)00021-X)
- Eliasson, A. (1980). Effect of water content on the gelatinization of wheat starch. *Starch-Stärke*, 32(8), 270–272.
- Elkowicz, K., & Sosulski, F. W. (1982). Antinutritive factors in eleven legumes and their air-classified protein and starch fractions. *Journal of Food Science*, 47(4), 1301–1304.
- Evans, I. D., & Haisman, D. R. (1982). The effect of solutes on the gelatinization temperature range of potato starch. *Starch-Stärke*, 34(7), 224–231.
- Farrand, E. A. (1964). Flour properties in relation to the modern bread processes in the United Kingdom, with special reference to alpha-amylase and starch damage. *Cereal Chem*, 41(98), 99–111.
- Fehaili, S., Courel, M., Rega, B., & Giampaoli, P. (2010). An instrumented oven for the monitoring of thermal reactions during the baking of sponge cake. *Journal of Food Engineering*, 101(3), 253–263. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.07.003>
- Feillet, P. (2000). *Le grain de blé: composition et utilisation*. (Quae, Ed.). Paris: INRA éditions.
- Fernández-Quintela, A., Macarulla, M. T., Barrio, A. S. del, & Martínez, J. A. (1997). Composition and functional properties of protein isolates obtained from commercial legumes grown in northern Spain. *Plant Foods for Human Nutrition*, 51(4), 331–341. <http://doi.org/10.1023/A:1007936930354>
- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2007a). Conceptual framework for estimating protein and amino acid requirements. In *Protein and amino acid requirements in human nutrition: report of a joint WHO/FAO/UNU expert consultation (Food and A, pp. 9–34)*. Genève: United Nations University.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2007b). Protein and amino acid requirements in human nutrition: report of a joint WHO/FAO/UNU expert consultation. WHO technical report series. Genève: United Nations University. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/18330140>

- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2007c). Protein quality evaluation. In Protein and amino acid requirements in human nutrition: report of a joint WHO/FAO/UNU expert consultation (Food and A, pp. 93–102). Genève: United Nations University.
- Freke, C. D. (1971). The examination of starch gelling by microscopy. *International Journal of Food Science & Technology*, 6(3), 273–279.
- Frias, J., Giacomino, S., Peñas, E., Pellegrino, N., Ferreyra, V., Apro, N., ... Vidal-Valverde, C. (2011). Assessment of the nutritional quality of raw and extruded *Pisum sativum* L. var. laguna seeds. *LWT - Food Science and Technology*, 44(5), 1303–1308. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.12.025>
- Gaines, C. S., & Donelson, J. R. (1982). Cake batter viscosity and expansion upon heating. *Cereal Chem*, 59(4), 237–240.
- Gaines, C. S., & Donelson, J. R. (1985). Influence of certain flour quality parameters and postmilling treatments on size of angel food and high-ratio white layer cakes. *Cereal Chem*, 62(1), 60–63.
- Gélinas, P., Roy, G., & Guillet, M. (1999). Relative effects of ingredients on cake staling based on an accelerated shelf-life test. *Journal of Food Science*, 64(5), 937–940. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1999.tb15944.x>
- Ghavidel, R. A., & Prakash, J. (2007). The impact of germination and dehulling on nutrients, antinutrients, in vitro iron and calcium bioavailability and in vitro starch and protein digestibility of some legume seeds. *LWT-Food Science and Technology*, 40(7), 1292–1299. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2006.08.002>
- Gibson, L. J., & Ashby, M. F. (1982). The Mechanics of Three-Dimensional Cellular Materials. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 382(1782), 43–59. <http://doi.org/10.1098/rspa.1982.0088>
- Gibson, T. S., Al Qalla, H., & McCleary, B. V. (1992). An improved enzymic method for the measurement of starch damage in wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 15(1), 15–27.
- Glenn, G. M., & Saunders, R. M. (1990). Physical and structural properties of wheat endosperm associated with grain texture. *Cereal Chem*, 67(2), 176–182.
- Glenn, G. M., Younce, F. L., & Pitts, M. J. (1991). Fundamental physical properties characterizing the hardness of wheat endosperm. *Journal of Cereal Science*, 13(2), 179–194. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(09\)80035-0](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(09)80035-0)
- Goesaert, H., Brijs, K., Veraverbeke, W. S., Courtin, C. M., Gebruers, K., & Delcour, J. A. (2005). Wheat flour constituents: how they impact bread quality, and how to impact their functionality. *Trends in Food Science & Technology*, 16(1), 12–30. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2004.02.011>
- Gómez, M., Doyagüe, M. J., & De la Hera, E. (2012). Addition of pin-milled pea flour and air-classified fractions in layer and sponge cakes. *LWT - Food Science and Technology*, 46(1), 142–147. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.10.014>
- Gómez, M., Oliete, B., García-Álvarez, J., Ronda, F., & Salazar, J. (2008). Characterization of cake batters by ultrasound measurements. *Journal of Food Engineering*, 89(4), 408–413. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.05.024>
- Gómez, M., Oliete, B., Rosell, C. M., Pando, V. V., & Fernández, E. (2008). Studies on cake quality made of wheat–chickpea flour blends. *LWT-Food Science and Technology*, 41(9), 1701–1709. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.11.024>
- Gómez, M., Ronda, F., Caballero, P. A., Blanco, C. A., & Rosell, C. M. (2007). Functionality of different hydrocolloids on the quality and shelf-life of yellow layer cakes. *Food Hydrocolloids*, 21(2), 167–173. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.03.012>
- Gómez, M., Ruiz-París, E., & Oliete, B. (2010). Influence of flour mill streams on cake quality. *International Journal of Food Science and Technology*, 45(9), 1794–1800. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2010.02338.x>

#### 4. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Grefeuille, V., Abécassis, J., Barouh, N., Villeneuve, P., Mabile, F., Bar-L'Helgouac'h, C., & Lullien-Pellerin, V. (2007). Analysis of the milling reduction of bread wheat farina: Physical and biochemical characterisation. *Journal of Cereal Science*, 45(1), 97–105. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.07.003>
- Groupe technique AB Franche-Comté. (2012). Les mélanges Céréales/Protéagineux récoltés en grain en Franche-Comté.
- Groupement National Interprofessionnel des Semences. (2015). Principe du triage des semences. Retrieved February 25, 2015, from <http://www.gnis-pedagogie.org/station-principe-triage-semence.html>
- Guéguen, J., & Barbot, J. (1988). Quantitative and qualitative variability of pea (*Pisum sativum* L.) protein composition. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 42(3), 209–224. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740420304>
- Guillamon, E., Pedrosa, M. M., Burbano, C., Cuadrado, C., de Cortes Sánchez, M., & Muzquiz, M. (2008). The trypsin inhibitors present in seed of different grain legume species and cultivar. *Food Chemistry*, 107(1), 68–74. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.07.029>
- Guillon, F., & Champ, M. M.-J. (2002). Carbohydrate fractions of legumes: uses in human nutrition and potential for health. *The British Journal of Nutrition*, 88 Suppl 3, S293-306. <http://doi.org/10.1079/BJN2002720>
- Gujska, E., Reinhard, W. D., & Khan, K. (1994). Physicochemical Properties of Field Pea, Pinto and Navy Bean Starches. *Journal of Food Science*, 59(3), 634–636. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1994.tb05580.x>
- Gularte, M. A., Gómez, M., & Rosell, C. M. (2012). Impact of legume flours on quality and in vitro digestibility of starch and protein from gluten-free cakes. *Food and Bioprocess Technology*, 5(8), 3142–3150. <http://doi.org/10.1007/s11947-011-0642-3>
- Haddad, Y., Benet, J. C., & Abecassis, J. (1998). A rapid general method for appraising the rheological properties of the starchy endosperm of cereal grains. *Cereal Chemistry*, 75(5), 673–676. <https://doi.org/10.1094/CCHEM.1998.75.5.673>
- Haddad, Y., Benet, J. C., Delenne, J. Y., Mermet, A., & Abecassis, J. (2001). Rheological Behaviour of Wheat Endosperm—Proposal for Classification Based on the Rheological Characteristics of Endosperm Test Samples. *Journal of Cereal Science*, 34(1), 105–113. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2000.0373>
- Han, J., Janz, J. A. M., & Gerlat, M. (2010). Development of gluten-free cracker snacks using pulse flours and fractions. *Food Research International*, 43(2), 627–633. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.015>
- Hareland, G. A. (1994). Evaluation of flour particle size distribution by laser diffraction, sieve analysis and near-infrared reflectance spectroscopy. *Journal of Cereal Science*, 20(2), 183–190.
- Hoover, R., Hughes, T., Chung, H. J., & Liu, Q. (2010). Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: A review. *Food Research International*, 43(2), 399–413. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.001>
- Hoover, R., & Ratnayake, W. S. (2002). Starch characteristics of black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada. *Food Chemistry*, 78(4), 489–498.
- Horváth, E., Ormai-Cserhalmi, Z., & Czukor, B. (1989). Functional properties of air-classified yellow pea (*Pisum sativum*) fractions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 49(4), 493–497. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740490412>
- Hoseney, R. C., & Delcour, J. A. (2010). *Principles of cereal science and technology*. St. Paul: American Association of Cereal Chemists (AACC).
- Hoseney, R. C., Zeleznak, K., & Lai, C. S. (1986). Wheat gluten—a glassy polymer. *Cereal Chemistry*, 63(3), 285–286.

- Huang, J., Sulmann, E., & Voragen, A. G. J. (2007). Physicochemical properties and amylopectin chain profiles of cowpea, chickpea and yellow pea starches. *Food Chemistry*, 101(4), 1338–1345. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.03.039>
- Jane, J. (2009). Chapter 6 - Structural features of starch granules II. In J. N. BeMiller & R. L. Whistler (Eds.), *Starch: chemistry and technology* (third, pp. 193–236). Elsevier.
- Joshi, M., Adhikari, B., Aldred, P., Panozzo, J. F., Kasapis, S., & Barrow, C. J. (2012). Interfacial and emulsifying properties of lentil protein isolate. *Food Chemistry*, 134(3), 1343–1353. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.03.029>
- Karaca, A. C., Low, N., & Nickerson, M. (2011). Emulsifying properties of chickpea, faba bean, lentil and pea proteins produced by isoelectric precipitation and salt extraction. *Food Research International*, 44(9), 2742–2750. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.06.012>
- Karkalas, J., Tester, R. F., & Morrison, W. R. (1992). Properties of damaged starch granules. I. Comparison of a micromethod for the enzymic determination of damaged starch with the standard AACC and Farrand methods. *Journal of Cereal Science*, 16(3), 237–251.
- Kataria, A., Chauhan, B. M., & Gandhi, S. (1988). Effect of domestic processing and cooking on the antinutrients of black gram. *Food Chemistry*, 30(2), 149–156.
- Kaur, M., Sandhu, K. S., & Lim, S.-T. (2010). Microstructure, physicochemical properties and in vitro digestibility of starches from different Indian lentil (*Lens culinaris*) cultivars. *Carbohydrate Polymers*, 79(2), 349–355. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.08.017>
- Kaur, M., & Singh, N. (2007a). Characterization of protein isolates from different Indian chickpea (*Cicer arietinum* L.) cultivars. *Food Chemistry*, 102(1), 366–374. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.05.029>
- Kaur, M., & Singh, N. (2007b). Comparative study of the functional, thermal and pasting properties of flours from different field pea (*Pisum sativum* L.) and pigeon pea (*Cajanus cajan* L.) cultivars. *Food Chemistry*, 104(1), 259–267. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.11.037>
- Khattab, R. Y., & Arntfield, S. D. (2009). Nutritional quality of legume seeds as affected by some physical treatments 2: Antinutritional factors. *LWT - Food Science and Technology*, 42(6), 1113–1118. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.02.004>
- Khattab, R. Y., Arntfield, S. D., & Nyachoti, C. M. (2009). Nutritional quality of legume seeds as affected by some physical treatments, Part 1: Protein quality evaluation. *LWT - Food Science and Technology*, 42(6), 1107–1112. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.02.008>
- Kim, C. S., & Walker, C. E. (1992). Interactions between starches, sugars, and emulsifiers in high-ratio cake model systems. *Cereal Chem*, 69(2), 206–212.
- Kiosseoglou, V., & Paraskevopoulou, A. (2005). Molecular interactions in gels prepared with egg yolk and its fractions. *Food Hydrocolloids*, 19(3), 527–532. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2004.10.027>
- Kitabatake, N., Tahara, M., & Doi, E. (1990). Thermal denaturation of soybean protein at low water contents. *Agricultural and Biological Chemistry*, 54(9), 2205–2212.
- Koehler, P., & Wieser, H. (2013). Chemistry of cereal grains. In M. Gobbetti & M. Gänzle (Eds.), *Handbook on sourdough biotechnology* (pp. 11–45). Boston, MA: Springer.
- Kohajdová, Z., Karovičová, J., & Magala, M. (2013). Rheological and qualitative characteristics of pea flour incorporated cracker biscuits. *Croatian Journal of Food Science and Technology*, 5(1), 11–17. Retrieved from <http://hrcak.srce.hr/106157>
- Kokini, J. L., Cocero, A. M., & Madeka, H. (1995). State diagrams help predict rheology of cereal proteins: Chemical and rheological changes during phase transition in food. *Food Technology*, 49(10), 74–82.



#### 4. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Kumar, R., Kumar, A., Sharma, N. K., Kaur, N., Chunduri, V., Chawla, M., ... Garg, M. (2016). Soft and Hard Textured Wheat Differ in Starch Properties as Indicated by Trimodal Distribution, Morphology, Thermal and Crystalline Properties. *PloS One*, 11(1), 1–14. <http://doi.org/10.1371/journal.pone.0147622>
- L'Hocine, L., Boye, J. I., & Arcand, Y. (2006). Composition and functional properties of soy protein isolates prepared using alternative defatting and extraction procedures. *Journal of Food Science*, 71(3), C137–C145. Retrieved from <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2621.2006.tb15609.x/full>
- Lafiandra, D., & MacRitchie, F. (1997). Structure function relationships of wheat proteins. In S. Damodaran & A. Paraf (Eds.), *Food Proteins and their Applications*. (pp. 293–324). New York: Marcel Dekker.
- Laleg, K., Barron, C., Cordelle, S., Schlich, P., Walrand, S., & Micard, V. (2016). How the structure, nutritional and sensory attributes of pasta made from legume flour is affected by the proportion of legume protein. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 471–478. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.01.069>
- Laleg, K., Barron, C., Santé-Lhoutellier, V., Walrand, S., & Micard, V. (2016). Protein enriched pasta: structure and digestibility of its protein network. *Food & Function*, 7(2), 1196–1207. <http://doi.org/10.1039/C5FO01231G>
- Laleg, K., Cassan, D., Barron, C., Prabhasankar, P., & Micard, V. (2016). Structural, culinary, nutritional and anti-nutritional properties of high protein, gluten free, 100% legume pasta. *PloS One*, 11(9), 1–19.
- Lam, A. C. Y., Can Karaca, A., Tyler, R. T., & Nickerson, M. T. (2018). Pea protein isolates: Structure, extraction, and functionality. *Food Reviews International*, 34(2), 126–147. <http://doi.org/10.1080/87559129.2016.1242135>
- Lazou, A., & Krokida, M. (2011). Thermal characterisation of corn–lentil extruded snacks. *Food Chemistry*, 127(4), 1625–1633. <http://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2011.02.029>
- Leterme, P., Monmart, T., & Baudart, E. (1990). Amino acid composition of pea (*Pisum sativum*) proteins and protein profile of pea flour. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 53(1), 107–110. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740530112>
- Liang, H.-N., & Tang, C.-H. (2013). pH-dependent emulsifying properties of pea [*Pisum sativum* (L.)] proteins. *Food Hydrocolloids*, 33(2), 309–319. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.04.005>
- Lin, M. J. Y., Humbert, E. S., & Sosulski, F. W. (1974). Certain functional properties of sunflower meal products. *Journal of Food Science*, 39(2), 368–370. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1974.tb02896.x>
- Liu, C., Wang, X., Ma, H., Zhang, Z., Gao, W., & Xiao, L. (2008). Functional properties of protein isolates from soybeans stored under various conditions. *Food Chemistry*, 111(1), 29–37. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.03.040>
- Lostie, M., Peczalski, R., Andrieu, J., & Laurent, M. (2002). Study of sponge cake batter baking process. Part I: Experimental data. *Journal of Food Engineering*, 51(2), 131–137. [http://doi.org/10.1016/S0260-8774\(01\)00049-8](http://doi.org/10.1016/S0260-8774(01)00049-8)
- Lucas, T., Doursat, C., Grenier, D., Wagner, M., Trystram, G., & Flick, D. (2015). Modeling of bread baking with a new, multi-scale formulation of evaporation–condensation–diffusion and evidence of compression in the outskirts of the crumb. *Journal of Food Engineering*, 149, 24–37. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.07.020>
- Ma, Z., Boye, J. I., Simpson, B. K., Prasher, S. O., Monpetit, D., & Malcolmson, L. (2011). Thermal processing effects on the functional properties and microstructure of lentil, chickpea, and pea flours. *Food Research International*, 44(8), 2534–2544. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.12.017>
- Magrini, M.-B., Voisin, A.-S., Anton, M., Cholez, C., Duc, G., Corre-Hellou, G., ... Walrand, S. (2014). La transition vers des systèmes agro-alimentaires durables : quelle place et qualification pour les légumineuses à graines ? In Séminaire « La Grande Transformation de l'Agriculture, 20 ans après » (pp. 1–25).

- Maningat, C. C., Seib, P. A., Bassi, S. D., Woo, K. S., & Lasater, G. D. (2009). Wheat starch: production, properties, modification and uses. In J. N. BeMiller & R. L. Whistler (Eds.), *Starch: chemistry and technology* (Third, pp. 441–510). Elsevier.
- Martín-Cabrejas, M. a., Aguilera, Y., Pedrosa, M. M., Cuadrado, C., Hernández, T., Díaz, S., & Esteban, R. M. (2009). The impact of dehydration process on antinutrients and protein digestibility of some legume flours. *Food Chemistry*, 114(3), 1063–1068. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.10.070>
- Massey, A. H., Khare, A. S., & Niranjana, K. (2001). Air Inclusion Into a Model Cake Batter Using a Pressure Whisk: Development of Gas Hold-up and Bubble Size Distribution. *Journal of Food Science*, 66(8), 1152–1157.
- Medcalf, D. G., & Gilles, K. A. (1965). Determination of starch damage by rate of iodine absorption. *Cereal Chemistry*, 42, 546–557.
- Mession, J.-L., Sok, N., Assifaoui, A., & Saurel, R. (2013). Thermal Denaturation of Pea Globulins (*Pisum sativum* L.) Molecular Interactions Leading to Heat-Induced Protein Aggregation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(6), 1196–1204. <http://doi.org/10.1021/jf303739n>
- Miao, M., Zhang, T., & Jiang, B. (2009). Characterisations of kabuli and desi chickpea starches cultivated in China. *Food Chemistry*, 113(4), 1025–1032. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.08.056>
- Michon, C. (2018). Chapitre 1. Une approche matériaux menée aux différentes échelles pour comprendre la construction des propriétés des produits alimentaires. In G. Almeida & M. Panouillé (Eds.), *Structure des produits alimentaires* (Lavoisier).
- Millennium Ecosystem Assessment. (2005). *Ecosystems and Human Well-being : General Synthesis*. (World Resources Institute, Ed.). Washington, DC, USA: Island Press.
- Miller, B. S., Trimbo, H. B., & Powell, K. R. (1967). Effects of flour granulation and starch damage on the cake making quality of soft wheat flour. *Cereal Sci. Today*, 12(245), 250–257.
- Mine, Y. (1998). Emulsifying characterization of hens egg yolk proteins in oil-in-water emulsions. *Food Hydrocolloids*, 12(4), 409–415.
- Mine, Y. (2008). *Egg bioscience and biotechnology*. (Y. Mine, Ed.). Hoboken, NJ: John Wiley & Sons.
- Ministère de l'Agriculture et de l'Agroalimentaire [MAAF]. (2016). *Agreste - Statistique Agricole Annuelle 2016*. Retrieved January 12, 2016, from <https://stats.agriculture.gouv.fr/disar/faces/report/tabDocBySource.jsp>
- Mizukoshi, M. (1979). Model studies of cake baking. I. Continuous observations of starch gelatinization and protein coagulation during baking. *Cereal Chem*, 56(4), 305–309.
- Mizukoshi, M. (1985). Model Studies of Cake Baking. VI. Effects of Cake Ingredients. *Cereal Chem*, 62(4), 247–251.
- Moiraghi, M., De la Hera, E., Pérez, G. T. G. T. T., & Gómez, M. (2013). Effect of wheat flour characteristics on sponge cake quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(3), 542–549. <http://doi.org/10.1002/jsfa.5821>
- Morgan, J. E., & Williams, P. C. (1995). Starch damage in wheat flours: a comparison of enzymatic, iodometric, and near-infrared reflectance techniques. *Cereal Chemistry*, 72(2), 209–212.
- Morris, C. F. (2002). Puroindolines: the molecular genetic basis of wheat grain hardness. *Plant Molecular Biology*, 48(5–6), 633–647.
- Morrison, W. R., Tester, R. F., & Gidley, M. J. (1994). Properties of damaged starch granules. II. Crystallinity, molecular order and gelatinisation of ball-milled starches. *Journal of Cereal Science*, 19(3), 209–217.

#### 4. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Naguleswaran, S., & Vasanthan, T. (2010). Dry milling of field pea (*Pisum sativum* L.) groats prior to wet fractionation influences the starch yield and purity. *Food Chemistry*, 118(3), 627–633. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.05.045>
- Naivikul, O., & D'Appolonia. (1979). The carbohydrates present in flour obtained from various types of legumes. *Cereal Chemistry*, 56(1), 24–28.
- Naudin, C., Corre-Hellou, G., Pineau, S., Crozat, Y., & Jeuffroy, M. H. (2010). The effect of various dynamics of N availability on winter pea-wheat intercrops: Crop growth, N partitioning and symbiotic N<sub>2</sub> fixation. *Field Crops Research*, 119(1), 2–11. <http://doi.org/10.1016/j.fcr.2010.06.002>
- Osborne, T. B. (1907). *The proteins of the wheat kernel*. Washington: Carnegie institution of Washington.
- Osorio-Díaz, P., Agama-Acevedo, E., Mendoza-Vinalay, M., Tovar, J., & Bello-Pérez, L. A. (2008). Pasta added with chickpea flour: chemical composition, in vitro starch digestibility and predicted glycemic index. *Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 6(1), 6–12. <http://doi.org/10.1080/11358120809487621>
- Otto, T., Baik, B.-K., & Czuchajowska, Z. (1997). Microstructure of seeds, flours, and starches of legumes. *Cereal Chemistry*, 74(4), 445–451. <http://doi.org/10.1094/CCHEM.1997.74.4.445>
- Oury, F., Lasmé, P., Michelet, C., Rousset, M., Abecassis, J., & Lullien-Pellerin, V. (2015). Relationships between wheat grain physical characteristics studied through near-isogenic lines with distinct puroindoline-b allele. *Theoretical and Applied Genetics*, 128(5), 913–929. <http://doi.org/10.1007/s00122-015-2479-z>
- Papalamprou, E. M., Doxastakis, G. I., Biliaderis, C. G., & Kiosseoglou, V. (2009). Influence of preparation methods on physicochemical and gelation properties of chickpea protein isolates. *Food Hydrocolloids*, 23(2), 337–343. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.03.006>
- Paredes-Lopez, O., Orrdiorica-Falomir, C., & Olivares-Vazquez, M. R. (1991). Chickpea Protein Isolates: Physicochemical, Functional and Nutritional Characterization. *Journal of Food Science*, 56(3), 726–729. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1991.tb05367.x>
- Paton, D., Larocque, G. M., & Holme, J. (1981). Development of cake structure: influence of ingredients on the measurement of cohesive force during baking. *Cereal Chemistry*.
- Pearce, K. N., & Kinsella, J. E. (1978). Emulsifying properties of proteins: evaluation of a turbidimetric technique. *Journal of Agricultural and Food*, 26(3), 716–723. <http://doi.org/10.1021/jf60217a041>
- Pearson, T., Wilson, J., Gwirtz, J., Maghirang, E., Dowell, F., McCluskey, P., & Bean, S. (2007). Relationship between single wheat kernel particle-size distribution and Perten SKCS 4100 Hardness Index. *Cereal Chemistry*, 84(6), 567–575. <http://doi.org/10.1094/CCHEM-84-6-0567>
- Pelgrom, P. J. M., Berghout, J. A. M., Van der Goot, A. J., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2014). Preparation of functional lupine protein fractions by dry separation. *LWT-Food Science and Technology*, 59(2), 680–688. <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2014.06.007>
- Pelgrom, P. J. M., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2015). Method development to increase protein enrichment during dry fractionation of starch-rich legumes. *Food and Bioprocess Technology*, 8(7), 1495–1502. <http://doi.org/10.1007/s11947-015-1513-0>
- Pelgrom, P. J. M., Schutyser, M. A. I., & Boom, R. M. (2013). Thermomechanical morphology of peas and its relation to fracture behaviour. *Food and Bioprocess Technology*, 6(12), 3317–3325. <http://doi.org/10.1007/s11947-012-1031-2>
- Pelgrom, P. J. M., Vissers, A. M., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2013). Dry fractionation for production of functional pea protein concentrates. *Food Research International*, 53(1), 232–239. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.05.004>

- Pelzer, E., Bedoussac, L., Hellou, G., Jeuffroy, M.-H., Métivier, T., & Naudin, C. (2014). Associations de cultures annuelles combinant une légumineuse et une céréale retours d'expériences d'agriculteurs et analyse. In Actes du colloque CIAG Associations végétales (pp. 75–95). Angers.
- Perrot, C. (1995). Les protéines de pois : de leur fonction dans la graine à leur utilisation en alimentation animale. *INRA Productions Animales*, 8(3), 151–164.
- Petitot, M., Boyer, L., Minier, C., & Micard, V. (2010). Fortification of pasta with split pea and faba bean flours: Pasta processing and quality evaluation. *Food Research International*, 43(2), 634–641. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.020>
- Pomeranz, Y., Bolling, H., & Zwingelberg, H. (1984). Wheat hardness and baking properties of wheat flours. *Journal of Cereal Science*, 2, 137–143.
- Previtali, M. A., Mastromatteo, M., De Vita, P., Ficco, D. B. M., Conte, A., & Del Nobile, M. A. (2014). Effect of the lentil flour and hydrocolloids on baking characteristics of wholemeal durum wheat bread. *International Journal of Food Science & Technology*, 49(11), 2382–2390. <http://doi.org/10.1111/ijfs.12559>
- Projet PerfCom. (2012). Rapport PerfCom : Les cultures associées céréale/légumineuse en agriculture “bas intrants” dans le Sud de la France.
- Raeker, M. Ö., Gaines, C. S., Finney, P. L., & Donelson, T. (1998). Granule Size Distribution and Chemical Composition of Starches from 12 Soft Wheat Cultivars. *Cereal Chemistry*, 75(5), 721–728. <http://doi.org/10.1094/CCHEM.1998.75.5.721>
- Ranhotra, G. S., Gelroth, J. A., & Eisenbraun, G. J. (1993). Correlation between Chopin and AACC methods of determining damaged starch. *Cereal Chemistry*, 70(2), 236–237.
- Ratnayake, W. S., Hoover, R., Shahidi, F., Perera, C., & Jane, J. (2001). Composition, molecular structure, and physicochemical properties of starches from four field pea (*Pisum sativum* L.) cultivars. *Food Chemistry*, 74(2), 189–202. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00124-8](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00124-8)
- Ratnayake, W. S., Hoover, R., & Warkentin, T. (2002). Pea Starch: Composition, Structure and Properties — A Review. *Starch - Stärke*, 54(6), 217–234.
- Rehman, Z., & Shah, W. H. (2005). Thermal heat processing effects on antinutrients, protein and starch digestibility of food legumes. *Food Chemistry*, 91(2), 327–331. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.06.019>
- Ronda, F., Oliete, B., Gómez, M., Caballero, P. A., & Pando, V. (2011). Rheological study of layer cake batters made with soybean protein isolate and different starch sources. *Journal of Food Engineering*, 102(3), 272–277. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.09.001>
- Roos, Y. H., & Drusch, S. (2016). Food Components and Polymers. In Y. H. Roos & S. Drusch (Eds.), *Phase transitions in foods* (pp. 115–162). Waltham: Academic Press.
- Sahi, S. S., & Alava, J. M. (2003). Functionality of emulsifiers in sponge cake production. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83(14), 1419–1429. <http://doi.org/10.1002/jsfa.1557>
- Sakin, M., Kaymak-Ertekin, F., & Ilicali, C. (2007). Simultaneous heat and mass transfer simulation applied to convective oven cup cake baking. *Journal of Food Engineering*, 83(3), 463–474. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.04.007>
- Sakiyan, O., Sumnu, G., Sahin, S., & Bayram, G. (2004). Influence of fat content and emulsifier type on the rheological properties of cake batter. *European Food Research and Technology*, 219(6), 635–638. <http://doi.org/10.1007/s00217-004-1020-4>
- Sandhu, K. S., & Lim, S.-T. (2008). Digestibility of legume starches as influenced by their physical and structural properties. *Carbohydrate Polymers*, 71(2), 245–252. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.036>

#### 4. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Saravacos, G. D., & Maroulis, Z. B. (2011). *Food process engineering operations*. Boca Raton: CRC Press.
- Sato, H., Matsumura, T., & Shibukawa, S. (1987). Apparent heat transfer in a forced convection oven and properties of baked food. *Journal of Food Science*, 52(1), 185–188.
- Schlemmer, U., Frølich, W., Prieto, R. M., & Grases, F. (2009). Phytate in foods and significance for humans: food sources, intake, processing, bioavailability, protective role and analysis. *Molecular Nutrition & Food Research*, 53(S2), S330–S375. <http://doi.org/10.1002/mnfr.200900099>
- Schutysse, M. A. I., Pelgrom, P. J. M., Van der Goot, A. J., & Boom, R. M. (2015). Dry fractionation for sustainable production of functional legume protein concentrates. *Trends in Food Science & Technology*, 45(2), 327–335. <http://doi.org/10.1016/J.TIFS.2015.04.013>
- Shand, P. J. J., Ya, H., Pietrasik, Z., & Wanasundara, P. K. J. P. D. (2007). Physicochemical and textural properties of heat-induced pea protein isolate gels. *Food Chemistry*, 102(4), 1119–1130. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.060>
- Shepherd, I. S., & Yoell, R. W. (1974). Role of fats and emulsifiers in cake structure. In *Journal of the American Oil Chemists' Society* (Vol. 51, pp. A530–A530). Champaign, IL: American Oil Chemists' Society.
- Shevkani, K., Singh, N., Kaur, A., & Rana, J. C. (2015). Structural and functional characterization of kidney bean and field pea protein isolates: A comparative study. *Food Hydrocolloids*, 43, 679–689. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.07.024>
- Shewry, P. R. (2009). Wheat. *Journal of Experimental Botany*, 60(6), 1537–1553. <http://doi.org/10.1093/jxb/erp058>
- Shewry, P. R., & Halford, N. G. (2002). Cereal seed storage proteins: structures, properties and role in grain utilization. *Journal of Experimental Botany*, 53(370), 947–958. <http://doi.org/10.1093/jexbot/53.370.947>
- Shewry, P. R., Napier, J. A., & Tatham, A. S. (1995). Seed storage proteins: structures and biosynthesis. *The Plant Cell*, 7(7), 945–956. <http://doi.org/10.1105/tpc.7.7.945>
- Shewry, P. R., Tatham, A. S., Forde, J., Kreis, M., & Mifflin, B. J. (1986). The classification and nomenclature of wheat gluten proteins: a reassessment. *Journal of Cereal Science*, 4(2), 97–106. [http://doi.org/10.1016/S0733-5210\(86\)80012-1](http://doi.org/10.1016/S0733-5210(86)80012-1)
- Simsek, S., Tulbek, M. C., Yao, Y., & Schatz, B. (2009). Starch characteristics of dry peas (*Pisum sativum* L.) grown in the USA. *Food Chemistry*, 115(3), 832–838. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.12.093>
- Singh, M., Byars, J. A., & Liu, S. X. (2015). Navy bean flour particle size and protein content affect cake baking and batter quality. *Journal of Food Science*, 80(6), 1229–1234. <http://doi.org/10.1111/1750-3841.12869>
- Singh, N., Sandhu, K. S., & Kaur, M. (2004). Characterization of starches separated from Indian chickpea (*Cicer arietinum* L.) cultivars. *Journal of Food Engineering*, 63(4), 441–449. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2003.09.003>
- Sollars, W. F., & Rubenthaler, G. L. (1971). Performance of wheat and other starches in reconstituted flours. *Cereal Chemistry*, (48), 397–410.
- Sosulski, F. W., Hoover, R., Tyler, R. T., Murray, E. D., & Arntfield, S. D. (1985). Differential Scanning Calorimetry of Air-Classified Starch and Protein Fractions from Eight Legume Species. *Starch-Stärke*, 37(8), 257–262. <http://doi.org/10.1002/star.19850370803>
- Sosulski, F. W., & Mc Curdy, A. R. (1987). Functionality of Flours, Protein Fractions and Isolates from Field Peas and Faba Bean. *Journal of Food Science*, 52(4), 1010–1014. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1987.tb14263.x>

- Sosulski, F. W., & Youngs, C. G. (1979). Yield and functional properties of air-classified protein and starch fractions from eight legume flours. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 56, 292–295. <http://doi.org/10.1007/BF02671477>
- Stone, B., Morell, M. K., Khan, K., & Shewry, P. R. (2009). Carbohydrates. In K. Khan & P. R. Shewry (Eds.), *Wheat: chemistry and technology* (pp. 299–362). St. Paul: American Association of Cereal Chemists, Inc (AACC).
- Sun, X. D., & Arntfield, S. D. (2010). Gelation properties of salt-extracted pea protein induced by heat treatment. *Food Research International*, 43(2), 509–515. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.039>
- Surget, A., & Barron, C. (2005). Histologie du grain de blé. Retrieved March 4, 2015, from <http://www.industriesdescereales.com/Images/Produits/548E2BE8-6F6B-447B-8E94-4C8E59097B35.PDF>
- Terres Univia. (2017). Chiffres Clés Oléagineux et Plantes riches en protéines 2016. Paris.
- Tester, R. F. (1997). Properties of damaged starch granules: composition and swelling properties of maize, rice, pea and potato starch fractions in water at various temperatures. *Food Hydrocolloids*, 11(3), 293–301.
- Tester, R. F., Karkalas, J., & Qi, X. (2004). Starch — composition, fine structure and architecture. *Journal of Cereal Science*, 39(2), 151–165. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2003.12.001>
- Tester, R. F., Morrison, W. R., Gidley, M. J., Kirkland, M., & Karkalas, J. (1994). Properties of damaged starch granules. III. Microscopy and particle size analysis of undamaged granules and remnants. *Journal of Cereal Science*, 20(1), 59–67.
- Tiwari, B. K., Gowen, A., McKenna, B., Wood, J. A., & Malcolmson, L. J. (2011). Pulse milling technologies. In B. K. Tiwari, A. Gowen, & B. McKenna (Eds.), *Pulse Foods* (pp. 193–221). London: Academic Press.
- Toews, R., & Wang, N. (2013). Physicochemical and functional properties of protein concentrates from pulses. *Food Research International*, 52(2), 445–451. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.12.009>
- Topin, V. (2008). Matériaux granulaires cimentés: modélisation et application à l'albumen de blé. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc.
- Torres, A., Frias, J., Granito, M., Guerra, M., & Vidal-Valverde, C. (2007). Chemical, biological and sensory evaluation of pasta products supplemented with  $\alpha$ -galactoside-free lupin flours. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87(1), 74–81. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2673>
- Torres, A., Frias, J., Granito, M., & Vidal-Valverde, C. (2007). Germinated *Cajanus cajan* seeds as ingredients in pasta products: Chemical, biological and sensory evaluation. *Food Chemistry*, 101(1), 202–211. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.01.018>
- Tyler, R. T. (1984). Impact Milling Quality of Grain Legumes. *Journal of Food Science*, 49(3), 925–930. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1984.tb13243.x>
- UNIP. (2014). Pois protéagineux de printemps et d'hiver. Guide de culture 2014-2015. (ARVALIS - Institut du végétal, Ed.). Paris.
- Vaisey-Genser, M., Ylimaki, G., & Johnston, B. (1987). The selection of levels of canola oil, water, and an emulsifier system in cake formulations by response surface methodology. *Cereal Chem*, 64(1), 50–54.
- Vanin, F. M., Lucas, T., & Trystram, G. (2009). Crust formation and its role during bread baking. *Trends in Food Science & Technology*, 20(8), 333–343. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2009.04.001>
- Voisin, A. S., Guéguen, J., Huyghe, C., Jeuffroy, M. H., Magrini, M. B., Meynard, J. M., ... Pelzer, E. (2014). Legumes for feed, food, biomaterials and bioenergy in Europe: A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 34(2), 361–380. <http://doi.org/10.1007/s13593-013-0189-y>
- Wagner, M., Lucas, T., Le Ray, D., & Trystram, G. (2007). Water transport in bread during baking. *Journal of Food Engineering*, 78(4), 1167–1173. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.12.029>

#### 4. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Wagner, M., Quellec, S., Trystram, G., & Lucas, T. (2008). MRI evaluation of local expansion in bread crumb during baking. *Journal of Cereal Science*, 48(1), 213–223. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.09.006>
- Wang, J., Zhao, M., Yang, X., & Jiang, Y. (2006). Improvement on functional properties of wheat gluten by enzymatic hydrolysis and ultrafiltration. *Journal of Cereal Science*, 44(1), 93–100. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.04.002>
- Wang, N., Daun, J. K., & Malcolmsen, L. J. (2003). Relationship between physicochemical and cooking properties, and effects of cooking on antinutrients, of yellow field peas (*Pisum sativum*). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83(12), 1228–1237. <http://doi.org/10.1002/jsfa.1531>
- Wang, N., Hatcher, D. W., & Gawalko, E. J. (2008). Effect of variety and processing on nutrients and certain anti-nutrients in field peas (*Pisum sativum*). *Food Chemistry*, 111(1), 132–138. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.03.047>
- Wang, N., Hatcher, D. W., Toews, R., & Gawalko, E. J. (2009). Influence of cooking and dehulling on nutritional composition of several varieties of lentils (*Lens culinaris*). *LWT - Food Science and Technology*, 42(4), 842–848. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.10.007>
- Wang, S., Sharp, P., & Copeland, L. (2011). Structural and functional properties of starches from field peas. *Food Chemistry*, 126(4), 1546–1552. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.154>
- Waniska, R. D., & Kinsella, J. E. (1979). Foaming properties of proteins: evaluation of a column aeration apparatus using ovalbumin. *Journal of Food Science*, 44(5), 1398–1402. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1979.tb06447.x>
- Wilderjans, E., Luyts, A., Brijs, K., & Delcour, J. A. (2013). Ingredient functionality in batter type cake making. *Trends in Food Science & Technology*, 30(1), 6–15. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2013.01.001>
- Wilderjans, E., Pareyt, B., Goesaert, H., Brijs, K., & Delcour, J. A. (2008). The role of gluten in a pound cake system: A model approach based on gluten–starch blends. *Food Chemistry*, 110(4), 909–915. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.02.079>
- Willey, R. W. (1979). Intercropping Its Importance And Research Needs Part 1. Competition And Yield Advantages, 32. Retrieved from <http://krishikosh.egranth.ac.in/handle/1/2056350>
- Willhoft, E. M. A. (1973). Mechanism and theory of staling of bread and baked goods, and associated changes in textural properties. *Journal of Texture Studies*, 4(3), 292–322.
- Withana-Gamage, T. S., Wanasundara, J. P. D., Pietrasik, Z., & Shand, P. J. (2011). Physicochemical, thermal and functional characterisation of protein isolates from Kabuli and Desi chickpea (*Cicer arietinum* L.): a comparative study with soy (*Glycine max*) and pea (*Pisum sativum* L.). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(6), 1022–1031. <http://doi.org/10.1002/jsfa.4277>
- Yang, X., & Foegeding, E. A. (2010). Effects of sucrose on egg white protein and whey protein isolate foams: Factors determining properties of wet and dry foams (cakes). *Food Hydrocolloids*, 24(2–3), 227–238. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.09.011>
- Young, V. R., & Pellett, P. L. (1994). Plant proteins in relation to human protein and amino acid nutrition. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 59(5), 1203S–1212S. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/8172124>
- Zhao, Y. H., Manthey, F. A., Chang, S. K. C., Hou, H.-J., & Yuan, S. H. (2005). Quality Characteristics of Spaghetti as Affected by Green and Yellow Pea, Lentil, and Chickpea Flours. *Journal of Food Science*, 70(6), s371–s376. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2005.tb11458.x>
- Zhou, Y., Hoover, R., & Liu, Q. (2004). Relationship between  $\alpha$ -amylase degradation and the structure and physicochemical properties of legume starches. *Carbohydrate Polymers*, 57, 299–317. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.05.010>

Zia-ur-Rehman, & Salariya, A. M. (2005). The effects of hydrothermal processing on antinutrients, protein and starch digestibility of food legumes. *International Journal of Food Science and Technology*, 40(7), 695–700. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2005.00978.x>

Zucco, F., Borsuk, Y., & Arntfield, S. D. (2011). Physical and nutritional evaluation of wheat cookies supplemented with pulse flours of different particle sizes. *LWT - Food Science and Technology*, 44(10), 2070–2076. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.06.007>





# III. Objectifs et stratégie



Ce travail de thèse a été réalisé dans le cadre du **projet FlexiProcess** (pour Flexibilité des Procédés) financé par l'institut Carnot Qualiment. Ce projet se place dans une démarche de réflexion prospective autour de filières de transformation des cultures associées légumineuse-blé tendre. Dans cette réflexion, on considère la transformation conjointe des matières premières issues des cultures associées tout au long de la filière ce qui implique la réalisation d'une opération de tri plus ou moins intense suivie d'une mouture commune ou « co-fragmentation ». Le travail réalisé au sein du projet s'est concentré sur les étapes de seconde transformation et de consommation-digestion des produits, mais l'ensemble de la stratégie expérimentale a été réfléchi en prenant en compte les contraintes amont de culture et de première transformation de la filière. Pour cela, le projet a mobilisé des experts à tous les niveaux de la filière. Le positionnement du projet vis-à-vis de la filière et les unités de recherche partenaires sont présentés en Figure 31. L'objectif du projet FlexiProcess était de **développer des produits céréaliers de cuisson de type cake sensoriellement appréciés par les consommateurs et nutritionnellement équilibrés, tout en contribuant à rendre l'ensemble de la filière céréalière plus durable.**

Le projet FlexiProcess était découpé en quatre grandes tâches : la tâche 1 sur l'étude de la matière première légumineuse-blé, la tâche 2 sur l'étude du procédé de construction de l'aliment, la tâche 3 sur les procédés de consommation et de déconstruction, et la tâche 4 pour le recueil d'expertise et le développement d'outils d'aide à la conduite de procédé et d'ingénierie réverse. Ces tâches ont comporté des sous-tâches dont le détail est donné en Figure 31.

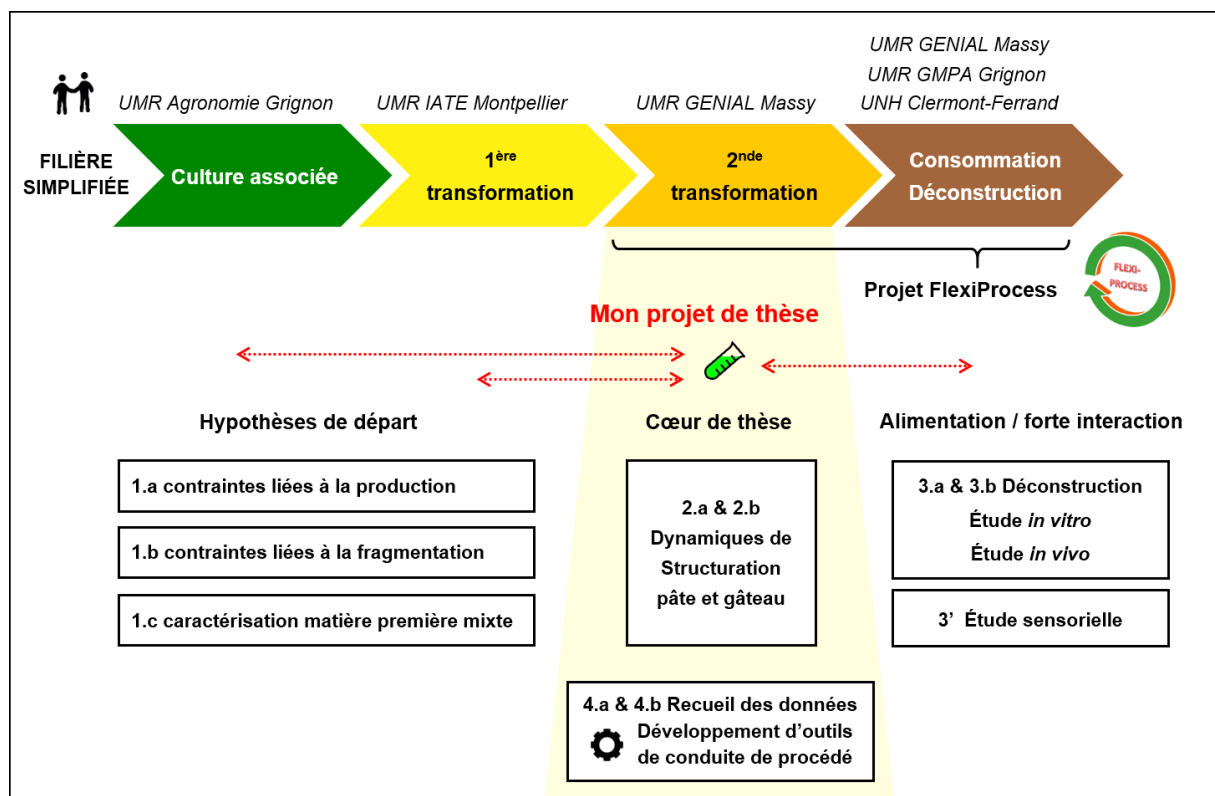


Figure 31 – Positionnement du projet FlexiProcess, de ses partenaires et du projet de thèse vis-à-vis des tâches de FlexiProcess.

Le projet de thèse s'est inséré au cœur du projet Flexiprocess en étant focalisé sur l'étude de la seconde transformation. Son objectif était le suivant : **développer des outils de formulation raisonnée de produits céréaliers de cuisson - les gâteaux moelleux - contenant une proportion importante de farine de légumineuse en mélange avec de la farine de blé tendre.**

La formulation raisonnée se définit comme une démarche consistant à « s'appuyer sur la connaissance des matières premières et la compréhension des interactions physico-chimiques lors de la fabrication pour adapter formule ou procédé dans un but technologique, nutritionnel ou gustatif » (Michon & Canselier, 2013).

### III. OBJECTIFS ET STRATÉGIE

---

Le cœur de la thèse a ainsi consisté à étudier les dynamiques de structuration de la pâte et du gâteau en présence de farine de légumineuse (tâche 2 du projet FlexiProcess) et à développer un outil de formulation raisonnée qui permette de produire des cakes de qualité constante quelles que soient les variations de qualité des matières premières, par une bonne conduite du procédé de fabrication (tâche 4 du projet FlexiProcess) (Figure 31). Pour cela, il a fallu récolter des informations concernant les étapes amont de la filière. Ces informations nous ont permis de formuler des hypothèses de départ sur la qualité des matières premières arrivant en seconde transformation (tâche 1 de FlexiProcess). Les hypothèses formulées ont permis de définir les conditions expérimentales pour la mise en place de l'outil de formulation raisonnée. Enfin, le projet de thèse était en forte interaction avec les études *in vitro*, *in vivo* et sensorielle qui constituaient la tâche 3 de FlexiProcess, afin de sélectionner les cakes étudiés dans cette tâche sur la base d'hypothèses issues des observations de la tâche 2, de les alimenter en matériaux d'étude (cakes) et d'interagir sur l'analyse des résultats.

Au-delà des objectifs premiers, la finalité du projet FlexiProcess et du projet de thèse était de développer des connaissances et des outils pour **alimenter une démarche d'ingénierie reverse** à l'échelle de la filière légumineuse-blé. À partir des connaissances acquises et des outils de conduite du procédé développés, il s'agissait de pouvoir proposer des recommandations aux différentes étapes de la filière pour améliorer la durabilité de la filière de façon globale.

Ainsi, à partir de l'objectif formulé du projet de thèse et de l'état des connaissances actuelles présentées dans l'État de l'art, nous pouvons énoncer les questions de recherche suivantes :

- Quelles sont les propriétés des matières premières susceptibles de varier à l'issue de la succession des étapes amont de la filière légumineuse-blé (culture associée, tri des graines, première transformation) ?  
Comment pouvons-nous les caractériser ?  
Ces propriétés impactent-elles la qualité des produits de seconde transformation, et si oui comment ?
- Quel est l'impact de l'introduction de farine de légumineuse sur la structuration du produit à différents stades du procédé et à différentes échelles d'observation ?
- Quels leviers de procédé peut-on solliciter pour s'adapter aux variations de qualité de la matière première mixte et corriger les propriétés de structure des produits ? Quel type d'outil peut-on concevoir et comment juger de son efficacité ?
- Enfin, comment pouvons-nous utiliser les connaissances et outil(s) développés pour effectuer un retour d'informations vers les étapes amont de la filière et ainsi clore la boucle de l'ingénierie reverse ?

Sur la base de ces questions, nous avons mis en place une stratégie de recherche dont les résultats seront présentés tout au long de ce manuscrit.

Tout d'abord, nous avons déterminé quelle serait notre légumineuse d'étude pour les travaux de seconde transformation. Nous avons choisi la farine de pois cassé, pour les raisons suivantes : i) le pois constitue l'espèce la plus étudiée du point de vue des associations culturales légumineuse-blé en agronomie et la plus cultivée en France sous la forme de culture pure ; ii) le pois constitue l'espèce pour laquelle le plus de données sont disponibles concernant les propriétés physico-chimiques de ses composants ; iii) l'utilisation de farine de pois dans une recette de cake nous donnait le meilleur équilibre de profil en acides aminés indispensables théorique.

A l'aide des partenaires de FlexiProcess experts des étapes amont et sur la base des connaissances de l'état de l'art, nous avons ensuite formulé les hypothèses concernant la qualité des matières premières arrivant en seconde transformation. Premièrement, étant donné qu'une grande variabilité dans les proportions de mélange légumineuse/blé est obtenue à la récolte, nous avons fait l'hypothèse qu'une variation du taux de mélange légumineuse/blé serait potentiellement conservée au long de la filière. Deuxièmement, étant donné que les graines de blé et de pois comportent des caractéristiques de taille, de forme et sûrement de dureté différentes, nous avons fait l'hypothèse qu'une étape de mouture commune des deux types de graine (« co-fragmentation »)

causerait un différentiel de taille de particules et d'endommagement de l'amidon entre les deux espèces au sein du mélange, sans en connaître la mesure.

Une fois les variations potentielles de qualité des matières premières identifiées, nous avons voulu savoir s'il était possible de faire varier séparément la taille des particules et la teneur en amidon endommagé des farines afin de les étudier séparément en seconde transformation. Nous avons donc caractérisé l'évolution de la taille des particules et de la teneur en amidon endommagé de nos deux farines d'étude (blé et pois) lors d'un rebroyage en conditions simplifiées. Ce travail a été également l'occasion de tester l'adaptabilité de la méthode rapide de mesure de l'endommagement de l'amidon (SDmatic) aux farines de légumineuse. Ce travail est restitué dans le **premier article de la partie Résultats** (V.1.1).

En parallèle nous nous sommes intéressés à la mise au point de notre procédé de fabrication pour l'étude de la seconde transformation, sur la base d'une recette de cake simplifiée. Ce faisant nous avons pu identifier des premiers leviers de procédé permettant de moduler la qualité du produit fini. Nous avons utilisé la recette de cake domestique simplifiée pour faire de premières observations à propos de l'effet de l'introduction de farine de pois sur les propriétés de structure des pâtes et des cakes aux différentes échelles. Le fruit de ce travail est présenté dans le **second article de la partie Résultats** (V.1.2).

Pour plus de réalisme vis-à-vis de l'application et pour les besoins du projet FlexiProcess (étude *in vivo* sur rats), nous avons décidé de changer de recette d'étude et avons remplacé la recette simplifiée par une recette industrielle avant la conception de l'outil de formulation raisonnée. Pour débiter la conception de l'outil de formulation raisonnée, nous avons recherché tous les leviers de procédé pouvant impacter les propriétés de structure du produit fini. Nous avons ensuite mis en place une démarche de plan d'expériences incluant la variation des facteurs de procédé les plus influents ainsi que celle des propriétés de matières premières identifiées comme sources de variabilité. Cette démarche a abouti à la construction d'un modèle multicritère multi-contraintes de gestion de la qualité des cakes en fonction des facteurs de procédé. L'ensemble de la démarche de plan d'expériences ainsi que la mise au point et la validation du modèle multicritère multi-contraintes font l'objet du **premier article de la partie Résultats** (V.2.1).

Une fois la capacité de prévision de l'outil validée, nous avons souhaité tester son utilisation dans le cas de deux scénarii de variation de la qualité des matières premières entrantes. La capacité de correction du modèle multicritère multi-contrainte a été analysée en comparant les propriétés instrumentales (physiques) des produits « cible », « dégradé » et « corrigé » pour chaque scénario. Afin d'enrichir l'analyse de l'efficacité de notre outil, l'ensemble des produits fabriqués pour les scénarii ainsi qu'un groupe de produits représentatifs de la diversité générée par le plan d'expériences ont été soumis à une analyse sensorielle descriptive quantitative par un panel expert. Ceci a permis de discuter de l'efficacité de correction du modèle d'un point de vue sensoriel également. Le fruit de ce travail est présenté dans le **deuxième article de la partie Résultats** (V.2.2).

Dans la partie **Discussion**, nous verrons d'abord comment intégrer les résultats acquis lors de cette thèse aux résultats du projet FlexiProcess et tout particulièrement ceux de l'étude *in vitro*, et nous discuterons des compromis énergétiques et techniques au niveau de la fin de la filière. Nous imaginerons ensuite différents circuits de la matière première entre les étapes de la filière et utiliserons des simulations faites par le modèle multicritère multi-contraintes pour discuter des compromis énergétiques, nutritionnels, de coût et réalisme économique ainsi que d'acceptation supposée du consommateur à l'échelle de la filière entière. Sur la base de ces informations et des connaissances acquises jusque-là, nous formulerons des recommandations permettant d'initier une **démarche d'ingénierie reverse** vers les étapes amont de la filière.

Enfin, la partie **Conclusion générale** nous servira à mettre en avant les points saillants, les originalités mais aussi les limites de ce travail de thèse. Elle nous servira également à présenter l'ensemble des perspectives ouvertes par ce travail.



# IV. Matériel et Méthodes





**Préambule** : cette partie Matériel et Méthodes a été conçue pour être complémentaire aux informations données dans les articles et donner une vision synthétique de l'ensemble des expériences effectuées, des matières premières utilisées et des produits fabriqués. Elle comporte donc de nombreux tableaux de synthèse.

Par ailleurs, elle contient une partie de résultats correspondant à la description de la validation de la méthode d'analyse d'image. Ces résultats trouvaient logiquement leur place dans cette partie.

# 1. MATÉRIEL

## 1. Matériel

### 1.1 Ingrédients

#### 1.1.1 Gamme de farines de blé et de légumineuses étudiées au sein du projet

L'ensemble des farines étudiées dans le cadre du projet Flexiprocess ainsi que leurs caractéristiques principales sont listées en Tableau 21. La correspondance entre les farines et leur codage dans l'Article 1 est indiquée. Les teneurs en protéines et cendres sont ici exprimées en base sèche contrairement au Tableau 23. Deux coefficients de conversion de l'azote différents sont utilisés pour le blé (5,7) et les légumineuses (6,25) en cohérence avec ceux habituellement utilisés dans la littérature.

Tableau 21 – Provenance et caractéristiques de composition primaire de toutes les farines de blé et de légumineuse étudiées dans le cadre du projet FlexiProcess

Espèce	Dénomination commerciale	Code Article 1	Fournisseur	Eau (g/100g)	Protéines Kjeldahl (% base sèche) N x 5,7 blé ; N x 6,25 lég.	Cendres (% base sèche)
Blé	Pâtissière	W6	Grands Moulins de Paris (Ivry Sur Seine, France)	13,9 ± 0,4	9,5	0,46
	Corde Noire	W4		12,0 ± 0,7	10,0	0,43
	Apache	W1		14,8	8,9	0,39
	Arkeos	W2		12,8	7,6	0,54
	As de cœur	W3		14,5	9,6	0,46
	Noblesko	W5		15,2	11,1	0,33
	Grand Jury	W7	Carrefour (Boulogne Billancourt, France)	12,2 ± 0,9	9,9	0,49
Pois cassé vert	Moulin des moines Lot 1	P1	Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France)	9,1 ± 0,6	21,4	2,22
	Moulin des moines Lot 2	P2		9,8 ± 0,6	21,4	2,10
Lentille	Moulin des moines Lot 1	L1	Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France)	8,5 ± 0,5	28,5	2,93
	Moulin des moines Lot 2	L2		8,5 ± 0,5	28,3	3,15
	Celnat	L3	Celnat (Saint Germain Laprade, France)	10,4 ± 0,5	29,4	3,04
Pois chiche	Moulin des moines Lot 1	CP1	Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France)	9,3 ± 0,8	23,1	2,65
	Priméal	CP2	Euro-Nat (Peaugres, France)	9,7 ± 1,2	22,7	2,75

Nombre de répétitions effectuées : teneur en eau 2 à 4 répétitions ; teneurs en protéines et cendres 2 répétitions.

### 1.1.2 Farines et fractions utilisées en seconde transformation

#### 1.1.2.1 Composition fine en macro-nutriments

La farine de blé « Pâtissière » et la farine de pois cassé « Moulin des moines Lot 2 » (Tableau 21) ont été utilisées pour les expériences de seconde transformation, en un seul et même lot tout au long de la thèse. Elles ont également été tamisées pour produire des fractions fines et grossières pour le besoin de certaines expériences. Les compositions en eau, protéines, amidon et acides aminés des farines et de leurs fractions sont présentées dans le Tableau 22, le Tableau 23 et le Tableau 24. Toutes les teneurs sont exprimées en base humide (g/100g de produit), et le coefficient de conversion de l'azote 6,25 est utilisé pour les deux types de farine.

Tableau 22 – Teneur en acides aminés essentiels, aromatiques et en azote non protéique des farines et fractions  
 Tableau 23 – Teneurs en acides aminés indispensables des farines et fractions

Farine	Fraction granulométrique	Acides Aminés Indispensables (AAI) en g/100g											Total AAI (g/100g)
		Ile	Leu	Lys	Met	Cys	Phe	Tyr	Thr	Trp	Val	His	
Farine de blé « Pâtisserie »	Farine entière	0,325	0,624	0,206	0,241	0,233	0,429	0,224	0,268	0,109	0,356	0,193	3,21
	Fraction fine < 63µm	0,309	0,605	0,200	0,228	0,220	0,395	0,199	0,238	0,087	0,340	0,177	
	Fraction grossière < 63µm	0,336	0,654	0,229	0,208	0,229	0,480	0,237	0,294	0,090	0,383	0,196	
Farine de pois cassé vert « Moulin des Moines » Lot 2	Farine entière	0,852	1,465	1,499	0,198	0,280	1,006	0,506	0,752	0,141	0,928	0,476	8,10
	Fraction fine < 63µm	0,782	1,331	1,354	0,179	0,272	0,901	0,506	0,708	0,112	0,814	0,436	
	Fraction grossière < 63µm	1,048	1,763	1,796	0,213	0,297	1,186	0,666	0,926	0,155	1,108	0,587	

Tableau 23 – Teneurs en acides aminés soufrés, aromatiques, en acides aminés non indispensables et en azote non protéique des farines et fractions

Farine	Fraction granulométrique	Soufrés (Met + Cys) (g/100g)	Arom. (Phe + Thr) (g/100g)	Acides Aminés non Indispensables en g/100g								Total AA non I (g/100g)	NH <sub>3</sub> (g/100g)	
				Arg	Ala	Asp	Glu	Gly	Pro	Ser				
Farine de blé « Pâtisserie »	Farine entière	0,474	0,653	0,332	0,282	0,368	3,054	0,326	0,997	0,386	5,74	0,34		
	Fraction fine < 63µm	0,448	0,594	0,297	0,269	0,345	2,953	0,316	0,951	0,355			5,49	0,33
	Fraction grossière < 63µm	0,436	0,716	0,359	0,290	0,387	3,214	0,336	1,033	0,383			6,00	0,36
Farine de pois cassé vert « Moulin des Moines » Lot 2	Farine entière	0,477	1,512	1,454	0,836	2,175	3,496	0,855	0,775	0,870	10,46	0,34		
	Fraction fine < 63µm	0,452	1,408	1,421	0,766	1,999	3,228	0,791	0,700	0,784			9,69	0,31
	Fraction grossière < 63µm	0,509	1,852	1,889	0,993	2,639	4,171	1,026	0,902	1,049			12,67	0,39

Nombre de répétitions effectuées : teneur en eau 1 à 2 répétitions ; teneur en protéines 3 répétitions ; teneur en amidon 2 répétitions ; teneurs en acides aminés 2 à 3 répétitions. Toutes mesures sous-traitées.

Tableau 24 – Teneurs en eau, amidon, protéines et acides aminés totaux des farines et fractions

Farine	Fraction granulométrique	Eau (g/100g)	Amidon (g/100g)	Protéines Kjeldahl (g/100g) N x 6,25	Acides aminés totaux (g/100g)
Farine de blé « Pâtisserie »	Farine entière	14,2	68,9	8,9 ± 0,1	8,95 ± 0,12
	Fraction fine < 63µm	13,3	65,3	9,0 ± 0,1	8,49
	Fraction grossière < 63µm	13,0	67,2	9,1 ± 0,1	9,34
Farine de pois cassé vert « Moulin des Moines » Lot 2	Farine entière	9,4	55,0	19,5 ± 0,1	18,96 ± 0,96
	Fraction fine < 63µm	9,4	53,0	17,2 ± 0,3	17,08
	Fraction grossière < 63µm	9,4	47,4	20,7 ± 1,0	22,41

## 1. MATÉRIEL

---

### 1.1.2.2 Tamisage

Les fractions fine et grossière de chaque farine ont été obtenues par tamisage selon un seuil de coupure de 63 $\mu$ m. Ce seuil a été choisi parce qu'il permettait de séparer nettement les fractions dans le cas de la farine de pois. Le même seuil de coupure a été utilisé pour la farine de blé même si la distinction entre les deux fractions était moins nette. Ce choix arbitraire a permis de travailler sur des fractions contenant des particules de mêmes gammes de taille pour les deux types de farine. Le tamisage a été réalisé en introduisant six-cent grammes de farine dans une tamiseuse à vibrations Analysette 3 SPARTAN (FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, Allemagne) équipée de trois tamis de 63  $\mu$ m, 80  $\mu$ m et 125  $\mu$ m respectivement empilés de bas en haut. Le tamisage était réalisé pendant 1h30 à une amplitude de 2,5 mm. À l'issue du tamisage les fractions contenues sur le dessus des trois tamis était pesées puis assemblées pour former la fraction grossière de taille supérieure à 63 $\mu$ m. La fraction contenue dans le bol de base constituait la fraction fine de taille inférieure à 63 $\mu$ m. De la fraction fine était également retrouvée sur les parois et sur le dessous des tamis, particulièrement dans le cas de la farine de pois qui présentait une fraction fine très volatile. Après vérification du profil granulométrique de cette fraction, elle a été ajoutée à la fraction fine.

### 1.1.2.3 Stockage des farines

Afin de pouvoir conserver le même lot de farines durant toute la thèse et de prévenir l'effet d'un vieillissement mis en évidence par des travaux antérieurs (Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al., 2017), les farines à réception ont été stockées en chambre froide à -20°C dans leurs contenants d'origine (sacs en plastique ou sacs en cartons doublés d'un film plastique). Une fois entamés, les contenants étaient refermés de manière hermétique afin de limiter les transferts d'eau. Les fractions étaient également stockées à -20°C dans des seaux en plastique hermétiques. Les farines ou fractions étaient décongelées plusieurs heures avant chaque fabrication, le plus souvent la veille, lors de la pesée des ingrédients pour l'ensemble des batch produits dans la journée.

### 1.1.3 Autres sources protéiques utilisées en seconde transformation

En guise d'autres sources protéiques les formules de cake contenaient de la coule d'œufs et dans certains cas, de l'émulsifiant et du gluten de blé. La composition en eau, protéines et acides aminés de ces ingrédients est présentée en Tableau 25, Tableau 27 et Tableau 26. Toutes les teneurs sont exprimées en base humide (g/100g) et le coefficient de conversion de l'azote utilisé est 6,25.

Un seul lot de coule d'œufs a été utilisé durant toute la thèse. Il a été congelé à réception dans son contenant d'origine (bidons plastique de 1L) à -20°C. Ce mode de conservation présentait une grande flexibilité à l'usage et permettait de s'affranchir d'un approvisionnement en coule d'œuf fraîche pouvant varier en qualité au long des saisons. La veille de chaque fabrication, le nombre adéquat de bidons était sorti à température ambiante pour décongélation. L'émulsifiant et le gluten de blé étaient stockés à température ambiante dans des contenants hermétiques.

Tableau 27 – Teneurs en acides aminés soufrés, aromatiques, en acides aminés non indispensables et en azote non protéique des autres sources protéiques

Source protéique	Soufrés (Met + Cys) (g/100g)	Arom. (Phe + Thr) (g/100g)	Acides Aminés non Indispensables en g/100g							Total AA non I (g/100g)	NH <sub>3</sub> (g/100g)
			Arg	Ala	Asp	Glu	Gly	Pro	Ser		
Coule d'œufs entiers liquides pasteurisés « Ovipac »	0,580	0,900	0,588	0,582	0,933	1,209	0,312	0,343	0,669	0,34	0,13
Gluten de blé vital	2,959	6,265	2,517	1,874	2,349	29,806	2,435	9,569	3,630	52,18	3,12

Nombre de répétitions effectuées : 1 répétition pour toutes les mesures. Toutes mesures sous-traitées.

Tableau 26 – Teneurs en acides aminés indispensables des autres sources protéiques

Source protéique	Acides Aminés Indispensables (AAI) en g/100g										Total AAI (g/100g)	
	Ile	Leu	Lys	Met	Cys	Phe	Tyr	Thr	Trp	Val		His
Coule d'œufs entiers liquides pasteurisés « Ovipac »	0,481	0,776	0,648	0,346	0,235	0,508	0,392	0,448	0,142	0,593	0,223	4,79
Gluten de blé vital	2,700	5,250	1,171	1,397	1,562	3,910	2,355	2,135	0,650	2,936	1,523	25,59

Tableau 25 – Provenance, teneurs en eau, en protéines et en acides aminés totaux des autres sources protéiques

Source protéique	Fourisseur	Eau (g/100g)	Protéines Kjeldahl (g/100g) N x 6,25	Acides aminés totaux (g/100g)
Coule d'œufs entiers liquides pasteurisés « Ovipac »	Ovoteam (Locminé, France)	82,6	9,5	9,43
Gluten de blé vital	Roquette Frères (Lestrem, France)	6,9	77,2	77,77
Emulsifiant Spongolit 542	BASF France S.A.S (Levallois-Perret, France)	1,2	6,8	-



## 1. MATÉRIEL

---

### 1.1.4 Ingrédients complémentaires

La liste des ingrédients complémentaires avec leur provenance et leur teneur en eau est présentée en Tableau 28. Tous ces ingrédients étaient stockés à température ambiante dans des contenants hermétiques.

*Tableau 28 – Provenance et teneur en eau des ingrédients complémentaires*

<b>Ingrédient</b>	<b>Fournisseur</b>	<b>Eau (g/100g)</b>
Sucre cristal	Saint Louis Sucre (Paris, France)	0,40
Huile de colza « Clairor »	Lesieur (Asnieres-sur-Seine, France)	négligeable
Poudres levantes : bicarbonate et pyrophosphate de sodium	Dr. Oetker France S.A.S (Schirmeck, France)	1,00
Sirop de glucose DE 40	Louis François (Croissy-Beaubourg, France)	17,40
Glycérol	Louis François (Croissy-Beaubourg, France)	négligeable
Sel	-	négligeable

Teneurs en eau issues de valeurs fournisseur ou de base de données nutritionnelles (Ciqal, USDA Foods List)

## 2. Méthodes

### 2.1 Liste des campagnes de fabrication réalisées au cours de la thèse

Quatre campagnes de fabrication principales ont été réalisées au cours de la thèse. Au cours de ces campagnes un ensemble de caractérisations de la structure de la pâte et des cakes aux différentes échelles a été effectué. Le détail des caractérisations réalisées pour chaque campagne est présenté dans le Tableau 29. En grisé sont indiquées les caractérisations aux échelles macroscopique et mésoscopique « de routine » qui étaient systématiquement réalisées. En deuxième ligne sont indiqués les articles contenant la description des méthodes et les résultats des campagnes.

Tableau 29 – Liste des campagnes de fabrication principales et caractérisations associées

	Campagnes de fabrication : ---- Type de formule :	Janvier 2016 Étude procédé et incorporation pois ----- Formule domestique	Août 2016 Tests préliminaires au plan d'expériences ---- Formule industrielle	Décembre 2016 Plan d'expériences ---- Formule industrielle	Mai 2017 Validation du modèle et panel sensoriel ---- Formule industrielle
<b>Echelle</b>	<b>Caractérisations</b>	<a href="#">Article 2</a>	<b>(Articles 3 &amp; 4)</b>		
Macro	Masse volumique pâte	X (suivi dynamique)	X	X	X
	Consistance pâte	X	X	X	X
	Masse volumique cake	X	X	X	X
Mésos	Propriétés mécaniques cake (et teneur en eau)	X	X	X	X
	Structure alvéolaire cake	X	X	X	X
	Couleur mie cake			X	X
Micro	Microscopie confocale cake	X			
Macromo- -léculaire	Degré d'agrégation des protéines	X			

D'autres campagnes de fabrication ont cependant été réalisées. Ne sont pas citées dans le Tableau 29 les campagnes ayant servi à produire les cakes destinés aux études *in vitro* et *in vivo* du projet FlexiProcess (ayant eu lieu respectivement à l'automne 2016 et en janvier 2017).

Par ailleurs, des campagnes de fabrication ont été réalisées spécifiquement pour caractériser la structure des cakes aux échelles inférieures. Elles ont consisté à reproduire les cakes produits lors de campagnes précédentes pour apporter un degré d'information supplémentaire concernant leur structure. Lors de ces campagnes les caractérisations « de routine » étaient également effectuées pour vérification. Ces campagnes ainsi que les parties du manuscrit contenant leurs résultats sont indiquées dans le Tableau 30.

## 2. MÉTHODES

Tableau 30 – Campagnes de fabrication pour la caractérisation de la structure aux échelles inférieures

	Campagnes de fabrication : ---- Type de formule :	Juin & Septembre 2017 Répétition de produits du plan d'expériences ---- Formule industrielle	Septembre 2017 Caractérisation des produits in vitro et in vivo ----- Formule industrielle
Echelle	Caractérisations	Matériel et Méthodes (IV.2.3.3.4)	Discussion (VI.1.)
Meso	Micro-tomographie cake	X	X in vivo seulement
Micro	Microscopie confocale cake	X (non présenté dans ce manuscrit)	X
Macromo- -léculaire	Degré d'agrégation des protéines	X (non présenté dans ce manuscrit)	X

### 2.2 Méthode de fabrication

#### 2.2.1 Formules de cake domestique et industrielle

Deux formules de cake différentes ont été utilisées au cours de la thèse : la formule domestique et la formule industrielle (répartition selon les campagnes en Tableau 29 et Tableau 30).

La composition de ces formules sous leur forme « témoin », c'est-à-dire composées à 100% de farine de blé, est indiquée en Tableau 31.

La formule industrielle témoin a été déclinée au cours du projet en deux versions enrichies en gluten. Le taux d'enrichissement en gluten a été calculé de façon à ce que la teneur en protéines des formules soit égale à des formules contenant 29% de farine de pois (formule utilisée pour l'étude *in vitro* de FlexiProcess) ou 35% de farine de pois par rapport à la masse de farine totale (formule utilisée pour l'étude *in vivo* de FlexiProcess). Ces teneurs en farine de pois correspondent au taux de mélange nécessaire pour atteindre un équilibre du profil en acides aminés indispensables. La définition du taux de mélange ainsi que le calcul de la quantité de gluten à ajouter pour l'atteindre ont évolué au cours du projet en fonction de l'acquisition des données nutritionnelles, aboutissant à deux formules distinctes. La composition des formules industrielles « *isoprotéique 29% pois* » et « *isoprotéique 35% pois* » est donnée en Tableau 31.

Sur la base des formules domestique et industrielle « témoin », l'effet de l'incorporation de farine de pois a été testé en faisant varier la proportion de farine de pois sur la masse de farine totale. Le Tableau 32 présente les différents taux de mélange testés sur formule domestique lors de la campagne de janvier 2016. Le Tableau 33 présente les différents taux de mélange testés sur formule industrielle lors des campagnes d'août 2016, de décembre 2016 et de mai 2017.

#### IV. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Tableau 31 – Formules de cake domestique et industrielle réalisées à partir de farine de blé (formules témoin 100% blé)

Ingrédient	Proportion des ingrédients dans la pâte (%)			
	Formule Domestique	Formule Industrielle Standard	Formule Industrielle isoprotéique 29% pois	Formule Industrielle isoprotéique 35% pois
Farine de blé « Pâtissière »	29,2	34,6	34,0	34,2
Sucre cristal	22,4	12,4	12,2	12,2
Coule d'œufs entiers	24,6	13,4	13,1	13,2
Huile de colza	21,8	7,9	7,8	7,8
Poudres levantes	2,0	1,2	1,2	1,2
Sel	0,2	0,2	0,2	0,2
Emulsifiant Spongolit	-	1,7	1,7	1,7
Eau	-	10,9	10,7	10,7
Sirop de glucose	-	11,7	11,5	11,5
Glycérol	-	6,1	6,0	6,1
Gluten de blé	-	-	1,7	1,3
<b>Taille de batch (g)</b>	<b>1000</b>	<b>1011</b>	<b>1028</b>	<b>1024</b>

Tableau 32 – Taux de mélange blé/pois testés pour la formule domestique

Ingrédient	Proportion de farine dans la pâte (% w/w)		
	Formule 100% Blé	Formule 20% Pois	Formule 40% Pois
Farine de blé « Pâtissière »	29,2	23,3	17,5
Farine de pois « Moulin des moines »	-	5,8	11,7

Tableau 33 – Taux de mélange blé/pois testés pour la formule industrielle

Ingrédient	Proportion de farine dans la pâte (% w/w)						
	Formule 100% Blé	Formule 10% Pois	Formule 29% Pois	Formule 35% Pois	Formule 40% Pois	Formule 60% Pois	Formule 100% Pois
Farine de blé « Pâtissière »	34,6	31,2	24,7	22,7	20,8	13,8	-
Farine de pois « Moulin des moines »	-	3,5	9,9	11,9	13,8	20,8	34,6

## 2. MÉTHODES

---

### 2.2.2 Circuit de fabrication et caractérisations « de routine » associées

Les procédés de fabrication domestique et industriel diffèrent en plusieurs points : protocole de battage, temps de repos, configuration et durée de la cuisson, temps de ressuage. Les paramètres principaux de chaque procédé sont présentés en Figure 32 et Figure 33. Sur chaque figure est également indiquée la répartition dans le temps des caractérisations physiques réalisées. Ces caractérisations correspondent aux caractérisations « de routine » indiquées en grisé dans le Tableau 29.

Le protocole de battage utilisé était un protocole à trois étapes débutant par le mélange des pulvérulents suivi du mélange des œufs ou des « liquides aqueux » et finissant par le mélange de l'huile. Il était exécuté à l'aide d'un batteur Kitchen Aid de modèle 5KSM150 (Kitchen Aid, St. Joseph, MI, USA) équipé d'un fouet. Les vitesses et durées de chaque étape sont indiquées en Figure 32 et Figure 33. À l'issue du battage la pâte était répartie dans 12 ou 16 moules à l'aide d'une louche et d'une spatule. Les moules utilisés étaient des moules aluminium jetables de longueur 98 mm, largeur 62 mm et hauteur 33 mm (Pro'jet, Argenteuil, France). Le nombre de cakes cuits par fournée a été réduit lors de la campagne d'août 2016 (Tests préliminaires au plan d'expériences) qui a servi de mise au point sur un ensemble d'aspects en vue de la réalisation du plan d'expériences. Ceci a été réalisé de façon à cibler une zone de meilleure homogénéité déterminée par des mesures de flux thermiques au sein du four. Les moules étaient numérotés de façon à conserver la même répartition des cakes pour les caractérisations physiques en fonction de leur emplacement dans le four d'une cuisson à l'autre. Le codage des cakes en fonction de leur emplacement est indiqué en Figure 32 et Figure 33. Pour la campagne d'août 2016 seulement, 16 cakes ont été produits par fournée avec le même codage que le procédé domestique (Figure 33). Le four était un four convectif de marque Bongard (Wolfisheim, France) optimisé par le constructeur pour l'utilisation en conditions expérimentales d'après les spécifications données dans Fehaili et al. (2010) (four REACTIAL). Après ressuage, les cakes étaient emballés avec leurs moules dans des sachets en polyéthylène basse densité à l'aide d'une thermoscelleuse (Multivac, Wolfertschwenden, Allemagne). Ils étaient ensuite stockés dans des boîtes de conditionnement en veillant à ce qu'ils ne soient pas comprimés les uns contre les autres.

Dans le cas du procédé industriel, un mélange dit de « liquides aqueux » contenant sirop de glucose, glycérol, eau et coule d'œufs était préparé la veille du jour de fabrication. La quantité nécessaire de sirop de glucose, glycérol et eau pour un batch était mélangée dans un bol à l'aide d'un fouet jusqu'à homogénéité complète du mélange. La coule d'œufs était ensuite ajoutée. Chaque bol était ensuite couvert d'une feuille d'aluminium et stocké à 4°C jusqu'au moment du battage.

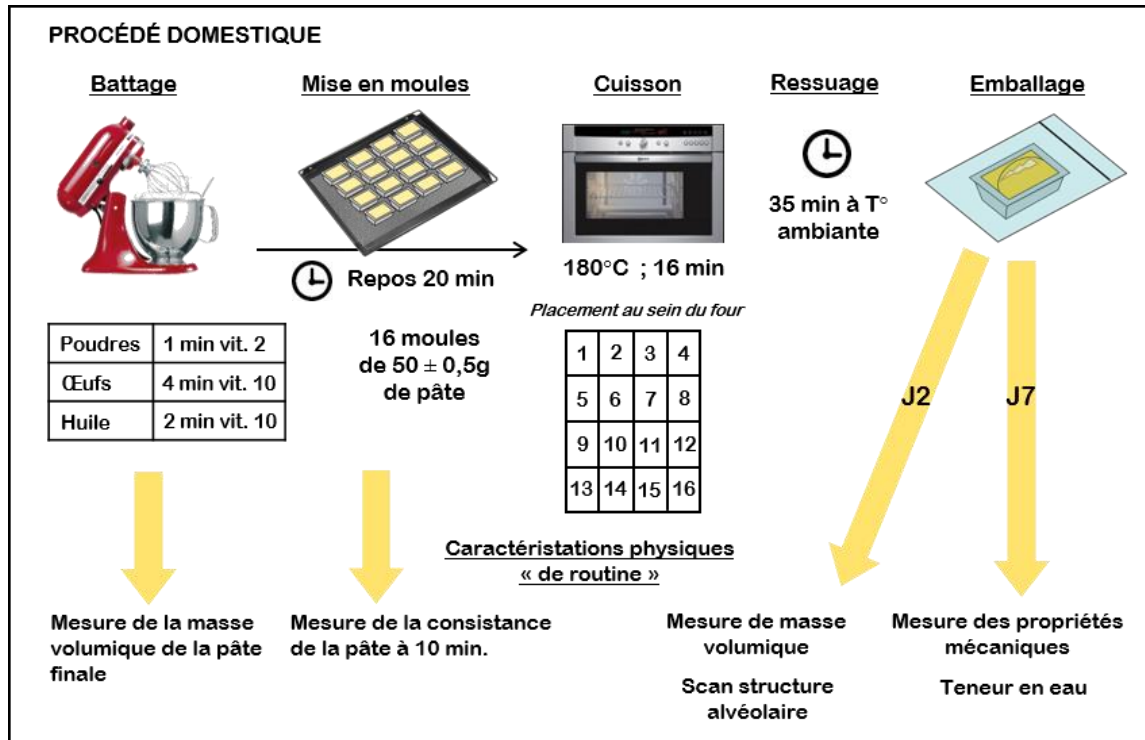


Figure 32 – Paramètres principaux du procédé de fabrication domestique et caractérisations physiques associées

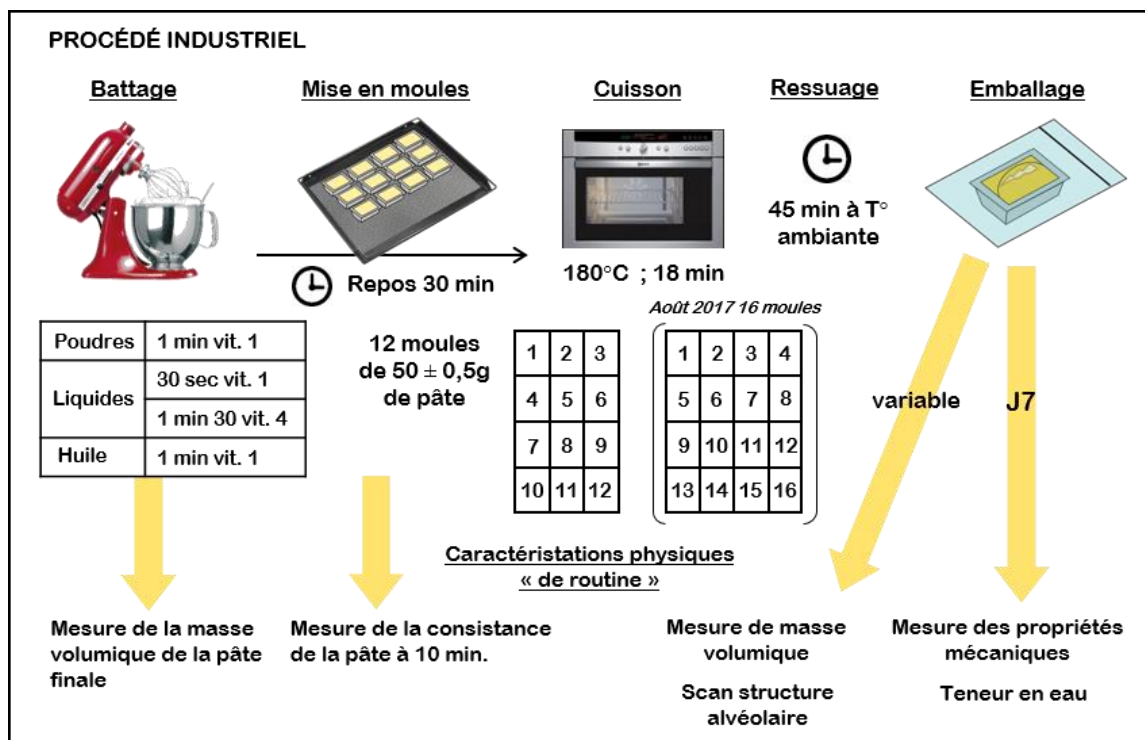


Figure 33 – Paramètres principaux du procédé de fabrication industriel et caractérisations physiques associées

## 2. MÉTHODES

---

La répartition du nombre de cakes par caractérisations physique pour les différentes campagnes était la suivante :

- Mesure de la masse volumique et étude de la structure alvéolaire : 3 cakes par fournée.  
Les mêmes cakes étaient utilisés successivement pour les deux caractérisations.  
Cakes n° 1-6-11 pour les campagnes de janvier 2016 et août 2016  
Cakes n° 3-5-7 pour la campagne de décembre 2016
- Mesure des propriétés mécaniques : 3 cakes par fournée.  
Cakes n° 4-7-10 pour les campagnes de janvier 2016 et août 2016, pour une mesure à J+7  
Cakes n° 2-5-14 pour la campagne de janvier 2016, pour une mesure à S+8 (résultats non présentés)  
Cakes n° 4-8-12 pour la campagne de décembre 2016, pour une mesure à J+7
- Mesure de la teneur en eau : 1 à 2 cakes par fournée.  
Cakes n° 8-9 pour la campagne de janvier 2016, pour une mesure à J+7  
Cakes n° 12-13 pour la campagne de janvier 2016, pour une mesure à S+8 (résultats non présentés)  
Cake n° 8 pour la campagne d'août 2016, pour une mesure à J+7  
Cake n° 6 pour la campagne de décembre 2016, pour une mesure à J+7
- Utilisation des cakes restants : 1 à 2 cakes par fournée.  
Cakes n° 3-15 pour la campagne de janvier 2016, pour une mesure du degré d'agrégation des protéines  
Cakes n° 16 pour la campagne de janvier 2016, pour la photographie de la surface et du profil  
Cake n° 9 pour la campagne de décembre 2016, pour une mesure de la couleur de la mie

### 2.2.3 Mise au point des barèmes de cuisson équivalents pour le plan d'expériences

Lors de la campagne d'août 2016 des tests ont été réalisés pour définir les barèmes de cuisson étudiés lors du plan d'expériences. Les températures étudiées étaient de 160°C, 180°C et 200°C afin de couvrir la gamme la plus large possible au sein des procédés de fabrication des cakes existants. L'objectif des tests de cuisson était de définir les temps de cuisson pour obtenir à ces trois températures une  $a_w$  finale de cake de 0,75. Cette valeur d' $a_w$  a été identifiée comme critère de bonne conservation pour des formules de gâteaux moelleux similaires selon des standards de l'industrie. Ces tests ont été réalisés sur formule industrielle, en deux étapes. Lors de la première étape les deux températures de cuisson extrêmes ont été testées (160°C et 200°C) sur deux formules variant en proportion de farine de pois (formule 100% blé *isoprotéique* 29% pois et formule 29% pois). Lors de ces quatre cuissons deux cakes ont été prélevés toutes les deux minutes de 8 minutes à 22 minutes à 160°C et de 6 à 20 minutes à 200°C. À la sortie du four les cakes prélevés ont été mis à ressuer 45 minutes avant emballage selon le procédé industriel habituel (Figure 33). À J+2 la teneur en eau et l' $a_w$  des cakes prélevés a été mesurée. Pour chaque temps de prélèvement un cake a été utilisé pour chaque caractérisation. La Figure 34 indique le protocole de prélèvement suivi pour chaque caractérisation. La teneur en eau de la mie et de la croûte des cakes a été mesurée par dessiccation à 105°C pendant 24h dans une étuve Chopin (Tripette & Renaud, Villeneuve-la-Garenne, France). L' $a_w$  a été mesurée grâce à un  $a_w$ -mètre labMaster (Novasina, Lachen, Suisse). Dans les deux cas les échantillons étaient découpés en petits cubes avant d'être introduits dans les contenants de mesure (coupelles aluminium pré-pesées pour la teneur en eau, coupelles plastique pour l' $a_w$ ). Grâce à ces mesures l'évolution de la teneur en eau et de l' $a_w$  de la mie au cours de la cuisson a pu être tracée pour les deux formules aux deux températures (Figure 35). La teneur en eau et l' $a_w$  diminuaient de façon linéaire en fonction du temps de cuisson. Les paramètres des équations de régression linéaire correspondant aux quatre modalités sont présentés dans le Tableau 34. Ceux-ci étaient équivalents d'une formule à l'autre pour chaque température. À 200°C les coefficients directeurs des équations étaient un peu plus élevés qu'à 160°C en valeur absolue, pour des ordonnées à l'origine équivalentes. Les équations de régression pour les deux variables ont été moyennées entre les deux formules à chaque température (Tableau 34). Une équation de régression à 180°C a été estimée pour chaque variable à partir de la moyenne entre les paramètres des équations à 160°C et 200°C. Les équations expliquant la variation de l' $a_w$  ont été utilisées pour définir les temps de cuisson nécessaires à l'obtention d'une  $a_w$  de 0,75 : ils étaient de 23 minutes à 160°C, 19 minutes à 180°C et 16 minutes à 200°C. Lors de la seconde étape ces barèmes ont été testés lors de cuissons sans prélèvement à partir de la formule 100% blé *isoprotéique*

29% pois. En effet lors des premières cuissons le four était ouvert pendant une dizaine de secondes à chaque prélèvement ce qui occasionnait une perte de chaleur suivie d'une montée en température de 5 à 10°C de l'enceinte par rapport à la température de consigne. Les valeurs d' $a_w$  et de teneur en eau obtenues pour les points de validation sont présentées en Figure 35. Celles-ci étaient un peu plus faibles que les valeurs prévues par les cinétiques des cuissons avec prélèvement. Les coefficients directeurs des droites de régression ont été ajustés en fonction ; ils étaient légèrement plus élevés (Tableau 34). Les temps de cuisson finaux des barèmes ont pu être calculés : 22 minutes 30 à 160°C, 18 minutes à 180°C, 15 minutes à 200°C.

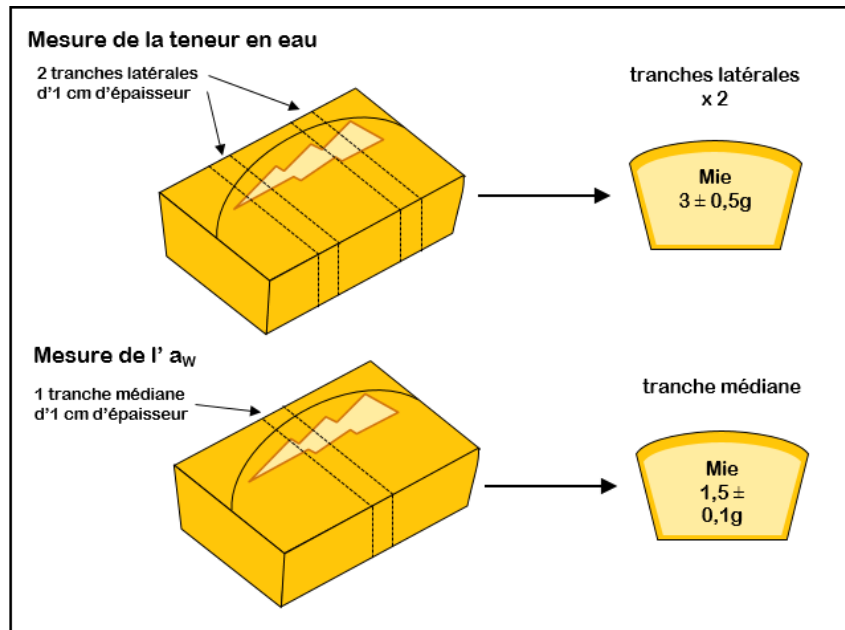


Figure 34 – Protocole de prélèvement pour la mesure de l' $a_w$  et de la teneur en eau des cakes



## 2. MÉTHODES

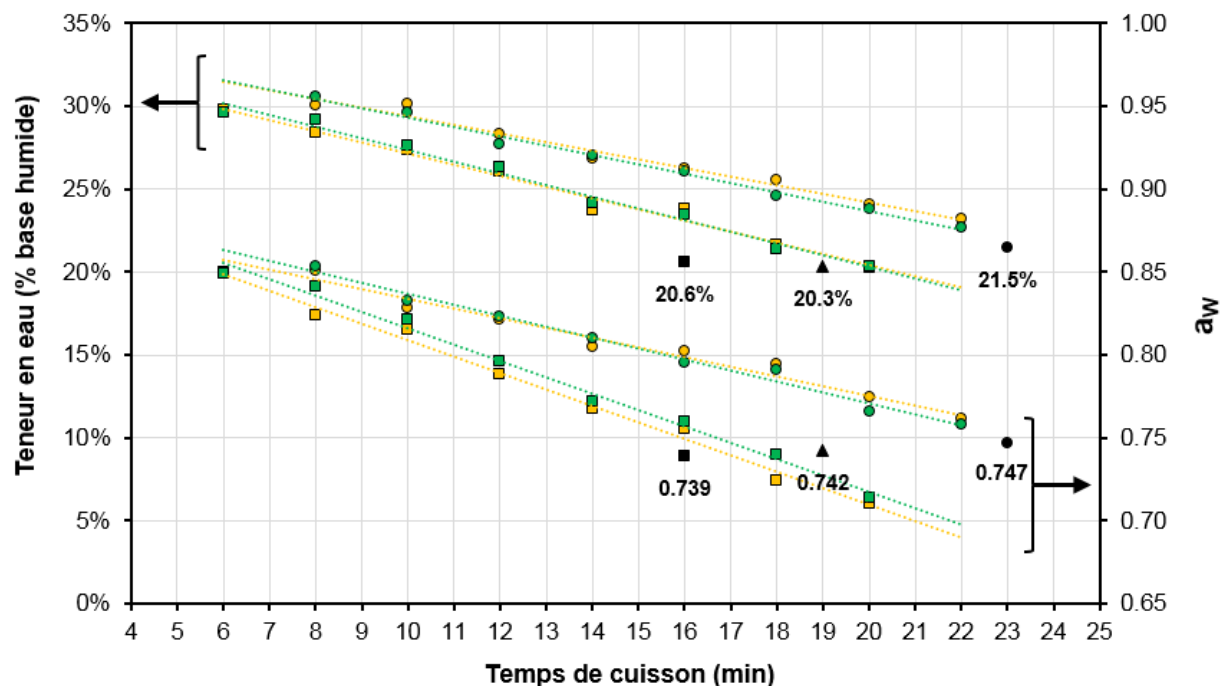


Figure 35 – Evolution de la teneur en eau et de l' $a_w$  au cours de la cuisson à 160°C (symboles ronds) et 200°C (symboles carrés) pour la formule 100% blé isoprotéique par rapport à 29% pois (●,■) et la formule 29% pois (○,□). Points de validation lors de cuissons sans prélèvement : (●) 160°C 23 min ; (▲) 180°C 19 min ; (■) 200°C 16 min

Tableau 34 – Paramètres des équations de régression linéaire reliant la teneur en eau et l' $a_w$  de la mie au temps de cuisson

Equations de la forme $y = ax + b$ avec $x = \text{temps de cuisson (min)}$		$y = a_w$			$y = \text{teneur en eau}$		
T°C	Formule	a	b	R <sup>2</sup>	a	b	R <sup>2</sup>
160°C	100% blé isoprotéique 29% pois	-0,006	0,90	0,97	-0,005	0,35	0,98
	29% pois	-0,007	0,90	0,99	-0,006	0,35	0,99
	Moyenne des formules	-0,006	0,90	-	-0,005	0,35	-
	<b>Paramètres finaux (coefficient directeur ajusté)</b>	<b>-0,006</b>	<b>0,90</b>	-	<b>-0,006</b>	<b>0,35</b>	-
200°C	100% blé isoprotéique 29% pois	-0,010	0,91	0,99	-0,007	0,34	0,99
	29% pois	-0,010	0,92	0,99	-0,007	0,34	0,99
	Moyenne des formules	-0,010	0,91	-	-0,007	0,34	-
	<b>Paramètres finaux (coefficient directeur ajusté)</b>	<b>-0,011</b>	<b>0,91</b>	-	<b>-0,008</b>	<b>0,34</b>	-
180°C	Moyenne 160°C et 200°C	-0,008	0,91	-	-0,006	0,35	-
	<b>Paramètres finaux (coefficient directeur ajusté)</b>	<b>-0,009</b>	<b>0,91</b>	-	<b>-0,008</b>	<b>0,35</b>	-

### 2.3 Méthodes de caractérisation

#### 2.3.1 Ensemble des caractérisations matières premières, pâte et cake réalisées

Un grand nombre de méthodes de caractérisation ont été utilisées au cours de la thèse. Afin de ne pas démultiplier l'information présentée dans ce manuscrit, seules les méthodes de caractérisation de la structure des cakes aux échelles macroscopique, mésoscopique et microscopique réalisées en interne seront détaillées dans les sections suivantes. Pour l'ensemble des autres méthodes, le lecteur est renvoyé aux parties Matériel et Méthodes des Articles [1](#) à [4](#) selon la correspondance présentée dans le Tableau 35. Le principe de ces méthodes est cependant présenté afin de fournir une vision synthétique au lecteur.

Tableau 35 - Liste des caractérisations réalisées, localisation de l'information et principe des méthodes des caractérisations non détaillées dans cette section

Objet d'étude	Caractérisations	Localisation de l'information	Principe de la méthode et référence si disponible
Matières premières	Teneur en eau	Articles 1, 2, 3	Dessiccation à 130°C pendant 90 minutes, NF V03-707
	Teneur en cendres		Combustion à 900°C pendant 90 minutes, NF V03-720
	Teneur en protéines Kjeldahl		Détermination de la matière azotée totale par dosage après minéralisation et distillation, AACC 46-12
	Teneur en amidon	Sous-traité	Dosage par polarimétrie, règlement CEE n°152/2009
	Teneur en acides aminés totaux		Dosage par HPLC-UV après extraction par la méthode de Moore et Stein (Spackman et al., 1958)
	Distribution granulométrique		Mesure de la taille des particules par diffraction laser selon la théorie de Fraunhofer, norme ISO 13320
Pâte	Degré d'endommagement de l'amidon par méthode enzymatique	Article 1	Dosage du glucose après hydrolyse par l' $\alpha$ -amylase et l' $\alpha$ -amylglucosidase, AACC 76-31
	Degré d'endommagement de l'amidon au SD-matic		Mesure de l'intensité du courant dans une solution d'ions triiodure ayant une affinité pour les molécules d'amylase libres, (Medcalf and Gilles, 1965)
	Masse volumique		Mesure de la masse de pâte dans un contenant de volume connu. Le volume du récipient est généralement calculé grâce à la masse volumique de l'eau.
	Consistance		Mesure de la force de résistance moyenne au plateau mesurées par rétro extrusion (vitesse 0,5 mm/sec).
	Masse volumique et indice de symétrie		Description dans les sections suivantes
Propriétés mécaniques			
Structure alvéolaire			
Cake	Micro-tomographie à rayons X	-	
	Microscopie confocale à balayage laser		
	Teneur en eau *		Dessiccation à 105°C pendant 24 heures, (Dury-Brun et al., 2006; Guillard et al., 2003)
	Degré d'agrégation des protéines		Mesure de la distribution de taille des protéines par SE-HPLC après extraction séquentielle au SDS (rupture des liaisons faibles), puis DTE et ultrasons (rupture des ponts disulfure), (Dewaast et al., 2017a; Morel et al., 2000)
	Couleur de la mie		Mesure des coordonnées dans l'espace L*a*b* par spectrophotométrie
	Photographie de la surface et du profil	Article 2	Photographie dans des conditions de lumière standardisée (ScanCube 308)

\* La mesure de la teneur en eau des cakes constituait une variable de contrôle pour la fabrication. Elle était mesurée de façon systématique en parallèle des propriétés mécaniques de la mie car pouvant les influencer. Lors de l'exécution du plan d'expériences (campagne de Décembre 2016) la teneur en eau était une variable cible au même titre que l'aw. Lors de la campagne de Janvier 2016 (étude de l'incorporation de farine de pois, Article 2) les teneurs en eau entre les différentes modalités de formule et de procédé de cakes étudiées ne variaient pas significativement. Les résultats de ces mesures n'ont donc pas été inclus dans ce manuscrit.

### 2.3.2 Structure des cakes à l'échelle macroscopique

Deux propriétés ont été mesurées pour caractériser la structure des cakes à l'échelle macroscopique. La première est la **masse volumique** des cakes, renseignant sur la quantité d'air conservée dans le produit après cuisson. La seconde est l'**indice de symétrie** des cakes adapté à partir de la norme AACC 10-91. Le calcul de ces deux propriétés a été permis par la mesure du volume en 3D du produit grâce à un volumètre laser (VolScan Profiler, Stable Micro Systems, Surrey, UK). En premier lieu une calibration de l'alignement du laser par rapport au support supérieur du volumètre était réalisée. Juste avant la mesure, le cake était sorti de son emballage, démoulé puis pesé. Il était ensuite planté à la verticale sur le support de rotation inférieur du volumètre. Durant la mesure, la surface du produit en rotation (vitesse de 1 rps) était balayée par le faisceau du laser qui parcourait la hauteur du produit par pas incrémentiels de 2 mm (Figure 36A). Cette opération a permis d'obtenir un profil en 3D du produit constitué de la succession de couches de circonférence espacées de 2 mm. Un total de 46 à 47 couches était nécessaire pour couvrir la hauteur du produit d'environ 90 mm. Suite à cette étape le logiciel du volumètre fournissait l'estimation du volume total du produit, une représentation en 3D de son volume (Figure 36B) et la représentation de l'ensemble des couches de circonférence acquises (Figure 36C). La masse volumique du produit était calculée en faisant le rapport de sa masse (g) sur le volume total du produit (cm<sup>3</sup>).

Dans la norme AACC 10-91 le gâteau doit être coupé longitudinalement en son centre puis disposé sur un gabarit de façon à mesurer la hauteur au centre (appelée  $H_C$ ) et les hauteurs  $H_B$  et  $H_D$  situées à égale distance de part et d'autre du centre. Pour nos gâteaux la distance séparant le centre des points de mesure de  $H_B$  et  $H_D$  correspondait à peu près au quart de la hauteur du gâteau. Les hauteurs  $H_C$ ,  $H_B$  et  $H_D$  ont été mesurées virtuellement grâce au logiciel du volumètre en relevant les hauteurs au centre de trois tranches (couches) situées en positions 13, 24 et 35 sur 46 correspondant respectivement au quart, à la moitié et aux trois quarts de la hauteur du gâteau (Figure 36B et Figure 36C).

Le calcul de l'indice de symétrie a ensuite été exécuté conformément à la norme AACC 10-91, selon l'équation 5 :

$$\text{Indice de symétrie} = (2 * H_C) - (H_B + H_D) \quad (5)$$

L'appellation « symétrie » pour cet indice est un peu abusive car le calcul ne permet pas de mettre en évidence une différence de hauteur entre  $H_B$  et  $H_D$ . La norme AACC 10-91 le précise selon ces termes « The term 'symmetry' has traditionally been used in the industry to indicate contour. The term 'uniformity' has been applied for a number of years to the measurement of cake symmetry ». L'indice ne traduit pas la symétrie du dôme mais seulement son aspect plus ou moins bombé. Nous conserverons cependant l'appellation officielle. De façon non intuitive l'aspect plus ou moins bombé du dôme n'est pas corrélé à la masse volumique du cake. La Figure 37 illustre ce phénomène avec les images de coupe longitudinale de deux cakes ayant le même indice de symétrie mais des masses volumiques différentes. La différence de masse volumique reflète une variation du volume total (visible ici par une variation de la hauteur du cake) alors que l'indice de symétrie traduit la forme du dôme des cakes.

## 2. MÉTHODES

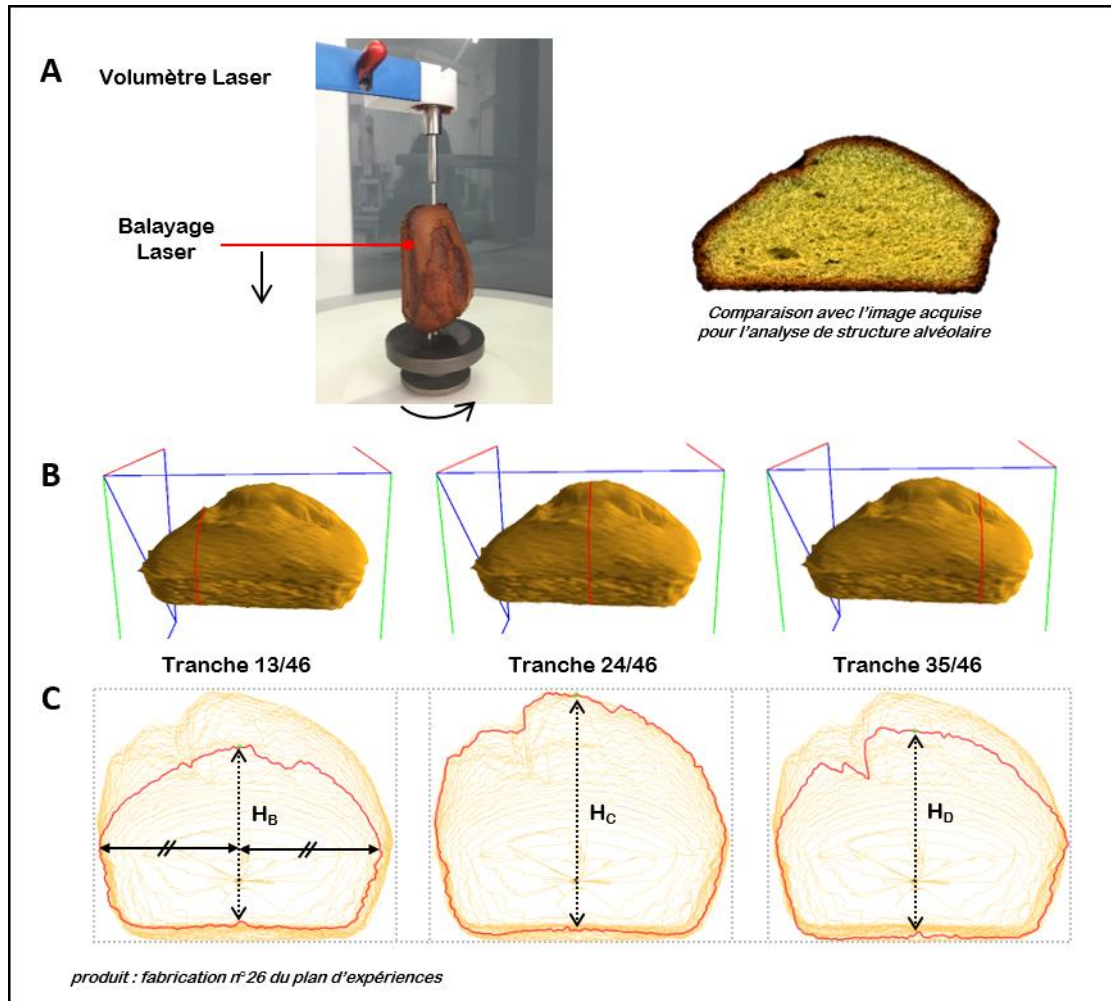


Figure 36 – Utilisation du volumètre laser pour le calcul de l'indice de symétrie : (A) configuration de la mesure ; (B) représentation du volume en 3D avec l'emplacement des trois couches utilisées pour le calcul ; (C) représentation des trois couches de circonférence avec les hauteurs mesurées au centre  $H_C$ ,  $H_B$  et  $H_D$

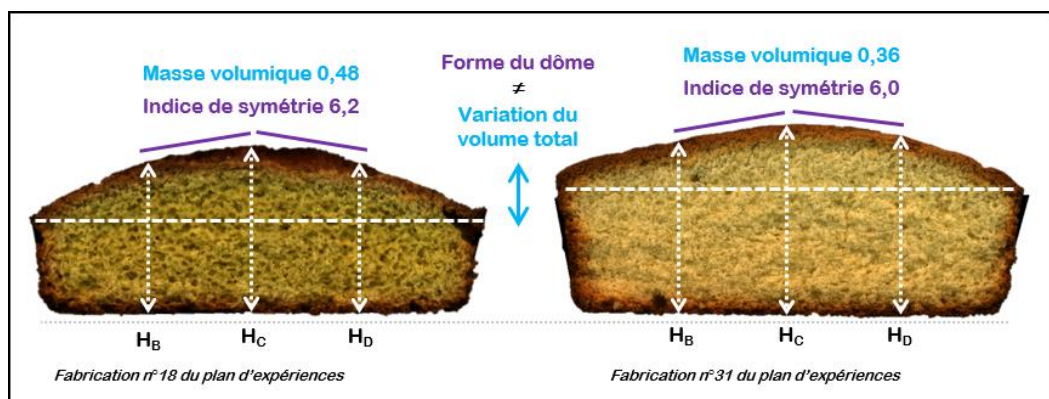


Figure 37 – Images de coupe longitudinale de cakes possédant des indices de symétrie très proches mais des masses volumiques différentes

## 2.3.3 Structure des cakes à l'échelle mésoscopique

## 2.3.3.1 Propriétés mécaniques de la mie aérée et des parois

Le cake était sorti de son emballage et démoulé juste avant échantillonnage pour la mesure des propriétés mécaniques. L'échantillonnage était réalisé à l'aide d'un gabarit fait sur-mesure et d'une scie à pain (Figure 38). La croûte supérieure puis la croûte de chacun des quatre côtés étaient découpées tour-à-tour de façon à ne conserver qu'un pavé de mie central de longueur 58 mm, largeur 26 mm et hauteur 26 mm (Figure 38). Le pavé était ensuite analysé directement pour limiter sa dessiccation. Les propriétés mécaniques des pavés de mie étaient mesurées grâce à un texturomètre TAHD+ (Stable Micro Systems, Surrey, UK) équipé d'une cellule de force de 750 kg et d'un plateau en aluminium de 10 cm de diamètre. Le protocole de mesure consistait en une compression uniaxiale de l'échantillon à 90% de sa hauteur initiale à une vitesse constante de 2 mm/s (vitesse pré-test 1 mm/s et force de détection 0,5N). Les données obtenues correspondaient à l'évolution de la force de résistance du produit en fonction de la distance d'enfoncement (Figure 38). Deux pentes pouvaient être observées sur ces courbes séparées par une zone intermédiaire de moindre augmentation. La pente à l'origine était proportionnelle au module d'Young apparent de la mie aérée (petites déformations). La zone intermédiaire correspondait au ploïement des alvéoles sur elles-mêmes menant potentiellement jusqu'à leur rupture. Enfin la seconde pente était proportionnelle au module d'Young de la mie dense, c'est-à-dire du matériau « parois » homogène. Le coefficient directeur de chaque pente a été calculé entre des bornes définies pour tous les échantillons (Figure 38). À partir de la force de résistance mesurée entre ces bornes et des dimensions de l'échantillon, le rapport de la contrainte sur la déformation a pu être calculé pour chaque pente. Ce rapport correspondait au **module d'Young apparent de la mie aérée ( $E_a$ )** au début de la compression et au **module d'Young apparent de la mie comprimée ou des parois ( $E_c$ )** en fin de compression. Il exprimait la résistance de ces matériaux, sachant que la fermeté des parois ( $E_c$ ) est une composante de la fermeté de la mie aérée ( $E_a$ ) au même titre que la masse volumique et l'organisation de la structure alvéolaire.

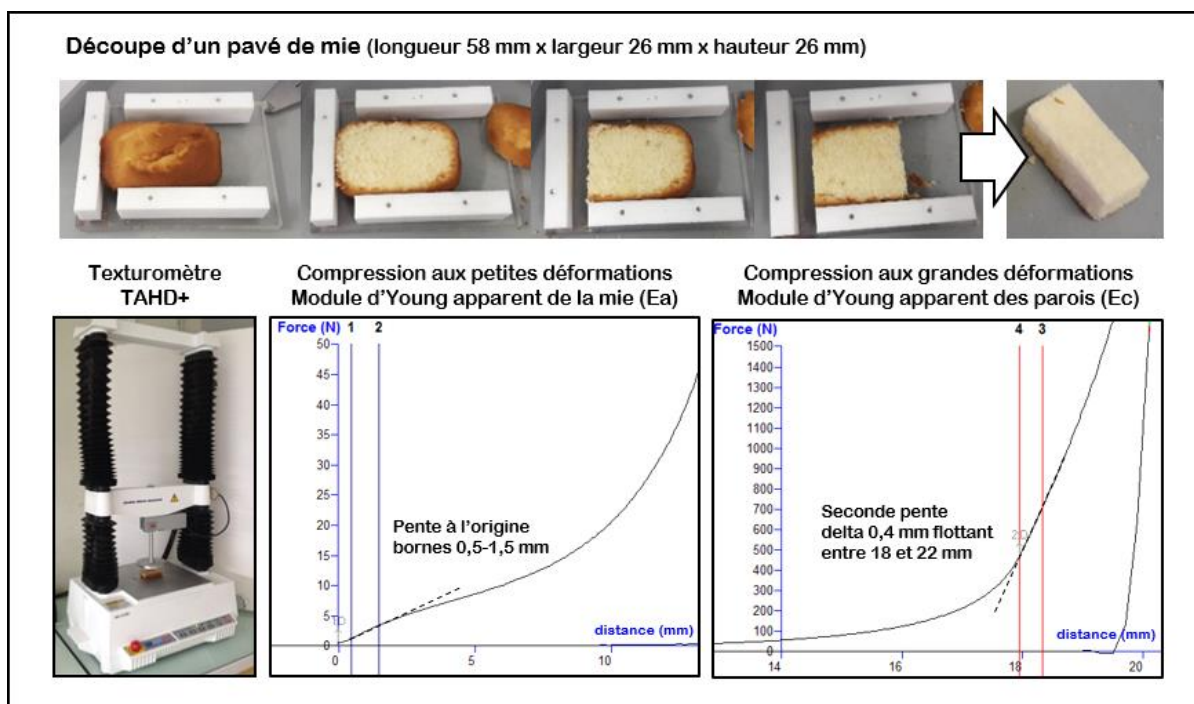


Figure 38 – Protocole de découpe des cakes et de calcul des propriétés mécaniques aux petites et grandes déformations

## 2. MÉTHODES

---

### 2.3.3.2 Structure alvéolaire par analyse d'image par morphologie mathématique

La technique d'analyse d'image par morphologie mathématique utilisée a été initialement développée par Lassoued et al. (2007) lors de travaux sur la structure alvéolaire du pain. Elle a été ensuite adaptée à l'étude de gâteaux moelleux par Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al. (2017). Les modifications apportées par ces derniers auteurs résidaient notamment dans l'augmentation de la résolution à l'acquisition des images et dans la diminution de la gamme de taille d'objets observés pour s'adapter à la structure alvéolaire plus fine des gâteaux. Les étapes principales de cette méthode sont décrites dans les sections suivantes. La description détaillée en est faite dans Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al. (2017).

- *Echantillonnage et acquisition de l'image*

Suite à la mesure réalisée au volumètre, chaque cake était découpé en son centre de façon longitudinale à l'aide d'une scie à pain. Chaque tranche était délicatement balayée à l'aide d'un pinceau à poils souples de façon à enlever les miettes excédentaires puis était disposée à la surface d'un scanner de bureau (HP Scanjet G31110, Hewlett-Packard, Palo Alto, CA, USA) et scannée individuellement. La totalité de la surface du scanner était recouvert d'une boîte noire afin de normaliser les conditions d'éclairage et de maximiser le contraste. La résolution d'acquisition était de 600 dpi ce qui correspond à une surface de pixel de  $42^2 \mu\text{m}^2$ . Les images étaient enregistrées en couleur au format TIFF en ayant pris soin de désactiver les ajustements automatiques de la couleur réalisés par le scanner.

- *Traitement des images par morphologie mathématique*

Le traitement des images était réalisé par un programme Matlab spécialement conçu à cet effet (The MathWorks, Natick, MA, USA). Il consistait en un pré-traitement qui convertissait l'image en 256 niveaux de gris et supprimait par seuillage le fond noir de l'image ainsi qu'une épaisseur standardisée à la périphérie du cake correspondant à la croûte (Figure 39). Le traitement par morphologie mathématique consistait ensuite à appliquer à l'image 40 cycles successifs d'assombrissement (érosions) ou d'éclaircissement (dilatations) par le déplacement d'un carré de 3 pixels par 3 pixels nommé « élément structurant ». Le principe de l'assombrissement et de l'éclaircissement par l'élément structurant est expliqué en Figure 39. À chaque étape d'érosion ou de dilatation la somme des niveaux de gris des pixels de l'image était calculée correspondant au « volume » de l'image. Ce volume est défini par la présence d'objets clairs et d'objets foncés. La variation du volume de l'image  $g_i$  d'une étape à l'autre, normalisée par l'écart entre le volume de l'image initial et le volume final, était ensuite calculée par la formule suivante (équation 6) :

$$g_i = \frac{V_i - V_{i+1}}{V_0 - V_f} \quad (6)$$

Avec  $V_i$  et  $V_{i+1}$  les volumes des images aux étapes  $i$  et  $i+1$ , et  $V_0$  et  $V_f$  les volumes de l'image initial et final. La variation du volume au cours des étapes est fonction du nombre, de la taille et de la teinte des objets clairs et foncés qui sont modifiés par le passage de l'élément structurant. La taille de l'élément structurant détermine la taille des objets modifiés à chaque cycle et donc, selon le nombre de cycles, la gamme de taille d'objets mesurée par la méthode. Pour 40 cycles cette gamme était comprise entre 0,13 et 3,4 mm. L'évolution de  $g_i$  au long des 40 cycles d'érosion et de dilatation était stockée pour l'ensemble des images analysées (soit 80 valeurs par image).

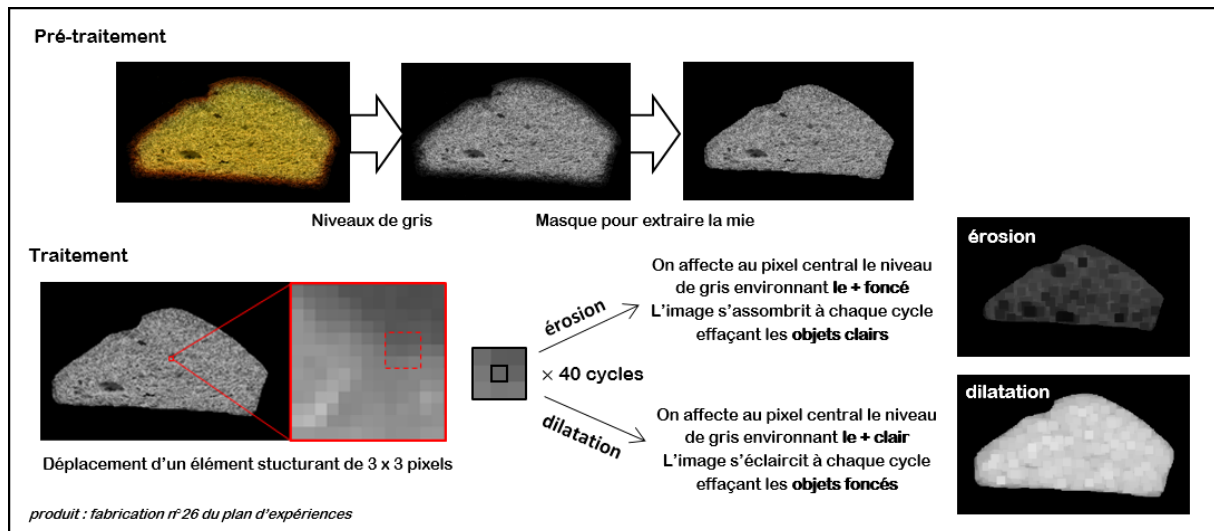


Figure 39 – Pré-traitement et traitement des images lors de l'analyse d'image par morphologie mathématique

- Comparaison des structures alvéolaires par ACP

L'évolution de la variable  $g_i$  au long des cycles d'érosion et de dilatation était ensuite comparée pour un grand nombre d'images par une analyse en composantes principales (ACP). Une cartographie des images selon les deux premières composantes principales était obtenue permettant leur classification selon des critères morphologiques et structuraux. Afin de déterminer les critères morphologiques et structuraux exprimés par chaque composante, la contribution des variables (cycles d'érosion et de dilatation) à la construction de chaque axe était représentée graphiquement (étude des « loadings »). L'échelle d'évolution de ces variables pouvait être convertie en évolution de taille d'objets clairs (cycles d'érosion) ou d'objets foncés (cycles de dilatation) grâce à la correspondance entre le nombre de cycles et la taille de l'élément structurant. Les variables dont la contribution à la construction d'un axe dépassait un seuil statistique de 0,4 étaient jugées représentatives de l'axe. Des indications sur les gammes de taille d'objets clairs ou foncés exprimées par les bornes négatives et positives de chaque axe étaient ainsi obtenues. Ces indications, couplées à une observation à l'œil nu des images statistiquement représentatives de chaque axe, permettaient de proposer une interprétation des critères morphologiques et structuraux distinguant les mies au sein de la cartographie.



## 2. MÉTHODES

### 2.3.3.3 Micro-tomographie à rayons X

La micro-tomographie à rayons X permet la reconstruction de l'image de la structure interne d'un échantillon en trois dimensions à partir de la combinaison d'images radiographiques de coupes prises selon différents angles, grâce à la mise en rotation de l'échantillon. Cette technique a été utilisée lors des campagnes de juin et septembre 2017 ayant servi à caractériser plus finement certains des cakes produits lors du plan d'expériences ou pour la partie *in vivo* du projet Flexiprocess (Tableau 30). Pour ces mesures un seul cake par fournée a été utilisé. La mesure a été réalisée sur des cakes d'âge inférieur à une semaine de façon à observer la structure alvéolaire la plus originelle possible (hormis exception cf. Tableau 38).

- *Echantillonnage*

Le protocole d'échantillonnage est illustré en Figure 40. Une carotte de mie de 15 mm de diamètre était prélevée au centre de chaque cake à l'aide d'un emporte-pièce métallique de 15,5 mm de diamètre. L'emporte-pièce était enfoncé de façon perpendiculaire à la surface de la base du cake, en tournant lentement jusqu'au fond de la croûte. L'échantillon étant fragile, l'emporte-pièce était ensuite inséré directement dans le porte-échantillon conçu pour la mesure (diamètre intérieur 17,5 mm) et l'échantillon y était transféré délicatement en poussant à l'aide d'une tige. Le porte-échantillon a été scellé avec un film plastique afin d'éviter la perte d'eau de l'échantillon pendant l'acquisition d'images.

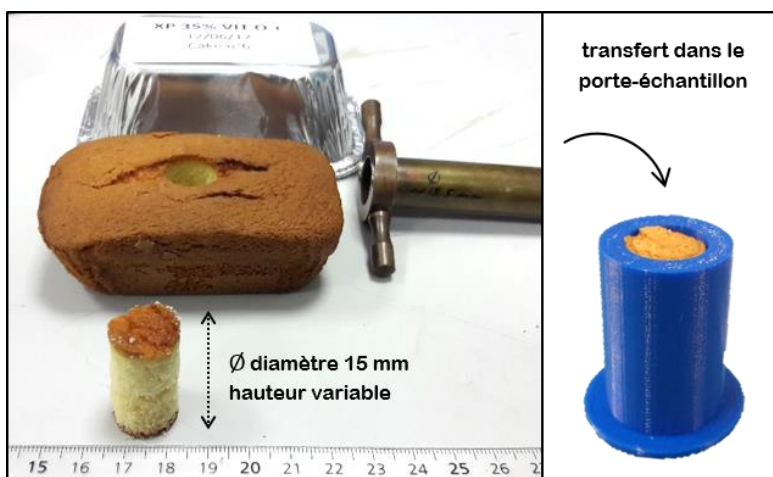


Figure 40 – Protocole d'échantillonnage pour la tomographie à rayons X

- *Acquisition et reconstruction de l'image*

Les mesures ont été réalisées grâce à un micro-tomographe Desktom 130 (RX Solutions, Chavanod, France). Avant la mesure un temps de pré-chauffage des rayons X a été respecté. Le porte-échantillon a ensuite été placé sur la plateforme de mesure en utilisant une cale de manière à ce que l'échantillon soit à hauteur de la source de rayonnement (Figure 41). La distance à la source du laser définit le champ d'observation du produit et la résolution de l'acquisition : plus la distance augmente plus le champ d'observation est grand mais plus la résolution diminue. La distance minimale a été choisie pour la mesure permettant d'obtenir une résolution de 10,7  $\mu\text{m}$  par pixel. Le champ d'observation ne permettait de couvrir qu'une partie de l'échantillon qui a été définie sur la base de l'échantillon pour toutes les mesures. Une fois la distance d'observation définie le porte-échantillon a été retiré pour faire une calibration de l'imageur avec et sans rayonnement. Les acquisitions étaient composées de 1320 images de coupe en niveaux de gris.

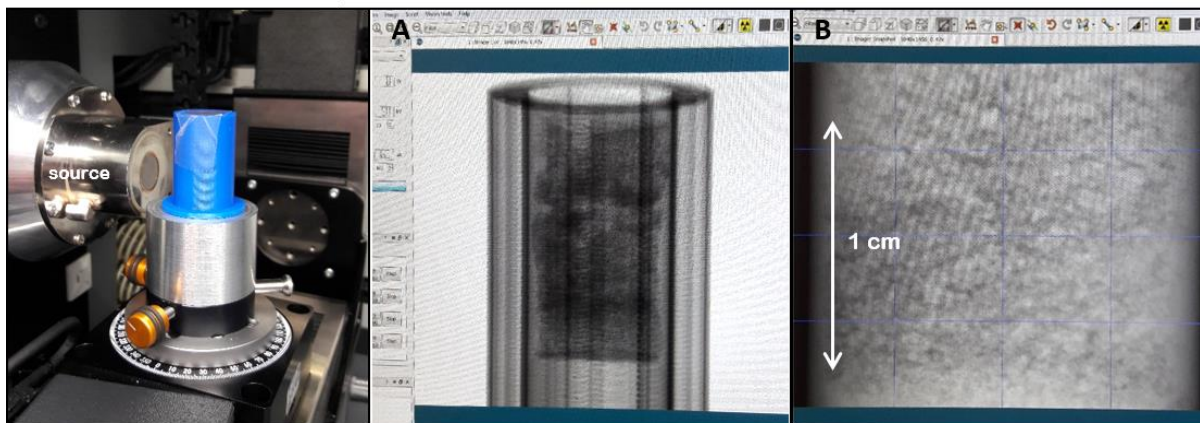


Figure 41 – Placement du porte-échantillon vis-vis de la source de rayonnement et visualisation de l'échantillon selon deux niveaux de zoom : (A) vue intégrale de l'échantillon ; (B) vue de la base de l'échantillon choisie pour l'acquisition

La reconstruction des images en 3D de la structure des cakes à partir des images de coupe a été réalisée grâce au logiciel Avizo (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA). La première étape était de redimensionner le volume analysé. Un parallélépipède de base 12 x 12 mm et de hauteur 14 mm (volume de 2016 mm<sup>3</sup>) été extrait au centre de la carotte de diamètre 15 mm. Différentes étapes de correction de la qualité de l'acquisition ont ensuite été réalisées avant l'étape de reconstruction finale : correction de l'alignement du faisceau («*spot automatic correction*»), du décalage à la rotation («*offset X*»), suppression des effets de cercles sur l'image («*ring filter*»), réglage du niveau de contraste de phase entre les éléments foncés (air) et les éléments clairs (parois).

- *Traitement des images*

Le traitement des images en 3D était réalisé grâce au logiciel Scan IP (Synopsys Inc., Mountain View, CA, USA). Les images de coupes en x, y, z telles qu'obtenues après reconstruction sont présentées en Figure 42A. Un seuillage était appliqué pour distinguer le volume d'air de celui des parois, menant à la création d'un masque pour les parois (en rouge, Figure 42B). Puis un second redimensionnement du volume de l'échantillon était réalisé afin de limiter le temps d'analyse : un parallélépipède de base 6 x 6 mm et de hauteur 12 mm (volume de 432 mm<sup>3</sup>) était découpé au centre du parallélépipède précédent (en rose, Figure 42B).

## 2. MÉTHODES

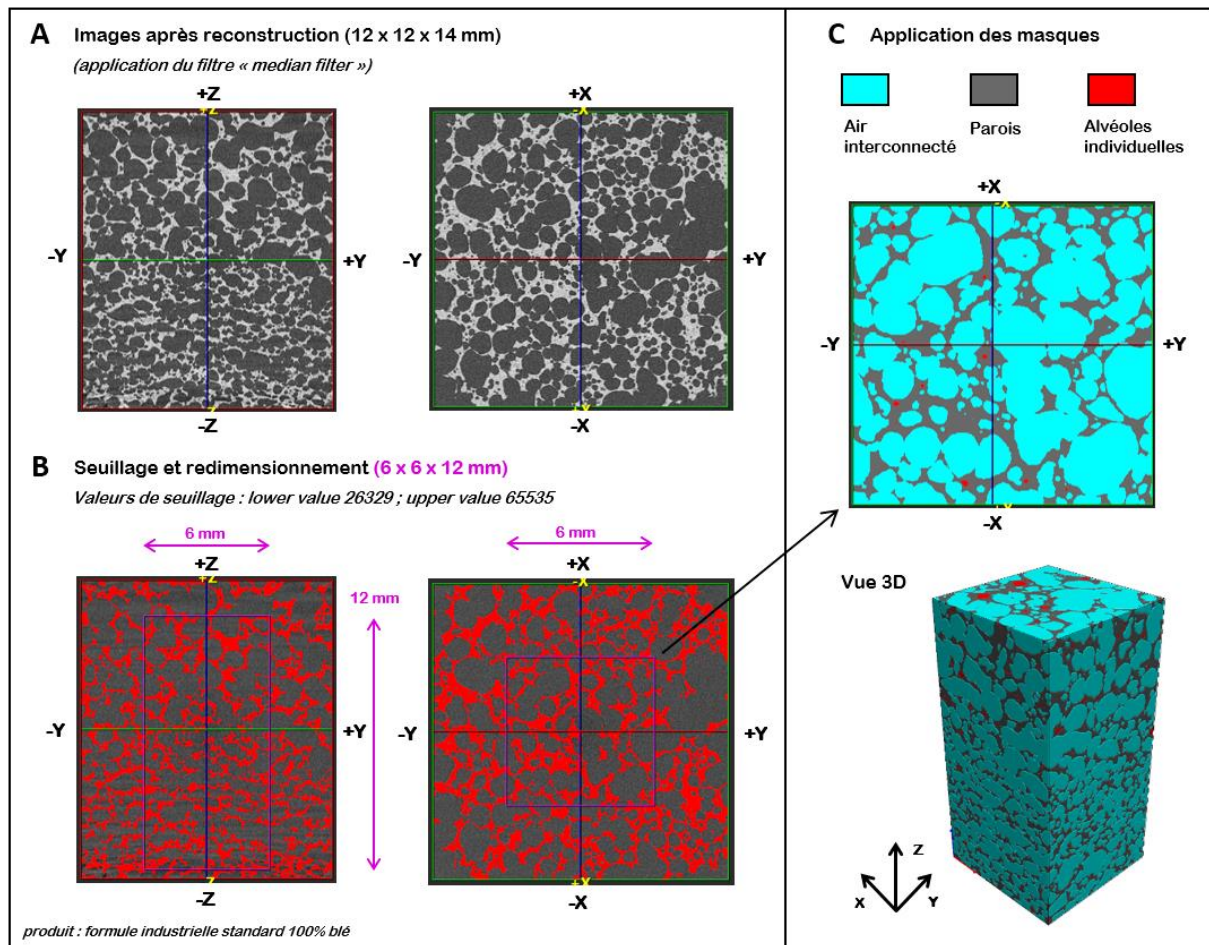


Figure 42 – Traitement des images en 3 D : (A) images après reconstruction ; (B) seuillage et redimensionnement ; (C) application des masques

Sur l'échantillon redimensionné un masque correspondant au volume d'air total était créé par inversion de celui des parois. Ce masque était ensuite scindé en deux masques : le volume d'air interconnecté correspondant au réseau d'alvéoles ouvertes et le volume d'air enfermé correspondant à des alvéoles individuelles enfermées dans les parois. En Figure 42C sont représentées les vues en 2D et en 3D de l'échantillon avec le masque des parois (gris foncé), celui de l'air interconnecté (en bleu clair) et celui des alvéoles individuelles (en rouge). Le volume de ces différents masques en  $\text{mm}^3$  a pu être estimé à l'aide d'un modèle de lissage des pixels. Un exemple d'utilisation du modèle sur un masque de parois est donné en Figure 43. Étant donné que les alvéoles au sein du volume d'air interconnecté étaient souvent très fusionnées avec peu de traces de formes sphériques (par exemple pour l'échantillon de la Figure 43) il n'a pas été possible d'appliquer une séparation des alvéoles qui aurait permis d'obtenir des statistiques sur leur nombre et leur répartition en taille. À défaut la surface déployée du volume d'air interconnecté en  $\text{mm}^2$  a été estimée par le modèle afin de calculer une surface spécifique ( $\text{mm}^{-1}$ ) traduisant le degré de taille global des alvéoles. Le nombre d'alvéoles individuelles et leur volume moyen ont pu être mesurés.

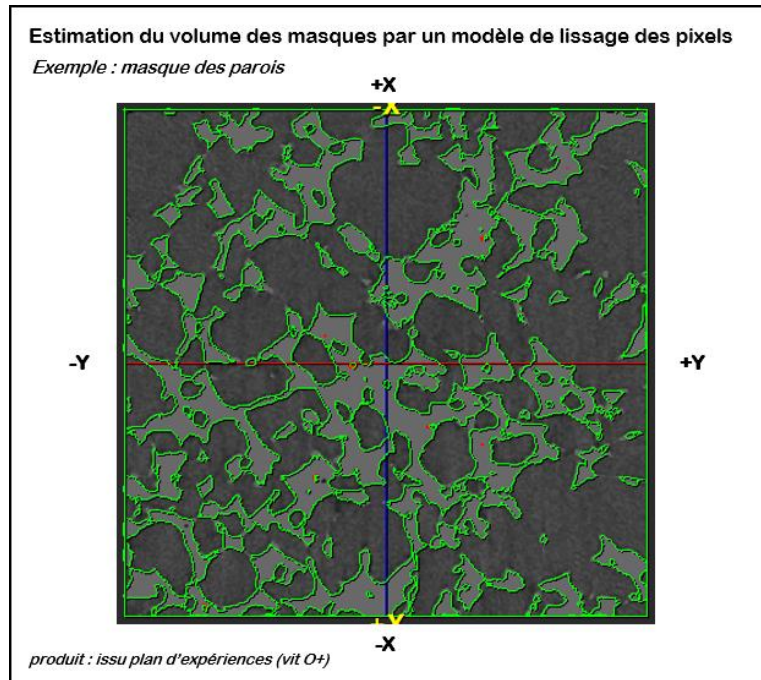


Figure 43 – Représentation d'une coupe en xy avec utilisation du modèle de lissage des pixels pour l'estimation du volume

Le scan d'un cake entier a été effectué en augmentant le champ d'observation et en diminuant la résolution d'acquisition (Figure 44). Cette opération a permis de confirmer l'adéquation entre la mesure du volume du cake par le volumètre et le tomographe. La répétabilité des statistiques mesurées sur le volume analysé à trois endroits du cake (zone de prélèvement habituelle et zones latérales, Figure 44 a pu également être évaluée. Pour cette formule, les coefficients de variation mesurés pour le volume de parois et d'air interconnecté et la surface d'air interconnecté étaient inférieurs ou égaux à 10%.

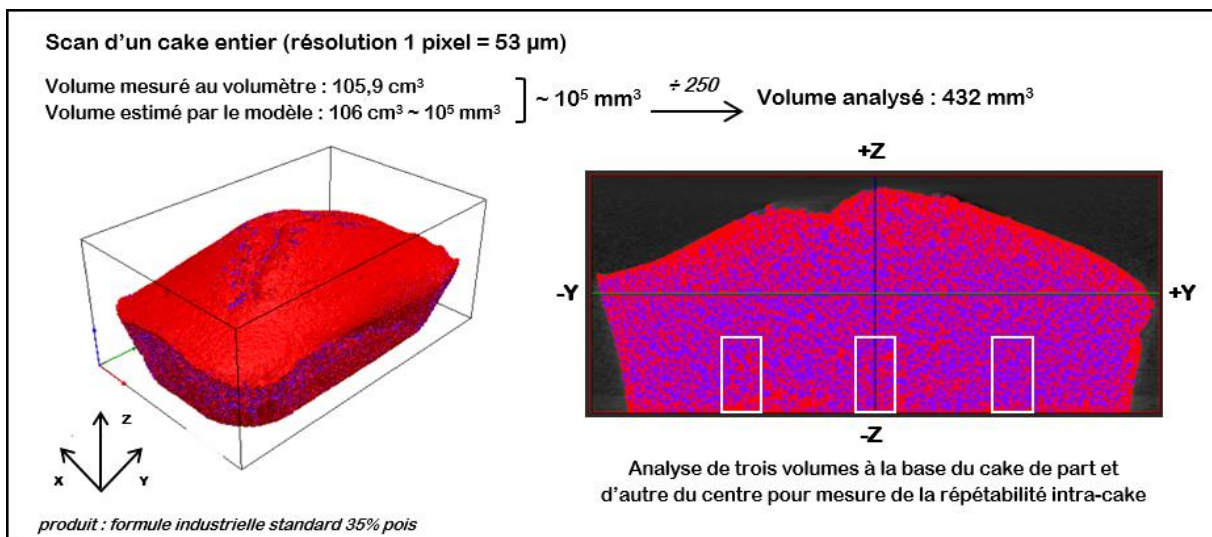


Figure 44 – Scan d'un cake entier en résolution inférieure pour validation de la méthode

## 2. MÉTHODES

### 2.3.3.4 Validation de l'interprétation de la cartographie générale des structures alvéolaires

L'interprétation des critères morphologiques et structuraux distinguant les mies au sein de la cartographie d'analyse d'image est permise par les informations de taille d'objets fournies par la méthode et complétées par l'observation de certaines images à l'œil nu (IV.2.3.3.2). Cependant ces informations peuvent être insuffisantes pour l'identification de critères simples d'explication des axes. La micro-tomographie apporte des informations complémentaires concernant la structure interne des mies qui peuvent permettre de pallier cette limite (Tableau 36). En effet, elle permet d'accéder à des tailles d'objet inférieures d'un facteur 10 (0,01 mm contre 0,13 mm pour l'analyse d'image par morphologie mathématique) et de visualiser la structure interne des parois.

Dans le paragraphe suivant est présenté une analyse de la cartographie générale des structures alvéolaires utilisée pour l'ensemble des résultats de ce travail, validée par la réalisation de mesures de tomographie sur un ensemble de produits répartis au sein de la cartographie.

Tableau 36 – Comparaison des caractéristiques des méthodes d'analyse d'image par morphologie mathématique et de micro-tomographie à rayons X

Méthode	Visualisation 2D/3D	Résolution à l'acquisition de l'image	Résolution au traitement de l'image	Eléments observés
Analyse d'image par morphologie mathématique	2D	1 pixel = 422 $\mu\text{m}^2$	Élément structurant de côté 3 pixels = 0,13 mm	- Erosions : objets clairs - Dilatations : objets foncés
Micro-tomographie à rayons X	3D	1 pixel = 10,72 $\mu\text{m}^2$ 1 voxel = 1232 $\mu\text{m}^3$ 1 voxel = 1,2.10 <sup>-6</sup> mm <sup>3</sup>	Idem acquisition : côté voxel = 0,01 mm	- Pourcentages de parois et d'air total - Pourcentages d'air interconnecté et d'air enfermé dans les parois - Nombre et volume moyen des alvéoles individuelles

La cartographie générale des structures alvéolaires a été réalisée à partir d'un ensemble de 1058 images de mies résultant de toutes les campagnes. Le détail de la répartition des lots de données en fonction des campagnes est présenté dans le Tableau 37. Les images de la campagne de décembre 2016 (plan d'expériences, 408 images) ainsi que celles des campagnes de l'automne 2016 et de janvier 2017 (production des cakes *in vitro* et *in vivo*, 73 images) ont servi de variables principales lors de la constitution de la cartographie. Il a été décidé que les produits qu'elles incluaient représentaient une diversité de structure suffisante pour constituer le socle d'interprétation général auquel toutes les autres images seraient comparées (580 images introduites en variables supplémentaires dans l'ACP). Pour une interprétation plus simple des cartographies, la moyenne des coordonnées des images d'une même fournée de cake a été calculée (au maximum 6 images de mie par fournée) de sorte que la cartographie générale était composée de 84 points issus des images utilisées en variables principales et de 148 points issus des images utilisées en variables supplémentaires. Cette cartographie est présentée en Figure 45.

Les indications sur les gammes de taille d'objets clairs et foncés exprimées par les bornes négatives et positives de chaque axe étaient obtenues grâce à l'étude de la contribution des variables (cycles d'érosion et de dilatation) à la construction de chaque axe. La représentation graphique de la contribution des variables converties en taille d'objet est présentée en Figure 46. L'axe des abscisses correspond à l'évolution des variables, avec en négatif les cycles de dilatation correspondant aux tailles d'objets foncés, et en positif les cycles d'érosion correspondant aux tailles d'objets clairs. La significativité de la contribution des variables est présentée par l'axe des ordonnées, de la borne négative à la borne positive de chaque axe. En grisé sont indiquées les plages de variables pour lesquelles la contribution dépasse le seuil de significativité de 0,4 en valeur absolue. Ainsi, l'axe F1 portant 68% de l'information (Figure 45), oppose des objets clairs ou foncés de petite taille (< à 0,9 mm et 0,2-1 mm respectivement) à des objets clairs ou foncés de très grande taille (> à 1,1 et 1,4 mm respectivement). L'axe F2, portant 21% de l'information, oppose des objets clairs ou foncés de très petite taille (< à 0,2 mm et < à 0,3 mm respectivement) à des objets clairs ou foncés de taille intermédiaire (0,6-1,8 et 0,6-1,4 mm respectivement).

#### IV. MATÉRIEL ET MÉTHODES

A première vue ces informations ne permettent pas de qualifier simplement les axes. Les images représentatives des axes F1 et F2 voire de F1 et de F2 simultanément ont donc été identifiées pour être étudiées à l'œil nu. Ce sont les images dont la contribution statistique à l'explication d'un axe ou des deux dépasse 1/408 (nombre de variables principales) soit 0,2. En pratique seules les images de contribution supérieures à 0,5 ont été choisies. Les images scannées de ces mies ont d'abord été observées à l'échelle du gâteau entier (Figure 47).

*Tableau 37 – Détail des lots de données constitutifs de la cartographie générale de structure alvéolaire*

<b>Campagne de fabrication</b>	Nombre d'images de structure alvéolaire acquises	Utilisation pour la constitution de la cartographie générale
Janvier 2016 : Etude protocole et incorporation pois	107	Contributeur au lot de données de 580 images en variables supplémentaires
Août 2016 : Tests préliminaires au plan d'expériences	177	
Automne 2016 : Productions pour l'in vitro (GMPA)	19	<b>Lot de données de 478 images en variables principales</b>
Décembre 2016 : Plan d'expériences	408	
Janvier 2017 : Productions pour l'in vivo (UNH)	54	
Mai 2017 : Validation du modèle	120	Contributeur au lot de données de 580 images en variables supplémentaires
Mai 2017 : Panel sensoriel descriptif	65	
Juin 2017 : Répétition de produits du plan d'expériences	36	
Septembre 2017 : Répétition de produits du plan d'expériences, caractérisation des produits in vitro, caractérisation des produits in vivo	72	

## 2. MÉTHODES

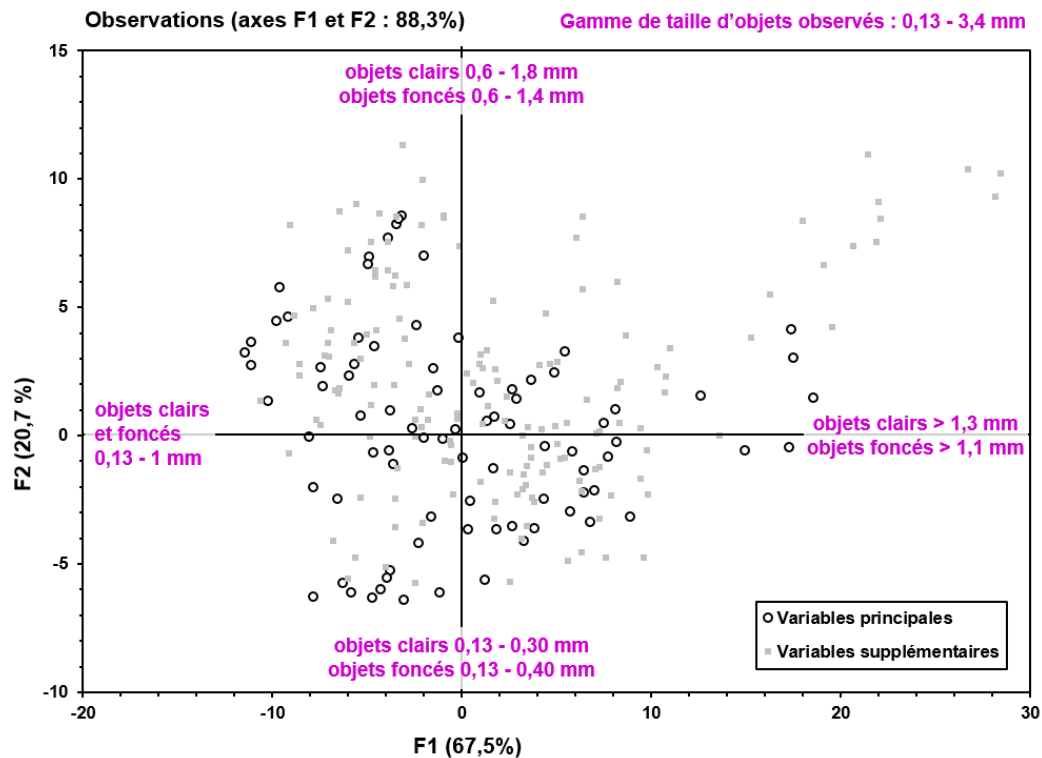


Figure 45 – Cartographie générale des structures alvéolaires avec les points moyens des images ayant servi d'individus principaux lors de la construction de l'ACP (campagnes Automne 2016, Décembre 2016, Janvier 2017) et les points moyens des images ayant servi d'individus supplémentaires

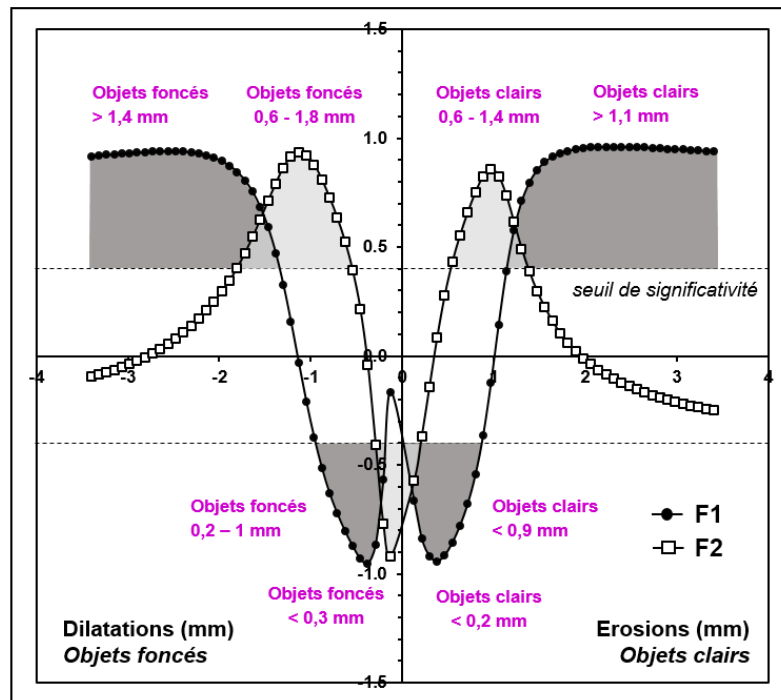


Figure 46 – Représentation de la contribution des variables (cycles d'érosion et de dilatation) à la construction des axes de l'ACP

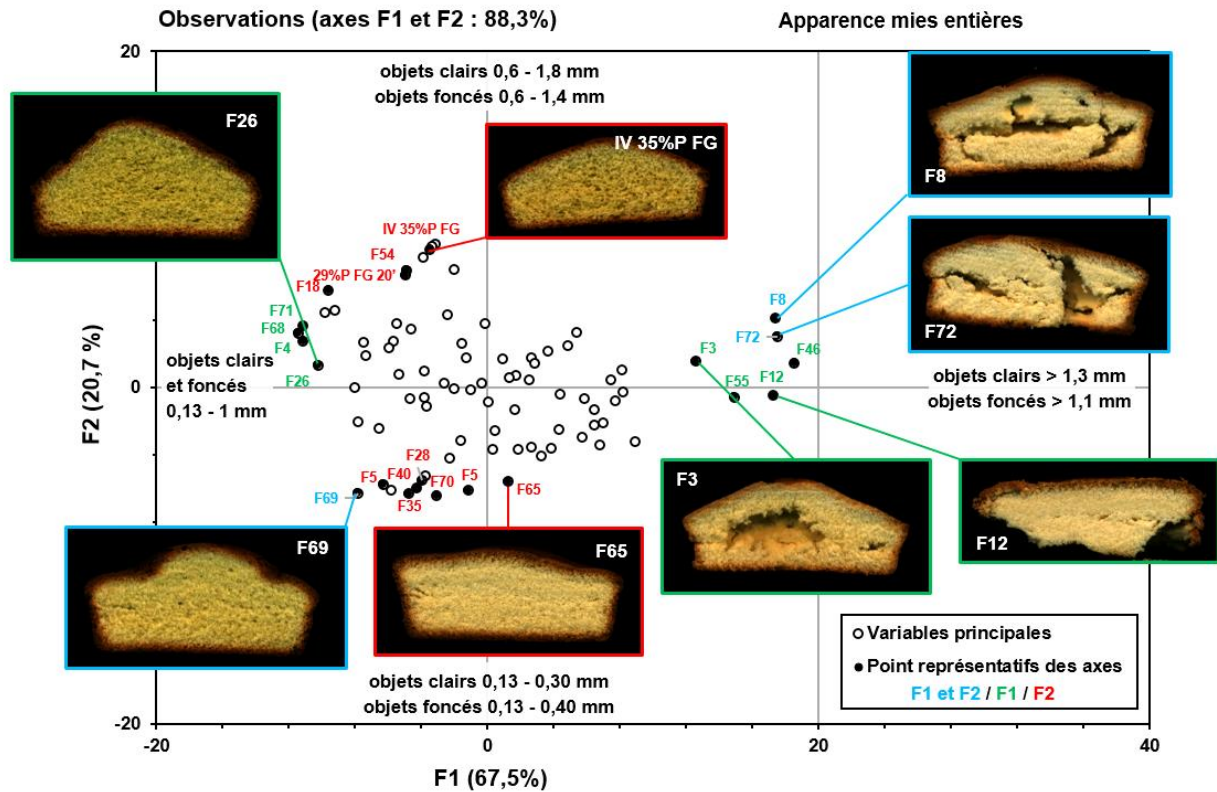


Figure 47 – Identification des points représentatifs des axes parmi les images ayant servi d'individus principaux de l'ACP et images scannées des mies entières pour certains de ces points représentatifs : produits 10% pois (F3, F8, F12, F72), 35% pois (IV 35%P FG) et 60% pois (F26, F65, F69)

L'observation des mies entières en Figure 47 permet de constater la présence d'un groupe de mies cassées à l'extrémité positive de F1. Ces mies semblent denses et présentent de larges fractures en leur centre ou à leur périphérie. De l'autre côté de la cartographie, des produits plus riches en farine de pois semblent présenter des mies plus grossières, de façon croissante de l'extrémité négative à l'extrémité positive de F2. Une interprétation de ces différences nécessite cependant d'observer les mies à plus petite échelle. Des carrés de 6 mm de côté ont été extraits aléatoirement des images scannées des mies de façon à se placer à l'échelle de taille d'observation de l'analyse d'image et de la micro-tomographie (Figure 48).



## 2. MÉTHODES

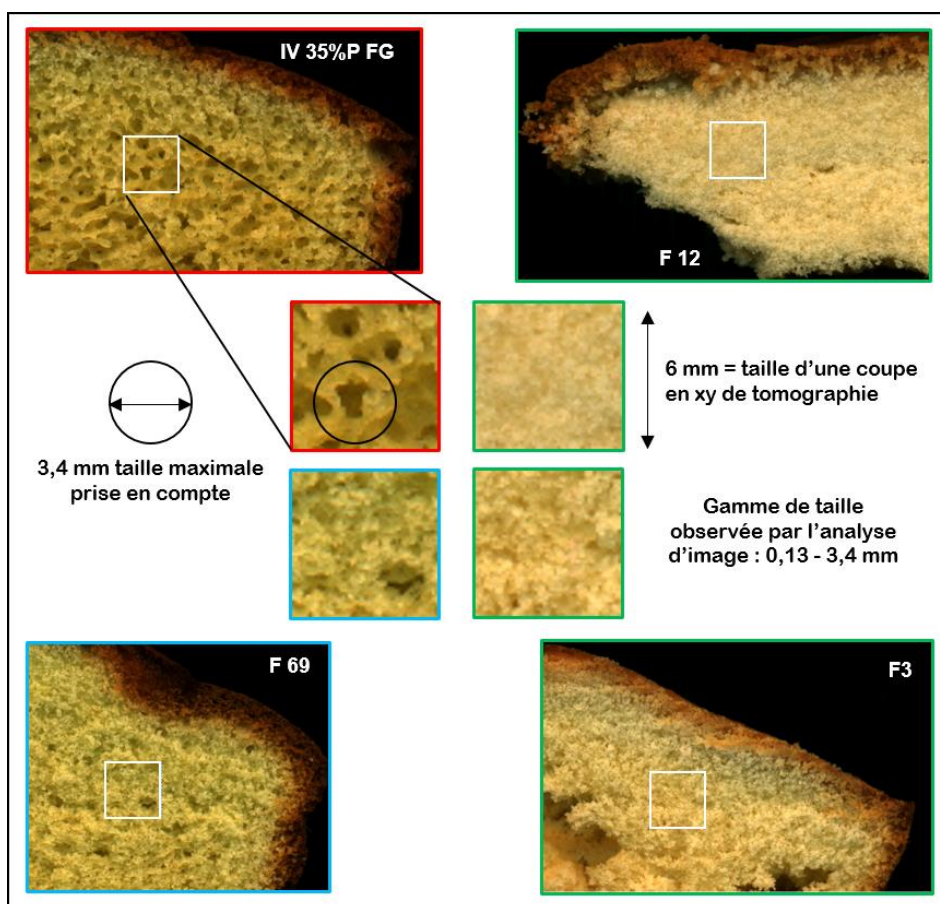


Figure 48 – Extraction de zooms au sein des images de mies entières pour l'observation des mies à l'échelle de taille d'observation de l'analyse d'image et de la micro-tomographie

La Figure 49 représente les zooms de mie extraits pour les produits représentatifs des axes présentés en Figure 47. À l'extrémité négative de F1 les mies des produits F26 et F29 présentent des alvéoles et des parois de taille moyenne conformément aux indications de taille fournies par la méthode. À l'extrémité positive de F1 les mies des produits F3, F8, F12 et F72 présentent de très petites alvéoles qui se fondent dans la masse des parois les entourant. Le traitement d'analyse d'image ne détecte pas la présence de ces alvéoles et considère le continuum des alvéoles et des parois comme un ensemble d'objets clairs de taille supérieure à 1,1 mm et d'objets foncés de taille supérieure à 1,4 mm. Ces tailles d'objets pourraient correspondre à la variation des ombres observable sur les zooms des mies F8 et F3. Ces ombres sont liées à la variation du relief de la surface de la mie compactée et forment des zones claires et foncées dont l'ordre de grandeur de taille correspond au millimètre (soit 1/6 du côté des carrés des zooms de mie). En opposant des mies aux alvéoles de taille moyenne à l'extrémité négative et des mies aux alvéoles très fines à l'extrémité positive, **l'axe F1 pourrait représenter la finesse de la mie au sens de la taille des alvéoles.**

A l'extrémité négative de F2 les produits F65 et F69 présentent des mies avec de petites alvéoles de taille régulière et des parois fines. Ceci concorde avec les tailles d'objets indiquées par la méthode qui sont très faibles et s'étendent sur une gamme limitée. La présence d'un continuum dans la taille des objets tel qu'indiqué sur la Figure 46 pourrait indiquer que les petites alvéoles et les fines parois sont confondues en taille avec la présence de petits trous dans les parois qui ont été observés à 0,13 mm dans les travaux de Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al. (2017). À l'extrémité positive de F2 la mie du produit IV 35%P FG présente de très larges parois et de larges alvéoles avec une variation de taille importante. En opposant des mies fines et régulières à son extrémité négative et des mies grossières et hétérogènes à son extrémité positive **l'axe F2 pourrait représenter l'hétérogénéité de la structure alvéolaire des mies.**

L'interprétation des critères morphologiques et structuraux distinguant les mies au sein de la cartographie en termes de finesse et d'hétérogénéité de la structure alvéolaire est retrouvée dans les travaux de Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al. (2017) et Bousquières et al. (2017) ayant étudié des produits céréaliers de structure similaire.

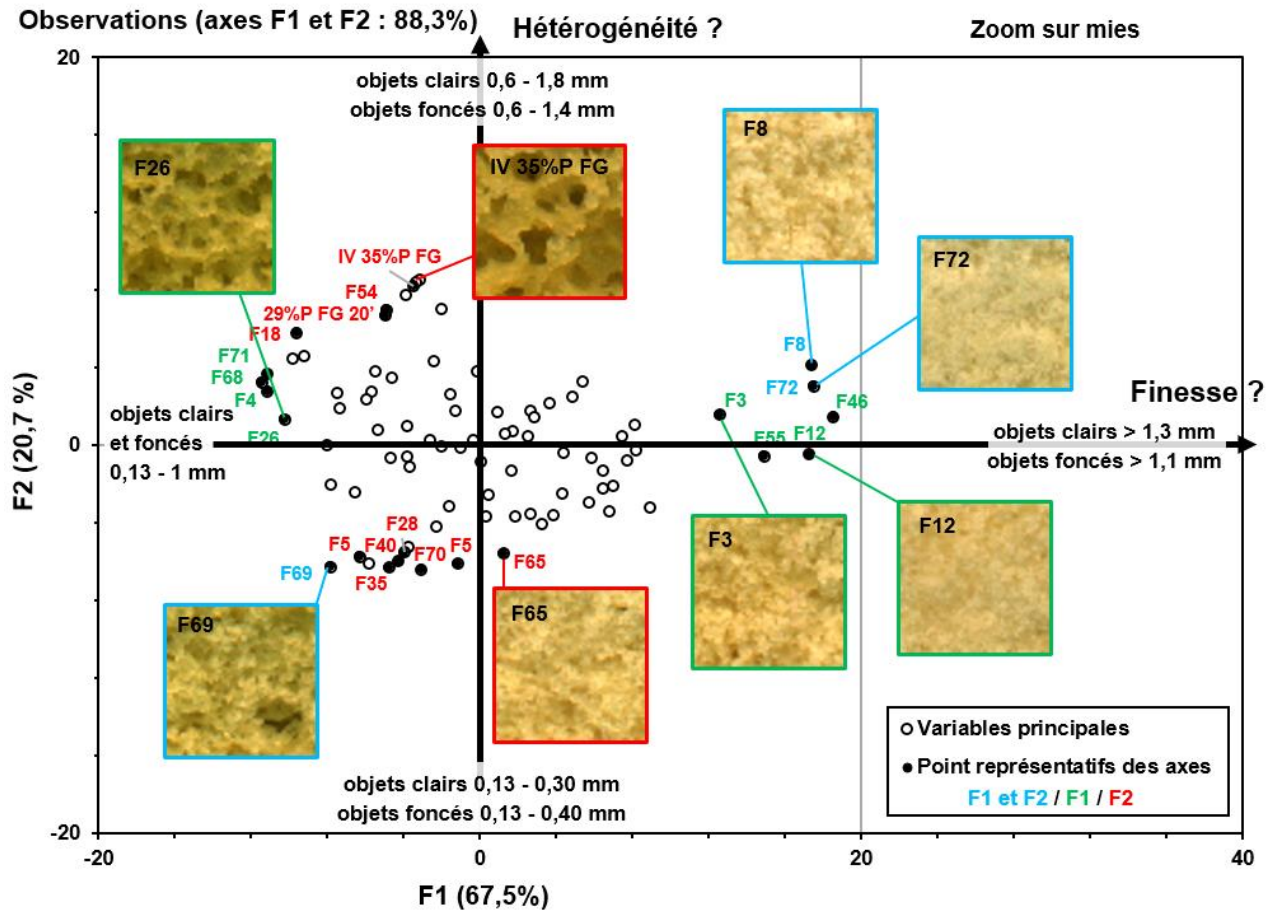


Figure 49 – Représentation des carrés de 6mm extraits des images de mie entières pour les points représentatifs des axes présentés en Figure 47

## 2. MÉTHODES

Afin de valider et de compléter l'analyse, dix-neuf produits répartis au sein de la cartographie ont été observés par micro-tomographie. La liste des produits, les campagnes de fabrication auxquelles ils sont associés ainsi que leur codage au sein de la cartographie sont présentés dans le Tableau 38. La répartition des dix-neuf produits au sein de la cartographie des points correspondant aux images en variables principales est présentée en Figure 50.

Tableau 38 – Liste des 19 produits observés par tomographie, codage et répartition en campagnes

Campagne	Précision	Intitulé produit	Codage
Juin & Septembre 2017 : Répétition de produits du plan d'expériences	Répétitions de fabrications du plan d'expériences	Fabrication n°1 d'origine *	F1
		Fabrication n°2	F2 T
		Fabrication n°5 d'origine *	F5
		Fabrication n°5	F5 T
		Fabrication n°8	F8 T
		Fabrication n°12	F12 T
		Fabrication n°18 d'origine *	F18
		Fabrication n°19	F19 T
	Fabrication n°26	F26 T	
	Répétitions de fabrications de validation du modèle	100% blé Standard	VALID 100%B
		35% pois Standard	VALID 35%P Std
		35% pois Fractions grossières	VALID 35%P FG
	Complément : Test des facteurs de procédé principaux	35% pois Standard	XP 35%P Std
		35% pois Standard Vitesse Liquides +	XP 35%P vit L+
		35% pois Standard Vitesse Huile +	XP 35%P vit H+
35% pois Standard Ordre Huile-Liquides		XP 35%P H-L	
Septembre 2017 : Caractérisation des produits in vivo	-	100% blé isoprotéique 35% pois	IV 100%B isoprot 35%P
	-	35% pois Standard	IV 35%P Std
	-	35% pois Fractions grossières	IV 35%P FG

\* Pour ces produits les répétitions de fabrication n'ont pas donné des produits suffisamment proches des fabrications d'origine dans la cartographie générale de structure alvéolaire. Les cakes des fabrications d'origine (Décembre 2016) ont été observés à la place (en plus dans le cas de la fabrication n°5).

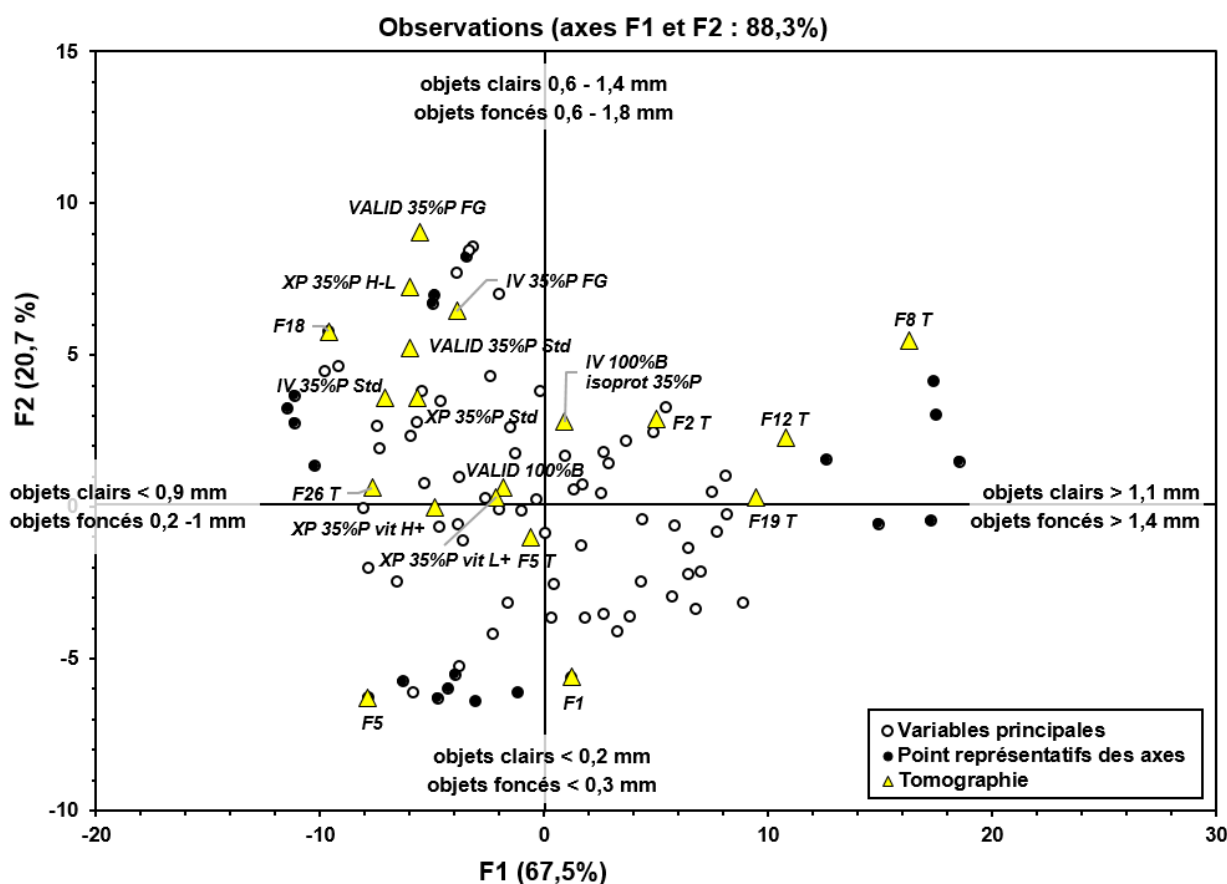


Figure 50 – Identification des dix-neuf produits observés par micro-tomographie parmi les images ayant servi d'individus principaux de l'ACP

Les produits observés en micro-tomographie couvrent la majeure partie de la diversité exprimée au sein de la cartographie (Figure 50). Tout d'abord une analyse qualitative des résultats obtenus en micro-tomographie a été réalisée à partir d'images de coupe en xy (6 x 6 mm) prélevées de façon aléatoire au sein des volumes xyz analysés (6 x 6 x 12 mm). Les images de coupe en xy ainsi que les carrés de 6 mm extraits des images de mies scannées ont pu être comparés pour des séries de produits répartis le long de l'axe F1 et de l'axe F2. Ces comparaisons sont visibles au sein des cartographies présentées en Figure 51 et Figure 52 en pages suivantes.

En Figure 51 comme en Figure 52, la comparaison des images de coupe en xy et des carrés de 6 mm pour chaque mie illustre aussi bien la convergence que la complémentarité des deux méthodes d'observation. Pour les mies dont les tailles d'alvéoles et de parois dépassent un certain seuil, approximativement définissable par des coordonnées selon F1 inférieures aux coordonnées de l'image F2 T (Figure 51) et des coordonnées positives selon F2 (Figure 52), les deux méthodes fournissent des images sur lesquelles la forme et la répartition des alvéoles ainsi que l'épaisseur des parois sont reconnaissables. Cependant, la micro-tomographie donne une visualisation de la quantité d'air très prégnante là où l'image scannée ne présente qu'une surface de mie plus ou moins assombrie par la présence de profondeurs d'alvéoles, ou de trous dans le fond des alvéoles. Pour les mies dont les alvéoles et/ou les parois sont très fines (produits F8 T, F12 T, F19 T en Figure 51 et F1, F5 en Figure 52), la micro-tomographie fournit une visualisation de la structure alvéolaire alors que les images scannées présentent des tapis visuellement denses. Pour autant, la technique d'analyse d'image par morphologie mathématique est capable d'établir une classification de ces mies entre elles, et d'une façon générale de comparer un grand nombre de mies sur la base d'une coupe longitudinale entière en un temps record. La micro-tomographie joue le rôle de technique d'appoint fournissant une visualisation plus précise et des informations quantitatives que nous pourrions utiliser par la suite.

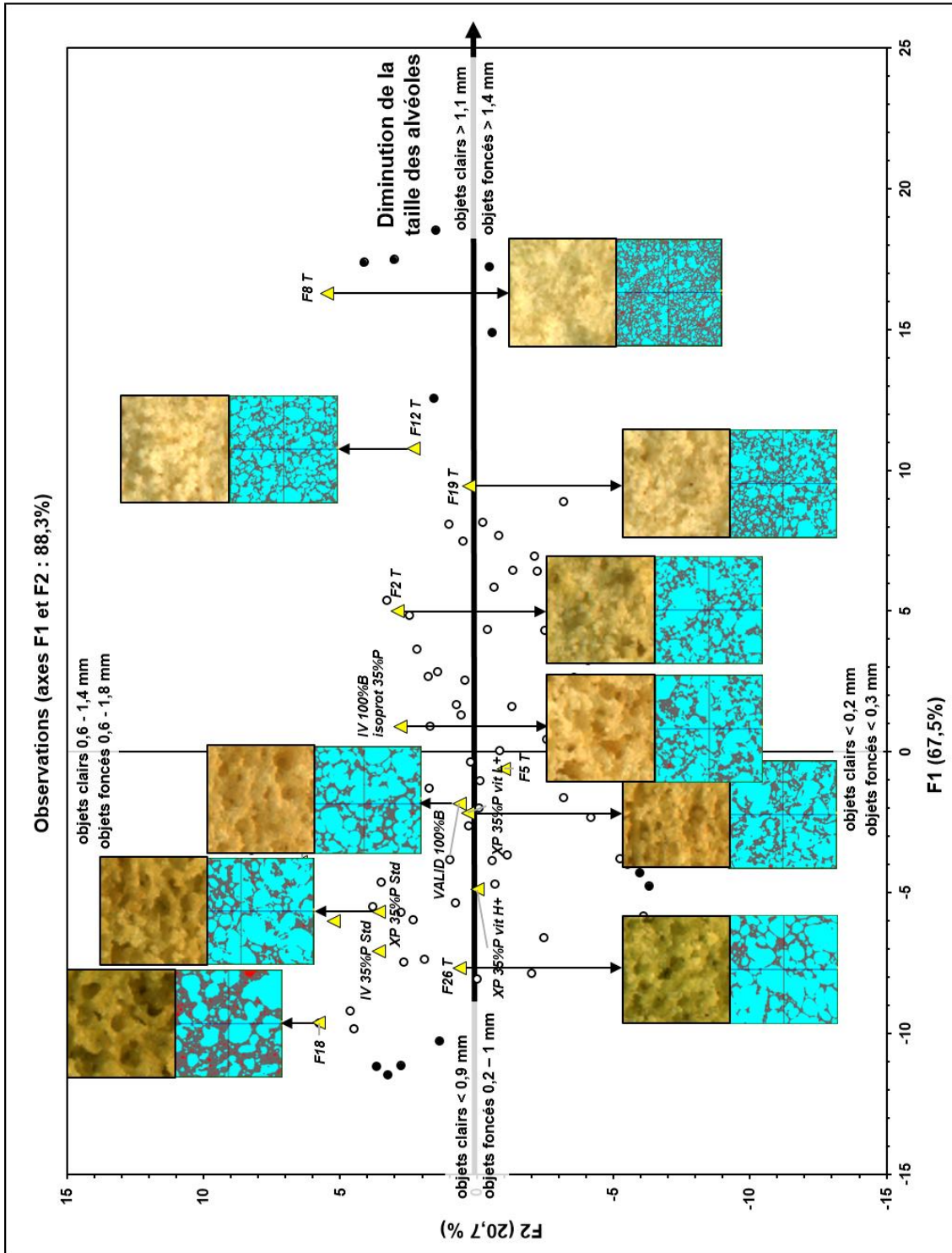


Figure 51 – Comparaison d'images de coupe en xy issues de micro-tomographie et de carrés de 6 mm extraits des images de mies scannées pour dix produits répartis le long de l'axe F1 de la cartographie de la Figure 50

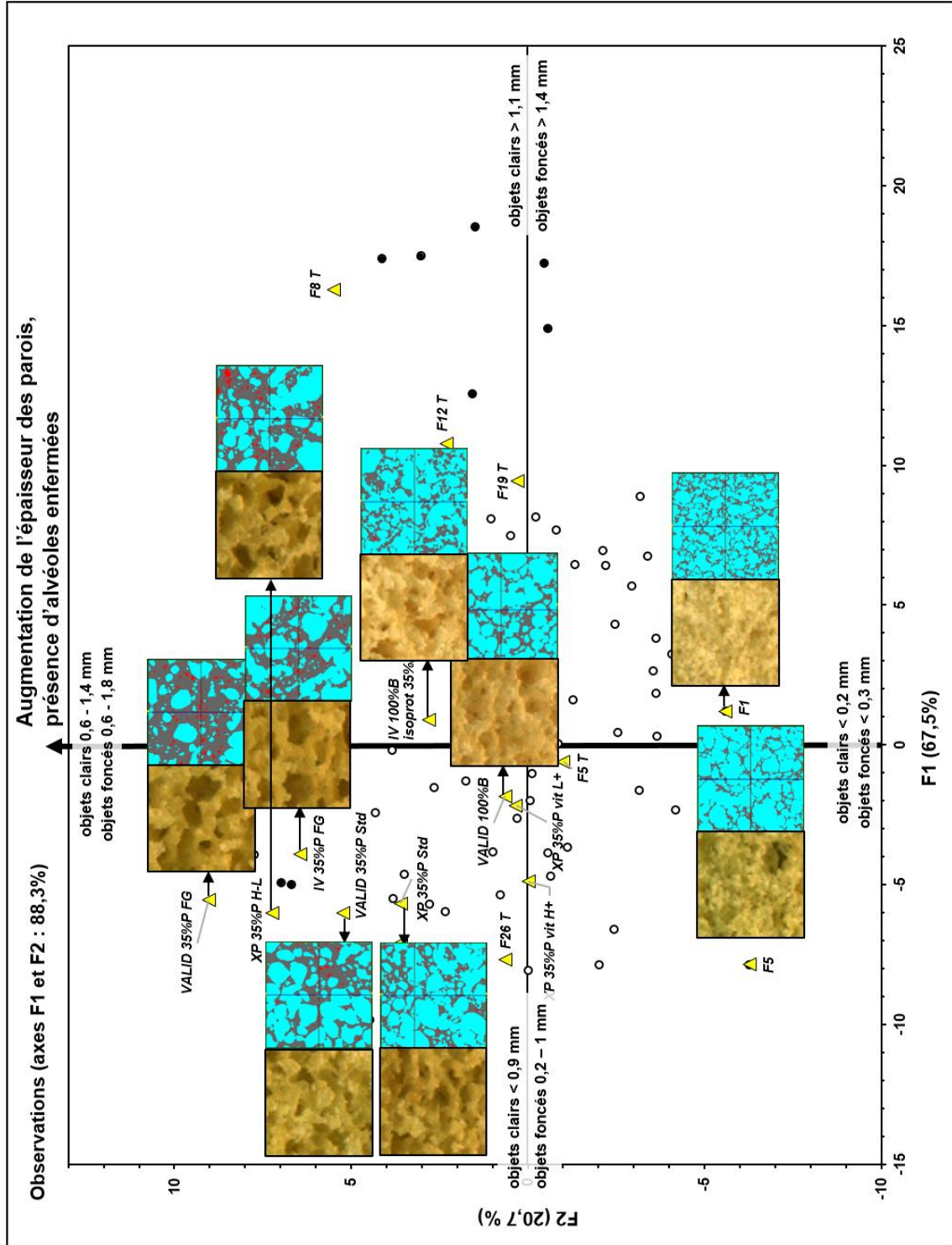


Figure 52 – Comparaison d'images de coupe en xy issues de micro-tomographie et de carrés de 6 mm extraits des images de mies scannées pour neuf produits répartis le long de l'axe F2 de la cartographie de la Figure 50

## 2. MÉTHODES

---

L'observation des images de coupe en xy réparties le long de l'axe F1 sur la Figure 51 montre une diminution de la taille des alvéoles de l'extrémité négative à l'extrémité positive. La taille des parois ne semble pas affectée. **Cela confirme que l'axe F1 exprime la finesse de la mie au sens strict de la taille des alvéoles.** Plus la taille des alvéoles diminue, plus les mies forment des continuum denses qui sont détectés en tant qu'objets clairs et foncés de grande taille par l'analyse d'image à cause des zones d'ombres et de lumière formées par la variation de relief à la surface.

L'observation des images de coupe en xy réparties le long de l'axe F2 (Figure 52) montre une augmentation de la taille des parois de l'extrémité négative à l'extrémité positive. La quantité d'alvéoles individuelles enfermées dans les parois augmente également. Les structures alvéolaires à l'extrémité positive de F2 semblent également plus hétérogènes. **L'axe F2 représente donc l'épaisseur des parois et la présence d'air enfermé, ainsi que l'hétérogénéité de la structure alvéolaire.**

Par ailleurs, une hypothèse a été posée concernant **la présence d'un troisième critère structural distinguant les mies selon un axe diagonal nommé F3** partant du quart en bas à droite jusqu'au quart en haut à gauche de la cartographie. Ce critère correspondrait à **l'augmentation du nombre de petits trous au fond des alvéoles** (taille de l'ordre de 0,15 mm ou inférieur) qui augmenteraient **le degré d'ouverture** de la structure alvéolaire en réalisant des jonctions supplémentaires entre les alvéoles. Les images de coupe en xy et les carrés de mie extraits des images scannées ont été comparés pour une série de produits répartis de part et d'autre de l'axe diagonal F3. La cartographie correspondante est visible en Figure 53. La présence de petits trous se remarque à l'œil nu à distance par un aspect piqueté de la mie. Sur la cartographie en Figure 53, les mies dont les coordonnées par projection sur F3 sont élevées (VALID 35%P FG, F18, IV 35%P FG) semblent présenter plus de petits trous que celles dont les coordonnées par projection sont faibles (F1, F19 T, F8 T). Afin d'illustrer ce phénomène plus précisément, six paires d'images marquées d'une étoile noire sur la Figure 53 ont été agrandies en Figure 54. Les flèches blanches et les cercles noirs indiquent la présence de trous de jonction entre les alvéoles. Les images scannées des produits F18, F26 T, IV 35%P FG et IV 100%B présentent un aspect piqueté tandis que leurs équivalents en micro-tomographie montrent de nombreuses petites zones de jonction entre les alvéoles. Le produit VALID 35%P FG présente moins de trous visibles et de zones de jonction en raison de l'épaisseur de ses parois. Le produit F19 T se distingue de l'ensemble des autres produits car malgré le fait que son image scannée soit légèrement piquetée, la coupe en xy de tomographie montre que les petites alvéoles qu'il contient sont plus individualisées, avec moins de zones de jonction.

Aucune hypothèse n'a été posée concernant le rôle de l'axe diagonal opposé nommé F4 en terme d'explication de la structure.

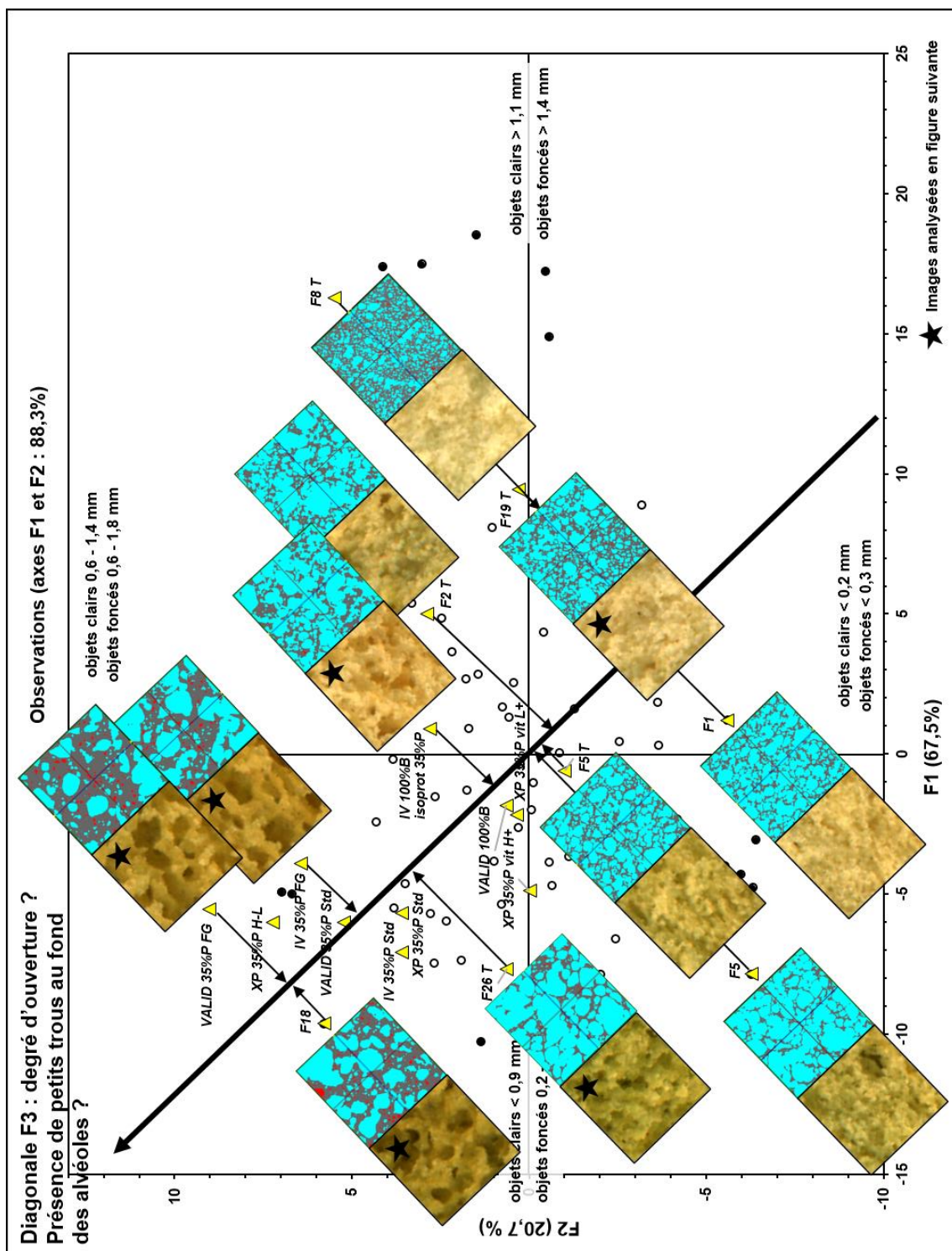


Figure 53 – Comparaison d'images de coupe en xy issus de micro-tomographie et de carrés de 6 mm extraits des images de mies scannées pour onze produits répartis de part et d'autre de l'axe diagonal F3 de la cartographie de la Figure 50



## 2. MÉTHODES

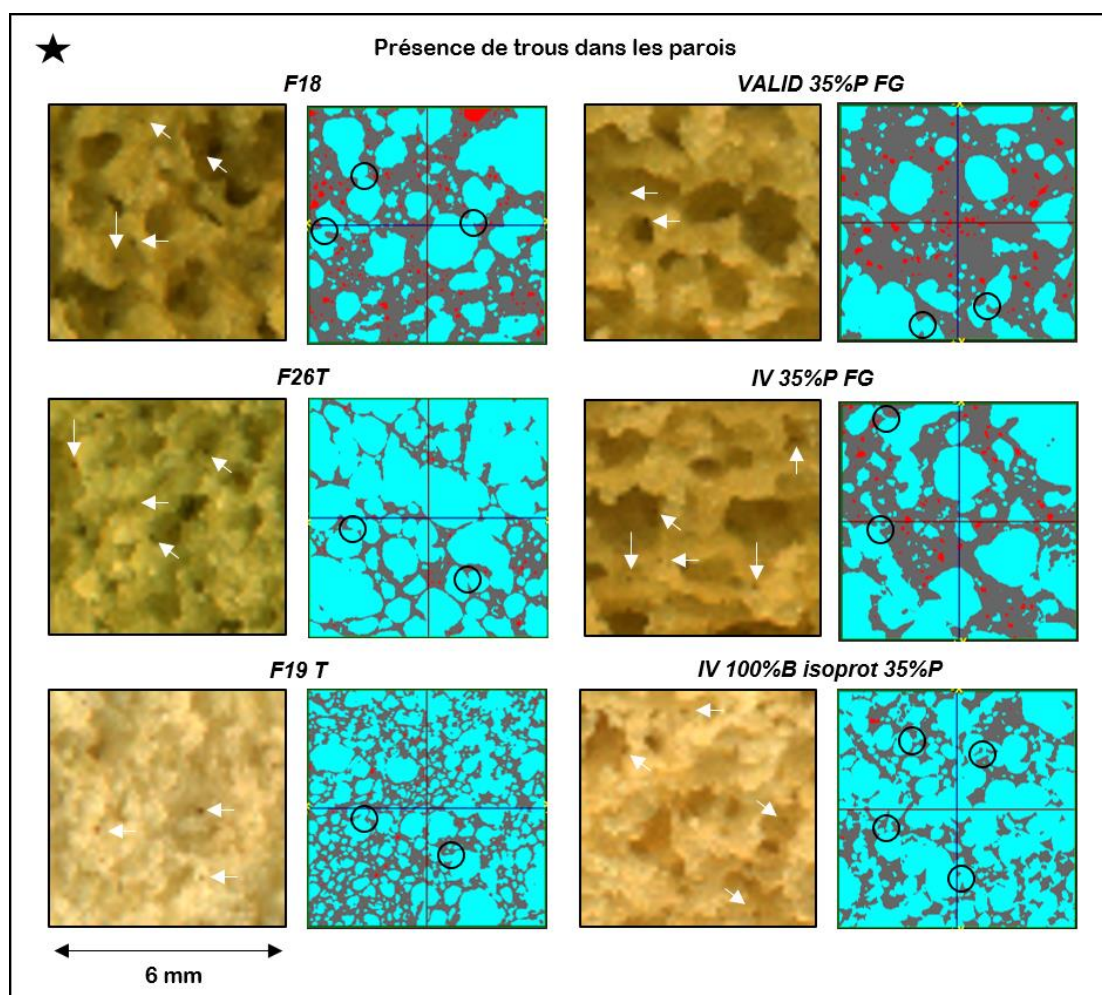


Figure 54 – Agrandissement des carrés de 6 mm de mie et des images de coupe en xy pour six produits de la Figure 53 permettant la visualisation de petits trous dans les parois. Les flèches blanches et les cercles noirs indiquent la présence de trous à la jonction entre les alvéoles.

Enfin, une ACP a été réalisée afin d'étudier les corrélations entre les variables structurales issues de l'analyse d'image (coordonnées selon F1, F2, F3, F4) et celles issues de la micro-tomographie (pourcentage de parois, pourcentage d'air interconnecté, surface spécifique de l'air interconnecté, nombre et volume moyen des alvéoles enfermées dans les parois) pour les dix-neuf produits observés en micro-tomographie. Ont été rajoutées à l'analyse les variables de structure et de texture aux échelles supérieures mesurées sur les produits en tant que caractérisations « de routine » : la masse volumique des cakes, la fermeté de leur mie aérée (module d'Young apparent  $E_a$ ) et la fermeté de leurs parois (module d'Young apparent  $E_c$ ). Le cercle des corrélations selon les deux premières composantes principales de l'ACP est présenté en Figure 55. Le plan des deux premières composantes était le seul dans lequel des corrélations significatives entre les variables s'exprimaient. Il représente 79% de l'information.

Selon le plan des deux premières composantes, la variable des coordonnées selon F1 dans la cartographie de structure alvéolaire est corrélée à la surface spécifique de l'air interconnecté. Ceci est logique dans la mesure où la très grande majorité des alvéoles au sein des mies font partie du volume d'air interconnecté. Plus les alvéoles de la mie sont petites, plus la surface spécifique de l'air interconnecté augmente. **Ce résultat confirme l'interprétation de l'axe F1 de la cartographie de structure alvéolaire : celui-ci exprime la finesse de la mie au sens de la taille des alvéoles.**

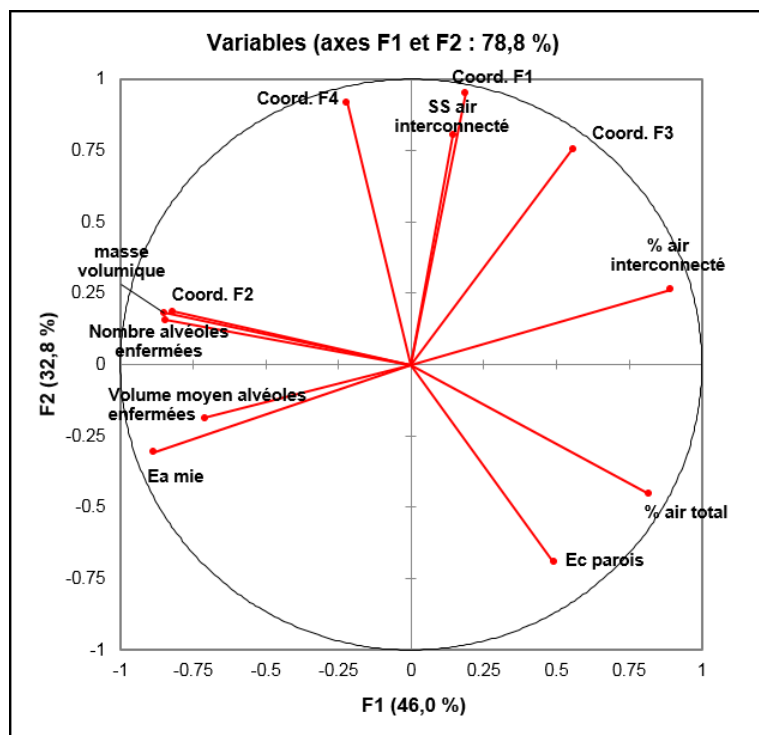


Figure 55 – Cercle de corrélation de l'ACP reliant l'ensemble des variables de structure et de texture pour les dix-neuf produits observés en tomographie

La variable des coordonnées selon F2 dans la cartographie de structure alvéolaire est corrélée à la masse volumique du cake et anti corrélée à la fraction volumique d'air totale. L'augmentation de l'épaisseur des parois exprimée par F2 s'accompagne donc d'une diminution de la quantité d'air totale au sein du cake. De plus, les méthodes d'étude de la structure aux échelles mésoscopique (analyse d'image par morphologie mathématique et micro-tomographie) et macroscopique (mesure de la masse volumique) sont en accord. La variable F2 est également corrélée au nombre de bulles dans les parois. **L'axe F2 de la cartographie de structure alvéolaire représente donc l'augmentation de l'épaisseur des parois et du nombre d'alvéoles qu'elles contiennent, associée à une augmentation de la masse volumique. L'ensemble de ces caractéristiques de structure contribue à une augmentation de l'hétérogénéité apparente de la structure alvéolaire.**

Le volume moyen des bulles dans les parois n'est pas associé à la variable des coordonnées selon F2 ni au nombre de bulles dans les parois. Il est anti corrélé à la fraction volumique d'air interconnecté, c'est-à-dire corrélé à la fraction volumique d'air enfermé dans les parois. **Ni les coordonnées selon F1, ni les coordonnées selon F2 de la cartographie de structure alvéolaire ne sont associés donc à une variation de la répartition de l'air entre le volume interconnecté et les alvéoles enfermées dans les parois. Cette variable est indépendante.**

La variable des coordonnées selon F3 se place à mi-distance entre les variables de fraction volumique et de surface spécifique de l'air interconnecté. **L'axe F3 de la cartographie de structure alvéolaire semble donc bien représenter une augmentation du degré d'ouverture de la structure. Aucune corrélation remarquable n'est constatée pour la variable des coordonnées selon F4.**

Enfin, les propriétés mécaniques ne sont pas directement corrélées aux variables de structure alvéolaire. Seule la fermeté de la mie aérée est anti corrélée à la fraction volumique d'air interconnecté et corrélée au volume moyen des bulles dans les parois. Ainsi, plus il y a d'air au sein des parois et plus les alvéoles enfermées sont de grande taille, plus la mie est ferme.

## 2. MÉTHODES

L'interprétation de la cartographie générale des structures alvéolaires a pu être utilisée pour analyser les résultats de chaque lot de données correspondant aux différentes campagnes valorisées dans ce manuscrit. La répartition des lots de données entre eux au sein de la cartographie est présentée en Figure 56. La légende de la Figure 56 est présentée dans le Tableau 39. Ce tableau donne le détail de modalités testées au sein de chaque lot de données, indique à quelle(s) campagne(s) de fabrication ils sont associés, et rappelle dans quelle partie du manuscrit les résultats sont valorisés. Dans la suite du manuscrit, les résultats de chaque lot de données seront présentés de façon indépendante.

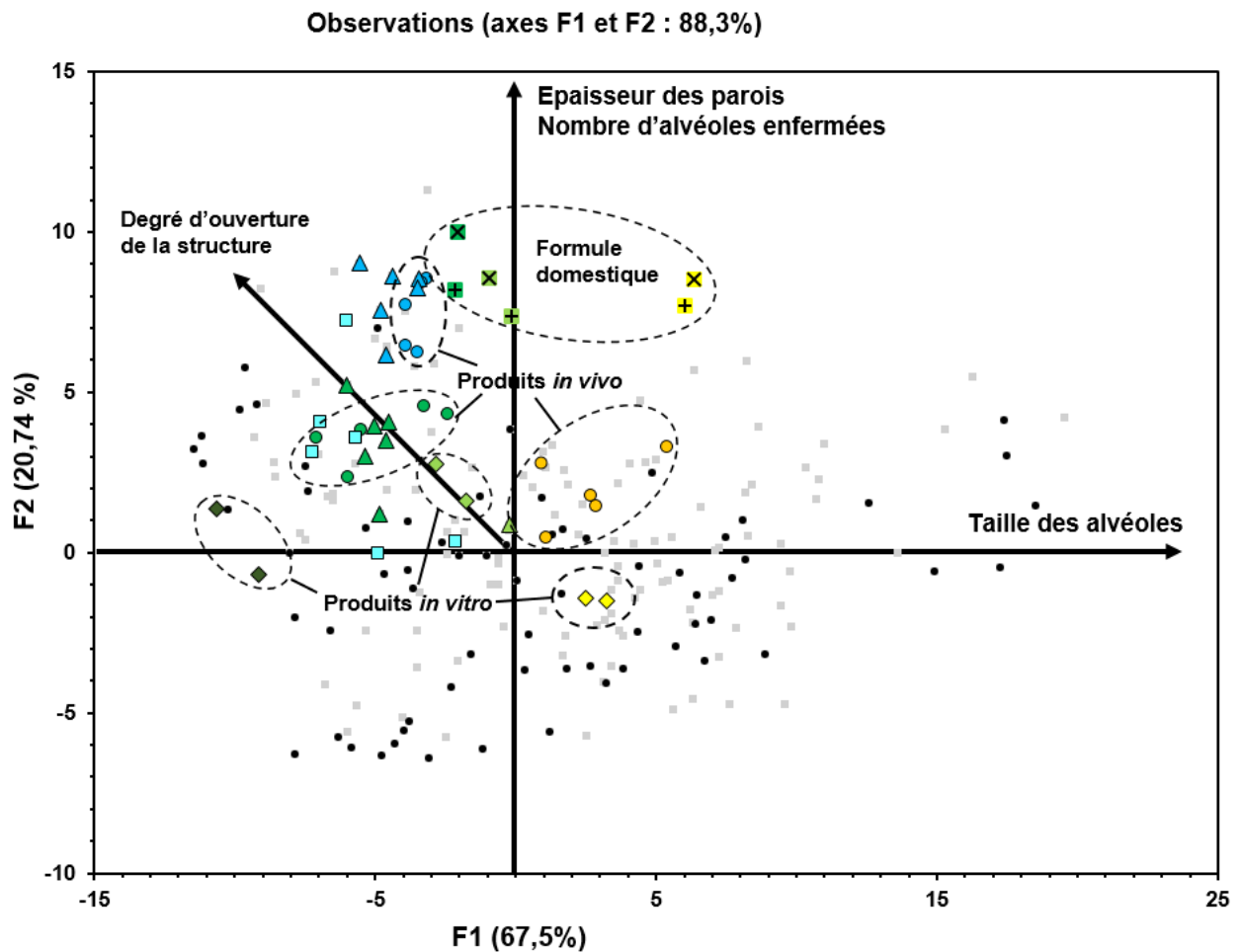










Figure 56 – Répartition des lots de données correspondant aux différentes campagnes valorisées dans ce manuscrit parmi l'ensemble des points acquis (■). La légende figure en Tableau 39.

## IV. MATÉRIEL ET MÉTHODES

*Tableau 39 – Légende des différents lots de données présentés sur la cartographie de la Figure 56*

Symboles	Détail du lot de points	Provenance Campagnes	Valorisation
	Ordre Poudres-Œufs-Huile : 100% blé, 20% pois, 40% pois	Janvier 2016 Formule domestique	<b>Article 2</b>
	Ordre Poudres-Huile-Œufs : 100% blé, 20% pois, 40% pois		
	Fabrications du plan d'expériences	Décembre 2016 Plan d'expériences	<b>Articles 3 &amp; 4</b>
	Produits 35% pois variant selon les facteurs de procédé principaux du plan d'expériences	Juin & Septembre 2017 Répétition de produits du plan d'expériences	non présenté dans ce manuscrit
	Productions in vitro : 100% blé isoprotéique 29% pois, 29% pois, 100% pois	Automne 2016 Productions in vitro	<b>Discussion (VI.1)</b>
		Septembre 2017 Caractérisation des produits in vitro	
	Productions in vivo : 100% blé isoprotéique 35% pois, 35% pois, 35% pois Fractions grossières	Janvier 2017 Productions in vivo	
		Septembre 2017 Caractérisation des produits in vivo	
	Autres points 29% pois (issus tests préliminaires)	Août 2016 Tests préliminaires au plan d'expériences	-
	Autres points 35% pois et 35% pois Fractions grossières (issus validation modèle, panel, et répétition validation modèle)	Mai 2017 Validation du modèle et panel sensoriel, Juin & Septembre 2017 Répétition de produits du plan d'expériences	

## 2. MÉTHODES

### 2.3.4 Structure des cakes à l'échelle microscopique

#### 2.3.4.1 Microscopie confocale à balayage laser

Le principe de la microscopie confocale à balayage laser repose sur la correspondance entre les longueurs d'onde d'émission des lasers éclairant l'échantillon et les longueurs d'onde d'absorption de marqueurs spécifiques des composants du produit. Les zones marquées de l'échantillon définies par la diffusion des marqueurs émettent en retour une fluorescence qui est analysée. La concentration du faisceau de lumière en un point focal permet une observation nette de l'échantillon à différentes profondeurs. Une image en 3D de la zone observée peut être reconstituée par superposition des couches en z observées. Le marquage multiple permet d'observer la présence de différents composants au sein de la structure et éventuellement leur colocalisation. Pour cela des marqueurs spécifiques et distincts pour leurs longueurs d'onde d'excitation et d'émission doivent être utilisés. Le marqueur DyLight 488 a été utilisé pour marquer les protéines en combinaison avec un laser He/Ne émettant à 493 nm (longueur d'onde d'émission du marqueur 520 nm). Le marqueur Bodipy 665-676 a été utilisé pour marquer les lipides en combinaison avec un laser He/Ne émettant à 633 nm (longueur d'onde d'émission du marqueur 650-700 nm). Les deux marqueurs étaient mélangés en proportion 50/50 (v/v). Le protocole d'échantillonnage et de marquage du cake est présenté en Figure 57. Le grandissement utilisé pour l'observation était x10. L'analyse des images a été réalisée par superposition des images observées aux deux longueurs d'onde, complétée par une compilation des images en z (« stack ») permettant la reconstitution en 3D de la zone observée.

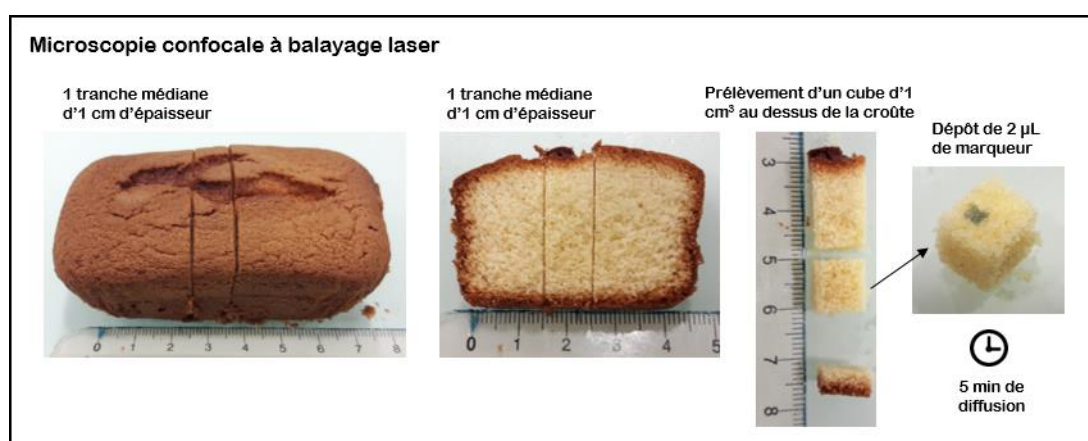


Figure 57 – Protocole d'échantillonnage et de marquage pour la microscopie confocale à balayage laser

#### 2.3.4.2 Microscopie électronique à balayage environnemental

Le principe de la microscopie électronique à balayage environnemental (MEBE ou ESEM en anglais) repose sur le bombardement de la surface de l'échantillon par un faisceau d'électrons. Le signal obtenu en retour est ensuite analysé de façon à former une image. À la différence des techniques de microscopie électronique à balayage classiques, le MEBE permet l'observation d'échantillon sous vide partiel (ce qui limite les phénomènes de déshydratation) et ne nécessite pas de métallisation des échantillons qui ne conduisent pas l'électricité. Le protocole d'échantillonnage est présenté en Figure 58. Lors de l'échantillonnage le cake était rompu de manière transversale. Un pavé de mie faisant toute la hauteur du cake était prélevé à partir d'une tranche d'environ 1 cm d'épaisseur (Figure 58). La surface observée de l'échantillon correspondait à celle qui n'avait pas subi de découpe. Après mise sous faible vide (1 Torr) et réglage du voltage à 10 kV, des images ont été acquises à des grandissements compris entre x80 et x1600, et à une distance optique-échantillon d'environ 10 mm.

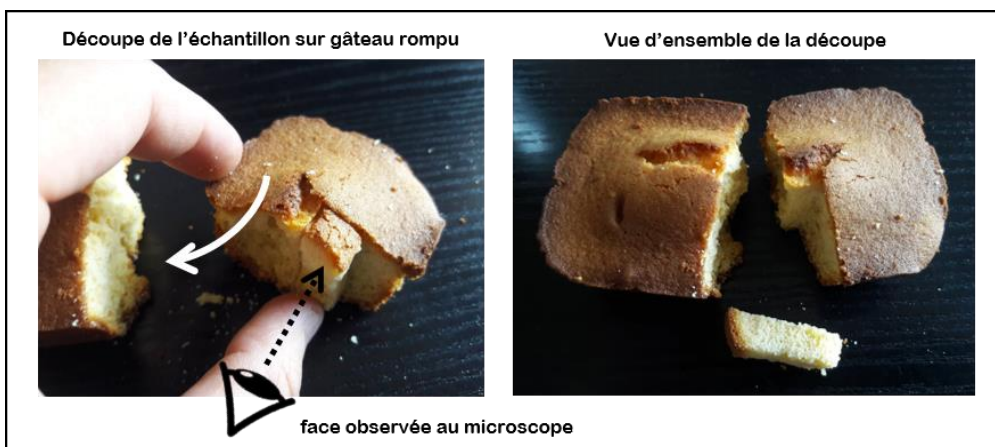


Figure 58 – Protocole d'échantillonnage pour la microscopie électronique à balayage environnemental

## 2. MÉTHODES

### 2.4 Panel sensoriel descriptif

Un panel sensoriel descriptif a été organisé dans le cadre du projet Flexiprocess. Il a été mené en mai 2017 en collaboration avec Marion Beugin, ingénieur d'études, et Clotilde Baron, stagiaire, toutes deux rattachées à l'équipe HAP (Hommes, Aliments, Procédés) de l'UMR GENIAL. Il a inclus la participation de onze personnes faisant partie du personnel et des étudiants d'AgroParisTech en tant que panélistes. La méthode utilisée pour ce panel était l'analyse descriptive quantitative (méthode QDA).

#### 2.4.1 Organisation

Le détail de l'organisation du panel est présenté dans [l'Article 4](#). Le panel s'est déroulé sur un total de douze séances de 45 minutes à 2 heures, incluant six séances d'entraînement et six séances d'évaluation. Les points clés sont résumés en Figure 59.

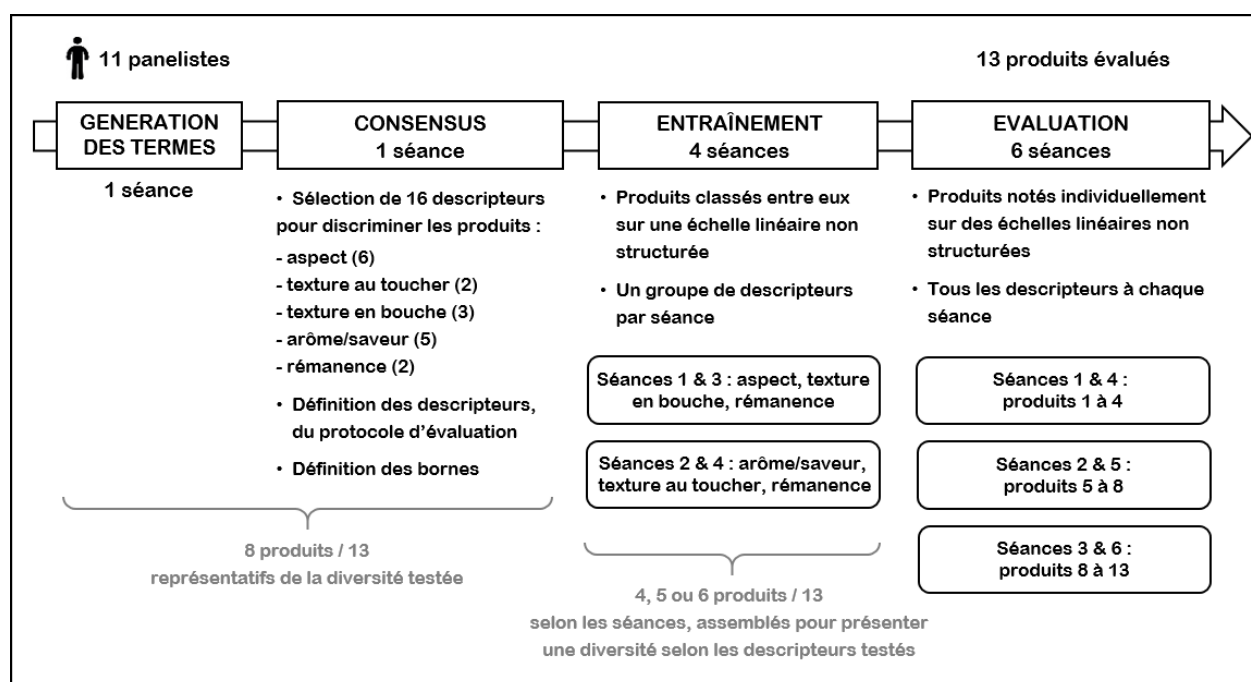


Figure 59 – Déroulé du panel sensoriel descriptif de mai 2017

Lors de la première séance, un ensemble de 8 cakes jugés représentatifs de la diversité produite par le plan d'expériences (sur la base de leurs propriétés instrumentales) a été présenté aux panélistes. Les panélistes ont généré un grand nombre de descripteurs sensoriels (aspect, toucher, texture en bouche, arômes, etc.) qui discriminaient selon eux les produits présentés. Lors de la deuxième séance, les descripteurs listés ont été étudiés afin d'effectuer des regroupements et d'établir un consensus entre les panélistes pour définir ceux qui seraient utilisés pour décrire les produits dans la suite de l'étude. Seize descripteurs de différents types ont été choisis (Figure 59). A l'aide de l'animateur (Marion Beugin), les panélistes se sont mis d'accord sur la définition de chaque descripteur, son protocole d'évaluation et les bornes de son échelle de notation (Tableau 41). Lors des quatre séances suivantes, les panélistes ont été entraînés à évaluer 4 à 6 produits sur une partie des descripteurs seulement. Les produits devaient être classés entre eux sur l'échelle de notation (échelle linéaire non structurée : ligne sans graduation encadrée des deux bornes). Le groupe de descripteurs et de produits analysé changeait à chaque séance, de façon à alléger l'entraînement. Ainsi certains produits ont pu être évalués plusieurs fois, ce qui a permis d'obtenir une première estimation de la performance des panélistes avant l'évaluation finale. Trois modèles de séance d'évaluation ont été mis en place afin d'évaluer l'ensemble des 13 produits ciblés (4, 4 puis 5 produits, Figure 59). Chacune de ces séances a été répétée une fois en alternant les modèles de séance. Lors des séances d'évaluation, les panélistes ont noté les produits un par un sur des échelles séparées, en étudiant les 16 descripteurs avant de passer au produit suivant.

#### IV. MATÉRIEL ET MÉTHODES

La répartition des produits testés au long de toutes les séances est présentée en Tableau 40. Le produit « 35% pois Fractions grossières » a été rajouté à la liste des produits évalués lors du panel car il s'agissait d'un produit clé du projet Flexiprocess au même titre que le produit « 35% pois Standard » : les deux fabrications ont été utilisées pour la validation du modèle généré par le plan d'expériences et testées pour leurs propriétés nutritionnelles lors de l'étude *in vivo*.

Tableau 40 – Liste des produits testés lors du panel sensoriel descriptif (campagne de Mai 2017)

Utilisation pour les séances :		Génération des termes et Consensus	Entraînement				Evaluation		
Catégorie	Intitulé produit (codage Article 4)		1	2	3	4	1 & 4	2 & 5	3 & 6
Fabrications du plan d'expériences	Fabrication n°3	X	X	X	X	X			
	Fabrication n°7	X	X		X			X	
	Fabrication n°9	X		X		X		X	
	Fabrication n°17	X		X	X	X	X		
	Fabrication n°18	X	X	X	X	X	X		
	Fabrication n°19	X	X		X			X	
	Fabrication n°29	X		X		X		X	
Fabrications définies à partir de scénarios d'utilisation du modèle	100% blé Standard (T1)	X			X	X			X
	35% pois Standard (D1-T2)*								X
	35% pois corrigé scénario 1 (C1)								X
	35% pois fin dégradé scénario 2 (D2)								X
	35% pois fin corrigé scénario 2 (C2)								X
Autre	35% pois Fractions grossières *						X		

\* Fabrications de validation du modèle



## 2. MÉTHODES

### 2.4.2 Liste des descripteurs générés

Le Tableau 41 présente la liste des 16 descripteurs, leur définition ainsi que les bornes d'échelle de notation autour desquels les panélistes se sont accordés lors de la séance de consensus.

Tableau 41 – Liste des 16 descripteurs générés avec leur définition et la définition des bornes d'échelle de notation

Catégorie	Intitulé descripteur	Définition	Borne -	Borne +
Aspect	Volume	Différence de hauteur entre l'épaisseur minimale et l'épaisseur maximale du cake considéré dans le sens longitudinal	Plat (différence négative)	Bombé (différence positive)
	Brillance	Refllet de la lumière sur la surface supérieure du gâteau hors fissure, en inclinant le cake vers soi toujours avec le même angle	Mat	Brillant/Luisant
	Fissure	Profondeur de la fissure sur la croûte	Pas de fissure	Fissure très marquée
	Couleur externe	Couleur de la surface supérieure du cake dans sa globalité	Clair	Foncé
	Couleur interne	Couleur de la mie, en coupant le cake dans le sens longitudinal en le sciant pour éviter l'écrasement	Blanc	Vert
	Aération de la mie	Aspect global de la mie en excluant la présence de gros trous (fractures)	Mie dense, serrée, compacte	Mie aérée
Texture au toucher	Fermeté	Fermeté perçue en comprimant le cake, dôme vers le bas tenu par le pouce, surface vers le haut tenu par trois doigts	Mou	Ferme
	Friabilité	Appréciation de la formation de miettes et de la tenue du cake sur une moitié de cake coupé dans le sens longitudinal : 1. en cassant un coin du cake entre deux doigts ; 2. en cassant le cake en son centre à deux mains	Pas friable, se tient	Très friable, ne se tient pas
Texture en bouche	Pâteux Collant	Evaluation de l'impression générale de pâteux/collant après mastication et avant déglutition	Sec	Pâteux/Collant
	Friabilité 2	Appréciation de la désagrégation du cake en frottant un petit morceau de cake entre langue et palais	Pas friable, se tient	Très friable, ne se tient pas
	Fermeté 2	Appréciation de la fermeté du cake à la première mastication sur un des côtés de la bouche, à partir d'un morceau central d'1cm découpé dans une moitié longitudinale et placé verticalement entre les dents	Mou	Ferme
Arôme/Saveur	Arôme légumineuse	Intensité de l'arôme légumineuse ou vert, évalué sur un morceau de mie	Pas intense	Très intense
	Arôme grillé	Intensité de l'arôme grillé, évalué sur un morceau de mie et de croûte	Pas intense	Très intense
	Sucré	Intensité de la saveur sucrée, évalué sur un morceau de mie	Pas intense	Très intense
Rémanence	Asséchant	Sensation d'assèchement de la bouche et de manque de salive, avant rinçage	Non asséchant	Très asséchant
	Rémanence légumineuse	Intensité de l'arôme légumineuse 5 secondes après déglutition, avant rinçage	Pas intense	Très intense

### 2.4.3 Validation des performances individuelles et globale du panel

Lors des séances d'évaluation, 13 produits ont été évalués sur 16 descripteurs par 11 juges lors de 2 répétitions, pour un total de 286 observations. D'importantes différences de notation peuvent être constatées au sein de ces 286 observations. Afin de pouvoir utiliser ces résultats pour établir le profil sensoriel des produits, il a été nécessaire de valider les performances des panelistes et du panel dans son ensemble. Pour cela il a été vérifié que : i) chaque panéliste était discriminant, répétable et en accord avec le reste du panel ; ii) le panel dans son ensemble était discriminant, répétable et consensuel.

#### Validation des performances individuelles des panélistes au sein du panel :

Les hypothèses à confirmer étaient les suivantes :

##### **1) Les différences de notation entre produits au sein du panel sont liées à des différences au niveau individuel.**

On s'intéresse à la significativité de l'effet produit dans une ANOVA réalisée pour chaque descripteur évalué par chaque juge. Une p-value inférieure à 0,05 pour l'effet produit indique que le juge a su différencier les produits sur le descripteur considéré. Les résultats pour tous les juges et tous les descripteurs peuvent être rassemblés dans un tableau comprenant des 0 et des 1.

1 = le juge a su discriminer les produits sur ce descripteur (p-value < 0,05)

0 = le juge n'a pas su discriminer les produits sur ce descripteur

La somme de ces valeurs permet d'établir un score par juge (multi-descripteurs) et par descripteur (multi-juges) ainsi qu'un pourcentage de discrimination pour chaque juge (nombre de descripteurs pour lequel il a été discriminant/nombre total de descripteurs).

**Conclusion** : hormis le juge 6 qui l'est un peu moins, les juges sont bien discriminants (pourcentage de discrimination > 60%). Trois descripteurs font l'objet d'une moins bonne discrimination entre les produits par les juges, ce sont les descripteurs friabilité, sucré et tenue du gâteau. → **Hypothèse 1 confirmée.**

##### **2) La répétabilité au niveau du panel est bien liée à une « bonne » répétabilité individuelle.**

On s'intéresse à la significativité de l'effet répétition dans une ANOVA réalisée sur chaque descripteur par chaque juge. Une p-value inférieure à 0,05 pour l'effet répétition indique que le juge n'a pas été répétable pour le couple produit-descripteur considéré.

**Conclusion** : pour un juge donné, moins de 3 descripteurs sur 16 ne sont pas répétables, et pour un descripteur donné, moins de 3 juges sur 11 ne sont pas répétables. De manière globale, l'ensemble des juges est répétable sur la quasi-totalité des descripteurs. → **Hypothèse 2 confirmée.**

##### **3) Le consensus au niveau du panel est dû à un consensus de chacun des juges par rapport à la moyenne du panel.**

Lors des évaluations, les juges n'ont pas toujours utilisé la même gamme de notes pour un produit et un descripteur donnés. Pour faire abstraction des effets d'échelle et se concentrer sur les écarts perçus entre les produits pour un descripteur, il est nécessaire de réaliser des GPA descripteur par descripteur. Si les points représentant les juges sont proches les uns des autres, il y a consensus entre ces derniers sur le descripteur considéré.

**Conclusion** : pour 11 descripteurs sur 16 il y a consensus entre les juges dans la notation. Pour 3 autres descripteurs il n'y a pas consensus entre les juges (friabilité, sucré, tenue du gâteau). Enfin, pour le descripteur aération, un juge se détache du reste du panel, dégradant un peu le consensus. Pour une majorité de descripteurs les juges sont consensuels. → **Hypothèse 3 confirmée.**

## 2. MÉTHODES

### Conclusion sur les performances individuelles des panélistes au sein du panel :

De manière générale, les performances des panélistes sont globalement correctes. Trois groupes de panélistes se distinguent : 5 juges très performants, 3 intermédiaires, 3 moyennement performants. La majorité des descripteurs ont été facilement évalués par les panélistes de manière répétable, consensuelle et discriminante. Seuls trois descripteurs (friabilité, sucré, tenue du gâteau) ont posé des problèmes de discrimination et de consensus au niveau individuel.

### Vérification de la performance du panel dans son ensemble :

Pour cette partie on se base sur le tableau récapitulatif de l'ANOVA générale présenté en Tableau 42.

Tableau 42 – Récapitulatif de l'ANOVA générale du panel

Critères statistiques	Volume	Brillance	Fissure	Couleur externe	Couleur interne	Aération	Fermeté	Friabilité
<b>R<sup>2</sup></b>	0.889	0.879	0.868	0.911	0.950	0.829	0.793	0.688
<b>F (142, 143)</b>	8.041	7.342	6.616	10.303	19.158	4.898	3.849	2.217
<b>Pr &gt; F</b>	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
<b>Participant : F</b>	1.957	11.973	14.213	2.428	6.017	14.960	6.181	8.553
<b>p-value</b>	0.042	< 0,0001	< 0,0001	0.011	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
<b>Produit : F</b>	84.341	63.118	52.084	103.707	205.219	28.368	30.536	6.544
<b>p-value</b>	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
<b>Participant*Produit : F</b>	0.918	1.379	1.436	1.619	1.648	1.712	0.986	1.257
<b>p-value</b>	0.685	0.033	0.019	0.003	0.002	0.001	0.529	0.095
Critères statistiques	Pâteux/ Collant	Friabilité 2	Fermeté 2	Arôme légumineuse	Arôme grillé	Sucré	Asséchant	Rémanence légumineuse
<b>R<sup>2</sup></b>	0.816	0.712	0.789	0.870	0.843	0.678	0.712	0.808
<b>F (142, 143)</b>	4.466	2.494	3.767	6.726	5.394	2.119	2.495	4.225
<b>Pr &gt; F</b>	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
<b>Participant : F</b>	6.749	8.165	5.016	6.368	9.246	4.294	7.306	10.269
<b>p-value</b>	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
<b>Produit : F</b>	35.788	3.947	27.260	53.804	45.131	3.857	2.090	24.675
<b>p-value</b>	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	0.021	< 0,0001
<b>Participant*Produit : F</b>	1.144	1.876	1.313	2.048	1.100	1.764	2.134	1.676
<b>p-value</b>	0.220	0.000	0.059	< 0,0001	0.292	0.001	< 0,0001	0.002

Les hypothèses à confirmer étaient les suivantes :

### **1) Les différences observées sont liées aux différences entre les produits et non pas à un défaut de discrimination du panel dans son ensemble**

On remarque qu'il y a un effet produit et un effet participant pour l'ensemble des descripteurs. Pour 12 descripteurs sur 16  $F_{\text{participant}} \ll F_{\text{produit}}$  donc pour ces descripteurs l'effet participant n'est pas problématique et le panel est discriminant pour les produits. Pour les descripteurs friabilité, friabilité 2, sucré et asséchant on observe que  $F_{\text{participant}} < F_{\text{produit}}$  mais  $F_{\text{participant}}$  est du même ordre de grandeur que celui des autres descripteurs et  $F_{\text{produit}}$  est très bas. Pour ces descripteurs les produits sont discriminés mais jugés très proches. → **Hypothèse 1 confirmée.**

**2) Les différences observées sont liées aux différences entre les produits et non pas à un défaut de consensus du panel dans son ensemble**

L'interaction Participant\*Produit est significative pour 11 des 16 descripteurs (accord des juges), mais l'interaction << Fproduit donc l'interaction n'est pas problématique et le panel est consensuel. → **Hypothèse 2 confirmée.**

**3) Les différences observées sont liées aux différences entre les produits et non pas à un défaut de répétabilité du panel dans son ensemble**

Il y a un effet répétition pour 4 des 16 descripteurs, mais Frépétition est minime devant Fproduit. On peut donc considérer que le panel est répétable. → **Hypothèse 3 confirmée.**

Conclusion sur les performances du panel :

De manière générale, le panel est performant, tant au niveau répétabilité, discrimination et consensus sur l'ensemble des 16 descripteurs. Nous allons donc pouvoir interpréter les propriétés sensorielles de chacun des produits évalués par le panel et les comparer les uns par rapport aux autres.

**Conclusion générale :** Les performances panel et panélistes sont confirmées, il est possible d'utiliser les résultats des évaluations pour construire le profil sensoriel des produits.

## 2.5 Méthodes statistique employées

### 2.5.1 Design et analyse du plan d'expériences

Le logiciel JMP version 13.1.0 (SAS Institute Inc., Cary, SC, USA) a été utilisé pour le design et l'analyse du plan d'expériences présenté en [Article 3](#), ainsi que pour l'utilisation du modèle multicritère multi-contraintes par la fonction de désirabilité. [L'Annexe 3](#) relate plus en détail la démarche suivie pour le design et l'analyse du plan d'expériences.

### 2.5.2 Méthodes d'analyse multivariée

La répartition des méthodes d'analyse multivariée en fonction des différentes parties du manuscrit est donnée dans le Tableau 43.

Tableau 43 – Méthodes d'analyse multivariée employées dans les différentes parties du manuscrit

Méthode statistique	Matériel et Méthodes (IV.2.3.3.4)	<a href="#">Article 1</a>	<a href="#">Article 2</a>	<a href="#">Article 3</a>	<a href="#">Article 4</a>
Analyse de la variance (ANOVA) [ <i>univariée</i> ]		X	X		X
Analyse en Composantes Principales (ACP)	X			X	X
Classification Ascendante Hiérarchique (CAH)					X
Analyse Procrustéenne Généralisée (APG)					X (validation du panel)



# V. Résultats



## 1. Caractérisation de la matière première et mise au point du procédé de fabrication

### 1.1 Compréhension du lien entre degré d'endommagement et granulométrie des farines (Article 1)

Nous avons pu voir dans l'État de l'art que les graines de légumineuses bénéficiaient, à différents niveaux, d'un moindre degré de connaissances établies que les graines de blé : procédé de mouture à destination de l'alimentation humaine, résistance mécanique des graines en lien avec leur structure, données concernant la distribution granulométrique des farines et leur teneur en amidon endommagé.

Afin de mieux appréhender cette matière première en lien avec les hypothèses faites concernant l'impact de la co-fragmentation, nous avons cherché à étudier les caractéristiques de granulométrie et d'endommagement de l'amidon d'un échantillon de farines de légumineuse de différentes espèces (pois cassé, lentille, pois chiche) en les comparant à un échantillon de farines de blé. L'ensemble des farines est présenté dans le Tableau 21. Les graphiques ci-dessous présentent l'allure des distributions granulométriques (Figure 60) et leurs caractéristiques principales (Figure 61).

Comme observé dans l'État de l'art, les farines de blé présentent une distribution bimodale avec une population de type « fraction fine » et une population de type « fraction grossière » (Figure 60A) dont on peut mesurer le volume à partir des surfaces sous leurs pics respectifs (« modes »). C'est également le cas des farines de pois, lentille et pois chiche étudiées (Figure 60B, Figure 60C, Figure 60D). Cependant, on remarque que la proportion et la taille des populations varie (Figure 61).

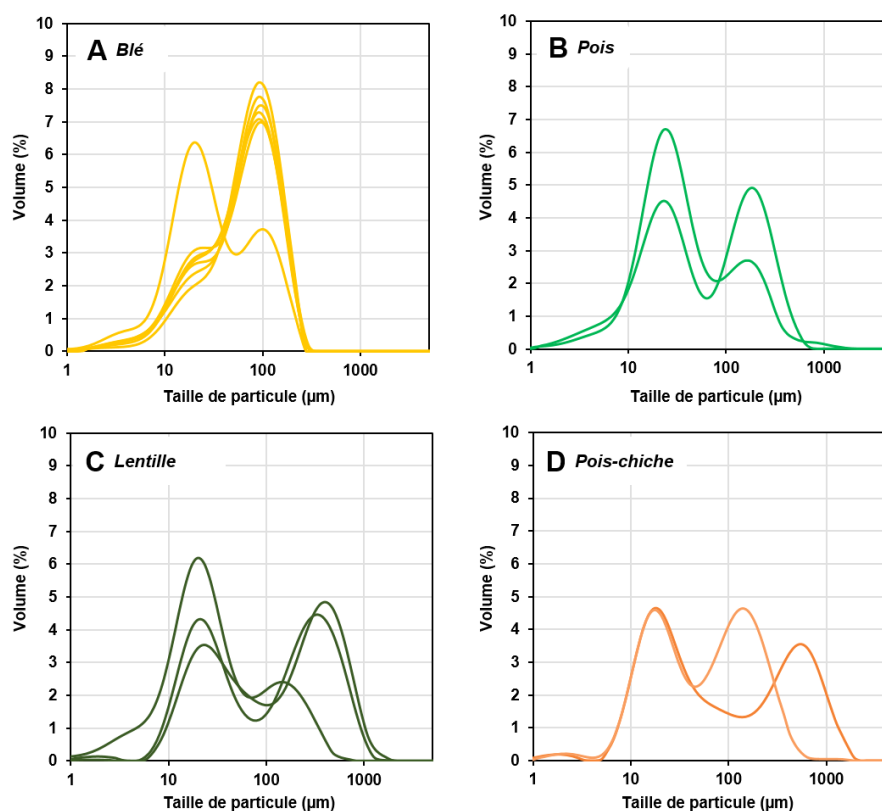


Figure 60 – Profils granulométriques de plusieurs farines de blé (A), pois (B), lentille (C) et pois chiche (D). (Trois à cinq répétitions de mesure par échantillon)



# 1. CARACTÉRISATION DE LA MATIÈRE PREMIÈRE [...]

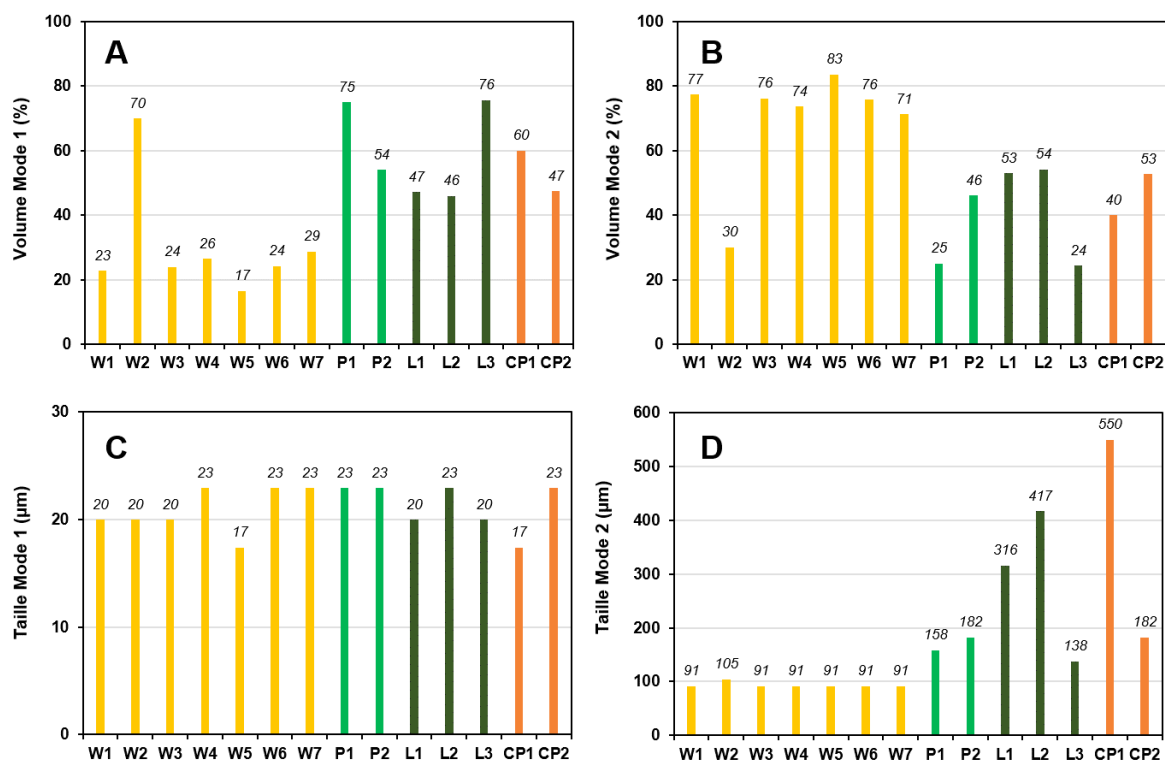


Figure 61 – Caractéristiques des distributions bimodales : proportion en volume du 1<sup>er</sup> mode (A), proportion en volume du 2<sup>nd</sup> mode (B), taille en µm du 1<sup>er</sup> mode (C), taille en µm du 2<sup>nd</sup> mode (D). W1-W7 : farines de blé ; P1-P2 : farines de pois ; L1-L3 : farines de lentille ; CP1-CP2 : farines de pois chiche. Les caractéristiques de chaque farine en fonction de leur code sont disponibles dans le Tableau 21.

Hormis la farine de blé « W2 » qui présente les caractéristiques d'un blé particulièrement soft (farine Arkéos, Tableau 21), les farines de blé sont composées en majorité de fraction grossière à hauteur d'environ 75% et de fraction fine à hauteur de 25% (Figure 61A et Figure 61B). Les farines de légumineuse quant à elles présentent soit une équivalence en proportion des deux fractions, soit une prédominance de la fraction fine (75%) sur la fraction grossière (25%) à l'inverse des farines de blé. La taille de la fraction fine est comprise entre 17 et 23 µm pour toutes les espèces (Figure 61C). Cela confirme que cette fraction correspond à une population majoritairement composée de grains d'amidon qui avoisinent cette taille pour toutes les espèces (Tableau 5). La taille de la fraction grossière varie cependant selon les espèces. Pour les farines de blé celle-ci est régulière et comprise entre 91 et 105 µm, ce qui signifie qu'elle correspondrait à des populations majoritairement composées de cellules végétales entières et uniques. Pour les farines de légumineuse la taille de la fraction grossière varie entre 138 et 550 µm sans tendance selon les espèces. Cette diversité de taille correspond à celle mentionnée dans l'État de l'art, résultant probablement de procédés de mouture non encore standardisés. Dans ce cas, les particules majoritaires sont des cellules individuelles ou des amas de cellules.

Concernant la mesure de l'endommagement de l'amidon, nous avons vu dans l'État de l'art que seule la méthode enzymatique de référence (AACC 76-30A) permettait a priori de faire une mesure absolue et comparative des farines de légumineuse comme de blé. Nous avons donc utilisé cette méthode pour mesurer le degré d'endommagement de l'amidon de l'ensemble des farines. Nous nous sommes ensuite intéressés au développement d'une équation de calibration spécifique pour la méthode de mesure rapide ampérométrique (SDmatic Chopin) permettant son utilisation pour les farines de légumineuses en industries de 1<sup>ère</sup> et 2<sup>nde</sup> transformation. Ces travaux sont restitués en paragraphe V.1.1.3.1 de l'Article 1.

Enfin, nous avons souhaité savoir s'il était possible de faire varier le degré d'endommagement de la farine à une taille de particules fixée. Cette information nous était nécessaire pour savoir comment étudier l'effet de la variation de qualité des farines sur leur comportement lors de la 2<sup>nd</sup>e transformation. Pour cela, nous avons étudié l'évolution de la granulométrie et de la teneur en amidon endommagé de deux farines de pois et de blé modèles au cours d'un broyage simple. Ceci a permis d'établir les degrés d'endommagement des différentes fractions granulométriques et de proposer des hypothèses de différences de comportement lors de la fragmentation des deux espèces. Ces travaux sont restitués dans les paragraphes V.1.1.3.2 à V.1.1.3.4 de l'Article 1 ci-dessous.

Cet article a fait l'objet d'une soumission au journal *Cereal Chemistry* en août 2018. Il a été accepté en février 2019 (référence en page suivante).

Référence : Monnet, A., Eurieult, A., Berland, S., Almeida, G., Jeuffroy, M., & Michon, C. (2019). Damaged starch in pea versus wheat flours: fragmentation behavior and contribution of fine and coarse fractions. *Cereal Chemistry*. <http://doi.org/10.1002/cche.10146>

## Damaged starch in pea versus wheat flours: fragmentation behavior and contribution of fine and coarse fractions

A.F. Monnet<sup>1</sup>, A. Eurieult<sup>1</sup>, S. Berland<sup>1</sup>, M.H. Jeuffroy<sup>2</sup>, C. Michon<sup>1§</sup>

<sup>1</sup> Ingénierie Procédés Aliments, AgroParisTech, Inra, Université Paris-Saclay, Massy, France

<sup>2</sup> UMR Agronomie, Inra, AgroParisTech, Université Paris-Saclay, Thiverval-Grignon, France

<sup>§</sup> Corresponding author: Camille Michon, AgroParisTech, 1 avenue des Olympiades, 91744 Massy Cedex France, [camille.michon@agroparistech.fr](mailto:camille.michon@agroparistech.fr)

### ABSTRACT

**Background and objectives:** Particle size distribution and the proportion of damaged starch have a major impact on flour quality because they influence the behavior of flour during hydration in processing. Particle size distribution and starch damage of legume flours and their relationship during grinding have not been evaluated. The standard enzymatic method for the measurement of starch damage (AACC 76-31) was used to find a new calibration equation for the rapid amperometric method (SDmatic, AACC 76-33.01) for legume flours. Changes in particle size distribution and starch damage during regrinding in a commercial pea flour were compared with those in a commercial wheat flour.

**Findings:** Legume flours had a smaller proportion of damaged starch (0.8 - 4.7 SD%) than wheat flours (2.2 - 7.0 SD%). The bimodal particle size distribution of flours was linked to structural elements. Particle size distribution and starch damage varied concomitantly during regrinding in the commercial pea flour as in the commercial wheat flour. The main factor responsible for the increase in damaged starch was an increase in the proportion of the fine fraction that contained a higher proportion of damaged starch.

**Conclusion:** Hypotheses concerning differences in fragmentation mechanisms in the two flours were formulated, suggesting that pea flour has a higher likelihood for fracture but less tendency to produce damaged starch than wheat flour.

**Significance and novelty:** The amperometric method (AACC 76-33.01) can be used for a rapid estimation of the proportion of damaged starch in legume flours. This suggests a lower hardness of pea flour material compared to wheat flour material that would have a significant impact on milling strategies.

### KEYWORDS

Legume, chemical physics, starch, protein, fraction

### 1.1.1 Introduction

Because of growing concerns about the environmental impact of livestock and the health risks associated with high meat intake, a shift towards more plant-based diets is now recommended (Walker et al. 2005; Carlsson-Kanyama and Gonzalez 2009). In this context, legume grains are a promising alternative to meat thanks to their high protein content and their essential amino acid profile, which is complementary to that of wheat grains (Young and Pellett 1994). Moreover, growing legume crops helps reduce the use of fertilizers and benefits wheat crops in legume-wheat intercropping systems (Voisin et al. 2014). Sustainable food chains would be facilitated by including legume species in the field and by formulating cereal products enriched in legume flour for processing. Many studies have tested the possibility of adding legume flours to cereal products but results concerning the structural and/or sensory properties varied (Noorfarahzilah et al. 2014). A good knowledge of flour properties is a prerequisite to achieve satisfactory quality. Particle size distribution and the proportion of damaged starch are the result of the mechanical action of milling (Oury et al. 2015). They affect flour hydration and hence the structure of the dough or batter. Only a few authors have described particle size distribution of legume flours (Petitot et al. 2010; Zucco et al. 2011). Like wheat flours, legume flours appear to have a bimodal particle size distribution, with the lower mode corresponding to particles the size of starch granules and the higher mode with particles the size of albumen or cotyledon cells (Greffeuille et al. 2007; Tiwari et al. 2011). Pea is a reference among legume species for the study of fragmentation behavior during milling (Pelgrom et al. 2013a). Although the milling techniques are difficult to compare, legume flours may contain less damaged starch than soft wheat flours (Tiwari et al. 2011). Because the rapid amperometric method (SDmatic Chopin, AACC 76-33.01) was developed for wheat, the only available method for the measurement of starch damage in legume flours is the reference enzymatic method (AACC 76-30A or 76-31). Some authors studied the effect of intra species (wheat; McAllister, Walker, & Panozzo (2011)) or inter species variations (sorghum; Wilson et al. (2015)) on the adequacy between the SDmatic and the enzymatic results, and in the latter case they proposed a new calibration equation of the SDmatic for sorghum flours. However, no similar study has been carried out on legume species. Furthermore, the concomitant impact of grinding on particle size and starch damage in legumes has not yet been evaluated.

The objective of our study was thus to assess the concomitant changes in particle size distribution and in the proportion of damaged starch during regrinding of a commercial pea flour in a universal lab mill. Analyses were conducted before and after the flour was sieved in order to separate the two fractions of its bimodal particle size distribution. Results were then compared to those obtained with a commercial wheat flour reground in the same conditions. To develop a practical method that could benefit both millers and the secondary processing industry, we used the rapid amperometric method (SDmatic Chopin, AACC 76-33.01) for the determination of starch damage but wrote a calibration equation specific to legume flours.

## 1.1.2 Materials and methods

### 1.1.2.1 Materials

Pea flour (21.4% protein, 60.7% starch, 9.8% moisture, 2.1% ash) was produced by Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France) using a stone mill. Wheat flour (55% extraction rate, 80.2% starch, 9.5% protein, 13.9% moisture, 0.5% ash) was produced by Grands Moulins de Paris (Ivry-sur-Seine, France) using a roller mill. Protein contents were analyzed using the Kjeldahl procedure (AACC 46-12 standard method) with the most widely used conversion factors of 5.7 for wheat flours and 6.25 for legume flours. Starch contents were determined by polarimetry (European regulation 152/2009). Moisture contents were determined by oven drying for 90 minutes at 130 °C (French standard NF V03-707) and ash contents by dry combustion for 90 minutes at 900 °C (French standard NF V03-720). Protein, starch, and moisture contents of sieved fractions were measured following the same procedures. All contents are expressed on a wet basis. Between analyses, flours and fractions were stored at 4 °C.

Several additional legume flours (pea, chickpea, and lentil, including pea sieved fractions) and wheat flours were used for the calibration of the amperometric method. Information on the suppliers and moisture, protein, and ash content of all flours and fractions is provided in Supplementary Table 1. The pea flour and the wheat flour used in the main experiment are referred to as P2 and W6.

### 1.1.2.2 Particle size distribution of flours

Particle size distribution of the original pea flour, the reground pea flour and its sieved fractions were determined by laser diffraction using a Mastersizer 2000 equipped with the Scirocco 2000 dry dispersion unit (Malvern Instruments, Worcestershire, UK). The refraction index was 1.49429 and the absorption index was 0.1. The parameter measured was the percentage volume distribution of the particles as a function of particle size in  $\mu\text{m}$ , calculated according to the Fraunhofer theory. Measurements were made in triplicate. The same procedure was followed for wheat flour and its fractions.

### 1.1.2.3 Measurement of starch damage

The amperometric method (Mecalf and Gilles 1965) was applied using a Chopin SDmatic (Chopin Technologies, Villeneuve-la-Garenne, France) according to the AACC 76-33.01 standard method. This method is based on the principle that the starch molecules that become accessible have a certain iodine binding capacity. While the iodine binding capacity of amylopectin is almost negligible ( $\sim 1$  g of iodine/100g of amylopectin), it averages 19 g/100 g for amylose (Hoover et al. 2010). In the SDmatic procedure, flour is introduced in a dilute solution of potassium iodide where electrodes generate an electrical current leading to the formation of  $\text{I}^{3-}$  ions at a certain concentration. In turn, these ions create an electrical current that is measured in real time. As flour is introduced,  $\text{I}^{3-}$  ions bind to available amylose thereby reducing the measured electrical current. The test ends after a standardized duration defined to allow total amylose-iodine complexation. The variable measured was percentage iodine absorption (AI%), which increases with increasing damage to the starch. The variable was then converted into AACC or Farrand units using internal calibration curves. This calibration was determined for wheat flours by the company Chopin by comparing the results obtained using the enzymatic method in a large number of samples.

The AACC 76-31 enzymatic method (Gibson et al. 1992) was applied using the Megazyme assay kit (Megazyme International Ireland Ltd., Wicklow, Ireland). This method is based on indirect quantitation of the macromolecules (amylose and amylopectin) that become accessible for hydrolysis by amylolytic enzymes following damage to starch. Starch macromolecules are hydrolyzed by  $\alpha$ -amylase into maltose and oligosides that are further hydrolyzed into glucose by  $\alpha$ -amylglucosidase. The final glucose concentration is converted into a percentage of damaged starch expressed in specific units (SD% AACC 76-31).

Measurements were made in duplicate with both methods and the results are expressed in the same AACC units (SD% according to AACC 76-31 standard method).

### 1.1.2.4 Flour regrinding procedure

Pea flour was reground in a M20 universal lab mill equipped with a M21 stainless blade (IKA Works GmbH & Co. KG, Staufen, Germany). In the absence of an intensity parameter for the lab mill (fixed speed 20,000 rpm), grinding duration was varied to produce different degrees of starch damage. Grinding duration was 12 min and samples were taken at one minute intervals. Grinding durations of three and nine minutes were chosen for subsequent analysis because they corresponded to significant changes in particle size distribution and in the degree of starch damage. For grinding, a 150 g aliquot of flour was placed in the grinding chamber. After three minutes of grinding, a 5 g sample of flour was collected for analysis. The remaining flour was left to cool for 10 min and then stirred manually before being ground for an additional six minutes, after which the final sample was collected. Checks were made to be sure that variations in the quantity of sample in the grinding chamber (- 5 g) had no impact on starch damage or on particle size analysis. The same procedure was used for wheat flour.

### 1.1.2.5 Flour sieving procedure

Six hundred grams of flour were weighed and sieved with an Analysette 3 SPARTAN vibratory sieve shaker (FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, Germany) equipped with three sieves with respectively, 63  $\mu\text{m}$ , 80  $\mu\text{m}$  and 125  $\mu\text{m}$  meshes. The flour was separated for 90 min at an amplitude setting of 2.5 mm. Any flour remaining on each sieve and at the bottom of the container was weighed to evaluate the mass distribution of particles as a function of their size and kept for further analysis. Fractions above 63  $\mu\text{m}$  formed the “coarse fraction”, the fraction below 63  $\mu\text{m}$  formed the “fine fraction”. This cutoff point was chosen because it corresponded to the intermediary size between the two modes of particle size distribution of pea flour.

### 1.1.2.6 Statistical analyses

Mean values were calculated from duplicates for the measurement of starch damage. Analyses of variance (ANOVA) were performed and the mean separations were determined using Tukey’s HSD test ( $P < 0.05$ ) and XLSTAT Software Version 2014.5.03 (Addinsoft, Paris, France).

### 1.1.3 Results and discussion

#### 1.1.3.1 Calibration of the amperometric method (SDmatic) for legume flours

Starch damage was measured in all legume and wheat flours using the SDmatic and AACC 76-31 method. Figure 1A compares the results of the two methods expressed in SD% AACC 76-31. All points obtained for wheat flours (W1 to W7) surrounded the first bisector, meaning that for these samples, the results of the amperometric method were in good agreement with those of the enzymatic method. This is not surprising as the SDmatic was calibrated on wheat flours using an enzymatic method. The internal calibration curve used to convert AI% into SD% AACC 76-31 is expressed as the following quadratic relationship:

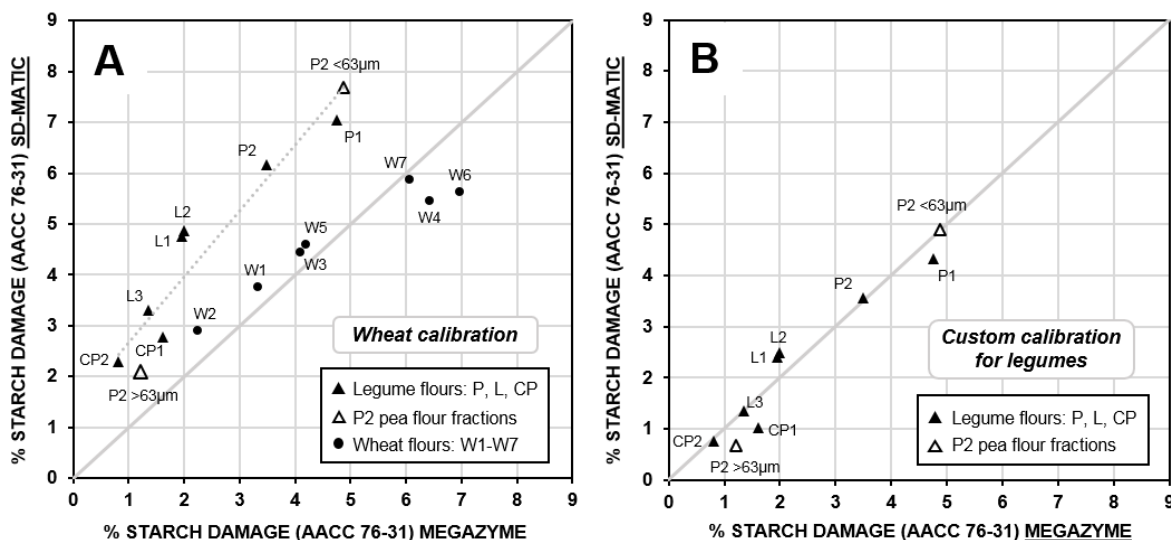
$$SD\%_{Wheat} = 0.02436 \times AI\%^2 + 3.904 \times AI\% + 156.5 \quad (1)$$

However, intra-variability was observed with deviations of up to 24% from the bisector for some samples (-24% for W6 and +23% for W2). This may reflect the intra-variability of the proportion and composition of wheat starch. McAllister, Walker, & Panozzo (2011) showed on a high number of wheat flour samples that discrepancies between the two methods could be due to a variation in amylose content. Moreover, the proportion of damaged starch in wheat flours ranged from 2.2 SD% for W2 to 7.0 SD% for W6 measured with the enzymatic method (Figure 1A). These values correspond to the ranges of values reported in the literature for soft (2.6 - 6.0 SD%) and hard (3.5 - 9.9 SD%) wheat flours (Pomeranz et al. 1984; Barrera et al. 2007; Choi and Baik 2013; Moiraghi et al. 2013). In the present study, all the wheat flours were made from soft wheat and were mostly destined for cakes and pastries except W4, which is a bread flour (6.4 SD%).

For legume flours, the relationship between measurements made with AACC 76-31 and SDmatic methods was not the same (Figure 1A). More damaged starch was found in pea, lentil and chickpea flours measured with the SDmatic method than when measured with the AACC 76-31 method. This can be explained by differences in the proportion of starch in flours and in starch composition (proportion of amylose to amylopectin, concentration of amylose-lipid complexes) between wheat and legume grains. These parameters affect the absolute amount of amylose that is available to bind iodine at the same level of starch damage, creating an artificial discrepancy in the calculation of the SD% with the amperometric method. Wheat flour contains on average 65% starch db (Stone et al. 2009), and wheat starch contains on average 27% amylose, which, in turn, is composed of 17.5% amylose-lipid complexes (Buléon et al. 1998). Pea, lentil and chickpea flours contain on average 50% starch db. Their starch contains on average 36% amylose, which is composed of 9.5% amylose-lipid complexes (Sosulski and Youngs 1979; Hoover and Ratnayake 2002; Zhou et al. 2004; Hoover et al. 2010; Petitot et al. 2010). Taking these values into account implies that, theoretically, amylose availability in legume flours is 1.1 times higher than in wheat flours at the same level of starch damage. In practice, values for legume flours were on average 2 times higher with the SDmatic method than with the AACC 76-31 method. Consequently, using the same SDmatic internal calibration curve (from AI% to SD%) for legume flours and wheat flours ignores the differences in the proportion and composition of starch and overestimates starch damage in legume flours. The AI% values of the nine samples of legume flours and the corresponding SD% measured by the AACC 76-31 method were used to design a custom calibration equation using the manufacturer's software that can be expressed as follows:

$$SD\%_{Legumes} = 0.03398 \times AI\%^2 + 5.861 \times AI\% + 253.1 \quad (2)$$

Figure 1B shows the comparison between the two methods for legume flours using the new calibration, confirming that all values surround the first bisector. The percentage of damaged starch ranged from 0.8 to 1.6 SD% for chickpea flours, from 1.3 to 2.0 SD% for lentil flours and from 3.5 to 4.7 SD% for pea flours as measured by the enzymatic method. These values are in good agreement with the ranges of 1.2-1.6 SD%, 0.2-1.2 SD% and 0.4-3.4 SD% reported in the literature for chickpea, lentil and pea flours, respectively (Hoover and Ratnayake 2002; Zhou et al. 2004; Pelgrom et al. 2013b). Interestingly, starch damage values for pea flour fractions (P2 < 63 µm and P2 > 63 µm) turn out to be extreme values in the range (Figure 1B). They are respectively higher and lower than the value of starch damage of the flour (P2) from which they originate. This effect is discussed in the second part of this paper.



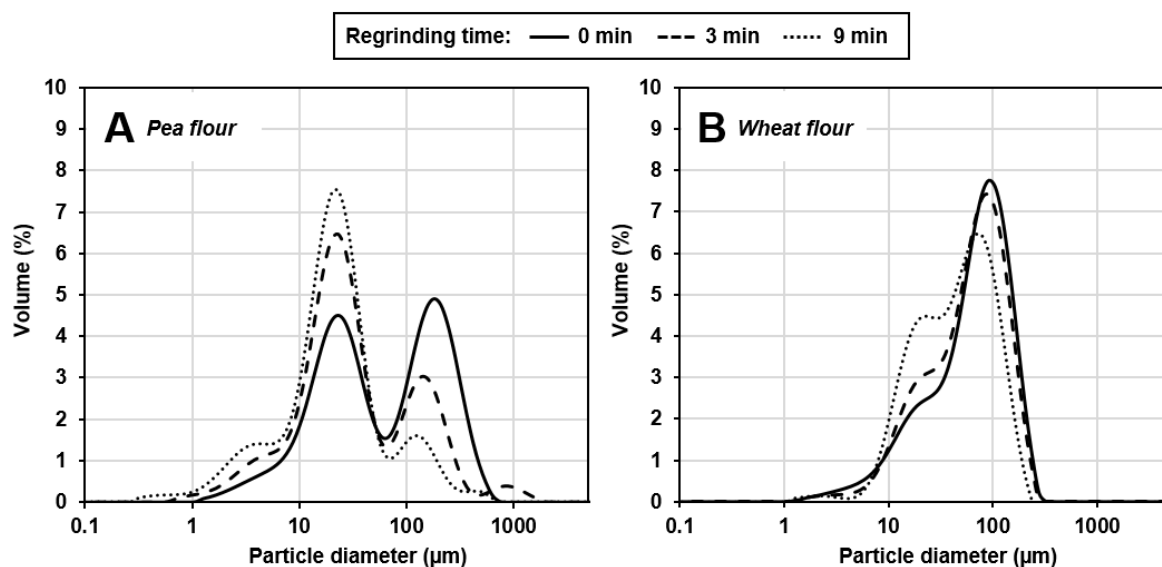
**FIGURE 1** Comparison of the damaged starch contents of several legume and wheat flours as measured by the SDmatic and the enzymatic AACC 76-31 methods: **(A)** SD% from SDmatic as a function of SD% from AACC 76-31 for 16 legume and wheat flours using standard wheat calibration; **(B)** SD% from SDmatic as a function of SD% from AACC 76-31 for 9 legume flours using our customized calibration.

#### 1.1.3.2 Particle size distribution of flours and changes during regrinding

The particle size distributions of pea and wheat flours at 0 min, 3 min and 9 min of regrinding are shown in Figures 2A and 2B, respectively. The particle size distribution of the original pea flour was broader than that of wheat flour, and ranged from 1 to 724 µm vs. 1 to 316 µm in wheat flour. The greater size variability was probably due to the fact a stone mill was used to grind pea, and the mechanical action (compression, shear, and attrition) of a stone mill is less specific than that of a roller mill for wheat (compression and shear). Pea flour particle size distribution was bimodal. The first mode peaked at 23 µm with minimum sizes of 1 µm like in wheat flour, most likely corresponding to individual starch granules whose size ranged between 2 and ~40 µm in both flours (Buléon et al. 1998; Hoover et al. 2010). Particles in this mode can also include fragments of protein matrix (Tyler 1984; Greffeuille et al. 2007). This population of particles is referred to hereafter as the “fine fraction”. The second mode peaked at 182 µm and ended at 724 µm. Detailed descriptions of pea cotyledon cells are lacking in the literature but microscopy observations showed them to be round or polygonal with an average size of 100 to 150 µm (Tyler 1984; Otto et al. 1997; Pelgrom et al. 2015). In this case, a mode at 182 µm would correspond to a population mainly comprised of whole cells and perhaps of up to 6 grouped cells. This population of particles is referred to hereafter as the “coarse fraction”. The second mode for wheat peaked at half that size (91 µm) and ended at 316 µm. Wheat endosperm cells are known to be either polygonal (central cells, width 72-144 µm, length 69-120 µm) or longitudinal (prismatic cells, width 128-200 µm, length 40-60 µm) (Shewry et al. 2009). The peak at 91 µm would thus correspond to a population mainly comprised of whole cells. Smaller and larger particles would correspond to cell fragments and grouped cells (up to 2-4 depending on their shapes), respectively.



Concerning percentage volume distribution, the fine and coarse fractions were almost the same in pea flour (54% and 46% cumulative volume for fine and coarse fractions, respectively, considering a theoretical cutoff point of 69  $\mu\text{m}$  between the two peaks). In wheat flour, the coarse fraction was the largest (76% in cumulative volume vs. 24% for the fine fraction, considering a theoretical cutoff point of 30  $\mu\text{m}$ ). During regrinding, a reduction in the proportion of the coarse fraction was observed in both flours that was offset by an increase in the proportion of the fine fraction. This phenomenon has been described in the literature for both wheat and legume flours (Zucco et al. 2011; Choi and Baik 2013). In the same regrinding conditions, the conversion of the coarse fraction into the fine fraction was higher in pea flour than in wheat flour. Indeed, after nine minutes of grinding, the fine fraction of pea flour increased by 33% (87% in cumulative volume) compared to its proportion in the original flour, whereas the fine fraction of wheat only increased by 14% and remained less abundant than the coarse fraction (62% cumulative volume). This suggests that pea cotyledons are more susceptible to a reduction in size than wheat endosperm in similar regrinding conditions. Furthermore, a third mode, composed of particles 1 to 10  $\mu\text{m}$  of size, was observed in pea flour during grinding (Figure 2A). These particles could correspond to small starch granules and/or protein bodies that are observed in legume grains but not in wheat grains (Shewry et al. 2009; Pelgrom et al. 2013a). The changes in size in the modes in both flours during regrinding are discussed in following section on the fractions.



**FIGURE 2** Changes in the particle size distributions of pea (A) and wheat (B) flours during regrinding.

#### 1.1.3.3 Particle size distribution of fractions and changes during regrinding

A sieving step with a cutoff point of 63  $\mu\text{m}$  separated the pea flour into two modes, i.e. its fine and coarse fractions. Wheat flour was sieved in the same conditions for the sake of comparison. The fractions of the flours were reground in the same conditions as the original flours and their particle size distribution were studied (Figure 3). Figure 4 is a schematic representation of the changes in the composition of the populations of particles during regrinding of the fractions. The moisture, starch, and protein contents of the flours and fractions are listed in Table 1.

TABLE 1 Composition of flours and fractions

Species	Flour or fraction	Moisture (g/ 100 g) <sup>y</sup>	Starch (g/ 100 g db) <sup>y</sup>	Proteins (g/ 100 g db) <sup>y,z</sup>
Pea	Flour	9.8 ± 0.6	60.7 ± 1.1	21.5 ± 0.1
	Fine fraction	9.4 ± 0.1	60.5 ± 6.1	19.0 ± 0.3
	Coarse fraction	9.4 ± 0.2	50.3 ± 2.7	22.8 ± 1.2
Wheat	Flour	13.9 ± 0.4	80.2 ± 2.7	9.5 ± 0.1
	Fine fraction	13.3 ± 0.2	75.3 ± 2.9	9.5 ± 0.1
	Coarse fraction	13.0 ± 0.2	77.2 ± 3.1	9.5 ± 0.1

<sup>y</sup> Mean of three replicate measurements.

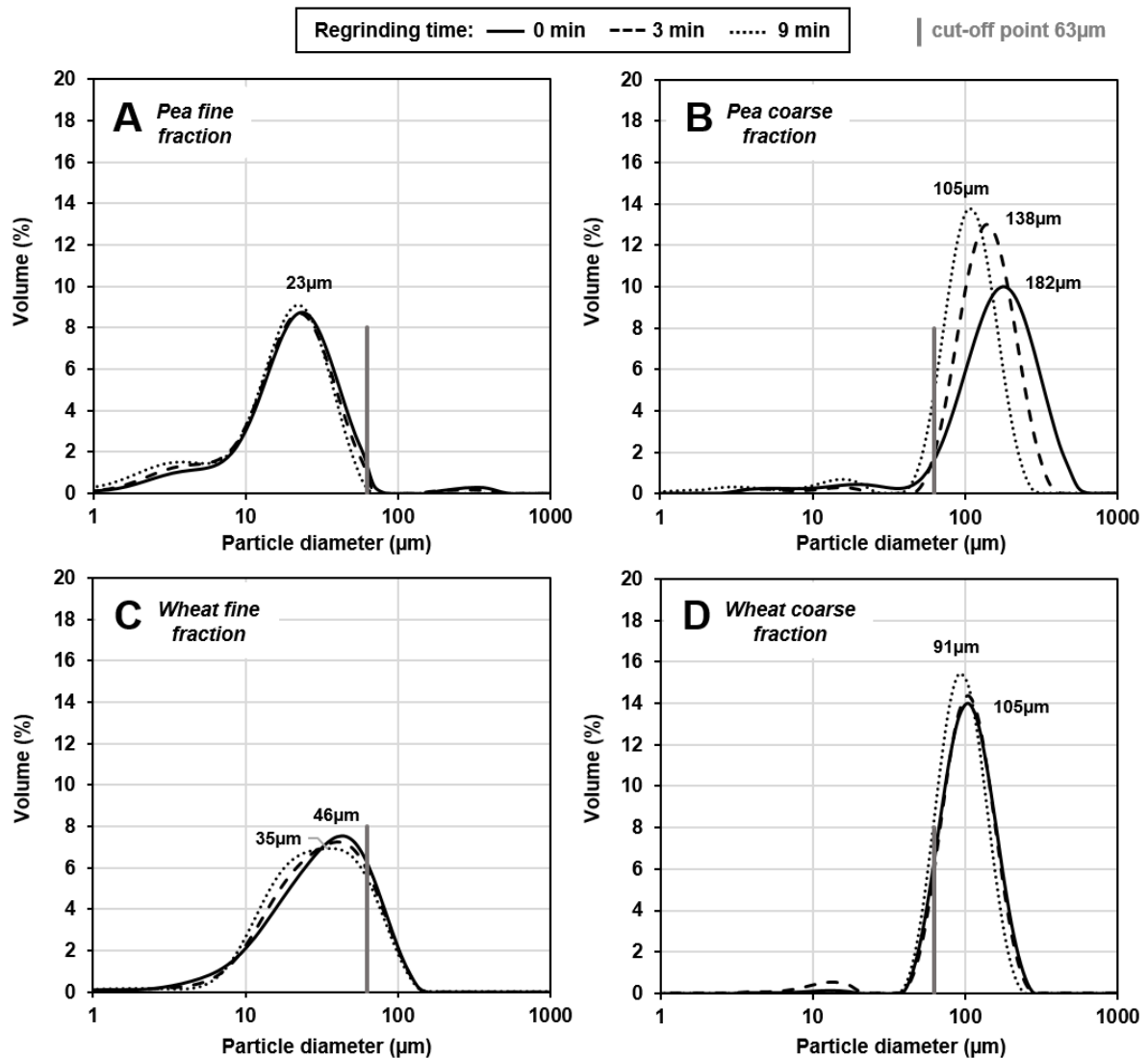
<sup>z</sup> For legume flour and fractions N x 6.25; for wheat flour and fractions N x 5.7.

The original pea fine fraction peaked at 23  $\mu\text{m}$ , like the original pea flour (Figure 3A). The fine fraction was composed of the same amount of starch as the pea flour, but less protein (Table 1). These components were most likely in the form of free starch granules and fragments of protein matrix (Figure 4). The particle size distribution of this fraction remained almost the same during regrinding (Figure 3A), meaning that a further reduction in size was not possible using this grinding equipment. A slight decrease in the range of the distribution was observed caused by a decrease in the size of the largest particles (from 79  $\mu\text{m}$  at 0 min to 60  $\mu\text{m}$  at 9 min). Concomitantly, the proportion of the third mode with an average peak size at 3.8  $\mu\text{m}$  increased. This strongly suggests that these particles were protein bodies that detached from the surface of starch granules. The pea fine fraction thus corresponded to a population of particles mostly composed of starch granules, fragments of protein matrix, and protein bodies (Figure 4).

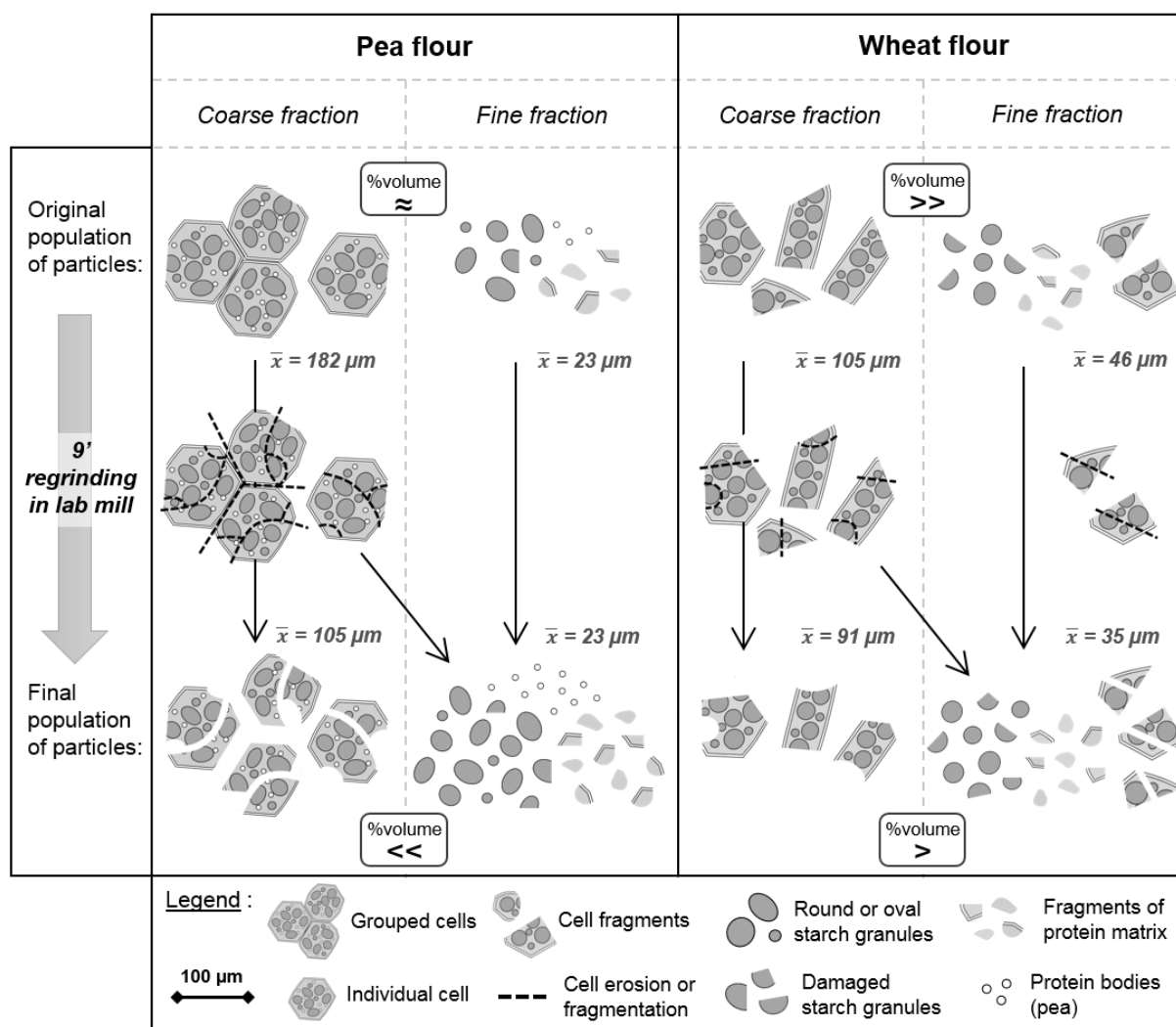
The original pea coarse fraction peaked at 182  $\mu\text{m}$  like the original flour (Figure 3B). The coarse fraction was composed of smaller amounts of starch than pea flour, but larger amounts of protein (Table 1). These components were in the form of whole cells with embedded starch granules and grouped cells (Figure 4). Then, after 9 min of grinding, the average particle size of the coarse fraction decreased dramatically from 182  $\mu\text{m}$  to 105  $\mu\text{m}$  (Figure 3B). This was accompanied by a significant decrease in range due to a decrease in the size of the largest particles (from 630  $\mu\text{m}$  at 0 min to 316  $\mu\text{m}$  at 9 min). Regrinding reduced the proportion of grouped cells and increased the proportion of individual cells and cell fragments. This phenomenon could correspond to the breakdown of grouped cells into individual cells and/or that of whole cells into cell fragments, leading to the release of a large number of starch granules and protein bodies into the fine fraction (Figure 4). This can also be seen as a marked reduction in size.

In comparison, the original wheat fine fraction peaked at 46  $\mu\text{m}$  (Figure 3C), i.e. higher than in the original flour. This was due to the presence of particles above the cutoff point (63  $\mu\text{m}$ ), which measured up to 138  $\mu\text{m}$ . Such particles could be longitudinal cells (prismatic cells) whose width (40–60  $\mu\text{m}$ ) allowed them to pass through the 63  $\mu\text{m}$  screen via their longitudinal axis. These particles were then considered by the granulometer as spheres with diameters corresponding to their longer side (128–200  $\mu\text{m}$ ). Conversely, the original coarse fraction of wheat included particles smaller than 63  $\mu\text{m}$  (Figure 3D), indicating incomplete separation during sieving. The minimum size of these particles was around 40  $\mu\text{m}$ , meaning they were probably free starch granules and fragments of protein matrix trapped among the particles of the coarse fraction. There was no significant variation in the proportion of starch and proteins between wheat flour and its fractions (Table 1). The components in the original wheat fine fraction were most likely in the form of starch granules, fragments of protein matrix, and longitudinal cells (Figure 4). During regrinding, the average particle size of wheat fine fraction decreased from 46  $\mu\text{m}$  to 35  $\mu\text{m}$  whereas the range of size distribution increased. This particle size distribution corresponded to a continuum between the distribution of starch granules and fragments of protein matrix and that of bigger cell fragments of

longitudinal cells whose reduction in size did not occur at the same speed, resulting in an increase in range (Figure 4). The components in the original wheat coarse fraction were most likely in the form of entire cells and cell fragments (Figure 4). The average particle size of wheat coarse fraction decreased from 105  $\mu\text{m}$  to 91  $\mu\text{m}$  between 0 and 9 minutes of grinding. In parallel, there was a decrease in range due to the decrease in the size of the largest particles (from 316  $\mu\text{m}$  at 0 min to 275  $\mu\text{m}$  at 9 min). This moderate variation in size corresponded to the erosion of the peripheral parts of the cells and cell fragments, leading to a moderate release of starch granules and protein bodies into the fine fraction (Figure 4). This can also be interpreted as a lesser degree of size reduction than pea flour.



**FIGURE 3** Changes in the particle size distributions of pea fine (A) and coarse (B) fractions, and wheat fine (C) and coarse (D) fractions. Particle sizes corresponding to maxima in volume distribution are indicated. The vertical grey bar at 63  $\mu\text{m}$  corresponds to the cutoff point used to separate the fractions.



**FIGURE 4** Schematic representation of changes in the composition of the populations of particles during regrinding in the fine and coarse fractions of pea and wheat. Different structural elements are shown (grouped cells, individual cells, starch granules, fragments of protein matrix, and protein bodies), see legend. The relative sizes of the elements are approximate. Peak average sizes are given ( $\bar{x}$ ) as well as the highest percentage volume (% volume)

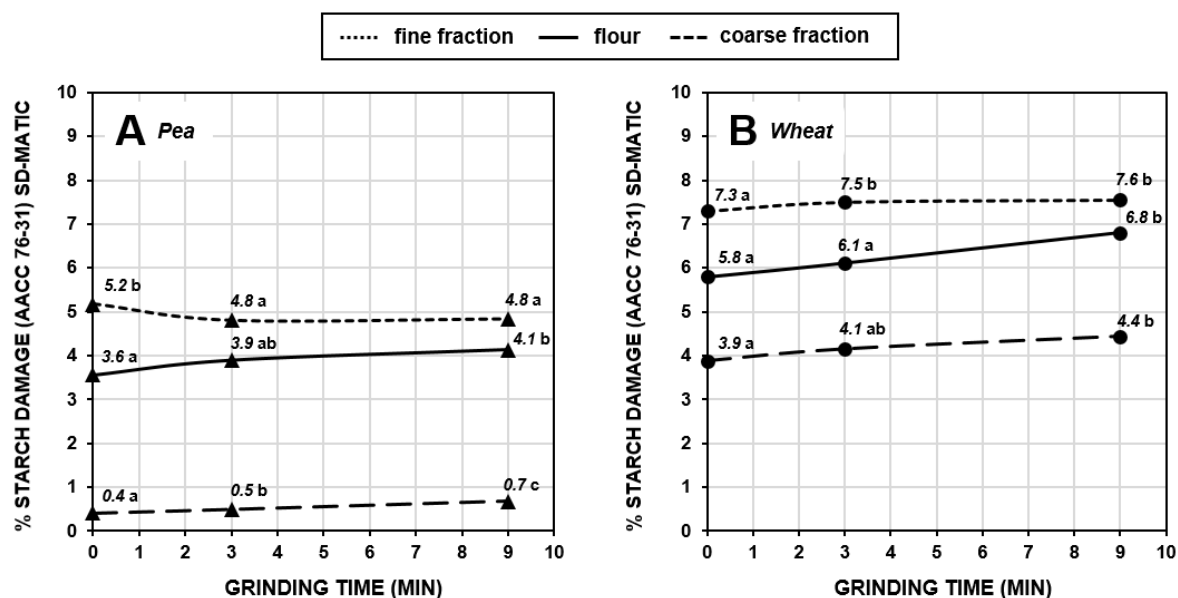
#### 1.1.3.4 Changes in the level of damaged starch in the flours and in their fractions during regrinding

Changes in the level of damaged starch during regrinding of flours and fractions were compared (Figure 5A and 5B). While pea flour was considerably reduced in size, the proportion of damaged starch it contained only increased by +0.5% during regrinding. In contrast, in wheat flour, which underwent less reduction in size, the proportion of damaged starch increased by +1%. In wheat, the adhesion between starch granules and the protein matrix (sometimes referred to as grain hardness) has been reported to influence the proportion of damaged starch. Our results suggest less adhesion between starch granules and the protein matrix in pea flour than in wheat flour, enabling the release of more free starch granules and less breakage of embodied starch granules in pea flour. Pelgrom et al. (2013a) reported that disentanglement of protein and starch during milling of pea improved with an increase in the moisture content. However, in the present study, pea flour had a lower moisture content than wheat flour, so the second explanation cannot apply.

The proportion of damaged starch in the original flour was lower in pea flour (P2, 3.6 SD%) than in wheat flour (W6, 5.8 SD%) in accordance with the results shown in Figures 1A and 1B. The proportion of damaged starch in the flours results from the combination of the respective proportion of damaged starch of their fractions but also

their proportion of fine and coarse fraction. The proportion of damaged starch in the fine fractions was always higher than that in the whole flours, whereas the proportion of coarse fractions was always lower (Figure 5A and 5B). As can be seen in Table 1, these differences are not explained by differences in composition but were rather due to differences in structure and starch accessibility.

The coarse fraction of the original pea flour contained the smallest proportion of damaged starch (0.4%, Figure 5A). Starch granules were embedded in individual or grouped cells that were only slightly eroded. During regrinding, the breakdown of whole cells into cell fragments and of grouped cells into single cells caused a moderate increase (+0.3%) in starch damage. The level of starch damage in the original pea fine fraction was intermediate (5.2%). It remained constant throughout regrinding (the initial decrease was an artifact resulting from conversion using the calibration equation). The level of starch damage in the original wheat coarse fraction was intermediate (3.9%). In this case, the starch granules were embedded in cells or cell fragments that were more eroded than the cells in the pea coarse fraction. During regrinding there was further erosion of the peripheral parts of the cells and cell fragments that caused a higher increase in damaged starch than in the pea coarse fraction (+0.5%). The highest proportion (7.3%) of damaged starch was found in the original wheat fine fraction. The difference in the proportion of damaged starch in the fine fractions resulted from the behavior of the grains during the initial milling process but also during the conversion of a part of the coarse fraction into the fine fraction. However, in the wheat fine fraction, regrinding only caused a moderate increase in the proportion of damaged starch (+0.3%).

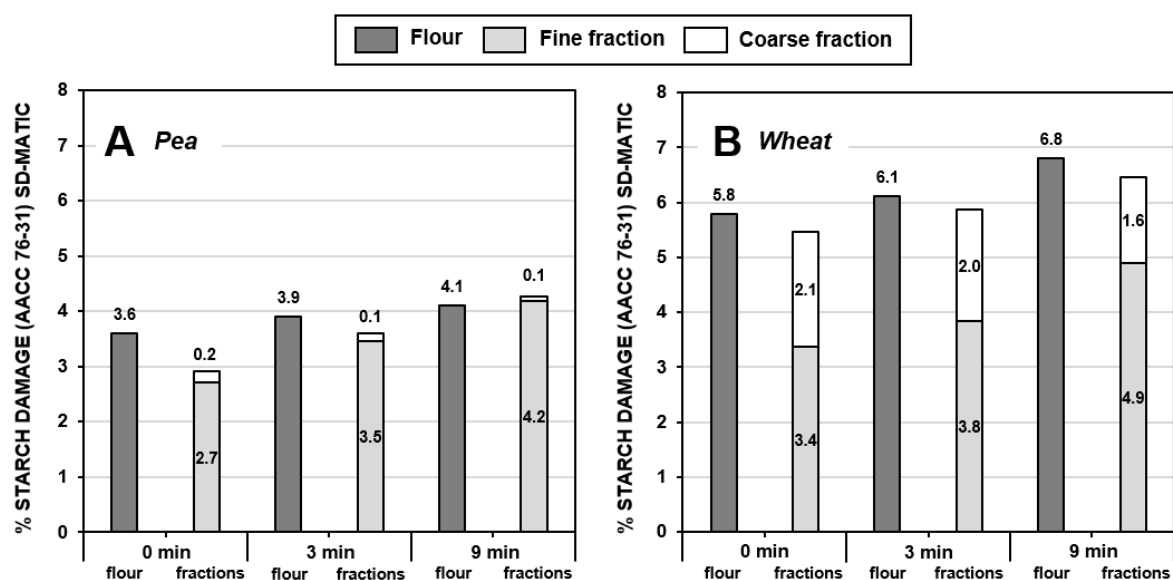


**FIGURE 5** Changes in the levels of damaged starch in pea flour and its fractions (A) and in wheat flour and its fractions (B) as a function of grinding time. Mean SD% values are indicated. Values followed by the same letter for the same sample did not differ significantly ( $P < 0.05$ ) according to Tukey's HSD test.

Figure 6 compares measured starch damage in the flours with estimated starch damage calculated from the levels of starch damage in the fractions weighted by their proportions in flours and summed. The proportions of the fractions in the flours were estimated by the cumulative percent volume above and below 63  $\mu\text{m}$  in the particle size distributions of the flours measured using the laser granulometer (Figure 1). The estimated levels of starch damage in the flours were consistently lower than the measured ones. This was most probably due to an underestimation of the proportion of the fine fraction in the particle size distribution of flours. Indeed, the mass balance performed at the end of the sieving of flour into fractions indicated higher proportions of fine fraction than those indicated by the granulometer (e.g. for pea 55% vs. 52%). However, the mass balance implied taking into account a loss of mass during sieving that could correspond to the volatilization of some fine fractions. Considering the total mass loss as fine fraction increased its proportion (e.g. to 58% for pea) and thus improved the estimation of the levels of starch damage in flours compared to the measured levels. However, this would

represent a strong assumption leading to an extrapolation. We consequently preferred to keep the granulometric estimation that was undertaken systematically in the same conditions with no extrapolation.

In the case of pea (Figure 6A), the contribution of the coarse fraction to the level of starch damage in the flour was very low throughout regrinding, because of its low proportion of damaged starch (Figure 5A). The contribution of the fine fraction was highly predominant and increased with longer regrinding times. However, as mentioned above, the level of starch damage in the pea fine fraction remained constant throughout regrinding, in contrast to that in the pea coarse fraction. The increase in the proportion of damaged starch in pea flour during regrinding was thus only due to the increase in the proportion of the fine fraction. In the case of wheat (Figure 6B), the contribution of the coarse fraction to the proportion of damaged starch was significant due to its intermediate proportion of damaged starch (~4 SD%). However, its contribution decreased with regrinding time despite the increase in the proportion of its damaged starch (Figure 5B). Conversely the contribution of the fine fraction was predominant and increased with an increase in regrinding time. Thus in the case of wheat, the increase in the proportion of damaged starch in the flour during regrinding was mostly due to the increase in the proportion of the fine fraction, and to a lesser extent, to the increase in the proportion of its damaged starch.



**FIGURE 6** Comparison of the levels of starch damage in pea (A) and wheat (B) flours measured directly and estimated from the levels of damaged starch in the fractions, at three grinding times.

### 1.1.4 Conclusions

Here, for the first time, a SDmatic calibration equation is proposed for the rapid (less than 10 min) evaluation of the proportion of damaged starch in legume flour. As a replacement for the enzymatic method, which takes several hours and requires chemical skills and lab tools, this rapid method will be very useful for millers and for secondary processing firms, several of which are already equipped with a SDmatic.

In a novel way, studying changes in the particle size distribution and proportions of damaged starch in the flours and their fractions during regrinding made it possible to highlight the specific features of pea flour compared to wheat flour. The original proportion of damaged starch in pea flour was moderate due to moderate damage to the free starch granules in the fine fraction and the limited accessibility of embedded starch granules in the coarse fraction. During regrinding the behavior of pea flour was illustrated by a marked reduction in size caused by the breakdown of grouped cells into individual cells and of whole cells into fragments. Interestingly, this was associated with a lesser increase in the degree of damaged starch than in wheat flour which exhibited a lesser degree of size reduction. This suggests the less hard pea grain led to preferential fragmentation of the protein matrix rather than of the starch granules. It would be useful to conduct complementary investigations of grain hardness (particle size index, single kernel characterization system) to check the hypothesis of a relationship with grain hardness.

Finally, these results confirm that particle size distribution and the level of damaged starch varied concomitantly in two flours with distinctive properties. The original proportion of damaged starch in the fractions differed in the two species but the fine fractions always contained more damaged starch than the coarse fractions. During regrinding, the increase in the proportion of damaged starch in the flours was due to the increase in the proportion of the fine fraction rather than to the increase in the proportion of damaged starch in any particular fraction, except in the case of the wheat fine fraction.

The investigation of novel ways to handle legume and wheat grains together during the milling step is very promising for the development of sustainable food chains. Our comparison of the properties of pea and wheat flour in simplified regrinding conditions paves the way for further studies on the milling behavior of a mix of these species using intermediary and nonspecific technologies such as stone milling.

### **ACKNOWLEDGMENTS**

The authors thank Gaspard Gaudin, Emmanuel Degras and Alexandre Chapuis for their help through determination of flour composition and starch damage measurements.

This work was carried out in the framework of the FLEXIPROCESS project with financial support from the Carnot institute Qualiment. The authors thank the Carnot institute Qualiment, AgroParisTech, and the French Ministry of Higher Education and Research for their financial support of the authors.

## ARTICLE 1

**SUPPLEMENTARY TABLE 1** Chemical composition of wheat, pea, lentil and chickpea flours

Species	Code	Supplier	Moisture (g/ 100 g)	Proteins (g/ 100 g db)	Ashes (g/ 100 g db)
Wheat	W1	Grands Moulins de Paris (Ivry Sur Seine, France)	14.8	8.9	0.39
	W2	“	12.8	7.6	0.54
	W3	“	14.5	9.6	0.46
	W4	“	12.0	10.0	0.43
	W5	“	15.2	11.1	0.33
	W6	“	13.9	9.5	0.46
	W7	Carrefour (Boulogne Billancourt, France)	12.2	9.9	0.49
Pea	P1	Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France)	9.1	21.4	2.22
	P2	“	9.8	21.5	2.10
	P2<63µm	“	10.0	19.0	1.85
	P2>63µm	“	10.2	23.4	2.25
Lentil	L1	Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France)	8.5	28.5	2.93
	L2	“	8.5	28.3	3.15
	L3	Celnat (Saint Germain Laprade, France)	10.4	29.4	3.04
Chickpea	CP1	Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France)	9.3	23.1	2.65
	CP2	Euro-Nat (Peaugres, France)	9.7	22.7	2.75



## 1.1.5 References

- Barrera, G. N., Pérez, G. T., Ribotta, P. D., & León, A. E. (2007). Influence of damaged starch on cookie and bread-making quality. *European Food Research and Technology*, 225, 1–7. <http://doi.org/10.1007/s00217-006-0374-1>
- Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 23(2), 85–112.
- Carlsson-Kanyama, A., & Gonzalez, A. D. (2009). Potential contributions of food consumption patterns to climate change. *American Journal of Clinical Nutrition*, 89(5), 1704S–1709S. <http://doi.org/10.3945/ajcn.2009.26736AA>
- Choi, H., & Baik, B. (2013). Significance of wheat flour particle size on sponge cake baking quality. *Cereal Chemistry*, 90(2), 150–156. <http://doi.org/10.1094/CCHEM-07-12-0088-R>
- Gibson, T. S., Al Qalla, H., & McCleary, B. V. (1992). An improved enzymic method for the measurement of starch damage in wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 15(1), 15–27.
- Greffeuille, V., Abécassis, J., Barouh, N., Villeneuve, P., Mabilie, F., Bar-L'Helgouac'h, C., & Lullien-Pellerin, V. (2007). Analysis of the milling reduction of bread wheat farina: Physical and biochemical characterisation. *Journal of Cereal Science*, 45, 97–105. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.07.003>
- Hoover, R., Hughes, T., Chung, H. J., & Liu, Q. (2010). Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: A review. *Food Research International*, 43(2), 399–413. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.001>
- Hoover, R., & Ratnayake, W. S. (2002). Starch characteristics of black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada. *Food Chemistry*, 78(4), 489–498. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00163-2](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00163-2)
- Hoover, W. (1979). Use of soy proteins in baked foods. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 56(3), 301–303. <http://doi.org/10.1007/BF02671480>.
- McAllister, J. T., Walker, C. K., & Panozzo, J. F. (2011). Influence of Starch Composition on Starch Damage Values Determined by Megazyme and SDmatic Methods. *Cereal Chemistry*, 88(4), 349–351. <http://doi.org/10.1094/CCHEM-10-10-0142>
- Medcalf, D. G., & Gilles, K. A. (1965). Determination of starch damage by rate of iodine absorption. *Cereal Chemistry*, 42, 546–557.
- Moiraghi, M., De la Hera, E., Pérez, G. T., & Gómez, M. (2013). Effect of wheat flour characteristics on sponge cake quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(3), 542–549. <http://doi.org/10.1002/jsfa.5821>
- Noorfarahzilah, M., Lee, J. S., Sharifufin, M. S., Mohd Fadzelly, A. B., and Hasmadi, M. (2014). Applications of composite flour in development of food products. *International Food Research Journal*, 21(6), 2061–2074.
- Otto, T., Baik, B., & Czuchajowska, Z. (1997). Microstructure of seeds, flours, and starches of legumes. *Cereal Chemistry*, 74(4), 445–451.
- Oury, F-X, Lasme, P., Michelet, C., Rousset, M., Abecassis, J., & Lullien-Pellerin, V. (2015). Relationships between wheat grain physical characteristics studied through near-isogenic lines with distinct puroindoline-b allele. *Theoretical and Applied Genetics*, 128, 913–929. <http://doi.org/10.1007/s00122-015-2479-z>
- Pelgrom, P. J. M., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2015). Method development to increase protein enrichment during dry fractionation of starch-rich legumes. *Food and Bioprocess Technology*, 8, 1495–1502. <http://doi.org/10.1007/s11947-015-1513-0>
- Pelgrom, P. J. M., Schutyser, M. A. I., & Boom, R. M. (2013). Thermomechanical Morphology of Peas and Its Relation to Fracture Behaviour. *Food and Bioprocess Technology*, 6(12), 3317–3325. <http://doi.org/10.1007/s11947-012-1031-2>

- Pelgrom, P. J. M., Vissers, A. M., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2013). Dry fractionation for production of functional pea protein concentrates. *Food Research International*, *53*, 232–239. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.05.004>
- Petitot, M., Boyer, L., Minier, C., & Micard, V. (2010). Fortification of pasta with split pea and faba bean flours: Pasta processing and quality evaluation. *Food Research International*, *43*(2), 634–641. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.020>
- Pomeranz, Y., Bolling, H., & Zwingelberg, H. (1984). Wheat hardness and baking properties of wheat flours. *Journal of Cereal Science*, *2*, 137–143.
- Shewry, P. R., D'Ovidio, R., Lafiandra, D., Jenkins, J. A., Mills, E. N. C., & Békés, F. (2009). Wheat grain proteins. In K. Khan & P. R. Shewry (Eds.), *Wheat: chemistry and technology* (pp. 223–298). St. Paul: American Association of Cereal Chemists, Inc (AACC).
- Sosulski, F., & Youngs, C. G. (1979). Yield and functional properties of air-classified protein and starch fractions from eight legume flours. *Journal of the American Oil Chemists Society*, *56*, 292–295.
- Stone, B., Morell, M. K., Khan, K., & Shewry, P. R. (2009). Carbohydrates. In K. Khan & P. R. Shewry (Eds.), *Wheat: chemistry and technology* (pp. 299–362). St. Paul: American Association of Cereal Chemists, Inc (AACC).
- Tiwari, B. K., Gowen, A., McKenna, B., Wood, J. A., & Malcolmson, L. J. (2011). Pulse milling technologies. In B. K. Tiwari, A. Gowen, & B. McKenna (Eds.), *Pulse Foods* (pp. 193–221). Academic Press.
- Tyler, R. T. (1984). Impact Milling Quality of Grain Legumes. *Journal of Food Science*, *49*(3), 925–930. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1984.tb13243.x>
- Voisin, A., Guéguen, J., Huyghe, C., Jeuffroy, M., Magrini, M., Meynard, J., Mougel, C., Pellerin, S., and Pelzer, E. (2014). Legumes for feed, food, biomaterials and bioenergy in Europe: A review. *Agronomy for Sustainable Development*, *34*(2), 361–380. <http://doi.org/10.1007/s13593-013-0189-y>
- Walker, P., Rhubarb-Berg, P., McKenzie, S., Kelling, K., & Lawrence, R. S. (2005). Public health implications of meat production and consumption. *Public Health Nutrition*, *8*(4), 348–356. <http://doi.org/10.1079/PHN2005727>
- Wilson, J. D., Kaufman, R. C., Seabourn, B. W., Galant, A. L., & Herald, T. (2016). A Rapid method to determine starch damage in sorghum. *International Journal of Food Properties*, *19*(1), 154–158. <http://doi.org/10.1080/10942912.2015.1020391>
- Young, V. R., & Pellett, P. L. (1994). Plant proteins in relation to human protein and amino acid nutrition. *The American Journal of Clinical Nutrition*, *59*(5), 1203S–1212S. <https://doi.org/10.1093/ajcn/59.5.1203S>
- Zhou, Y., Hoover, R., & Liu, Q. (2004). Relationship between  $\alpha$ -amylase degradation and the structure and physicochemical properties of legume starches. *Carbohydrate Polymers*, *57*, 299–317. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.05.010>
- Zucco, F., Borsuk, Y., & Arntfield, S. D. (2011). Physical and nutritional evaluation of wheat cookies supplemented with pulse flours of different particle sizes. *LWT - Food Science and Technology*, *44*(10), 2070–2076. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.06.00>

## V. RÉSULTATS

### 1.2 Étude de l'effet de l'ordre d'incorporation des ingrédients et de l'introduction de farine de pois lors de la fabrication d'une recette domestique simplifiée (Article 2)

Le début de nos travaux sur la 2<sup>de</sup> transformation a nécessité la mise au point d'une recette et d'un procédé de fabrication standard.

Concernant la recette, nous avons opté dans un premier temps pour une recette domestique simplifiée permettant de réduire la complexité des interactions entre les ingrédients et de faciliter l'exécution des expériences. Comme présenté dans l'État de l'art, il existe plusieurs recettes de gâteaux moelleux (« soft cakes ») qui sont utilisées comme modèles de recherche, au rang desquelles figurent le *pound cake* (quatre-quarts), *layer cake* et *sponge cake* (génoise) (Tableau 11). Ces recettes ne nécessitent pas forcément l'usage d'additifs. Cependant, afin d'identifier la base d'une recette de cake classique dans la culture française et d'envisager de multiples possibilités en terme de procédé de fabrication, nous nous sommes intéressés à une gamme de recettes de cake domestiques afin de définir notre recette standard. Nous avons pu comparer ces recettes à une recette de cake industrielle de référence connue au sein du laboratoire. La Figure 62 présente les proportions des ingrédients principaux (bases de recette sans prendre en compte l'aromatisation) dans dix recettes de cake domestiques et une recette industrielle.

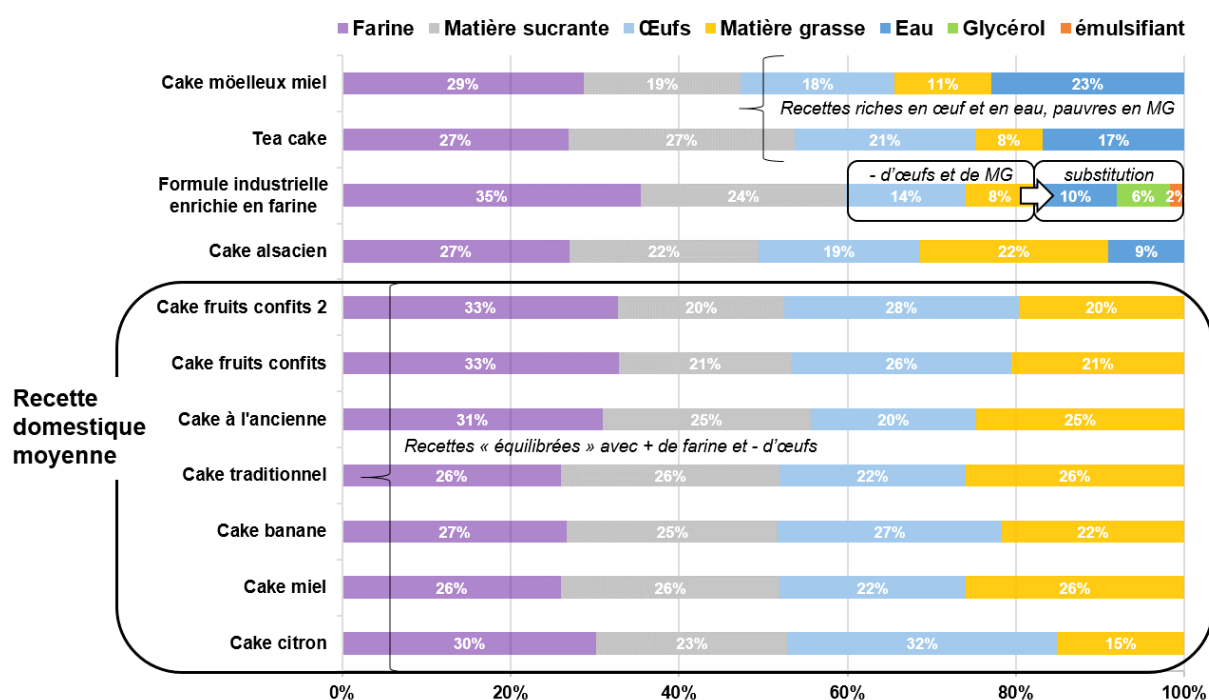


Figure 62 – Comparaison des proportions des ingrédients principaux dans dix recettes de cake domestiques et une recette industrielle. MG : matière grasse.

Sept sur dix recettes domestiques étudiées n'étaient composées pour leur base que de farine, sucre, œufs et matière grasse. Ces ingrédients étaient présents dans des proportions similaires proches de celles d'un quatre-quarts (25% de chaque ingrédient) avec cependant un peu plus de farine et un peu moins d'œufs. La moyenne de ces sept recettes a été calculée pour établir notre recette domestique standard. En comparaison, la recette industrielle comportait plus de farine (ceci était dû à une spécificité de la recette), moins d'œufs et moins de matière grasse. Ceux-ci étaient substitués par l'eau, le glycérol et l'émulsifiant qui restituaient leurs fonctionnalités (attendrissement de la mie par le glycérol à la place de la matière grasse, pouvoir tensioactif de l'émulsifiant à la place des œufs) à un moindre coût économique. Trois dernières recettes domestiques comportaient de l'eau ou un équivalent (lait) en plus des quatre ingrédients principaux. La recette de « cake alsacien » était proche de la recette domestique moyenne, en considérant la quantité d'eau comme partie de la quantité d'œufs, principale source d'eau de la recette. Les deux dernières recettes domestiques, comportant

plus d'œufs et d'eau et moins de matière grasse que la recette domestique moyenne, s'apparentaient à des recettes de type *sponge cake* basées sur un foisonnement important des œufs.

Nous avons vu dans l'État de l'art que les modes de préparation de la pâte pouvaient varier selon le nombre d'étapes lors du battage et l'ordre de ces étapes (Tableau 12). Cependant la diversité des modes de préparation au niveau industriel est assez limitée : hormis le mode « tout-en-un », le crémage réservé aux matières grasses concrètes et le foisonnement sans matière grasse réservé aux recettes de type *sponge cake*, seul le « mélange des pulvérulents » offre une alternative à plusieurs étapes adaptée à une recette comportant de la matière grasse liquide (Tableau 12). Pour explorer une plus grande diversité de modes opératoires nous avons recensé les différents ordres d'incorporation des ingrédients indiqués dans les recettes domestiques. Nous n'avons considéré que ceux prenant en compte l'utilisation de matière grasse liquide (beurre fondu). Ceux-ci sont schématisés en Figure 63.

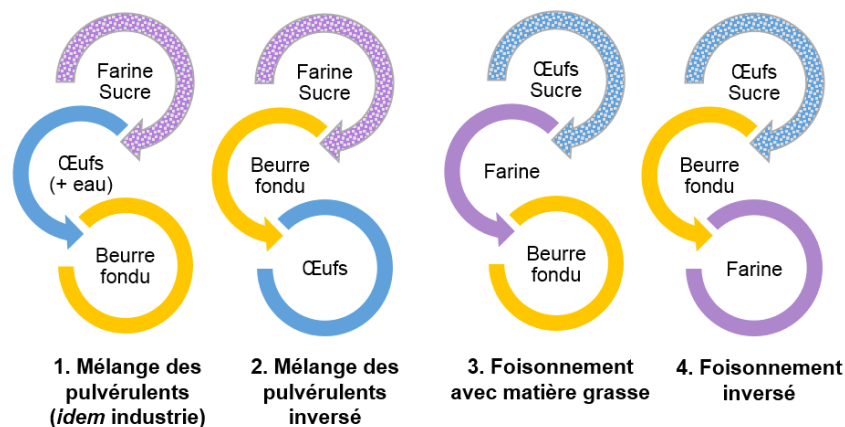


Figure 63 – Ordres d'incorporation des ingrédients recensés dans les recettes de cake domestiques

Tous les ordres comportent trois étapes. Deux types d'ordre se distinguent : ceux commençant par un **mélange de la farine et du sucre** incluant le « mélange des pulvérulents » utilisé en industrie (numéro 1) et son alternative inversant les deuxième et troisième étapes de mélange (numéro 2), et ceux commençant par un **foisonnement des œufs et du sucre** incluant un foisonnement classique auquel on rajoute l'étape de mélange de la matière grasse (numéro 3) et son alternative inversant les deuxième et troisième étapes de mélange (numéro 4).

À notre connaissance il n'existe pas d'auteurs s'étant intéressés à l'effet d'un changement de l'ordre d'incorporation des ingrédients sur la formation d'une pâte à gâteau et sur les propriétés des produits en résultant. Chesterton, Meza, Moggridge, Sadd, & Wilson (2011) et Massey, Khare, & Niranjan (2001) ont étudié l'évolution de la fraction volumique d'air au cours du battage. Wiebensohn (2010) a suivi l'évolution de la consistance de pâtes à *sponge cake* et *pound cake* en direct lors de leur formation grâce à un Farinograph Brabender équipé d'un module batteur. Pour établir notre procédé de fabrication standard, nous avons donc choisi d'étudier les quatre ordres d'incorporation identifiés dans les recettes domestiques. Dans un premier temps nous avons comparé leur impact sur l'évolution de la densité lors du battage et la consistance finale de pâtes 100% blé. Ces travaux sont restitués dans le paragraphe V.1.2.3.1 de l'Article 2.

Suite à ces premiers travaux, nous avons restreint notre choix aux ordres d'incorporation « mélange des pulvérulents » (numéros 1 et 2) jugés plus efficaces en terme d'incorporation d'air. Nous avons décidé de maintenir la comparaison de ces deux ordres pour la poursuite de nos travaux concernant l'effet de l'introduction de farine de pois sur les propriétés de la pâte et du cake. Comme vu dans l'État de l'art, il n'existe qu'un petit nombre d'études s'intéressant à l'ajout de farine de légumineuse au sein de gâteaux moelleux (Tableau 17). Ces études balayent une gamme de propriétés de pâte et de gâteau assez large aux échelles macroscopique et mésoscopique : densité et viscosité de la pâte, densité et symétrie des gâteaux, propriétés mécaniques et de couleur de la mie. Étant données les bonnes propriétés moussantes des protéines de légumineuse par rapport à celles du blé (Tableau 14), nous avons souhaité conserver une attention particulière sur l'incorporation de l'air au sein du produit en étudiant l'évolution de la densité lors du battage ainsi que la répartition de l'air au sein de

## V. RÉSULTATS

---

la mie par une technique d'analyse d'image par morphologie mathématique. De plus, nous avons caractérisé l'effet de l'ajout de farine de légumineuse sur le niveau d'agrégation protéique par étude de la distribution de taille des protéines par SE-HPLC précédée d'une extraction séquentielle des protéines en fonction de leurs liaisons. Ce faisant nous avons pu mettre côte à côte un ensemble d'informations concernant la structure des cakes aux différentes échelles : macroscopique (densité), mésoscopique (propriétés mécaniques et caractéristiques de structure alvéolaire de la mie) et macromoléculaire (niveau d'agrégation protéique). L'apport de cette approche multi-échelle focalisée sur l'introduction de l'air est innovant dans le champ des études sur l'incorporation de farine de légumineuse. L'ensemble de ces travaux est restitué dans le paragraphe V.1.2.3.2 de l'Article 2 ci-dessous.

Cet article a fait l'objet d'une soumission au journal *Food and Bioprocess Technology* en mars 2019.

# Effect of the order of incorporation of cake ingredients on the formation of batter and the final properties: contribution of the addition of pea flour

A.F. Monnet<sup>1</sup>, M.H. Jeuffroy<sup>2</sup>, C. VILLEMEJANE<sup>1</sup>, C. Michon<sup>1§</sup>

<sup>1</sup>Ingénierie Procédés Aliments, AgroParisTech, Inra, Université Paris-Saclay, Massy, France

<sup>2</sup>UMR Agronomie, Inra, AgroParisTech, Université Paris-Saclay, Thiverval-Grignon, France

<sup>§</sup>Corresponding author: Camille Michon, AgroParisTech, 1 avenue des Olympiades, 91744 Massy Cedex France, camille.michon@agroparistech.fr

## ABSTRACT

To improve the essential amino acid profile of cakes some of the wheat flour can be replaced by pea flour. As the protein composition of pea flour differs from that of wheat, the effect of its incorporation on batter formation and cake properties was monitored throughout the different steps of cake processing. The incorporation of air, which influences the cell structure and density of the cake, was the subject of particular attention. Four orders of incorporation were first investigated to identify their effects on a standard recipe made with 100% wheat flour. Then 20% and 40% of the wheat flour was replaced by pea flour. The presence of pea flour allowed more air to be incorporated into the batter. The resulting cakes were denser but surprisingly softer. This apparent contradiction can be explained by differences in cell structure.

## HIGHLIGHTS

- The incorporation of air was monitored during the different steps of the mixing process
- Late introduction of oil in the process has a defoaming effect
- Early introduction of oil in the process slows down protein hydration kinetics
- The use of pea flour helps introduce air in the batter that is finally less dense
- Cakes with pea flour are denser but softer due to coarser cell structure

## KEYWORDS

Texture, cell structure, process, foamability, physico-chemical, legume flour

### 1.2.1 Introduction

In the search for more sustainable food systems, innovative ideas on how to formulate products of high nutritional quality but with a low environmental impact are multiplying. Livestock supply chains are being targeted for their negative environmental externalities and low protein yield (Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO], 2011; Reijnders & Soret, 2003). Plant proteins are interesting substitutes but their essential amino acid profiles are poorly balanced compared to those of animal proteins and to human needs. Cereal proteins are deficient in lysine while legume proteins are deficient in sulfur amino acids (Young & Pellett, 1994). The idea of combining them in enriched cereal products has been widely promoted, and many authors have investigated the nutritional, structural and sensory impacts involved (Asif, Rooney, Ali, & Riaz, 2013; Noorfarahzilah, Lee, Sharifufin, Mohd Fadzelly, & Hasmadi, 2014). The nutritional interest of legume enriched bread and pasta has been proven through the improvement of the essential amino acid score or the increase in the *in vivo* protein efficiency ratio (Fleming & Sosulski, 1977; Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, et al., 2016; Torres, Frias, Granito, Guerra, et al., 2007). Although requiring a high level of expertise, these products involve simple formulas and processes. It is important to offer a wide range of products to consumers, including more complex formulas such as soft cakes but, up to now, only a few studies have been focused on incorporating legume flour in cakes (De la Hera et al., 2012; Gómez et al., 2012; Gómez, Oliete, Rosell, et al., 2008). Cake are composed of equal proportions of flour and sugar, lower to equal proportions of eggs and fat, plus raising agents, and are usually studied in the form of layer or pound cakes (Wilderjans et al., 2013, 2008). It is possible to form aerated and emulsified batters using different mixing methods: single stage or “all-in” methods, or multistage methods in which the order of incorporating the ingredients may vary (Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al., 2017; Wilderjans et al., 2013). Regardless of the method used, a multiphase structure is obtained composed of a continuous aqueous phase of proteins and dissolved dry ingredients, and three dispersed phases of air, oil, and starch granules (in non-solid fat formulas). Baking sets the structure thanks to the gelatinization of starch and the denaturation of egg and flour proteins, and leads to the formation of a soft aerated crumb surrounded by a brown crust (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017; Donovan, 1977). Replacing some of the wheat flour by legume flour changes the proportions and nature of the starch and proteins. This implies differences in the functional properties of proteins during mixing, and in the thermal transitions of both starch and proteins (Monnet, Laleg, Michon, & Micard, 2018).

The aim of this study was to analyze the effects of the order of incorporation of the ingredients and of the replacement of some of the wheat flour by pea flour on the properties of the batter and of the final cake. A simplified pound cake formula was used to maximize the effects of replacing the flour and of the interactions with the three other main ingredients (eggs, sugar, oil). A multistage mixing method was chosen and several orders of incorporation of the ingredients were studied using 100% wheat batter. Two orders of incorporation were selected to study the influence of replacing 20% and 40% of the wheat flour by pea flour on the incorporation of air during mixing and on the properties of the final cake.

## 1.2.2 Materials and methods

### 1.2.2.1 Materials

For the preliminary experiment wheat flour (45% extraction rate, 9.9% protein, 12.2% moisture, 0.5% ash) was purchased at a local retail outlet (Carrefour, Boulogne Billancourt, France). For the main experiment, wheat flour (55% extraction rate, 9.5% protein, 13.9% moisture, 0.5% ash) was supplied by Grands Moulins de Paris (Ivry-sur-Seine, France) and pea flour (21.4% protein, 9.8% moisture, 2.1% ash) by Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France). Moisture contents were determined by oven drying for 90 minutes at 130 °C (French norm NF V03-707) and ash contents by dry combustion for 90 minutes at 900 °C (French norm NF V03-720). Protein contents were analyzed using the Kjeldahl procedure (AACC 46-12 standard method) with the conversion factors of 5.7 for wheat and 6.25 for pea. All contents are expressed on a wet basis. Other cake ingredients were pasteurized liquid whole eggs (Ovoteam, Locminé, France), white sugar (Saint Louis Sucre, Paris, France), rapeseed oil (Lesieur, Asnieres-sur-Seine, France), baking powder (Dr. Oetker France S.A.S, Schirmeck, France) and commercial grade salt.

### 1.2.2.2 Preparation of the batter and the cake

The recipe was formulated based on seven French domestic cake recipes. It was close to a pound cake formula: 292 g flour, 246 g eggs, 224 g sugar, 218 g fat, 20 g baking powder and 2 g salt for a batch of 1 kg of batter. The melted butter used in the domestic recipes was replaced by rapeseed oil to be more representative of industrial practices (Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al., 2017). In the main experiment, 0%, 20% and 40% of wheat flour was replaced by pea flour.

Different multi-stage mixing processes were tested, all composed of three steps. The nature of the ingredients mixed at every step and variations in the order of the steps are shown in Table 1. A planetary mixer equipped with a vertical whisk was used (Kitchen Aid 5KSM150, St. Joseph, MI, USA).

In the preliminary experiment, four mixing processes were studied (Table 1). Process 1, named “industrial”, corresponded to the mixing order used in the industry for oil-containing batters (Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al., 2017). Flour, sugar and salt were first mixed (step 1). Eggs were added and mixed (step 2), followed by oil (step 3). Process 2 (“industrial reverse”) corresponded to process 1 with an inversion of steps 2 and 3. Process 3 was named “foaming” because it starts by whisking the egg, sugar and salt, commonly used in affiliated formulas such as sponge cake. Flour and oil were added at steps 2 and 3, respectively. Process 4 (“foaming reverse”) corresponded to process 3 with inversion of steps 2 and 3. In an exploratory approach, the speed and duration of each step were adjusted depending on the mixing process in order to optimize air incorporation and/or to prevent the batter splattering. Generally, the eggs were whisked at maximum speed for 3 to 4 min, oil was mixed at intermediate to maximum speed for 2 to 3 min, and flour at low to intermediate speed for 2 min. The total length of the mixing process ranged from 7 to 9 minutes. Batter was prepared once for each mixing process.

In the main experiment, only processes 1 and 2 were studied. All the steps were standardized among the processes (Table 1). The total length of the processes was 8 min. Three batches were made for each combination of mixing process and pea flour content (0, 20 and 40% of total flour), giving a total of 18 batches. After mixing, the batter was left to stand for 20 min before baking. Sixteen aluminum pans (length 98 mm, width 62 mm, depth 33 mm) were greased with oil then filled with 50 g of batter. The cakes were baked at 180°C for 16 min in a forced air convection oven (Bongard, Wolfisheim, France). The cakes were then cooled at room temperature for 35 min, sealed in individual polyethylene bags and stored at room temperature for 24 h to one week before physical measurements. From each batch, three cakes were used for density measurement and cell structure characterization, three cakes were used to measure the mechanical properties, one cake was used for photographs of the top and side, and one cake was used for SE-HPLC characterization.



**TABLE 1**

Durations and speeds of each mixing process.

*In each cell: Ingredients { duration; speed setting }*

	Preliminary experiment				Main experiment	
	Process 1 "industrial"	Process 2 "industrial reverse"	Process 3 "foaming"	Process 4 "foaming reverse"	Process 1 "industrial"	Process 2 "industrial reverse"
Step 1	Flour & Sugar & Salt { 2 min; 2 }	Flour & Sugar & Salt { 2 min; 2 }	Egg & Sugar & Salt { 4 min; 10 }	Egg & Sugar & Salt { 4 min; 10 }	Dry ingredients { 1 min; 2 }	Dry ingredients { 1 min; 2 }
Step 2	Egg { 3 min; 10 }	Oil { 1 min; 6 } + { 1 min; 8 }	Flour { 1 min; 4 } { 1 min; 6 }	Oil { 3 min; 10 }	Egg 10 s gradual increase { 4 min; 10 }	Oil 10 s gradual increase { 2 min; 10 }
Step 3	Oil { 2 min; 6 }	Egg { 1 min; 6 } { 2 min; 10 }	Oil { 1 min; 4 } { 1 min; 6 }	Flour { 1 min; 4 } { 1 min; 6 }	Oil 10 s gradual increase { 2 min; 10 }	Egg 10 s gradual increase { 4 min; 10 }
Total duration	7 min	7 min	8 min	9 min	8 min	8 min

### 1.2.2.3 Properties of the batter

Changes in batter density were monitored in all mixing processes from the time a liquid batter was formed. Mixing was stopped every minute and batter density was measured in a 40 mL container. Density ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ) was calculated from the ratio of the mass of the batter (g) to the volume of the container ( $\text{cm}^3$ ) defined using water ( $1\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ). One replicate was made in the preliminary experiment and three in the main experiment.

In the main experiment, the three samples were then used to measure the consistency. A texture analyzer (TA-XT2i, Stable Micro Systems, Surrey, UK) equipped with a 5 kg load cell was used, using a back extrusion method. The level of the batter inside the container (height 62 mm, diameter 22 mm) was reduced to approximately 50 mm to prevent batter overflowing. A 20 mm diameter aluminum plate was driven 30 mm into the batter at a speed of 0.5 mm/s. The force of resistance to compression of the batter (N) versus the distance in the sample (mm) was measured. Batter consistency was estimated from the average value of force over the constant part of the curve (5-25 mm).

### 1.2.2.4 Cake properties

Cake density was determined after 24 h storage. Immediately after being unwrapped, the cakes were weighed and their volume was measured using a laser-based scanner (VolScan Profiler, Stable Micro Systems, Surrey, UK). Cake density ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ) was calculated from the ratio of their mass (g) to their volume ( $\text{cm}^3$ ). Complementary observation of external appearance was made with top and side photographs taken with a photo booth ScanCube 308 (Altawak, Paris, France).

The cell structure of the crumb was characterized using image analysis by mathematical morphology described in Dewaest, Villemejane, Berland, Neron, et al. (2017). The cakes were cut with a bread knife along their longitudinal axis. Both sides were gently cleaned with a brush to remove loose crumbs from the cell structure and the sample was placed on a flatbed scanner (HP Scanjet G31110, Hewlett-Packard, Palo Alto, CA, USA). A black box was placed on top of the sample and a full color image was acquired at a resolution of 600 dpi. The program for image processing was run using Matlab Software version 7.9.1.705 (The MathWorks, Natick, MA, USA) and the PCA was performed using XLSTAT Software version 18.06 (Addinsoft, Paris, France). In this study, interpretation of the similarity map of the cake crumb structures gave PC1 as the expression of cell fineness, PC2 as the expression of cell wall thickness and D3 (the diagonal in the 2<sup>nd</sup> quartile) as the expression of the degree of openness.

The mechanical properties of the cake were determined after one week of storage using a TAHD plus texture analyzer (Stable Micro Systems, Surrey, UK) equipped with a 750 kg load cell. Immediately after the cake was unwrapped, its crust was cut parallel to the bottom of the cake at a height of 25 mm using a cutting template and a bread knife. Two cylinders of crumb (height 25 mm, diameter 22 mm) were sampled using a cylindrical die-cutter, one in the middle of each half along its transversal axis. Ninety percent uniaxial compression was applied

at 2 mm/s to each sample with a 10 cm diameter aluminum plate. The resulting curves of force (N) versus distance (mm) were converted into stress-versus-strain curves using the sample dimensions. The apparent Young modulus of the aerated crumb ( $E_a$ ), representing crumb stiffness, was calculated as the initial slope of the stress-versus-strain curve. The apparent Young modulus of the cell walls ( $E_c$ ), representing cell wall stiffness, was calculated from the slope of the stress-versus-strain curve at large deformation (end of the compression curve).

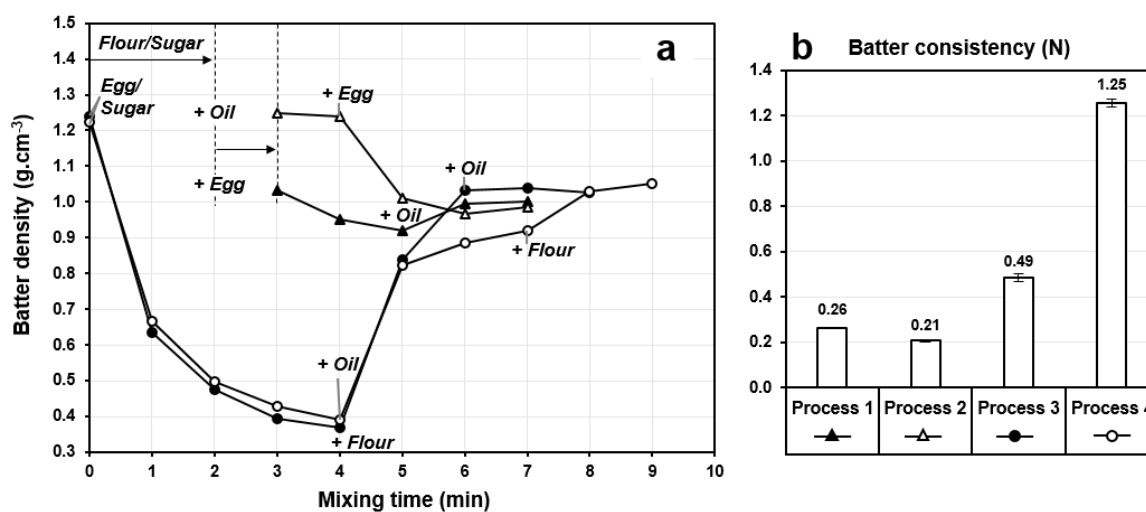
The protein size distribution was determined by grinding and freeze-drying cakes and sequentially extracting proteins with sodium dodecyl sulfate (SDS) and dithioerythritol (DTE) following the protocol detailed in Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al. (2017). Extraction with SDS made it possible to disrupt the electrostatic, hydrophobic and hydrophilic interactions between proteins, and extraction with SDS + DTE followed by sonication made it possible to disrupt disulfide bonds. All protein extracts including a remaining fraction of non-extractible proteins were analyzed by size-exclusion high performance liquid chromatography (SE-HPLC) according to the adapted method of Morel, Dehlon, Autran, Leygue, & Bar-L'Helgouac'h (2000) described by Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al. (2017). For each sample, the peak areas of SDS-soluble, DTE-soluble and non-extractible proteins were calculated and expressed as percentages of the total calculated area of the cakes. Two batches were analyzed for each combination of a mixing process and a given pea flour content.

### 1.2.2.5 Statistical analysis

Analysis of variance (ANOVA) was used to study differences in batter and cake characteristics according to the mixing process and/or pea flour content. Mean values were calculated from the replicates and the mean separations were performed by Tukey's HSD test ( $P < 0.05$ ) using XLSTAT Software Version 18.06 (Addinsoft, Paris, France).

## 1.2.3 Results and discussion

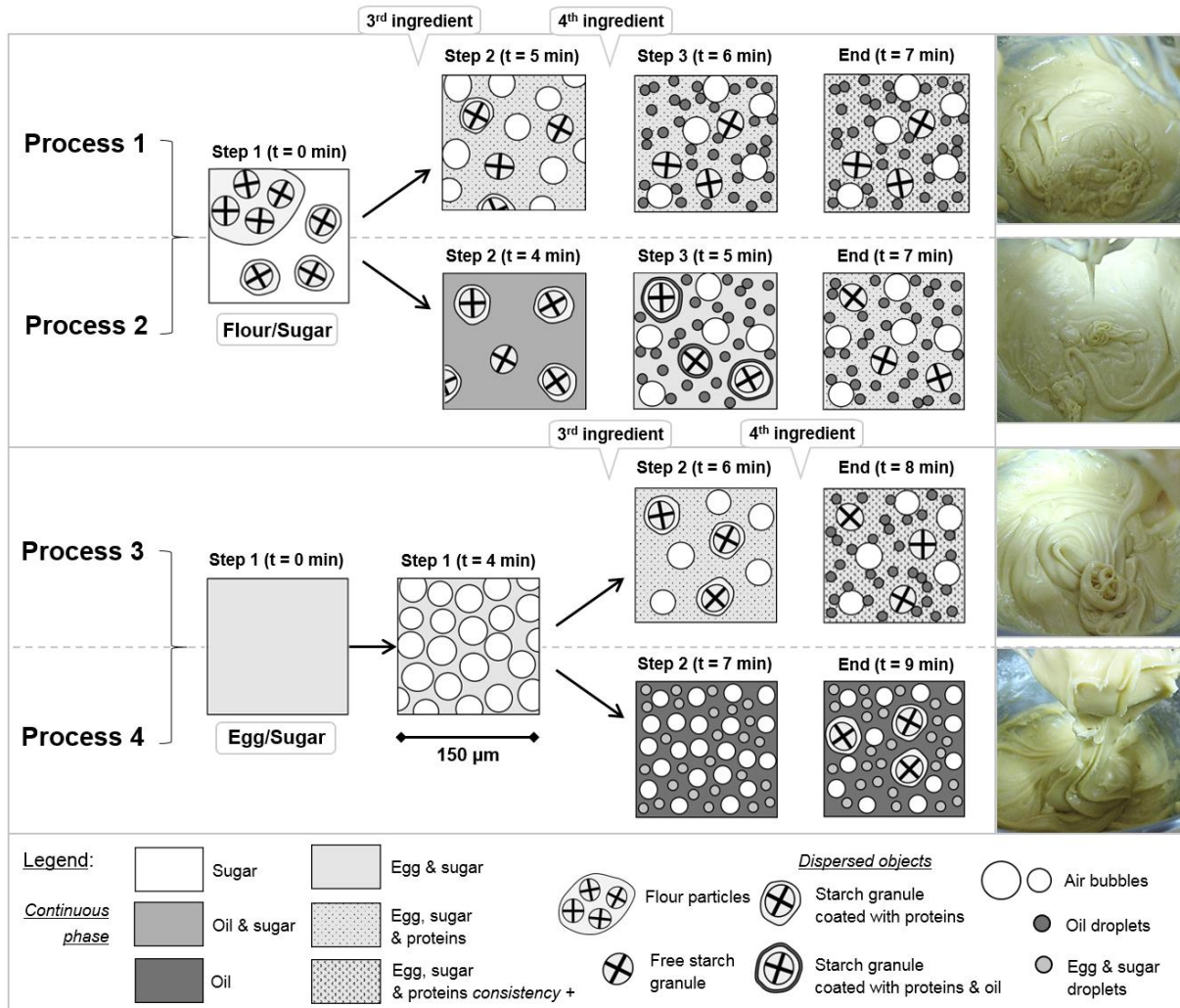
## 1.2.3.1 Impact of mixing process on the introduction of air and the consistency of the batter



**FIGURE 1** Changes in batter density as a function of mixing time (a) and batter consistency (b) in four mixing processes: process 1 (▲), process 2 (△), process 3 (●) and process 4 (○).

Variations in batter density during mixing in the four mixing processes along with final batter consistencies are shown in figure 1. A proposal for induced changes in batter microstructure is given in figure 2 along with photographs of the final batters.

In all mixing processes except process 2, density successively decreased and increased due to the introduction and loss of air, and finally stabilized (figure 1a). The range of variation in batter density was lower in mixing processes 1 and 2 ( $0.9\text{--}1.0\text{ g.cm}^{-3}$  and  $1.0\text{--}1.3\text{ g.cm}^{-3}$  respectively) than in mixing processes 3 and 4 ( $0.4\text{--}1.2\text{ g.cm}^{-3}$ ). Processes 3 and 4 exhibited a marked decrease in density between 0 and 4 min ( $-70\%$ ) corresponding to the incorporation of a large amount of air in the continuous phase of egg and sugar (figure 2). This resulted from the surface-active properties of egg proteins and/or phospholipids that stabilized the bubbles in the foam. However, most of the air was lost between minutes 4 and 5 after the addition of oil or flour (figure 1a) because of the disruption of bubble interfaces leading to bubble coalescence and escape from the batter. During process 3, the disruption was mechanical because flour particles behaved like small “stones” hitting the surface of the bubbles. During process 4, the disruption was due to the antifoaming properties of the oil that seemed to be very efficient between minutes 4 and 5 but then slowed down until minute 7 (figure 1a). In step 3, the density of the batter was not modified by the addition of oil (process 3), and remained around  $1.03\text{ g.cm}^{-3}$  until the end of mixing. The addition of flour particles at this step caused an increase in batter density (process 4), and the batter density finally reached  $1.05\text{ g.cm}^{-3}$ . Adding egg at the beginning of step 2 (process 1) caused a moderate decrease in density ( $-11\%$ ). The presence of flour particles limited the foaming potential compared to step 1 of processes 3 and 4. During step 3, the density of the batter increased ( $+9\%$ ) because of the antifoaming properties of oil. Here again, the effect was limited compared to only in the presence of egg and sugar (step 2 of process 4). Batter density stabilized at  $1.00\text{ g.cm}^{-3}$  at the end of mixing. In process 2, the density of the batter did not vary in step 2 because no air could be kept in the mix of oil, flour and sugar. However this step enabled all flour particles to be covered with oil, thereby slowing down their hydration (figure 2). Adding egg in step 3 rapidly reduced the density ( $-19\%$ ), which stabilized during further mixing to finally reach  $0.99\text{ g.cm}^{-3}$ .



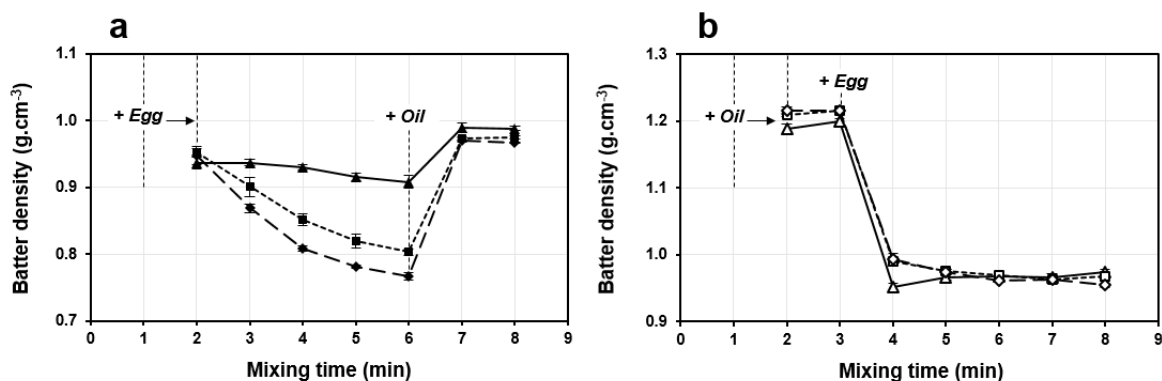
**FIGURE 2** Schematic representation of changes in the structure of batters during mixing in each mixing process and photographs of the batters at the end of the mixing process.

The final consistencies of the batters differed significantly (figure 1b). They ranked as follows: process 2  $\leq$  process 1 < process 3 < process 4 ( $P < 0.05$ ). Even if their macroscopic appearance was rather similar, this result confirmed the existence of differences in their structure. Batters resulting from processes 1 and 2 showed the limited viscous behavior typical of cake making (Wilderjans et al., 2013) (figure 2). Batters resulting from process 2 had the lowest final consistency probably because the contact time between flour and water was reduced (3 min vs. 5 min in process 1) plus hydration of the flour particles was slowed down by the oil coating. Indeed, as soon as flour particles come into contact with water, they start to absorb water and undergo glass transition which increases their ability to fragment under the action of the whisk. Upon fragmentation, the starch granules that are trapped in the protein matrix, are set free (figure 2). The proteins are dispersed, hydrate, and express their functional properties. Wheat proteins, mostly insoluble in water at neutral pH, increase batter consistency (Wilderjans et al., 2013). Thus the longer the contact time between flour and water, the more the particles fragment and the higher the consistency of the batter (figures 1b & 2). Batters from processes 3 and 4 showed higher consistencies than those in processes 1 and 2, although the hydration time of flour was the same or shorter. This could be because sugar had priority access to water which favored its solvation compared to processes 1 and 2 in which it is in competition with flour. Its better solvation could increase the consistency of the continuous phase (Yang & Foegeding, 2010). Consequently batter from process 3 was still liquid but with increased viscosity (figure 1b & 2). As for process 4, the very important consistency of its batter could be due to the formation of a water-in-oil emulsion at maximum speed during step 2, during which some small air bubbles and starch granules would be dispersed (figure 2). The batter behaved like a semi-solid matrix with a visual consistency close to that of mayonnaise (figure 2).

Final batter densities were close ( $1.01 \pm 0.03 \text{ g.cm}^{-3}$ ). However, the kinetics of variation in density differed. Processes 3 and 4 were less energy efficient than processes 1 and 2 because they required a lot of energy to introduce air in step 1 most of which was lost in step 2. That is why we chose to discard processes 3 and 4 and focus only on processes 1 and 2 in the main experiment.

### 1.2.3.2 Impact of the incorporation of pea flour on the properties of the batter and of the final cake

#### 1.2.3.2.1 Impact on the introduction of air and the consistency of the batter



**FIGURE 3** Changes in batter density as a function of the proportion of pea flour to total flour in process 1 (a) and process 2 (b): 0% of pea flour (—▲—, —△—), 20% of pea flour (---■---, ---□---), 40% of pea flour (—◆—, —◇—).

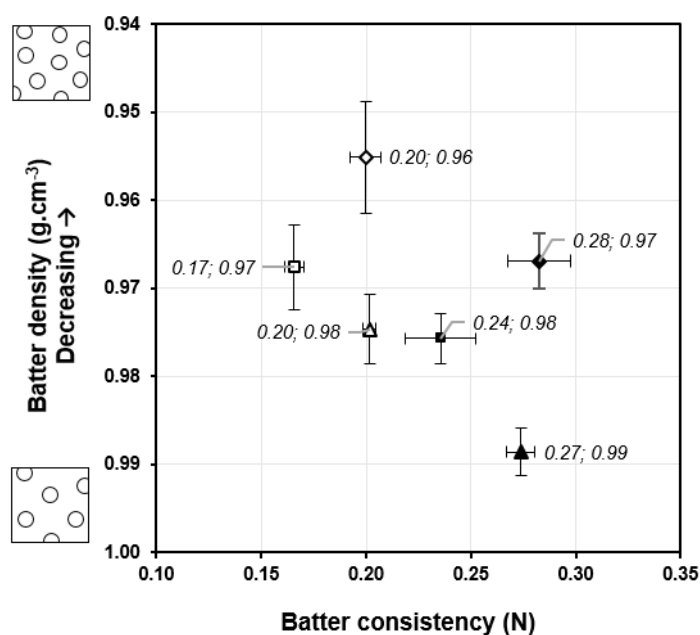
The variation in batter density during mixing in processes 1 and 2 and with three pea flour contents is shown in figure 3. With slightly modified processes and another wheat flour, the patterns of variation in density for batters containing 0% pea flour (solid lines) were similar to those observed in the preliminary experiment (figure 1a).

The introduction of pea flour had a more spectacular effect on process 1 than on process 2 (figures 3a & 3b). During step 2 of process 1 (2-6 min), the higher the proportion of pea flour, the bigger the decrease in density. At the end of step 2, batter density was reduced by 12% and 16% compared to the 0% pea batter, for 20% and 40% of pea flour respectively. The decrease in density was not proportional to the amount of pea flour incorporated. Pea proteins are mostly soluble in water at neutral pH and exhibit better foaming activity and stability than wheat proteins (Boye, Aksay, et al., 2010; Toews & Wang, 2013; J. Wang, Zhao, Yang, & Jiang, 2006). However, the addition of oil in step 3 increased the density and dramatically reduced the gap between the batter densities. Thus the interfaces of air bubbles stabilized by the pea proteins were particularly sensitive to the defoaming action of oil. However, at the end of mixing, the average densities still differed significantly as a function of pea flour content:  $0.99 \text{ g.cm}^{-3}$ ,  $0.98 \text{ g.cm}^{-3}$ , and  $0.97 \text{ g.cm}^{-3}$  for 0%, 20%, and 40% pea, respectively.

In process 2, batter density remained stable during step 2, like in the preliminary experiment (figures 1a & 3b). Density was lower with 0% pea batter ( $1.20 \text{ g.cm}^{-3}$ ) than with 20% and 40% pea batters ( $1.22 \text{ g.cm}^{-3}$ ). Then batter densities first rapidly decreased during step 3 and then stabilized. The decrease in density was larger with 0% pea batter (-21%) than with 20% and 40% pea batters (-19% and -18%, respectively). The contribution of the foaming properties of the pea proteins was less than in process 1. At the end of mixing, the average densities were close but still significantly different:  $0.98 \text{ g.cm}^{-3}$ ,  $0.97 \text{ g.cm}^{-3}$ , and  $0.96 \text{ g.cm}^{-3}$  for 0%, 20%, and 40% pea batters, respectively.

Thus in both processes, the introduction of pea flour caused a slight but significant decrease in batter density (-1% and -2% with respectively, 20% and 40% of pea flour). In layer cakes, Gómez, Oliete, Rosell, et al. (2008) and De la Hera et al. (2012) reported -3% to -10% decreases in batter density with the incorporation of 50% to 100% of chickpea or lentil flour. Figure 4 represents the densities of batters as a function of their consistencies. The densities and consistencies of the batters resulting from process 2 were systematically significantly lower than those of the batters resulting from process 1 with the same amount of additional pea flour. This is consistent with the observations we made in the preliminary experiment with 0% pea batter. Chesterton, Meza, Moggridge, Sadd, & Wilson (2011) showed that an increase in the volume fraction of air in layer cake batters with volume fractions of air ranging from 10% to 50% (i.e. densities ranging from 0.6 g.cm<sup>-3</sup> to 1.1 g.cm<sup>-3</sup> for a density of unaerated batter of 1.2 g.cm<sup>-3</sup>) was associated with an increase in batter viscosity. However, in their result, the batter density increased by at least 0.04 g.cm<sup>-3</sup> while in the present study, between process 2 and process 1, the increase was 0.01 g.cm<sup>-3</sup> for each pea flour content. Thus the effect of density on consistency was minor and the lower consistencies resulting from process 2 were rather due to the limited hydration of flour particles during mixing.

For each process, batter consistency significantly decreased from 0% to 20% of added pea flour and significantly increased from 20% to 40% ( $P < 0.05$ ). The consistencies of 0% and 40% pea batters did not significantly differ. De la Hera et al. (2012) showed that the viscosity of a layer cake batter gradually increased when the proportion of lentil flour was increased to 50% and to 100%. Interestingly, Gómez et al. (2012) observed a decrease in the viscosity of a layer cake batter when the proportion of pea flour was increased from 0% to 25%, followed by a gradual increase when the proportion was increased to 50% and to 100%. The existence of a more complex relationship between legume flour content and batter consistency (e.g. quadratic relationship) suggests the presence of competing effects related to the structure of the dispersed phases (number and size of bubbles and oil droplets) and/or to the structure of the continuous phase (the proteins and starch granules embedded in them).



**FIGURE 4** Batter densities as a function of their consistencies in process 1 (black symbols) and in process 2 (white symbols): 0% of pea flour (▲, △), 20% of pea flour (■, □), 40% of pea flour (◆, ◇). Legends of the points refer to consistency and density.

## 1.2.3.2.2 Impact on the structural and mechanical properties of the cake

Observations about cake structure were made at macroscopic, mesoscopic, and macromolecular scales.

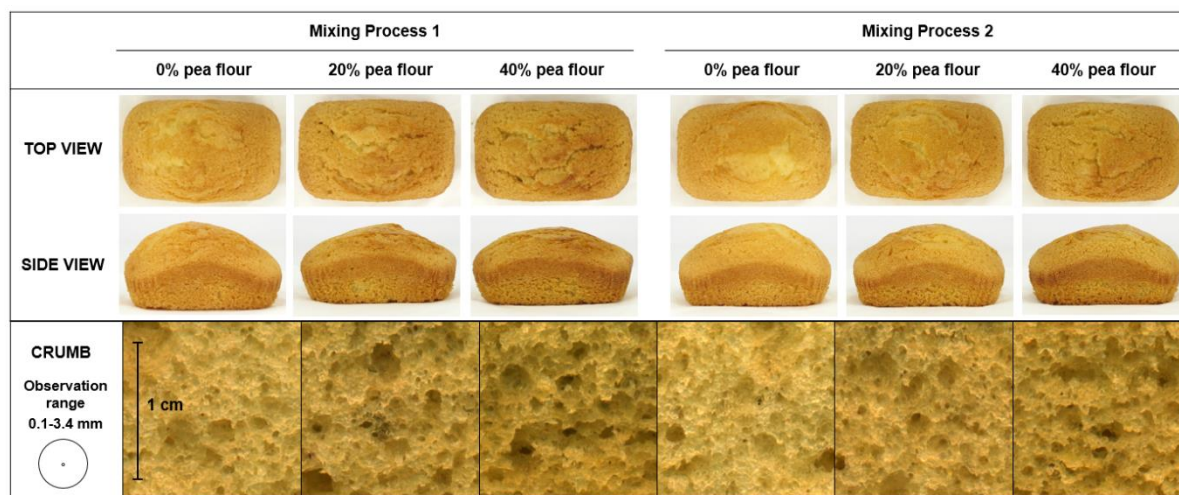
**TABLE 2**  
Structural and mechanical properties of the cake

Mixing process	Proportion of pea flour (% of total flour)	Cake density $\rho_a$ (g.cm <sup>-3</sup> )	Apparent Young modulus $E_a$ Aerated crumb (kPa)	Apparent Young modulus $E_c$ Cell walls (kPa)	$(E_a/[\rho_a^2 * E_c])$ (cm <sup>6</sup> .g <sup>-2</sup> )
Process 1	0	0.30 ± 0.004 b	21.9 ± 4.4 b	1.6.10 <sup>3</sup> ± 0.1.10 <sup>3</sup> ab	0.15 b
	20	0.31 ± 0.006 c	15.4 ± 2.3 a	1.6.10 <sup>3</sup> ± 0.1.10 <sup>3</sup> ab	0.10 a
	40	0.31 ± 0.006 c	16.9 ± 4.7 a	1.8.10 <sup>3</sup> ± 0.2.10 <sup>3</sup> c	0.09 a
Process 2	0	0.29 ± 0.004 a	22.0 ± 5.4 b	1.6.10 <sup>3</sup> ± 0.2.10 <sup>3</sup> ab	0.17 b
	20	0.29 ± 0.003 a	18.7 ± 3.1 ab	1.5.10 <sup>3</sup> ± 0.2.10 <sup>3</sup> a	0.15 b
	40	0.30 ± 0.006 b	17.9 ± 4.6 a	1.7.10 <sup>3</sup> ± 0.2.10 <sup>3</sup> bc	0.12 a

Numbers with different superscript letters in the same column are statistically different ( $P < 0.05$ ).

At macroscopic scale, the density of cakes resulting from process 2 was systematically and significantly lower than that resulting from process 1 with the same amount of pea flour (Table 2). These results are in line with the results obtained on batters. According to Handleman, Conn, & Lyons (1961), batters with lower densities are expected to result in cakes with lower densities. Moreover a lower batter consistency can facilitate cake expansion (Sahi & Alava, 2003), providing that it is high enough to retain air bubbles in the first stages of baking (Gómez, Oliete, García-Álvarez, et al., 2008).

In each process, cake density increased significantly with an increase in the proportion of pea flour (Table 2 & Figure 5). Density increased by 3% when 20% of pea flour was added in process 1 and when 40% of pea flour was added in process 2. Several authors reported the absence of a relationship between batter and cake properties in the case of legume-enriched cakes (De la Hera et al., 2012; Gómez et al., 2012; Gómez, Oliete, Rosell, et al., 2008). This was attributed to the reduced capability of legume enriched batters to retain air bubbles during baking linked to their viscosity and to changes in viscosity during baking, or to the distribution of bubbles in the batter (Ronda et al., 2011). Batter viscosity increases during baking due to starch gelatinization and protein thermostetting that enable the cake structure to set. Pasted starch granules are essential in the process, as they play the role of “bricks” surrounded by “mortar” made of denatured proteins (Donovan, 1977). In legume-enriched cakes, the smaller proportion of starch granules is hypothesized to prevent the formation of a structure capable of retaining air after gelatinization (De la Hera et al., 2012; Gómez et al., 2012). Furthermore, the temperature of gelatinization of legume starches and the denaturation temperature of legume proteins are hypothesized to be higher than their wheat counterparts (Monnet et al., 2018). This would delay setting with respect to expansion, causing the cake to shrink. Photographs of the surface of the cakes revealed the presence of cracks (Figure 5). The depth of the cracks increased with the proportion of pea flour, and were particularly deep in cakes including 20% and 40% of pea flour in process 1 that exhibited the highest densities. The formation of cracks is due to the effect of the expansion pressure against the crust. The crust, formed by drying, ruptures and fresh batter is pushed outside. The pressure inside the cake decreases as the vapor escapes and the cake structure needs to set rapidly to avoid shrinking. When pea flour is incorporated, more particularly in process 1, the setting of the structure is delayed, and the cakes shrink after cracks form. De la Hera et al. (2012), Gómez et al. (2012), and Gómez, Oliete, Rosell, et al. (2008) also reported shrinking of legume-enriched cakes at the end of baking.



**FIGURE 5** Top and side views of the cakes, and close-ups of the crumb to characterize cell structure. The two concentric circles represent the range of observation of image analysis by mathematical morphology.

At mesoscopic scale, the stiffness of the aerated crumb and of the cell walls were analyzed thanks to the measurement of their apparent Young modulus (Table 2). The stiffness of the aerated crumb significantly decreased when 20% or 40% of pea flour was added, in processes 1 and 2, respectively ( $P < 0.05$ ). Cell wall stiffness showed the opposite tendency, i.e. stiffness increased with an increase in pea flour content (significant in cakes with 40% pea flour in process 1). Consequently, the reduction in crumb stiffness in cakes enriched in pea flour cannot be explained by lower densities or cell wall stiffness. Gibson and Ashby (1982) proposed an equation linking the Young moduli of aerated crumb and cell walls ( $E_a$  and  $E_c$ ) to their densities ( $\rho_a$  and  $\rho_c$ ) by a constant  $C$  accounting for the geometry of the cell structure. In the present study this equation was used to deduce the contribution of cake density and cell wall stiffness to crumb stiffness in order to only consider the contribution of the geometry of the cell structure. A ratio was calculated that only depended on the constant  $C$ , given that the density of the cell walls ( $\rho_c$ ) was assumed to be constant in all the formulas. Results indicated the presence of two groups with significantly different ratios ( $P < 0.05$ , Table 2). According to this assumption the cakes with 0% pea flour resulting from process 1 and the cakes with 0-20% pea flour resulting from process 2 would have a similar cell structure, and would differ in structure from cakes with 20-40% pea flour resulting from process 1 and from cakes with 40% pea flour resulting from process 2. Extracts of crumb images in Figure 5 provide insights into these differences. The images were analyzed using the method of Dewaest, Villemejeane, Berland, Néron et al. (2017) and interpreted in terms of cell fineness, cell wall thickness, and the degree of openness of the structure (Table 3). The incorporation of pea flour caused a decrease in cell fineness and in the degree of openness, and a slight increase in cell wall thickness (Figure 5). Dewaest, Villemejeane, Berland, Néron et al. (2017) showed that an increase in cell fineness and in the degree of openness as well as a decrease in cell wall thickness helped reduce crumb stiffness. Consequently, the less stiff crumb of the 20% and 40% pea flour cakes could be explained by the presence of larger cells.

**TABLE 3**  
Parameters of crumb cell structure

Mixing process	Proportion of pea flour (% of total flour)	Cell fineness (PC1 score)	Cell wall thickness (PC2 score)	Degree of openness (D3 score)
Process 1	0	$6.4 \pm 2.3$ b	$8.5 \pm 1.5$ a	$-1.5 \pm 1.1$ d
	20	$-0.9 \pm 1.9$ a	$8.6 \pm 1.1$ a	$-6.7 \pm 0.9$ b
	40	$-2.1 \pm 2.2$ a	$10.0 \pm 1.3$ b	$-8.5 \pm 1.0$ a
Process 2	0	$6.0 \pm 3.4$ b	$7.7 \pm 1.9$ a	$-1.2 \pm 1.6$ d
	20	$-0.1 \pm 1.9$ a	$7.4 \pm 1.0$ a	$-5.3 \pm 1.1$ c
	40	$-2.1 \pm 2.4$ a	$8.2 \pm 1.8$ a	$-7.3 \pm 1.3$ b

Numbers with different superscript letters in the same column are statistically different ( $P < 0.05$ ).



Measuring the protein size distribution using SE-HPLC provided information on the cake structure at macromolecular scale (Table 4). The incorporation of pea flour increased the proportion of proteins linked by weak interactions (SDS-soluble), reflecting the initial composition of pea proteins (Monnet et al., 2018). This increase was offset by a decrease in the proportion of non-extractible proteins rather than in proteins linked by disulfide bonds (DTE-soluble) as might be expected from the initial composition of wheat proteins. Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al. (2017) showed that the aggregation of gluten and egg proteins during baking leads to the formation of DTE-soluble and non-extractible proteins. However, the amount of non-extractible proteins was lower than in gluten-free or egg-free cakes due to limited aggregation caused by steric hindrance. In the present study the presence of pea proteins may have increased steric hindrance thereby reducing the proportion of gluten and egg non-extractible proteins. The concomitant increase in DTE-soluble proteins offset the decrease due to the smaller proportion of gluten proteins in cakes enriched in pea flour. Overall, the incorporation of pea flour caused a reduction in the degree of protein aggregation that contributed to the less efficient stiffening of the structure. There was no effect of the mixing process on protein size distribution, except a tendency for process 1 to exhibit less DTE-soluble and more non-extractible proteins than process 2 (Table 4). This could be explained by the later hydration and functionalization of the proteins that were covered by oil in the flour particles.

**TABLE 4**  
Protein size distribution in cakes

Mixing process	Proportion of pea flour (wt% of total flour)	Percent of proteins by SE-HPLC		
		SDS-soluble (%)	DTE-soluble (%)	Non-extractible (%)
Process 1	0	14.0 ± 0.2 a	69.3 ± 1.1 a	16.7 ± 1.3 b
	20	20.0 ± 2.0 b	67.6 ± 0.0 a	12.5 ± 2.0 ab
	40	25.3 ± 0.8 c	70.2 ± 2.7 a	4.5 ± 3.5 a
Process 2	0	16.4 ± 0.5 a	72.6 ± 2.1 a	11.0 ± 1.7 ab
	20	20.9 ± 0.0 b	72.3 ± 0.0 a	6.8 ± 0.1 ab
	40	25.1 ± 0.1 c	70.2 ± 6.6 a	4.7 ± 6.7 a

Numbers with different superscript letters within the same column are statistically different ( $P < 0.05$ ).

### 1.2.4 Conclusions

Replacing some of the wheat flour with pea flour in a cake domestic formula modifies the structuring of the batter, illustrated by a specific variation in consistency, and leads to a slight increase in the amount of air incorporated. However, the resulting cakes are denser because of shrinking during baking due to their reduced starch content, late starch gelatinization and protein denaturation, and reduced protein aggregation that all contribute to late or less efficient structuring. The structuring is accompanied by the formation of larger cells that make the crumb of cakes with added pea flour softer. Studying the effect of the order of incorporation of ingredients at each step of the mixing process helped understand the contribution of each in terms of air incorporation, and the (de)stabilization of bubbles and droplets. Early incorporation of egg leads to a high rate of air incorporation that is subsequently almost entirely lost due to further incorporation of flour and oil. It is better to postpone it until the end of the mixing process or at least until the flour has been incorporated. For a similar formula, a different order of incorporation can lead to a different cake density and degree of protein aggregation.

### **ACKNOWLEDGMENTS**

The authors thank Margaux Chevaleyre for help with the experiments, and Joëlle Bonicel and Valérie Micard for the measurement of protein size distribution by SE-HPLC.

This work was carried out in the framework of the FLEXIPROCESS project with financial support from the Carnot institute Qualiment. The authors acknowledge the Carnot institute Qualiment, AgroParisTech, and the French Ministry of Higher Education and Research for their financial support of the authors.

## 1.2.5 References

- Asif, M., Rooney, L. W., Ali, R., & Riaz, M. N. (2013). Application and opportunities of pulses in food system: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 53(11), 1168–79. <http://doi.org/10.1080/10408398.2011.574804>
- Boye, J. I., Aksay, S., Roufik, S., Ribéreau, S., Mondor, M., Farnworth, E., & Rajamohamed, S. H. (2010). Comparison of the functional properties of pea, chickpea and lentil protein concentrates processed using ultrafiltration and isoelectric precipitation techniques. *Food Research International*, 43(2), 537–546. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.021>
- Chesterton, A. K. S., Meza, B. E., Moggridge, G. D., Sadd, P. A., & Wilson, D. I. (2011). Rheological characterisation of cake batters generated by planetary mixing: Elastic versus viscous effects. *Journal of Food Engineering*, 105(2), 332–342. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.043>
- De la Hera, E., Ruiz-París, E., Oliete, B., & Gómez, M. (2012). Studies of the quality of cakes made with wheat-lentil composite flours. *LWT - Food Science and Technology*, 49(1), 48–54. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.05.009>
- Dewaest, M., Villemejeane, C., Berland, S., Michon, C., Verel, A., & Morel, M.-H. (2017). Changes in protein size distribution during wheat flour cake processing. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 333–341. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.01.036>
- Dewaest, M., Villemejeane, C., Berland, S., Neron, S., Clement, J., Verel, A., & Michon, C. (2017). Effect of crumb cellular structure characterized by image analysis on cake softness. *Journal of Texture Studies*, 49(3), 328–338. <http://doi.org/10.1111/jtxs.12303>
- Donovan, J. W. (1977). A study of the baking process by differential scanning calorimetry. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(6), 571–578. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740280616>
- FAO. (2011). Feeding the future. In A. McLeod (Ed.), *World Livestock 2011 - Livestock in food security* (pp. 77–97). Rome: FAO.
- Fleming, S. E., & Sosulski, F. W. (1977). Nutritive value of bread fortified with concentrated plant proteins and lysine. *Cereal Chemistry*, 54(6), 1238–1248.
- Gibson, L. J., & Ashby, M. F. (1982). The Mechanics of Three-Dimensional Cellular Materials. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 382(1782), 43–59. <http://doi.org/10.1098/rspa.1982.0088>
- Gómez, M., Doyagüe, M. J., & de la Hera, E. (2012). Addition of pin-milled pea flour and air-classified fractions in layer and sponge cakes. *LWT - Food Science and Technology*, 46(1), 142–147. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.10.014>
- Gómez, M., Oliete, B., García-Álvarez, J., Ronda, F., & Salazar, J. (2008). Characterization of cake batters by ultrasound measurements. *Journal of Food Engineering*, 89(4), 408–413. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.05.024>
- Gómez, M., Oliete, B., Rosell, C. M., Pando, V. V., & Fernández, E. (2008). Studies on cake quality made of wheat-chickpea flour blends. *LWT-Food Science and Technology*, 41(9), 1701–1709. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.11.024>
- Laleg, K., Barron, C., Santé-Lhoutellier, V., Walrand, S., & Micard, V. (2016). Protein enriched pasta: structure and digestibility of its protein network. *Food & Function*, 7(2), 1196–1207. <http://doi.org/10.1039/C5FO01231G>
- Monnet, A.-F., Laleg, K., Michon, C., & Micard, V. (n.d.). Legume-enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties. *Trends in Food Science & Technology*.

- Morel, M.-H., Dehlon, P., Autran, J. C., Leygue, J. P., & Bar-L'Helgouac'h, C. (2000). Effects of temperature, sonication time, and power settings on size distribution and extractability of total wheat flour proteins as determined by size-exclusion high-performance liquid chromatography. *Cereal Chemistry*, *77*(5), 685–691. <https://doi.org/10.1094/CCHEM.2000.77.5.685>
- Noorfarahzilah, M., Lee, J. S., Sharifudin, M. S., Fadzelly, M. A. B., Hasmadi, M. (2014). Applications of composite flour in development of food products. *International Food Research Journal*, *21*(6), 2061–2074.
- Reijnders, L., & Soret, S. (2003). Quantification of the environmental impact of different dietary protein choices. *The American Journal of Clinical Nutrition*, *78*(3), 664S–668S. <https://doi.org/10.1093/ajcn/78.3.664S>
- Ronda, F., Oliete, B., Gómez, M., Caballero, P. a., & Pando, V. (2011). Rheological study of layer cake batters made with soybean protein isolate and different starch sources. *Journal of Food Engineering*, *102*(3), 272–277. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.09.001>
- Sahi, S. S., & Alava, J. M. (2003). Functionality of emulsifiers in sponge cake production. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *83*(14), 1419–1429. <http://doi.org/10.1002/jsfa.1557>
- Toews, R., & Wang, N. (2013). Physicochemical and functional properties of protein concentrates from pulses. *Food Research International*, *52*(2), 445–451. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.12.009>
- Torres, A., Frias, J., Granito, M., Guerra, M., & Vidal-Valverde, C. (2007). Chemical, biological and sensory evaluation of pasta products supplemented with  $\alpha$ -galactoside-free lupin flours. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *87*(1), 74–81. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2673>
- Wang, J., Zhao, M., Yang, X., & Jiang, Y. (2006). Improvement on functional properties of wheat gluten by enzymatic hydrolysis and ultrafiltration. *Journal of Cereal Science*, *44*(1), 93–100. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.04.002>
- Wilderjans, E., Luyts, A., Brijs, K., & Delcour, J. a. (2013). Ingredient functionality in batter type cake making. *Trends in Food Science & Technology*, *30*(1), 6–15. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2013.01.001>
- Wilderjans, E., Pareyt, B., Goesaert, H., Brijs, K., & Delcour, J. A. (2008). The role of gluten in a pound cake system: A model approach based on gluten–starch blends. *Food Chemistry*, *110*(4), 909–915. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.02.079>
- Yang, X., & Foegeding, E. A. (2010). Effects of sucrose on egg white protein and whey protein isolate foams: Factors determining properties of wet and dry foams (cakes). *Food Hydrocolloids*, *24*(2–3), 227–238. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.09.011>
- Young, V. R., & Pellett, P. L. (1994). Plant proteins in relation to human protein and amino acid nutrition. *The American Journal of Clinical Nutrition*, *59*(5), 1203S–1212S

### 1.3 Conclusions

Nous avons vu, grâce à l'**Article 1**, que nos farines de blé et de pois présentaient des granulométries différentes (notamment, la taille des particules de la fraction grossière) et des teneurs en amidon endommagé différentes pour chaque fraction fine et grossière. Ces deux facteurs sont à même d'influencer la structuration de la pâte à gâteau en modulant la vitesse d'hydratation des particules de farine lors du battage. Une fois ces différences mises en évidence, il s'agissait ensuite de vérifier expérimentalement si ces facteurs impactaient la qualité des cakes produits.

Pour cela les résultats de l'**Article 1** nous ont également indiqué qu'il n'était pas possible de faire varier indépendamment la granulométrie et la teneur en amidon endommagé des farines, un rebroyage en conditions simplifiées entraînant la conversion de la fraction grossière en fraction fine sans trop affecter leurs teneurs en amidon endommagé respectives. L'utilisation de farines de granulométrie variable en 2<sup>nd</sup>e transformation, via le mélange en proportions variables de fractions fines et grossières, impliquait donc de jouer sur les deux facteurs à la fois.

Nous avons vu, dans l'**Article 2**, que l'ordre des étapes de mélange lors du battage ainsi que la durée et la vitesse de ces étapes impactaient la cinétique d'incorporation d'air et les propriétés des pâtes à gâteau, suggérant des différences de structuration. Plus particulièrement, une simple inversion des deux dernières étapes de mélange pour les procédés débutant par un « mélange des pulvérulents » menait à des différences de structuration de la pâte et des cakes aux échelles macroscopique (densité et consistance pâte, densité cake) et macromoléculaire (niveau d'agrégation protéique au sein du cake) par l'effet d'une cinétique d'incorporation d'air et d'hydratation de la farine différente. Afin d'identifier les leviers de procédé permettant d'ajuster la qualité des cakes en fonction de variations de qualité des farines subies, il nous a fallu ensuite intégrer ces leviers déjà étudiés dans une étude plus large consistant à envisager tous les facteurs de procédé pouvant impacter la qualité du produit fini. Cela a impliqué d'envisager les facteurs propres à la cuisson.

L'**Article 2** nous a renseignés également sur l'effet de l'introduction de farine de pois à différents taux sur la structure des pâtes et des cakes. Cet effet est multiple et s'observe à toutes les échelles : modification de la densité et de la consistance des pâtes, densification des cakes, élargissement des alvéoles menant à une diminution de la fermeté de la mie, diminution du niveau d'agrégation protéique au sein de la mie. L'ensemble de ces observations concourt à affirmer l'existence d'un phénomène de déstabilisation lors de la cuisson dû à une moindre teneur en amidon, à des températures de gélatinisation de l'amidon et de dénaturation des protéines plus élevées, et à une agrégation protéique limitée dans le cas des pâtes enrichies en farine de pois. Ces paramètres entraîneraient une structuration tardive et moins efficace du cake en cours d'expansion causant un affaissement lors de la cuisson. Ces informations sont cruciales car elles nous renseignent sur les impacts potentiels à corriger dans le cas d'une variation du taux de mélange blé/légumineuse à l'échelle de la farine ou de la formule. Cependant ces résultats reflètent aussi la formule choisie qui était une recette domestique simplifiée. Nous avons choisi par la suite de transposer notre étude à l'utilisation d'une recette industrielle pour plus de réalisme vis-à-vis de l'application (Tableau 11), et également pour les besoins du projet FlexiProcess. Dans ce contexte il restait intéressant d'étudier l'effet de l'incorporation de farine de légumineuse sur une large gamme de taux de substitution, permettant d'inclure le taux optimal de complémentarité des profils en acides aminés indispensables entre protéines de blé et de légumineuse.

Sur la base de ces connaissances, nous avons pu nous investir dans la construction d'un modèle multicritère multi-contraintes permettant de maîtriser la qualité de cakes industriels par l'utilisation de leviers de procédé au niveau du battage et de la cuisson vis-à-vis des variations de taux de mélange et de granulométrie des farines, par une démarche de plan d'expériences. Ces travaux sont présentés dans la deuxième partie des Résultats.

### 2. Mise en place et validation d'un modèle multicritère multi-contraintes de maîtrise de la qualité en fonction de variations de matières premières

Nous cherchons à construire un outil permettant de modéliser et d'optimiser l'effet de plusieurs facteurs (variations de qualité des farines « subies » et variations de leviers de procédé) sur plusieurs paramètres de qualité des cakes. L'outil statistique approprié est désigné sous le terme de **modèle multicritère**, en référence aux multiples paramètres de qualité mesurés, et **multi-contraintes**, en référence aux multiples facteurs de variation. Pour le construire nous avons suivi une démarche de plan d'expériences. Un résumé de la méthodologie employée pour ces démarches, incluant une comparaison avec les caractéristiques des démarches mises en place dans sept études en rapport avec la 2<sup>nde</sup> transformation céréalière, est présenté en Annexe 3.

Dans le domaine de la 2<sup>nde</sup> transformation céréalière, l'utilisation de démarches de plan d'expériences est répandue lorsqu'il s'agit d'étudier l'effet de plusieurs facteurs expérimentaux sur une ou plusieurs réponses mesurées (Tableau 66). Cependant, au moment d'analyser les résultats, la plupart des études privilégient la précision de la modélisation de chaque réponse individuelle, en sélectionnant pour chacune les facteurs de variation à conserver dans le modèle pour obtenir la meilleure prédiction (point 7 et Figure 85 de l'Annexe 3). On parle alors de modèle multi-contraintes. Dans un **modèle multicritère multi-contraintes**, le tri des facteurs de variation à conserver est effectué à partir du classement de leurs effets sur toutes les réponses à la fois. Ainsi, chaque réponse est modélisée à partir d'une sélection commune de facteurs. Cette approche nuit à la précision de prédiction individuelle de chaque réponse, mais permet une meilleure prédiction et optimisation de l'ensemble des réponses. Lorsque l'on cherche à optimiser l'ensemble des paramètres de qualité d'un produit, c'est un atout.

À l'origine de la démarche les paramètres représentatifs de la **qualité** des cakes ont dû être sélectionnés. Un gâteau moelleux est caractérisé par une mie souple et poreuse, comportant un alvéolage fin et régulier, de couleur claire et entourée d'une fine croûte sèche et dorée. La notion de texture, en l'occurrence le « moelleux », est fondamentale à prendre en compte pour ce type de produit. C'est une notion sensorielle multidimensionnelle qui prend en compte les propriétés mécaniques (ex : la fermeté de la mie), structurales (ex : le nombre et la taille des alvéoles) et physico-chimiques (ex : l'humidité de la mie) du produit. Ces propriétés peuvent être évaluées instrumentalement ou sensoriellement. Nous avons choisi de représenter la qualité des cakes par un ensemble de propriétés physiques de façon à pouvoir réaliser un nombre d'essais important. Il s'agissait des propriétés suivantes :

- **Morphologie du cake à l'échelle macroscopique** : masse volumique, symétrie.
- **Propriétés mécaniques de la mie** : fermeté de la mie aérée.
- **Structure de la mie** : finesse des alvéoles, épaisseur des parois alvéolaires.
- **Aspect de la mie** : clarté de la mie.

Les **facteurs de variation étudiés** ont dû ensuite être sélectionnés. Les facteurs représentant les **variations de qualité des farines « subies »**, c'est-à-dire le taux de mélange blé/pois et la granulométrie des deux farines exprimée par le pourcentage de fraction fine dans l'ensemble de la farine ont été inclus d'office. La prise en compte de ces facteurs dans le modèle multicritère multi-contraintes a permis de modéliser leur effet sur les paramètres de qualité des cakes. Comme précisé en paragraphe V.1.2 et dans l'État de l'art, les études concernant l'effet de l'introduction de farine de légumineuse et de la variation de granulométrie des farines sur les propriétés de gâteaux moelleux ne sont pas nombreuses (Tableau 17 et Tableau 18). Cette étude sur recette industrielle nous a permis d'apporter des connaissances complémentaires de celles acquises sur recette domestique (V.1.2). Par rapport à la recette domestique, la recette industrielle comporte de l'eau, du glycérol, du sirop de glucose et de l'émulsifiant (Figure 62). Son procédé de fabrication habituel est de type « mélange des pulvérulents » (Figure 63) : il est constitué d'un mélange des poudres (farine, sucre, poudres levantes, sel, émulsifiant) suivi par l'ajout des liquides (œufs, eau, glycérol, sirop de glucose) et enfin l'ajout d'huile.

## V. RÉSULTATS

---

Concernant le choix des **leviers de procédé**, nous avons d'abord établi une liste exhaustive des facteurs pouvant impacter les propriétés du produit. Nous en avons obtenu sept, ce qui ajouté aux trois facteurs de qualité des farines faisait un total de dix. Afin de sélectionner lesquels introduire dans le plan d'expériences, nous avons réalisé une phase de **tests préliminaires** pour déterminer rapidement ceux qui avaient le plus d'impact sur les propriétés mesurées. Pour cela nous avons réalisé des tests faisant varier un seul facteur à la fois sur minimum trois niveaux, sans répétition. À la différence des plans de criblage habituellement utilisés pour sélectionner les facteurs les plus influents, cette démarche a permis de détecter des tendances de variation quadratiques grâce à la présence de trois points de mesure (point 3 de l'Annexe 3). À ce stade un nombre important de réponses a été considéré (sept réponses, incluant des propriétés de pâte). L'ensemble des résultats des tests préliminaires (70 graphiques représentant l'effet des dix facteurs de variation sur les sept réponses mesurées) est présenté sous la forme de planches en Annexe 3. Ces travaux sont restitués de façon synthétique dans le paragraphe V.2.1.3.1 de l'Article 3.

À l'issue des tests préliminaires quatre des sept facteurs de procédé ont été sélectionnés, pour un total de sept facteurs avec ceux de qualité des farines. Ces facteurs sont les suivants :

- **Qualité des farines** : taux de mélange blé/pois, pourcentage de fraction fine dans la farine de blé, pourcentage de fraction fine dans la farine de pois.
- **Leviers de procédé** : vitesse de mélange des liquides, vitesse de mélange de l'huile, durée de mélange de l'huile, température de cuisson à barème équivalent.

Le **design** du plan d'expériences a ensuite été réalisé. Étant donné que des tendances de variation quadratiques avaient été identifiées, un plan pour surface de réponse a été choisi impliquant l'utilisation d'un modèle polynomial du second degré (point 5 de l'Annexe 3). Un **plan de type optimal** a été choisi afin de réduire le nombre d'essais relativement important imposé par le nombre de facteurs, et de prendre en compte une contrainte supplémentaire concernant l'ordre des essais. Cette contrainte concernait la nécessité de tenir compte de l'effet du jour de fabrication pour chaque essai, sachant que huit essais avaient lieu par jour. Un facteur de « blocking » a été utilisé pour randomiser les essais par bloc de huit afin de pouvoir mesurer cet effet. Les **niveaux de variation des facteurs** ont été définis. Chaque facteur variait entre trois niveaux dont les deux extrêmes ont été choisis pour couvrir la gamme la plus large possible et/ou respecter un point central réaliste vis-à-vis de la problématique. Pour la plupart des facteurs de procédé le point central correspondait au réglage habituel du procédé industriel. Les durées de cuisson aux trois températures de 160, 180 et 200°C ont été ajustées pour obtenir des cakes d'aw équivalente quel que soit le barème utilisé. Les calculs correspondants sont présentés dans le paragraphe IV.2.2.3 de la partie Matériel et Méthodes. Le point central du facteur de taux de mélange blé/pois correspondait au taux optimal pour la complémentarité des profils en acides aminés indispensables. Les pourcentages de fraction fine dans les farines étaient variés entre 0 et 100%.

L'**analyse** des résultats du plan d'expériences a ensuite été exécutée (point 7 de l'Annexe 3). Un modèle multicritère multi-contraintes a été choisi en effectuant le tri des facteurs les plus influents (de leurs interactions, et de leur effet quadratique) sur la liste de leurs effets sur toutes les réponses à la fois. Les six réponses mesurées choisies ont été prises en compte dans le modèle. Un modèle individuel pour chaque réponse a été établi à partir de la valeur et de la significativité des coefficients associés à chaque effet pour cette réponse. La qualité de chaque modèle individuel a pu être évaluée. Ces résultats sont restitués dans le paragraphe V.2.1.3.2 de l'Article 3.

La **capacité de prévision** du modèle multicritère multi-contraintes a finalement été vérifiée grâce à la réalisation de tests de validation. Ces tests consistaient à comparer les valeurs de propriétés prédites par le modèle pour deux essais appartenant au domaine d'étude mais ne faisant pas partie des essais réalisés lors du plan d'expériences aux valeurs de propriétés effectivement mesurées pour ces essais. Les résultats de ces tests sont présentés dans le paragraphe V.2.1.3.3 de l'Article 3.

L'Article 3 présenté dans la partie V.2.1 « Conception du modèle multicritère multi-contraintes » a fait l'objet d'une soumission au journal *Food and Bioprocess Technology* en juin 2018 et a été accepté en décembre 2018.

## 2. MISE EN PLACE D'UN MODÈLE MULTICRITÈRE MULTI-CONSTRAINTES [...]

Une fois le modèle validé, celui-ci a été utilisé dans le cadre de deux scénarii d'optimisation des propriétés des cakes suite à des variations « subies » de qualité des farines. La Figure 64 schématise les deux scénarii.

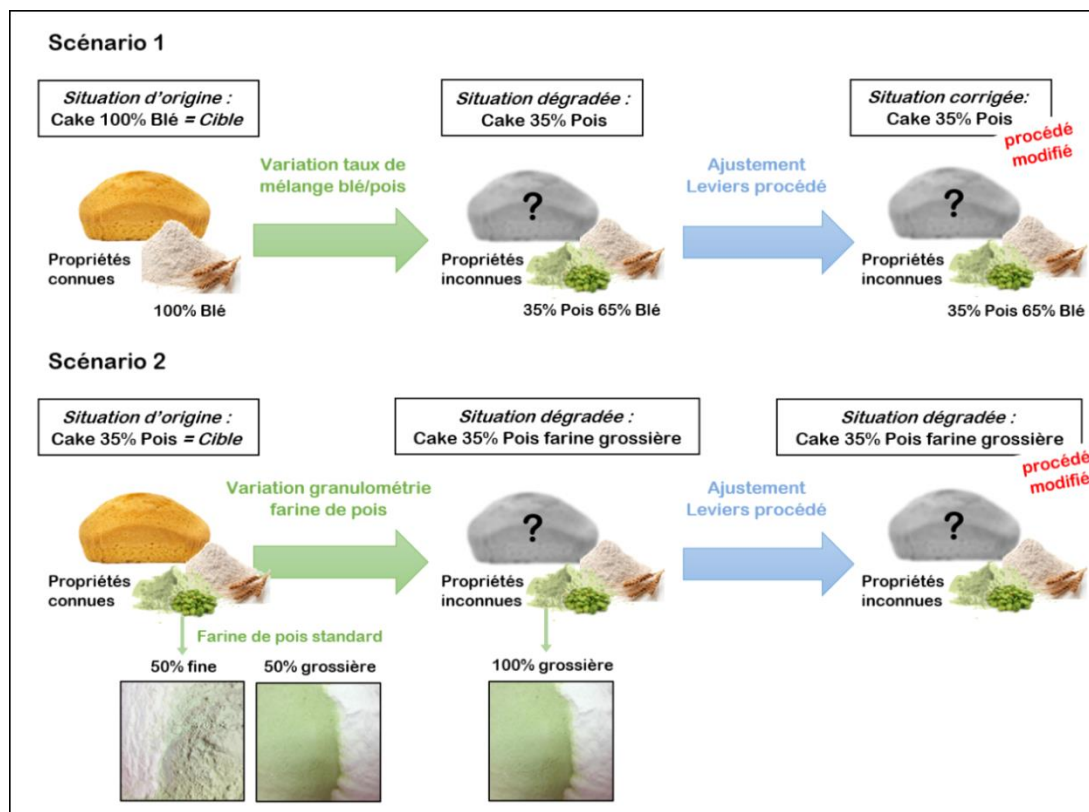


Figure 64 – Schémas des deux scénarii d'utilisation du modèle multicritère multi-contraintes pour la correction des propriétés des cakes

Le premier scénario consistait en une variation du taux de mélange blé/pois de 0% de farine de pois (100% blé) à 35% de farine de pois. Les propriétés des cakes 100% blé ont été mesurées. Le modèle multicritère multi-contraintes a été utilisé pour prédire les ajustements des facteurs de procédé à effectuer pour corriger les propriétés du cake « dégradé » et les rapprocher au plus près de celles de la cible d'origine 100% blé. Ceci a été permis par l'utilisation d'une fonction de désirabilité (point 9 de l'Annexe 3). Dans le deuxième scénario le cake cible était un cake 35% pois de granulométrie standard (50% de fraction fine et 50% de fraction grossière pour les deux farines) similaire au cake « dégradé » du scénario 1. La dégradation consistait en une variation de la granulométrie de la farine de pois qui devenait 100% grossière. De la même façon la fonction de désirabilité a permis de prédire les ajustements des facteurs de procédé à effectuer pour se rapprocher au maximum des propriétés de la cible qui avaient été préalablement mesurées. L'évolution des propriétés entre les produits cible, dégradés et corrigés pour les deux scénarii, permettant de juger de l'efficacité de correction du modèle au niveau instrumental, est présentée dans le paragraphe V.2.2.3.2 de l'Article 4.

Nous avons ensuite souhaité évaluer l'efficacité de correction du modèle du point de vue sensoriel. Un espace produit a été constitué à partir d'une sélection de produits représentatifs de la diversité générée par le plan d'expériences, pour former une base d'analyse. La procédure de sélection des produits par classification ascendante hiérarchique est présentée dans le paragraphe V.2.2.3.1 de l'Article 4. Ces produits ont été évalués par le panel de la même façon que les produits cible, dégradés et corrigés, par la méthode QDA (*Quantitative Descriptive Analysis*). Ceci a permis d'observer si les différences mesurées instrumentalement étaient perceptibles sensoriellement, et sur quelles dimensions sensorielles. Ces résultats sont présentés dans le paragraphe V.2.2.3.3 de l'Article 4.

L'Article 4 présenté dans la partie V.2.2 « Étude de l'efficacité de correction de l'outil du point de vue instrumental et sensoriel » est à soumettre dans le *Journal of Food Engineering*.



## 2.1 Conception du modèle multicritère multi-contraintes (Article 3)

Référence : Monnet, A.-F., Michon, C., Jeuffroy, M.-H., & Blumenthal, D. (2019). Taking into Account Upstream Variability of Flours with Processing Variables in Legume-Enriched Soft Cakes: Conception of a Multiobjective Model for the Monitoring of Physical Properties. *Food and Bioprocess Technology*, 1–11.

<http://doi.org/10.1007/s11947-018-2230-2>

# Taking into account upstream variability of flours with processing variables in legume-enriched soft cakes: conception of a multiobjective model for the monitoring of physical properties

A.F. Monnet <sup>a</sup>, C. Michon <sup>a,\*</sup>, M.H. Jeuffroy <sup>b</sup>, D. Blumenthal <sup>a</sup>

<sup>a</sup> UMR Ingénierie Procédés Aliments, AgroParisTech, Inra, Université Paris-Saclay, Massy, France

<sup>b</sup> UMR Agronomie, Inra, AgroParisTech, Université Paris-Saclay, Thiverval-Grignon, France

\* Corresponding author: Camille Michon, AgroParisTech, 1 avenue des Olympiades, 91744 Massy Cedex France, [camille.michon@agroparistech.fr](mailto:camille.michon@agroparistech.fr), ORCID 0000-0001-9766-4935

## ABSTRACT

The use of composite wheat-pea flours is of nutritional interest because their essential amino acid profile is closer to human needs than that of wheat alone. However, composite flours might be more variable than wheat flour alone, so manufacturers need to be able to monitor the quality of the cakes. The effects of the quality of the raw material and cake manufacturing process variables on cake density and shape and crumb color, texture and cell structure were studied. An experimental design with 7 flour quality and processing variables was implemented (56 trials). A multiobjective model was built and its prediction capacity was validated. It is able to compensate for variations in flour quality by adjusting the levels of the processing variables.

## KEYWORDS

Composite flour, pea, cake quality, reverse engineering, surface response methodology, optimal design

### 2.1.1 Introduction

The wheat supply chain is organized for the regular production of grain, flour and end products of high quality, leading to a very large commodity market. However, wheat still depends on high levels of synthetic inputs. Agricultural research has demonstrated the benefits of intercropping cereals with legume species to reduce the quantity of such inputs (Nemecek et al., 2008). Mixing wheat and legume flours in foods also improves protein quality by balancing the essential amino acid profiles (Farooq & Boye, 2011; Young & Pellett, 1994). The formulation of legume-enriched cereal products is one possible way to promote the development of more sustainable food chains including production and processing steps that are the same for the legume and cereal grains. This would enable the production of composite flour, i.e. a mix of flours milled either together or separately. This would require being able to handle more variable grain quality (the proportions of both grains in a mix, the mechanical properties of the grain resulting from the growing conditions) and the quality of the resulting composite flour (composition and particle size) by introducing more flexibility in the processing steps (De Vries et al., 2017). Many studies have shown that including legume flour in cereal foods modifies their properties (color, texture, structure, and sensory acceptability) (Monnet et al. under review since february 2018; Noorfarahzilah et al. 2014).

To provide products of constant satisfactory quality it is thus necessary to provide the secondary processing industry with tools to adjust processing variables as a function of flour quality and of the properties of the desired end product (Farooq & Boye, 2011). Such an approach, sometimes referred as “reverse engineering” or “quality driven design”, can be achieved through process modelling and optimization using response surface methodology (De Vries et al., 2017; Esveld, Boom, Van Straten, & Van Boxtel, 2008; Noorfarahzilah et al., 2014). According to Esveld et al. (2008), the longtime expertise of the bakery industry is mostly rooted in empirical knowledge that may be lost if not carefully saved, and what is more, this empirical knowledge has not been extensively translated into numerical models. Nevertheless, a few studies aimed at optimizing bread or cake processing with response surface methodology can be found. Such studies use central composite designs (Ferrari, Alamprese, Mariotti, Lucisano, & Rossi, 2013; Sanchez, Osella, & De La Torre, 2004) or Box-Behnken designs (Tan, Chin, & Yusof, 2012; Turabi, Sumnu, & Sahin, 2008) to model the effect of several processing and/or formula variables on each quality parameter of the product, i.e. the “responses”. One model per response is generally proposed, followed by single or multiple optimization of the responses using contour plots or desirability functions. In a study on the optimization of wine filtration, Gergely, Bekassy-Molnar & Vatai (2003) argued that technological optimization tasks are always multiobjective problems. An integrated multiobjective optimization approach consists in taking all the responses into account simultaneously in the selection of the most significant effects. This gives rise to a “multiobjective model” that is the aggregate of the models of all responses with the same list of effects. Using a desirability function, this approach makes it possible to obtain the best solution, i.e. a trade-off between all responses even if they are of different dimensions, orders of magnitude or importance (Gergely, Bekassy-Molnar, & Vatai, 2003). Multiobjective models that make it possible to predict the best settings of the processing variables to reach the target properties of a given product are very valuable tools for industry, and also hold great promise for the future of food process design (Asselman, van Straten, Boom, Esveld, & van Boxtel, 2007).

In the study of cakes, a set of physical variables can be defined as quality criteria relevant to the consumers. Soft cakes are chemically leavened products characterized by an aerated crumb whose textural attributes (expressed as softness or freshness) are crucial to the definition of quality, as is the specific appearance of the crumb and the flavor attributes (Heenan, Dufour, Hamid, Harvey, & Delahunty, 2010). Texture is a multidimensional sensorial property that results from the expression of the structural and mechanical properties of the product (Szczeniak, 2002). Consequently, soft cakes can be defined as solid foams of variable density, symmetry and cellular structure, with a crumb varying in stiffness and color.

The aim of this study was to design a tool to optimize the quality of soft cakes enriched with pea flour as a function of upstream -uncontrolled but measurable- flour quality variables using controlled processing variables. After screening the processing variables in preliminary tests, an I-optimal experimental design was set up with seven independent variables (three concerning flour quality and four concerning processing) and six response

variables (cake density, cake symmetry index, crumb stiffness, cell fineness, cell wall thickness, and crumb lightness). A multiobjective model was designed and its prediction capacity was checked in validation trials.

## 2.1.2 Materials and methods

### 2.1.2.1 Materials

Wheat flour (55% extraction rate, 9.5% protein, 13.9% moisture, 0.5% ash) was supplied by Grands Moulins de Paris (Ivry-sur-Seine, France) and pea flour (21.4% protein, 9.8% moisture, 2.1% ash) was supplied by Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France). Moisture contents were determined by oven drying for 90 minutes at 130°C (French standard NF V03-707) and ash contents by dry combustion for 90 minutes at 900°C (French standard NF V03-720). Protein contents were analyzed using the Kjeldahl procedure (AACC 46-12 standard method) with the most usual conversion factors of 5.7 for wheat flours and 6.25 for legume flours. All contents are expressed on a wet basis. Other cake ingredients were pasteurized liquid whole eggs (Ovoteam, Locminé, France), rapeseed oil (Lesieur, Asnières-sur-Seine, France), white sugar (Saint Louis Sucre, Paris, France), glucose syrup (Louis François, Croissy-Beaubourg, France), glycerol (Louis François, Croissy-Beaubourg, France), Spongolit® 542 emulsifier (BASF France S.A.S, Levallois-Perret, France) composed of lactic and acetic esters of mono- and diglycerides of fatty acids, baking powder (Dr. Oetker France S.A.S, Schirmeck, France), and commercial grade salt. In the preliminary tests, vital wheat gluten from Roquette Frères (Lestrem, France) was used to produce 100% wheat reference formulas (0 wt% of pea flour of the total mass of flour) with an equal amount of proteins to formulas containing 29 wt% of pea flour of the total mass of flour.

### 2.1.2.2 Preparation of flour fractions

Particle size distribution of wheat and pea flours was determined by laser diffraction using a Mastersizer 2000 equipped with the Scirocco 2000 dry dispersion unit (Malvern Instruments, Worcestershire, UK). Both flours had a bimodal particle size distribution composed of a “fine” fraction (23 µm mean particle size for both flours) and a “coarse” fraction (91 µm and 182 µm mean particle sizes for wheat and pea flours, respectively). Six-hundred grams of flour were weighed and sieved with an Analysette 3 SPARTAN vibratory sieve shaker (FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, Germany) equipped with three sieves of 63 µm, 80 µm and 125 µm stacked in decreasing size order. The flour was separated for 90 min at an amplitude setting of 2.5 mm. Fractions above 63 µm formed the “coarse fraction”, while fraction below 63 µm formed the “fine fraction”.

### 2.1.2.3 Batter and cake preparation

The cake formula was an industrial formula taken from Dewaest et al. (2017a). It was composed of 350 g flour, 135 g eggs, 125 g sugar, 118 g glucose syrup, 110 g water, 62 g glycerin, 17 g emulsifier, 12 g baking powder, and 2 g salt for a total batch of 1 011 g of batter. In the preliminary tests, 17 g of wheat gluten was added to the 100% wheat reference formula.

The day before the experiment, a liquid mix was prepared for every batter batch by weighing glucose syrup, glycerin and water in a bowl and stirring the mix with a whisk until complete dissolution. Eggs were added. The resulting “liquid mix” was stored at 4°C for 24 h in a bowl covered with aluminum foil. The batter was prepared following a three stage mixing procedure in a planetary mixer equipped with a vertical whisk (Kitchen Aid 5KSM150, St. Joseph, MI, USA). The reference procedure for preparation of the batter for both preliminary tests and the experiments was as follows. First the dry ingredients (flour, sugar, emulsifier, baking powder, salt) were homogenized at speed 1 for 1 min. The liquid mix was added and mixed at speed 1 for 30 sec and at speed 4 for 1 min 30 sec. The oil was added and mixed at speed 1 for 1 min during which the batter was continuously scraped down towards the center with a rubber scraper for better homogenization.

After mixing, the batter was left to stand for 30 min before baking. During the waiting period, the consistency of the batter was measured and the batter was transferred into previously coded disposable aluminum pans (length 98 mm, width 62 mm, height 33 mm). The pans were oil coated, filled with 50 g of batter each and placed on the baking rack in a specific spatial design to ensure a zone of good heat homogeneity. The oven was a forced air convective type specially designed by the constructor (Bongard, Wolfisheim, France) for experimental purposes. The reference baking temperature and time was 180 °C for 13 to 14 min for the preliminary tests and for 18 min for the experimental plan. After baking, cakes were cooled at room temperature for 45 min and then sealed in

individual polyethylene bags in their pans using a thermosealing machine (C 200, Multivac, Wolfertschwenden, Germany). They were stored at room temperature for at least one week before physical measurements.

#### 2.1.2.4 Preliminary tests

Preliminary tests were performed to select the most influential independent variables. Six processing variables that could affect the quality parameters of the cakes were listed: order of the mixing stages (dry ingredients-liquid mix-oil or dry ingredients-oil-liquid mix), liquid mix and oil mixing speeds and times and baking temperature with adjusted times. In order to check for the presence of quadratic trend effects and to screen the ranges of variation of the factors, a 'one-variable-at-a-time' technique was used (Baş & Boyacı, 2007). Starting from the reference batter and cake preparation procedure, the level of each factor was varied one after the other within the widest possible range while keeping all the other factors constant at the reference level. Each factor was varied at three levels to detect quadratic trend effects, except for the proportion of pea flour that was varied at five levels for a more precise representation. One batter and cake preparation procedure was carried out for each combination. The reference batter and cake preparation procedure was carried out five times across the preliminary tests: three times with a baking time of 13 min and twice with 14 min, respectively. Measured responses in the preliminary tests included: batter density, batter consistency, cake density, two variables related to cake mechanical properties (crumb stiffness and cell wall stiffness), and two variables related to cake cellular structure (cell fineness and cell wall thickness). No interaction effect was tested except for oil mixing time, which was tested with two different levels of oil mixing speed (speed 1 corresponding to the reference procedure, and speed 10) because an interaction was expected to occur. Three variables were also tested for flour quality: the proportion of pea flour in the total mass of flour, pea flour particle size, and wheat flour particle size (expressed as the proportion of fine fraction to the total mass of flour in both cases). A total of 34 trials were performed.

#### 2.1.2.5 Methodology of experimental design

The preliminary tests led to the selection of four processing variables and to the identification of quadratic trend effects, meaning that a second order model equation was required. In order to check and to counterbalance the effect of the day of preparation on the response variables, a blocking factor was included in the analysis. This led to the choice of an optimal design with seven independent variables at three coded levels (-1, 0, +1). The chosen model was a second order polynomial model with all linear, quadratic and 2<sup>nd</sup> order interaction effects. Four repetitions were performed at the center of the domain to estimate experimental error. The total number of trials for these conditions was 56, split into seven blocks. The order of the trials within the blocks was fully randomized.

The levels for the seven independent variables are listed in Table 1. Like the processing variables, they were chosen to explore the wider range of variation for each factor while being centered on the level of the reference batter and cake preparation procedures used by industry. All speed settings were converted into rpm in the experimental design (Table 1). Baking trials were performed in order to identify the baking times that would enable to reach a constant water activity of 0.75 (standard target for good conservation) at all baking temperatures. As for flour quality variables, levels of 0 and 100% were chosen for the proportion of fine fraction in the total mass of flour for both flours. The proportion of pea flour in the total mass of flour was varied between 10 and 60 % to obtain an intermediate level, 35%, that corresponded to the best estimated balance in the essential amino acid profiles.

Response variables for the experimental design are listed in Table 1. Batter properties and cell wall stiffness were not included in the analysis because they were not considered as direct quality criteria for consumers. However, the measurement of crumb color was added to the physical measurements and crumb lightness was selected as the most significant variable to include in the multiobjective model.

**TABLE 1** Variables and levels used in I-Optimal design

Variable	Level			
	Low (-1)	Medium (0)	High (+1)	
<i>Independent variables (X)</i>				
<i>Flour variables, uncontrolled in real conditions</i>	Proportion of pea flour, $X_P$ (wt% of total flour)	10	35	60
	Proportion of pea fine fraction, $X_{PF}$ (wt% of pea flour)	0	50	100
	Proportion of wheat fine fraction, $X_{WF}$ (wt% of wheat flour)	0	50	100
<i>Process variables, controlled in real conditions</i>	Liquid mixing speed, $X_{LS}$ (Kitchen Aid setting; rpm)	1; 104	4; 171	8; 266
	Oil mixing speed, $X_{OS}$ (Kitchen Aid setting; rpm)	1; 104	6; 218	10; 342
	Oil mixing time, $X_{OT}$ (min)	1	3	5
	Baking program, $X_B$ (°C; min)	160°C; 22.5 min	180°C; 18 min	200°C; 15.0 min
<i>Dependent variables (Y)</i>				
	Cake density, $Y_1$ (g.cm <sup>-3</sup> )			
	Cake symmetry index, $Y_2$			
	Crumb stiffness, $Y_3$ (kPa)			
	Cell fineness, $Y_4$ (PC1 score)			
	Thickness of cell walls, $Y_5$ (PC2 score)			
	Crumb lightness, $Y_6$ (L)			

#### 2.1.2.6 Batter properties

Batter density was measured just after the end of mixing using a 40 mL container. Density (g.cm<sup>-3</sup>) was calculated from the ratio of the mass of the batter (g) to the volume of the container (cm<sup>3</sup>) defined using water (1 g.cm<sup>-3</sup>). The measurement was performed in triplicate.

The consistency of the final batters was measured on the same three samples used for the measurement of density. A texture analyzer (TA-XT2i, Stable Micro Systems, Surrey, UK) equipped with a 5 kg load cell was used, following a back extrusion method. The level of batter inside the container (height 62 mm, diameter 22 mm) was reduced to approximately 50 mm with a spatula to prevent batter overflow. A 20 mm diameter aluminum plate was driven 30 mm into the batter at a speed of 0.5 mm/s (pre-test speed 1 mm/s, trigger force 0.01 N). The force of resistance to compression of the batter (N) was followed versus the distance in the sample (mm). Batter consistency was estimated from the average value of force over the constant part of the curve (5-25 mm).

#### 2.1.2.7 Cake properties

The cakes were weighed immediately after being unwrapped, and their volume was measured using a laser-based scanner (VolScan Profiler, Stable Micro Systems, Surrey, UK) with an increment of 2 mm and a rotation speed of 1 rps. Cake density (g.cm<sup>-3</sup>) was calculated from the ratio of their mass (g) to their volume (cm<sup>3</sup>). The laser-based scanner provided a profile of the cake representing the change in its circumference along its longitudinal axis through the succession of 46 to 47 slices separated by an increment of 2 mm (total cake length was approximately 90 mm). This data was used to calculate an adapted symmetry index as defined by the AACC method 10-91 (AACC, 2010). The height in the center of the slice was measured on three slices situated respectively at one fourth (B), one half (C) and three fourths (D) of the cake length and the usual calculation was done (symmetry index = 2\*C - B - D). Density and symmetry measurements were done on three cakes per batch and the same cakes were kept for the characterization of cell structure.

The mechanical properties of the cake were determined using a TAHD plus texture analyzer (Stable Micro Systems, Surrey, UK) equipped with a 750 kg load cell. Just after the cake was unwrapped, a cutting template and a bread knife were used to remove its top crust and a part of the four sides to obtain rectangular crumb samples (length 58 mm, width 26 mm, height 26 mm) located in the bottom center of the cakes. Each sample was subjected to 90% uniaxial compression with a 10 cm diameter aluminum plate a constant speed of 2 mm/s (pre-test speed 1 mm/s, trigger force 0.5 N). The resulting curves of force (N) versus distance (mm) were

converted into stress-versus-strain curves using the sample dimensions. The apparent Young modulus of the aerated crumb, representing crumb stiffness, was calculated as the initial slope of the stress-versus-strain curve. The apparent Young modulus of the cell walls, representing cell walls stiffness, was calculated from the slope of the stress-versus-strain curve at large deformation (end of the compression curve). Texture was measured on three cakes per batch.

The cell structure of the crumb was characterized using image analysis by mathematical morphology described in Dewaest et al. (2017b). For image acquisition, the cakes were cut with a bread knife along their longitudinal axis. Both sides were gently cleaned with a brush to remove loose crumbs from the cellular structure and the sample was placed on a flatbed scanner (HP Scanjet G31110, Hewlett-Packard, Palo Alto, CA, USA). A black box was placed on top of the sample and a full color image was acquired at a resolution of 600 dpi. The program for image processing was run using Matlab Software version 7.9.1.705 (The MathWorks, Natick, MA, USA) and the PCA was realized with XLSTAT Software version 18.06 (Addinsoft, Paris, France). In this study, interpretation of the similarity map of the cake crumb structures gave PC1 as the expression of cell fineness and PC2 as the expression of cell wall thickness. Six values were obtained per batch.

Crumb color was measured using a spectrophotometer (Spectro-guide 6834, BYK-Chemie GmbH, Wesel, Germany) with standard illuminant D65. One cake per batch was cut with a bread knife along its longitudinal axis and one of the two sides was chosen for color measurement. After calibration and verification of the measurement repeatability on the first sample, color measurement was made one time at the center of the longitudinal slice for each cake. Results are expressed in the CIE L\*a\*b space.

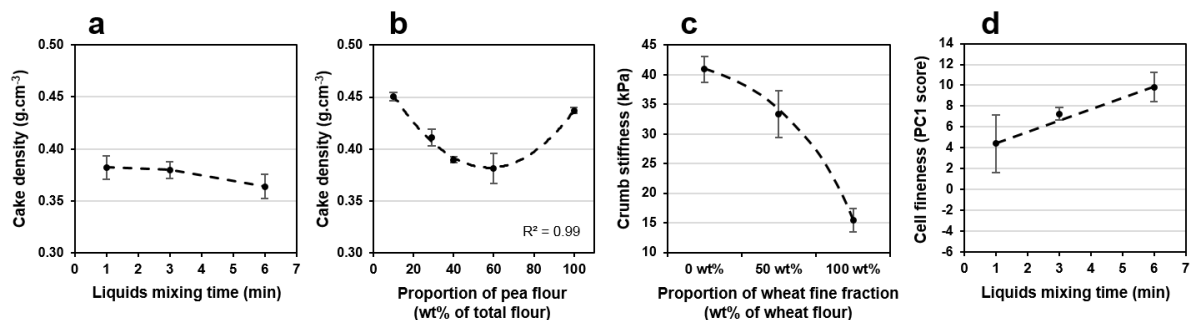
#### 2.1.2.8 Statistical analysis

JMP software version 13.1.0 (SAS Institute Inc., Cary, SC, USA) was used for I-optimal design and analysis. I-optimality refers to the orientation of the design towards a good prediction capacity of the model through the minimization of the average variance of prediction. Multiple regression analysis was performed on each response variable and evaluated the significance of the effect of all independent variables of which it was composed. In a multiobjective approach, the software ranked the effects of all the independent variables on all response variables in order of decreasing significance. In the ranking, the p-value of each effect corresponded to the lowest p-value of the effect amongst all models for the response variables, and was expressed as a LogWorth value ( $\text{LogWorth} = -\log_{10}(\text{p-value})$ ). The most significant effects ( $p < 0.05$ ) were selected from the ranking using a backward elimination procedure. Regression coefficients were calculated for each model. An analysis of variance (ANOVA) for the evaluation of model performance was performed (F test for significance, lack-of-fit test, and coefficient of determination  $R^2$ ). To illustrate the distribution of all trials as a function of the most distinctive response variables, a principle component analysis (PCA) was performed using XLSTAT Software version 18.06 (Addinsoft, Paris, France).

## 2.1.3 Results and discussion

## 2.1.3.1 Preliminary tests for the selection of the independent variables

The influences of the seven processing variables chosen and three flour quality variables were investigated on seven physical properties of batter and cake using the 'one-variable-at-a-time' technique. An illustration of four trend effects is shown in Figure 1. An increase in liquid mixing time appeared to have a minor effect on cake density (Figure 1.a), whereas an increase in the proportion of pea flour had a quadratic trend effect on cake density (Figure 1.b). The increase in the proportion of the wheat fine fraction had a logarithmic decreasing trend effect on crumb stiffness (Figure 1.c). The increase in liquid mixing time had a linear increasing trend effect on cell fineness (Figure 1.d).



**FIGURE 1** Illustration of various effects of independent variables on dependent variables: a cake density evolution versus liquid mixing time, b cake density evolution versus the proportion of pea flour, c cake stiffness evolution versus the proportion wheat fine fraction, d cell fineness evolution versus liquid mixing time. The standard error bars represent the standard deviation on mean values

The observations of all 70 trend effects are summarized in Table 2, which lists independent variables versus responses. This gives a quick overview of which factors influenced which responses. No factor impacted all the responses, and each response was impacted by a different set of factors. Some decreasing-increasing or increasing-decreasing trend effects were detected that could correspond to quadratic trend effects, and were even more obvious in the case of the proportion of pea flour. For the selection of the independent variables, priority was given to those impacting responses that were directly related to cake quality as perceived by the consumers, i.e. cake density, crumb stiffness, cell fineness and cell wall thickness (in bold in Table 2). The order of the mixing stages was left out because it had no effect on any responses except on cell fineness. Amongst other processing variables, all affected two out of four of the target responses, except liquid mixing time, which only affected cell fineness. Oil mixing time had different effects when tested at speed 1 or 10, confirming the need to study two-way interactions. Finally, four processing variables were selected: liquid mixing speed, oil mixing speed, oil mixing time, and baking program. They were added to the three independent flour quality variables that were implicitly included in the study. The presence of suspected quadratic effects confirmed the need to fit the responses with second order models. Like the ranges of variation of selected factors, these preliminary tests confirmed that the broadest ranges should be investigated as presented in 2.4.



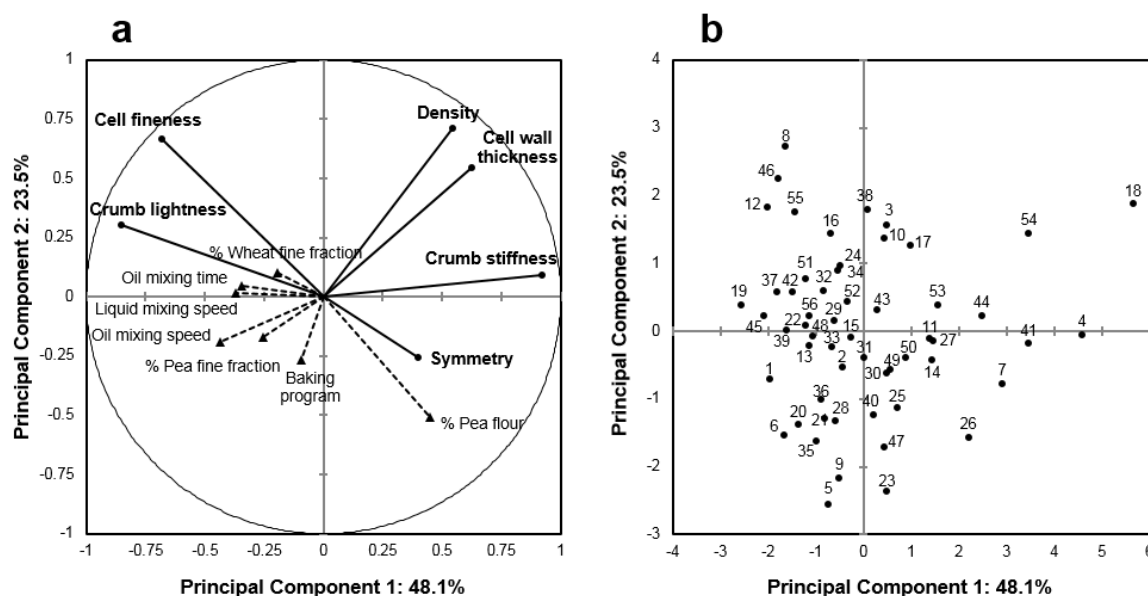
## ARTICLE 3

**TABLE 2** Selection of independent variables for the experimental design based on the summary of their effects on all dependent variables *When X increased : (=) Y did not vary ; (↗) Y increased ; (↘) Y decreased ; linear or quadratic tendencies are given if observed*

Independent variables (X)		Dependent variables (Y)							
(unit)	Levels	Batter density	Batter consistency	Cake density	Crumb stiffness	Cell wall stiffness	Cell fineness	Cell wall thickness	SELECTION
Proportion of pea flour (wt% of total flour)	0; 10; 29; 40; 60; 100	↗	quadratic	quadratic above 0%	quadratic above 0%	=	↘	↗	YES implicit
Proportion of pea fine fraction (wt% of pea flour)	0; 50; 100	↘↗	=	↗↘	↗	↘↗	↗↘	↘	YES implicit
Proportion of wheat fine fraction (wt% of wheat flour)	0; 50; 100	↘↗	=	↗↘	↘	↘↗	↗	↘	YES implicit
Mixing order: dry ingredients-oil-liquid mix instead of dry ingredients-liquid mix-oil	-	=	=	=	=	=	↘	=	NO
Liquid mixing speed (Kitchen Aid setting)	1; 4; 10	↘ linear	↗ linear	↘ linear	↘	=	=	=	YES
Liquid mixing time (min)	1.5; 3; 6	↘ linear	=	=	=	=	↗ linear	=	NO
Oil mixing speed (Kitchen Aid setting)	1; 4; 10	↘ linear	=	↘ linear	=	=	=	↗	YES
Oil mixing time at speed 1 (min)	1; 3; 5	=	=	↗ linear	↗ linear	=	=	=	YES
Oil mixing time at speed 10 (min)	1; 3; 5	↘	=	↗↘	=	↘	↗	=	
Baking temperature (°C), adjusted to time	160; 180; 200	-	-	↘	↗	↗	=	=	YES

### 2.1.3.2 Response surface regression analysis

An I-optimal design with seven independent variables generated 56 soft cakes with very distinctive properties. The responses varied between 0.31-0.48 g.cm<sup>-3</sup> for cake density, -5.4-17.1 for symmetry index, 11-104 kPa for crumb stiffness, -11.5-18.5 for cell fineness, -6.4-7.0 for cell wall thickness, and 77-89 for crumb lightness. The principal component analysis of the response variables is shown in Figure 2. The two first principal components accounted for more than 70% of the variance. The loadings plot (Figure 2.a) indicated some correlations between response variables, mainly a positive correlation between crumb lightness and cell fineness (+0.765) and a negative correlation between crumb lightness and crumb stiffness (-0.686). It also identified a low degree of correlation between the response variables and the independent variables introduced as supplementary data. The only remarkable correlations were negative correlations between the proportion of pea flour and cell fineness and crumb lightness (-0.676 and -0.639 respectively). Overall, these results show that the variation in dependent variables was explained by multiple regression of independent variables rather than by single correlations. The product map in Figure 2b shows the distribution of all trials according to the directions of the response variables on the loadings plot (Figure 2a). All products from the upper to the lower right (18, 4, 54, 41, 44, 7, 26) contained 35 to 60 wt% of pea flour. They corresponded to very stiff crumbs with thick cell walls (18, 4, 54, 41) or stiff crumbs with low fineness and lightness (44, 7, 26). Gómez et al. (2008, 2012) and De la Hera et al. (2012) showed that including legume flour in similar layer type formulas increased crumb stiffness and decreased crumb lightness. Using a pound cake formula containing more fat, Monnet et al. (preliminary results) showed a decrease in cell fineness and a slight increase in cell wall thickness with an increase of the proportion in pea flour. However, in this case, it was associated with lower stiffness of the crumbs showing that the effect depended on several variables. Products in the third quartile were defined by low density and thin cell walls. Products from the center to the upper left (45, 19, 12, 46, 8) corresponded to cakes containing 10 wt% of pea flour produced under extensive mixing conditions (high mixing speeds and/or longer times), thus exhibiting crumbs with low stiffness, high lightness and high cell fineness. Overall, the product map shows that the combination of all the factors enabled the creation of a diversity of structures that were correctly distinguished by the response variables.



**FIGURE 2** Principal component analysis (71.6% of information): a Loadings plot of dependent variables as principal variables (—●—, bold characters) and independent variables as supplementary variables (-▲-), b Product map showing the repartition of the fifty-six trials

Table 3 presents the regression coefficients for the second order models of all responses with their p-values. Selection of the most significant effects ( $p < 0.05$ ) among the ranking of all the response variables (see 2.7) resulted in a list of 23 significant effects from an original total of 35. Table 3 lists them in the form of LogWorth values with their significance levels (last column on the right). These effects represent the core of the multiobjective approach because they model and optimize all responses simultaneously. The effects with the highest significance were the proportion of pea flour (LogWorth = 11.7) for its significant impact on CF and lightness, baking program (LogWorth = 10.0) for its significant impact on cake density and symmetry, and oil mixing speed (LogWorth = 7.1) for its significant impact on cake symmetry. These were followed by oil mixing time (LogWorth = 4.9), the proportion of wheat fine fraction (LogWorth = 4.3), and the interaction between oil mixing speed and time (LogWorth = 3.9). The fact that processing variables were among the most significantly influential variables means their ability to correct the impact of uncontrolled variations in flour quality shows promise.

Compared to a standard selection of effects executed in the model of each response individually, multiobjective selection keeps the same number of effects for all models, and a higher number of effects in each model. This is illustrated in Table 3 by the fact that all models included a high number of non-significant effects. However, this did not compromise the performance of the models whose F ratios ranged between 4.9 and 12.3 with p-values below 0.01%. They also exhibited insignificant lack-of-fit and high coefficients of determination, explaining 78% to 90% of the variation of the responses. This shows a good quality fit, even if  $R^2$  values were artificially raised by the presence of non-significant effects.

The number of significant coefficients in the models varied between six and eleven. All dependent variables did not affect the same responses so that each response was explained by a different set of variables. Flour quality variables and processing variables could be compared for their significant effects on the responses and the sign of such effects. An increase in the proportion of pea flour significantly increased crumb stiffness and decreased cell fineness and crumb lightness. These impacts could be counteracted by an increase in one to four of the processing variables. However, an increase in the proportion of the pea or wheat fine fraction decreased crumb stiffness and increased cell fineness that could not be counteracted by any processing variable, except by the effect of the interaction between liquid mixing speed and oil mixing time in the case of crumb stiffness (Table 3).

**TABLE 3** Regression coefficients and ANOVA of the second order models with multiobjective selection of effects

$X_P$  Pea flour %;  $X_{PF}$  Pea fine fraction %;  $X_{WF}$  Wheat fine fraction %;  $X_{LS}$  Liquid mix speed;  $X_{OS}$  Oil speed;  $X_{OT}$  Oil mixing time;  $X_B$  Baking program (coded values)

ANOVA	Density $Y_1$	Symmetry $Y_2$	Crumb stiffness $Y_3$	Cell fineness $Y_4$	Cell wall thickness $Y_5$	Crumb lightness $Y_6$	<i>Multi objective selection of effects</i>
<i>F test</i>	F(23,32) = 4.9 p > F <0.0001	F(23,32) = 11.5 p > F <0.0001	F(23,32) = 7.6 p > F <0.0001	F(23,32) = 8.9 p > F <0.0001	F(23,32) = 5.5 p > F <0.0001	F(23,32) = 12.3 p > F <0.0001	
<i>Lack-of-fit test</i>	F(29,3) = 4.6 p > F 0.118	F(29,3) = 5.0 p > F 0.106	F(29,3) = 0.4 p > F 0.971	F(29,3) = 3.1 p > F 0.188	F(29,3) = 2.8 p > F 0.216	F(29,3) = 0.7 p > F 0.742	
$R^2$	$R^2 = 0.78$	$R^2 = 0.89$	$R^2 = 0.85$	$R^2 = 0.86$	$R^2 = 0.80$	$R^2 = 0.90$	
Terms	Coefficients	Coefficients	Coefficients	Coefficients	Coefficients	Coefficients	LogWorth
Constant	<b>0.35***</b>	<b>3.94***</b>	<b>25.55***</b>	-1.81	<b>-3.25***</b>	<b>84.50***</b>	-
$X_P$	0.00	0.19	<b>8.66***</b>	<b>-5.60***</b>	-0.19	<b>-2.17***</b>	<b>11.7***</b>
$X_{PF}$	0.00	<b>1.35***</b>	<b>-4.95**</b>	<b>1.41*</b>	<b>-0.98**</b>	0.23	<b>3.0***</b>
$X_{WF}$	0.00	0.23	<b>-6.12***</b>	<b>2.61***</b>	-0.30	0.21	<b>4.3***</b>
$X_{LS}$	<b>-0.01*</b>	<b>-1.06**</b>	<b>-6.09***</b>	0.98	-0.50	<b>0.59**</b>	<b>3.1***</b>
$X_{OS}$	<b>-0.02***</b>	<b>-2.59***</b>	<b>-6.65***</b>	0.95	<b>-1.07**</b>	<b>0.89***</b>	<b>7.1***</b>
$X_{OT}$	0.00	<b>-1.57***</b>	<b>-6.52***</b>	<b>2.74***</b>	<b>-0.84*</b>	<b>1.01***</b>	<b>4.9***</b>
$X_B$	<b>-0.02***</b>	<b>3.58***</b>	-2.10	-0.52	0.05	<b>0.68**</b>	<b>10.0***</b>
$X_P \cdot X_{PF}$	<b>-0.01*</b>	0.46	<b>-5.51**</b>	-0.04	<b>-1.28**</b>	0.39	<b>2.7**</b>
$X_P \cdot X_{WF}$	<b>-0.01*</b>	-0.54	-2.34	<b>-2.35**</b>	-0.22	-0.22	<b>2.8**</b>
$X_P \cdot X_{LS}$	0.00	0.55	-3.54	0.80	-0.02	<b>0.71**</b>	<b>2.6**</b>
$X_P \cdot X_{OS}$	0.00	-0.86	-0.48	0.28	-0.62	<b>0.81**</b>	<b>2.7**</b>
$X_{PF} \cdot X_{WF}$	0.00	<b>1.14*</b>	1.71	0.77	0.39	0.05	<b>1.9*</b>
$X_{PF} \cdot X_{LS}$	<b>0.01*</b>	-0.71	3.77	0.74	0.27	0.12	<b>1.4*</b>
$X_{PF} \cdot X_B$	0.00	-0.73	<b>-5.14*</b>	0.97	-0.48	0.42	<b>1.7*</b>
$X_{WF} \cdot X_{LS}$	<b>0.01*</b>	<b>-1.15**</b>	1.61	1.03	0.45	-0.08	<b>2.1**</b>
$X_{WF} \cdot X_{OT}$	0.00	0.31	3.35	-0.72	<b>0.92*</b>	-0.33	<b>1.7*</b>
$X_{LS} \cdot X_{OS}$	0.00	<b>1.69***</b>	<b>6.45**</b>	-1.45	<b>1.22**</b>	<b>-0.71**</b>	<b>3.1***</b>
$X_{LS} \cdot X_{OT}$	0.00	0.17	1.29	0.18	<b>1.15**</b>	0.36	<b>2.5**</b>
$X_{OS} \cdot X_{OT}$	0.00	<b>-1.90***</b>	-2.53	1.36	0.06	0.29	<b>3.9***</b>
$X_{OT} \cdot X_B$	0.00	0.02	1.41	0.47	0.79	<b>0.61*</b>	<b>1.7*</b>
$X_P \cdot X_P$	0.00	0.21	-1.48	<b>2.29*</b>	0.66	0.07	<b>1.4*</b>
$X_{OS} \cdot X_{OS}$	<b>0.02*</b>	<b>1.63*</b>	4.89	-0.47	<b>1.26*</b>	-0.68	<b>1.8*</b>
$X_{OT} \cdot X_{OT}$	0.01	0.48	3.93	0.71	<b>1.33*</b>	-0.38	<b>1.5*</b>

\* p < 0.05; \*\* p < 0.01; \*\*\* p < 0.001. LogWorth values correspond to a transformation of p-values to provide an appropriate scale for visualization (LogWorth =  $-\log_{10}(p\text{-value})$ ).

Moreover, an increase in the proportion of the pea fine fraction caused an increase in cake symmetry and a decrease in cell wall thickness. Cake symmetry could be either decreased or increased by an increase in processing variables. Cell wall thickness was decreased by an increase in oil mixing speed and time, but was increased by an increase in the interactions between liquid mixing speed and oil mixing speed and time, respectively. Overall, the processing variables appear to provide rather good flexibility to compensate for uncontrolled variations in flour quality. However, crumb stiffness and cell structure (cell fineness and cell wall thickness) appear to be a little more difficult to monitor by processing variables with regard to their dependence on flour particle size.

### 2.1.3.3 Validation of the multi-objective model

To validate the prediction capacity of the multiobjective model, two trials that were not included in the experimental design were defined and repeated three times. The settings of the independent variables for these trials are listed in Table 4. Given that the average variance of prediction of the model varies in all points of the space design, the two trials corresponded to different variances of prediction (Table 5). Because the lowest average variance of prediction corresponds to the central point (settings 35; 50; 50; 4; 6; 3; 180), the variance of prediction for product 2 (0.81) was higher than that of product 1 (0.56). The comparison between experimental and predicted responses is shown in Table 5. Good agreement was found between them, except in the case of cell wall thickness in product 2. This could be related to the higher average variance of prediction at this point.

**TABLE 4** Experimental conditions for the two validation trials.

Levels of independent variables	$X_P$ (wt% of total flour)	$X_{PF}$ (wt% of pea flour)	$X_{WF}$ (wt% of wheat flour)	$X_{LS}$ (Kitchen Aid setting; rpm)	$X_{OS}$ (Kitchen Aid setting; rpm)	$X_{OD}$ (min)	$X_B$ (°C; min)
Product 1	35	50	50	4; 171	1; 104	1	180°C; 18.0 min
Product 2	35	0	0	4; 171	1; 104	1	180°C; 18.0 min

**TABLE 5** Calculated and experimental responses with confidence intervals for the two validation trials (3 replicates of cake preparation).

Response with 95% confidence interval	Density $Y_1$ (g.cm <sup>-3</sup> )	Symmetry $Y_2$ (index)	Crumb stiffness $Y_3$ (kPa)	Cell fineness $Y_4$ (PC1 score)	Cell wall thickness $Y_5$ (PC2 score)	Crumb lightness $Y_6$ (L*)
<i>Product 1</i>						
Predicted ( <i>a.v.p</i> = 0.56)	0.40 ± 0.02	8.8 ± 1.9	47.4 ± 8.6	-4.3 ± 3.0	1.8 ± 1.7	81.7 ± 1.0
Experimental	0.38 ± 0.01	8.6 ± 1.2	38.5 ± 10.6	-3.8 ± 1.1	1.4 ± 0.6	79.6 ± 2.6
<i>Product 2</i>						
Predicted ( <i>a.v.p</i> = 0.81)	0.41 ± 0.02	8.4 ± 2.4	64.5 ± 10.7	-8.0 ± 3.8	<b>4.5 ± 2.1</b>	81.0 ± 1.3
Experimental	0.41 ± 0.02	6.9 ± 0.5	62.2 ± 13.7	-4.8 ± 1.0	<b>1.2 ± 0.3</b>	80.4 ± 0.8

*a.v.p* = average variance of prediction.

## 2.1.4 Conclusions

An I-optimal design was used to study the effect of downstream flour variability and process parameters on the quality of pea flour enriched cakes. Fifty-six cakes were obtained with very distinctive properties that were properly distinguished by the response variables. All the response variables were taken into account simultaneously in the selection of the most significant effects in order to build a multiobjective model. The models for the individual responses performed well and the predicting capacity of the multiobjective model was validated. A rapid comparison of the impact of flour quality variables and processing variables on the responses indicated that the multiobjective model is able to compensate very satisfactorily for variations in flour quality by adjusting the levels of the processing variables.

## ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank Brigitte Deau, Anne-Marie Gibon, and Alexandre Eurieult for help with the experiments. This work was carried out in the framework of the FLEXIPROCESS project with financial support from the Carnot Qualiment Agency. The authors thank the Carnot Qualiment, AgroParisTech, and the French Ministry of Higher Education and Research for their financial support of the authors.

## 2.1.5 References

- Asselman, A., van Straten, G., Boom, R. M., Esveld, D. C., & van Boxtel, A. J. B. (2007). Quality prediction of bakery products in the initial phase of process design. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 8(2), 285–298. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2007.01.006>
- Baş, D., & Boyacı, I. H. (2007). Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology. *Journal of food engineering*, 78(3), 836–845. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.11.024>
- De la Hera, E., Ruiz-París, E., Oliete, B., & Gómez, M. (2012). Studies of the quality of cakes made with wheat-lentil composite flours. *LWT - Food Science and Technology*, 49(1), 48–54. doi:10.1016/j.lwt.2012.05.009
- De Vries, H., Mikolajczak, M., Salmon, J.-M., Abecassis, J., Chaunier, L., Guessasma, S., et al. (2017). Small-scale food process engineering — Challenges and perspectives. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 46, 122–130. doi:10.1016/J.IFSET.2017.09.009
- Dewaest, M., Villemejeane, C., Berland, S., Michon, C., Verel, A., & Morel, M.-H. (2017). Changes in protein size distribution during wheat flour cake processing. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 333–341. doi:10.1016/j.lwt.2017.01.036
- Dewaest, M., Villemejeane, C., Berland, S., Neron, S., Clement, J., Verel, A., & Michon, C. (2017). Effect of crumb cellular structure characterized by image analysis on cake softness. *Journal of Texture Studies*, 49(3), 328–338. doi:10.1111/jtxs.12303
- Esveld, D. C., Boom, R. M., Van Straten, G., & Van Boxtel, A. J. B. (2008). Product quality driven design of bakery operations using dynamic optimization. *Journal of Food Engineering*, 86(3), 399–413. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.10.015>
- Farooq, Z., & Boye, J. I. (2011). Novel food and industrial applications of pulse flours and fractions. In B. K. Tiwari, A. Gowen, & B. McKenna (Eds.), *Pulse Foods: Processing, Quality and Nutraceutical Applications* (pp. 283–323). Academic Press.
- Ferrari, I., Alamprese, C., Mariotti, M., Lucisano, M., & Rossi, M. (2013). Optimisation of cake fat quantity and composition using response surface methodology. *International Journal of Food Science & Technology*, 48(3), 468–476. doi:10.1111/ijfs.12018
- Gergely, S., Bekassy-Molnar, E., & Vatai, G. (2003). The use of multiobjective optimization to improve wine filtration. *Journal of Food Engineering*, 58(4), 311–316. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(02\)00376-X](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(02)00376-X)
- Gómez, M., Doyagüe, M. J., & Hera, E. De. (2012). Addition of pin-milled pea flour and air-classified fractions in layer and sponge cakes. *LWT - Food Science and Technology*, 46(1), 142–147. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.10.014>
- Gómez, M., Oliete, B., Rosell, C. M., Pando, V., & Fernández, E. (2008). Studies on cake quality made of wheat–chickpea flour blends. *LWT-Food Science and Technology*, 41(9), 1701–1709. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.11.024>
- Heenan, S. P., Dufour, J.-P., Hamid, N., Harvey, W., & Delahunty, C. M. (2010). The influence of ingredients and time from baking on sensory quality and consumer freshness perceptions in a baked model cake system. *LWT-Food Science and Technology*, 43(7), 1032–1041. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.12.009>
- Monnet, A.-F., Laleg, K., Michon, C., & Micard, V. under review since february 2018. Legume-enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties. *Trends in Food Science & Technology*.
- Nemecek, T., von Richthofen, J. S., Dubois, G., Casta, P., Charles, R., & Pahl, H. (2008). Environmental impacts of introducing grain legumes into European crop rotations. *European Journal of Agronomy*, 28(3), 380–393. <https://doi.org/10.1016/j.eja.2007.11.004>

Noorfarahzilah, M., Lee, J. S., Sharifufin, M. S., Mohd Fadzelly, A. B., & Hasmadi, M. (2014). Applications of composite flour in development of food products. *International Food Research Journal*, 21(6), 2061–2074.

Sanchez, H. D., Osella, C. A., & De La Torre, M. A. (2004). Use of response surface methodology to optimize gluten-free bread fortified with soy flour and dry milk. *Food Science and Technology International*, 10(1), 5–9. <https://doi.org/10.1177/1082013204042067>

Szczesniak, A. S. (2002). Texture is a sensory property. *Food quality and preference*, 13(4), 215–225. [https://doi.org/10.1016/S0950-3293\(01\)00039-8](https://doi.org/10.1016/S0950-3293(01)00039-8)

Tan, M. C., Chin, N. L., & Yusof, Y. A. (2012). A Box–Behnken design for determining the optimum experimental condition of cake batter mixing. *Food and Bioprocess Technology*, 5(3), 972–982. <https://doi.org/10.1007/s11947-010-0394-5>

Turabi, E., Sumnu, G., & Sahin, S. (2008). Optimization of Baking of Rice Cakes in Infrared–Microwave Combination Oven by Response Surface Methodology. *Food and Bioprocess Technology*, 1(1), 64–73. <https://doi.org/10.1007/s11947-007-0003-4>

Young, V. R., & Pellett, P. L. (1994). Plant proteins in relation to human protein and amino acid nutrition. *The American journal of clinical nutrition*, 59(5 Suppl), 1203S–1212S.

## 2.2 Étude de l'efficacité de correction de l'outil du point de vue instrumental et sensoriel (Article 4)

# Engineering the properties of pea-enriched soft cakes using a multiobjective model based on instrumental characterization: sensory relevant?

A.F. Monnet<sup>1</sup>, A. Saint-Eve<sup>3</sup>, C. Michon<sup>1§</sup>, M.H. Jeuffroy<sup>2</sup>, J. Delarue<sup>1</sup>, D. Blumenthal<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Ingénierie Procédés Aliments, AgroParisTech, Inra, Université Paris-Saclay, Massy, France

<sup>2</sup> UMR Agronomie, Inra, AgroParisTech, Université Paris-Saclay, Thiverval-Grignon, France

<sup>3</sup> UMR GMPA, AgroParisTech, Inra, Université Paris-Saclay, Massy, France

<sup>§</sup> Corresponding author: Camille Michon, AgroParisTech, 1 avenue des Olympiades, 91744 Massy Cedex France, [camille.michon@agroparistech.fr](mailto:camille.michon@agroparistech.fr)

### ABSTRACT

The formulation of legume-enriched cakes could help achieve more sustainable food chains including the use of composite flours with varying proportions and particle size of the two flours in the mix. A multiobjective model based on the instrumental evaluation of cake quality was designed to offset these variations by adjusting the processing parameters. The model's ability to correct degradations in cake properties was assessed in two case studies. Its correction efficiency was proven when the degradation outweighed processing repeatability. The products from the case studies and a selection of products representative of the diversity were investigated through quantitative descriptive analysis by 11 trained panelists. The evaluation of the correction efficiency regarding sensory properties highlighted convergences with instrumental results but also identified additional degradation such as beany attributes or in-mouth drying aftertaste that could be at least partially corrected by adding flavoring to the formula.

### HIGHLIGHTS

- Cake quality monitored while accounting for flour variability.
- A multiobjective model was used and its efficiency was evaluated.
- Target instrumental cake properties were used to modify processing parameters.
- Consumer perceptions confirmed major variations in instrumental properties.
- Beany and drying aftertastes were not evaluated by instrumental characterization.

### KEYWORDS

Composite flour, legume, cake quality, desirability function, reverse engineering

### 2.2.1 Introduction

With increasing awareness of climate change, agricultural practices are likely to evolve and the potential variability of raw materials is likely to increase. However, the quality of manufactured products needs to be regular. Usually processing is rather inflexible and the raw materials are standardized. Being able to handle raw materials with more variability requires playing with processing variables (De Vries et al., 2017). To do so, tools need to be designed to monitor the quality of the end product as a function of the processing variables. In baked cereal products such as soft cakes, the main raw material is flour, and the functionalities of its two main components, protein and starch, are essential to structuring. Proteins enhance batter viscosity and thermoset during baking through the formation of intermolecular disulfide bonds. Starch granules swell and gelatinize during baking, forming the essential “bricks” of the cell walls surrounded by protein “mortar” (Donovan, 1977). One way to improve cake nutritional properties is to replace part of the wheat flour by legume flour whose essential amino acid profile is complementary (Monnet, Laleg, Michon, & Micard, 2018). While most wheat proteins are not suitable for emulsification or foaming due to their poor solubility in water at neutral pH, legume proteins have moderate to high emulsifying and foaming properties (Boye, Zare, & Pletch, 2010). Furthermore, higher protein denaturation and starch gelatinization temperatures have been reported for legumes (Monnet et al., 2018). Cake quality depends on the raw materials and the processing parameters (Monnet, Jeuffroy, Michon, & Blumenthal, submitted). Processing comprises single or multi stage mixing followed by baking. In multi stage mixing, the order, speed and length of the mixing steps can vary.

Experimental designs are generally used to account for a large number of effects. Optimal designs are custom designs that make it possible to reduce the number of trials while including specific constraints such as blocking factors. In a previous paper (Monnet et al., submitted) an I-optimal design was set up to study the effect of uncontrolled variations in flour quality and controlled variations in processing parameters on the quality of cakes enriched with pea flour. Flour quality variables included the proportion of pea flour in the total mass of flour, the particle size of pea flour, and the particle size of wheat flour. Processing variables concerned batter mixing (liquid mix and oil mixing speeds, oil mixing time) and the baking schedule. This design allowed the conception of a multiobjective model to correct the variations in cake physical properties by adjusting the processing parameters. The prediction capacity of the model was validated. However, model efficiency in correcting variations in flour quality was not evaluated, and the resulting corrections were not compared to the differences perceived by consumers.

The aim of the present paper is to evaluate the correction efficiency of a multiobjective model based on instrumental evaluation of cake quality. To this end, two case studies were designed to evaluate variations in flour quality. A desirability function was used to define the necessary changes in the processing settings to obtain the properties of the target product despite variations in the quality of the raw material. The physical properties of the original, degraded and corrected products obtained were compared to evaluate the correction efficiency at instrumental level. Based on a broad range of sensory attributes, their differences were then assessed by a trained panel through descriptive sensory analysis. The products were tested alongside a set of products representative of the diversity generated by the I-optimal design.



## 2.2.2 Materials and methods

### 2.2.2.1 Materials

Wheat flour was supplied by Grands Moulins de Paris (Ivry-sur-Seine, France) and pea flour was supplied by Moulin Meckert-Diemer (Krautwiller, France). Other cake ingredients and their suppliers are as follows: pasteurized liquid whole eggs (Ovoteam, Locminé, France), rapeseed oil (Lesieur, Asnières-sur-Seine, France), white sugar (Saint Louis Sucre, Paris, France), glucose syrup (Louis François, Croissy-Beaubourg, France), glycerol (Louis François, Croissy-Beaubourg, France), emulsifier Spongolit<sup>®</sup> 542 (BASF France S.A.S, Levallois-Perret, France) composed of lactic and acetic esters of mono- and diglycerides of fatty acids, baking powder (Dr. Oetker France S.A.S, Schirmeck, France), and salt of commercial grade.

### 2.2.2.2 Batter and cake preparation

The cake formula was an industrial formula taken from Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al. (2017). It was composed of 350 g flour, 135 g eggs, 125 g sugar, 118 g glucose syrup, 110 g water, 62 g glycerin, 17 g emulsifier, 12 g baking powder, and 2 g salt for a total batch of 1011 g of batter. The batter and cake were prepared following the reference procedure in Monnet et al. (submitted) based on industrial standards.

Two sets of products were prepared giving a total of 12 products. The first set was a selection of seven products amongst the 56 trials generated by the I-optimal design (Monnet et al., submitted). The selection procedure is explained in the results section. The settings of the independent variables for these products are presented in Table 1. The second set of products corresponded to the “correction” case studies. In the first case study, the proportion of pea flour was increased from 0% to 35% in a cake produced following the reference procedure. The proportion of 35% was chosen because it corresponded to the best estimated balance in the essential amino acid profiles. The 0% pea cake was the “target product” (T1); its settings are listed in Table 2. Its physical properties were measured to define the target for the desirability function. The “degraded product” (D1) was the cake with 35% pea flour produced using the same settings as T1 above (Table 2). The desirability function was used to define the settings of the “corrected” 35% pea cake (C1). The correction consisted in increasing the liquid mix mixing speed from setting 4 to 8, the oil mixing time from 1 to 5 min, and decreasing the baking temperature from 180 °C to 179 °C. Baking time changed as a result. In the second case study, the proportion of the pea fine fraction was increased from 50% to 100% in a cake with 35% pea flour produced following the reference procedure. The target product (T2) was a 35% pea cake with 50% pea fine fraction like product D1. The degraded product (D2) was a 35% pea cake with 100% pea fine fraction produced following the same procedure (Table 2). The desirability function, set with the physical properties of T2 as the target, proposed the following changes to produce the corrected product C2: a decrease in liquid mix mixing speed from setting 4 to 1, an increase in oil mixing speed from setting 1 to 2, and a decrease in baking temperature from 180 °C to 165 °C. After the experimental conditions were defined, all the products were produced in duplicate for assessment of their physical and sensory properties. The repetitions of target products T1 and T2, already produced for the desirability function, were named T1’ and T2’. Some differences in the physical properties of these repetitions were observed. The differences can be explained by seasonal variations in room temperature during the six month period the experiments were carried out and represent cake processing repeatability.

**TABLE 1**

Experimental conditions for the seven products selected from I-optimal design

 $X_P$  Pea flour %;  $X_{PF}$  Pea fine fraction %;  $X_{WF}$  Wheat fine fraction %;  $X_{LS}$  Liquid mix speed;  $X_{OS}$  Oil speed;  $X_{OD}$  Oil time;  $X_B$  Baking schedule

Levels of independent variables	Flour variables, uncontrolled in real conditions			Processing variables, controlled in real conditions			
	$X_P$ (wt% of total flour)	$X_{PF}$ (wt% of pea flour)	$X_{WF}$ (wt% of wheat flour)	$X_{LS}$ (Kitchen Aid setting ; rpm)	$X_{OS}$ (Kitchen Aid setting ; rpm)	$X_{OD}$ (min)	$X_B$ (°C ; min)
Trial #3	10	100	100	1; 104	1; 104	3	160; 22.5 min
Trial #7	60	50	100	1; 104	1; 104	1	180; 18.0 min
Trial #9	60	100	100	4; 171	10; 342	1	180; 18.0 min
Trial #17	10	100	50	1; 104	1; 104	1	200; 15.0 min
Trial #18	60	0	50	1; 104	1; 104	1	160; 22.5 min
Trial #19	10	0	100	8; 266	6; 218	5	180; 18.0 min
Trial #29	60	50	100	8; 266	10; 342	5	160; 22.5 min

**TABLE 2**

Experimental conditions for the five products from the case studies

 $X_P$  Pea flour %;  $X_{PF}$  Pea fine fraction %;  $X_{WF}$  Wheat fine fraction %;  $X_{LS}$  Liquid mix speed;  $X_{OS}$  Oil speed;  $X_{OD}$  Oil time;  $X_B$  Baking schedule

Levels of independent variables	Flour variables, uncontrolled in real conditions			Processing variables, controlled in real conditions			
	$X_P$ (wt% of total flour)	$X_{PF}$ (wt% of pea flour)	$X_{WF}$ (wt% of wheat flour)	$X_{LS}$ (Kitchen Aid setting ; rpm)	$X_{OS}$ (Kitchen Aid setting ; rpm)	$X_{OD}$ (min)	$X_B$ (°C ; min)
<b>Case study 1</b>							
Target product (T1)	0	0	50	4; 171	1; 104	1	180; 18.0 min
Degraded product (D1) *	35	50	50	4; 171	1; 104	1	180; 18.0 min
Corrected product (C1)	35	50	50	<b>8; 266</b>	1; 104	<b>5</b>	<b>179; 18.3 min</b>
<b>Case study 2</b>							
Target product (T2) *	35	50	50	4; 171	1; 104	1	180; 18.0 min
Degraded product (D2)	35	100	50	4; 171	1; 104	1	180; 18.0 min
Corrected product (C2)	35	100	50	<b>1; 104</b>	<b>2; 115</b>	1	<b>165; 22.0 min</b>

\* Same product.

## 2.2.2.3 Cake instrumental properties

The set of cake physical properties measured corresponded to the response variables taken into account in the I-optimal design described in Monnet et al. (submitted). They comprised cake density, symmetry index, crumb stiffness, cell fineness (n), cell wall thickness (CWT), and crumb lightness. The methods for the measurement of all properties are detailed in Monnet et al. (submitted).

## 2.2.2.4 Descriptive sensory analysis

A panel of 11 volunteers (10 females, 1 male, aged between 22 and 56) were recruited among AgroParisTech staff and students. The panelists were recruited based on their willingness to participate and all the panelists gave their free and informed consent. They were in good health at the time of testing and were paid for their participation at the end of the study. The descriptive analysis was based on the principles of the Quantitative Descriptive Analysis. Of a total of six sessions each lasting 45 minutes to two hours, two sessions were dedicated to the generation and selection of attributes and four sessions to training in the use of these attributes for quantitative description of the products. All 12 products were used, but were grouped differently in each session. The first training session was devoted to generating the attributes. During this session, the panelists developed a vocabulary including appearance, texture when touched, oral texture, flavor, and aftertaste in order to describe differences between the products. During the second training session, they selected 16 attributes to distinguish between the products, agreed on their definition and on the limits of the intensity line scales (Table 3). During the four following training sessions, they were trained to evaluate the intensities of the attributes on a group of five products. The products were presented simultaneously and the same line scale was used to rate each attribute. Two kinds of session were designed with a different set of attributes and products, and these sessions were repeated two times alternately. Then, three sessions were organized for the evaluation of the 12 products, grouped by four, and these sessions were replicated. The products were presented to the panelists successively

and each attribute was rated on a 10 cm unstructured line scale. The cakes were presented on 3-digit coded plastic plates, in monadic sequential order according to the Williams Latin Square to balance the order of presentation. The products were between one day and one week old. Training and evaluation sessions were carried out in individual booths under white light, in an air-conditioned room (20 °C). The panelists were asked to rinse their mouth with mineral water between samples.

### 2.2.2.5 Statistical analysis

JMP software version 13.1.0 (SAS Institute Inc., Cary, SC, USA) was used for multiobjective optimization of the responses based on the I-optimal design presented in Monnet et al. (submitted). A composite desirability function was used to define the changes in the settings of the processing variables between degraded products (D1, D2) and corrected products (C1, C2) in order to target the physical properties of the target products (T1, T2). The composite desirability function corresponded to the weighted geometric average of individual desirability functions for the six responses (weight = 1).

XLSTAT Software version 18.06 (Addinsoft, Paris, France) was used to perform hierarchical cluster analysis (HCA), principal component analysis (PCA), analysis of variance (ANOVA), and generalized Procrustes analysis (GPA). An HCA (Euclidian distances, Ward's criterion) and a PCA were performed on the instrumental properties of the 56 trials from the I-optimal design to select some products representative of the design space amongst the clusters of distinctive properties and to illustrate the distribution of the clusters as a function of the most distinctive response variables, respectively. A second PCA was performed of the instrumental properties of the 56 trials as principal variables and the instrumental properties of the products representative of the design space and of the products from the case studies as supplementary variables. This PCA revealed variations in instrumental properties through correction in the two case studies expressed as a function of the most distinctive response variables. The overall and individual homogeneity, discrimination ability and repeatability of the panel performances were validated using different ANOVA and GPA to check the consensus among panelists. For each attribute, a three-way ANOVA was performed on the effects of product, repetition and panelist with their interactions. When significant differences between products were revealed ( $P < 0.05$ ), mean intensities were compared using Tukey's HSD test ( $P < 0.05$ ). The conclusion of the test was a good performance by the panel in the evaluation of the 16 attributes. Finally, a PCA was performed on the sensory properties of the 12 products tested by the panel with their instrumental properties as supplementary variables.

## ARTICLE 4

**TABLE 3** List of the 16 attributes and their definitions and intensity scales for cake evaluation

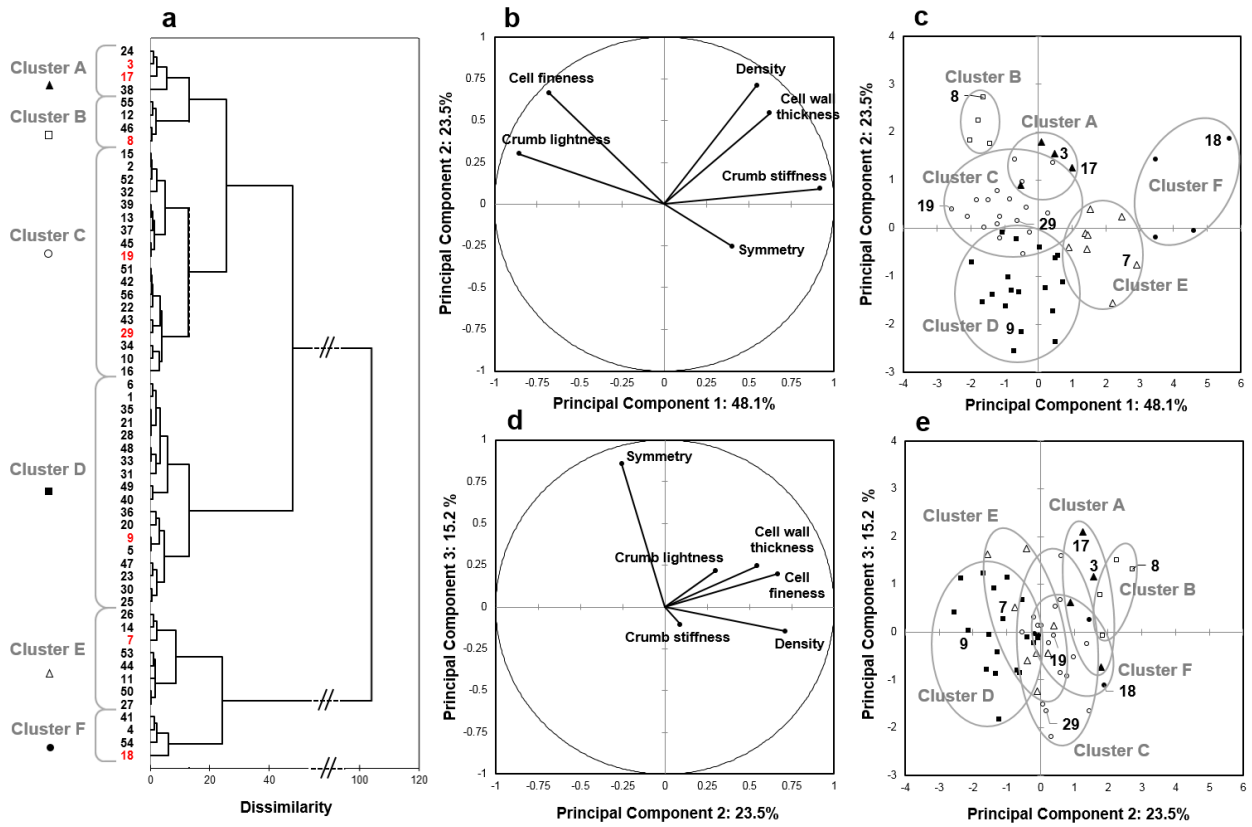
Attribute	Definition	Lower intensity	Upper intensity
<i>Appearance</i>			
Volume	Difference in height between minimum and maximum thickness of the cake along its longitudinal axis	Flat (negative difference)	Domed (positive difference)
Brightness	Intensity of light perception on the crust when tilting the cake with a constant angle, disregarding any cracks in the crust	Mat	Glossy
Crack intensity	Presence of a crack in the crust	No crack	Very marked crack
Crust color	Color of the upper surface of the cake	Light	Dark
Crumb color	Color of the crumb when cut along longitudinal axis	White	Green
Crumb aeration	Overall appearance of the crumb cell structure, disregarding big holes or cracks	Dense, Compact	Aerated
<i>Texture when touched</i>			
Firmness	Perceived firmness when compressing the cake held upside down, thumb on the crust (upwards) and three fingers on the bottom (downwards)	Soft	Firm
Friability	Sensitivity to the formation of crumbs and to overall breakage when breaking the cake longitudinally (i) breaking off a corner with one hand; (ii) breaking it down the center with two hands	Not friable, Keeps its shape	Very friable, Falls apart
<i>Oral texture</i>			
Pasty - Sticky	Overall pasty - sticky sensation after chewing and before swallowing	Dry	Pasty, Sticky
Crumbliness	Sensitivity to crumb formation when rubbing a piece of cake between tongue and palate	Not friable	Very friable
Firmness	Perceived firmness when compressing the central quarter of the second longitudinal half between the molars, during the first chewing	Soft	Firm
<i>Flavor</i>			
Beany	Intensity of beany or green flavor, evaluated on a piece of crumb	Not intense	Very intense
Toasted	Intensity of toasted flavor, evaluated on a piece of crumb and crust	Not intense	Very intense
Sweet	Intensity of sweet flavor, evaluated on a piece of crumb	Not intense	Very intense
<i>Aftertaste</i>			
In-mouth drying	Sensation of drying out of the mouth and lack of saliva, before rinsing	Not drying	Very drying
Beany persistency	Intensity of beany or green flavor 5 sec after swallowing, before rinsing.	Not intense	Very intense

## 2.2.3 Results and discussion

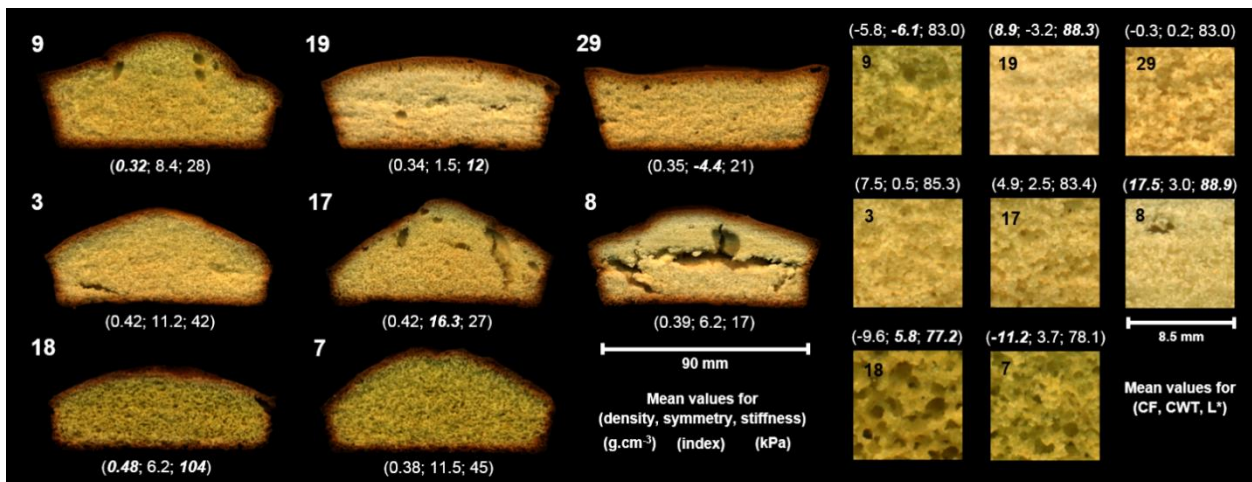
### 2.2.3.1 Selection of products representative of the design space

A hierarchical cluster analysis (HCA) was performed to select a reduced number of products to represent the differences in instrumental properties of the 56 trials generated by the I-optimal design. This approach assumed that two products with similar instrumental properties have similar sensory properties. The dendrogram obtained from the HCA is shown in Figure 1.a. It identified six clusters of products among the 56 trials. The clusters were unequal in size, containing between four (clusters A, B, F) and 18 products (clusters C and D). They are represented on the product maps of the principal component analysis (PCA) of the instrumental properties according to principal components 1 and 2 (Figure 1.c) and principal components 2 and 3 (Figure 1.e). The corresponding loadings plots are presented in Figures 1.b and 1.d. The six clusters were well separated according to the two first components that accounted for 72% of the variance (Figure 1.c). The first component mainly represented the variation in crumb stiffness and discriminated cluster F from cluster E, and from clusters A to D. The second component, accounting for 24% of the variance, did not directly represent the variation of any response. Density and cell wall thickness (CWT) were expressed in the first quartile and discriminated cluster F and cluster D from the other clusters. Crumb lightness and cell fineness (CF) were expressed in the last quartile and discriminated cluster B from clusters A and C, and from clusters D to F. Thus density and CWT were not correlated with crumb lightness and CF. The third component, accounting for 15% of the variance, mainly represented the variation in symmetry index (Figure 1.d) but it was not used by the HCA to discriminate the products.

Clusters represent groups of products with similar instrumental properties that differ from each other. The clusters were used to identify the products whose value was the closest to the minimum, mean, or maximum of the response distribution for each of the six instrumental responses. The products that fulfilled this condition for several responses at the same time were selected in order to reduce the number of products. Figure 2 shows photos of the seven products selected (3 & 17 from cluster A, 19 & 29 from cluster C, 9 from cluster D, 7 from cluster E, 18 from cluster F) plus product 8 from cluster B that was eliminated. Its highly fragmented cell structure was judged unsuitable for sensory analysis. Indeed cluster B comprised the maximum values of the fineness and lightness distributions. Consequently product 8 was replaced by product 19 from cluster C and product 3 from cluster A, these products exhibited respectively the closest values of lightness and fineness at the time of the I-optimal design (product 3 exhibited a lower value of fineness when it was produced in the present study). The presence of a second product in clusters A and C (products 17 & 29) made it possible to cover the broadest range of symmetry values (Figures 1.d and 1.e). The photos in Figure 2 reveal the range of the instrumental properties, illustrated for example by products 18 and 19 that differ in density, crumb stiffness, CF, and crumb lightness.



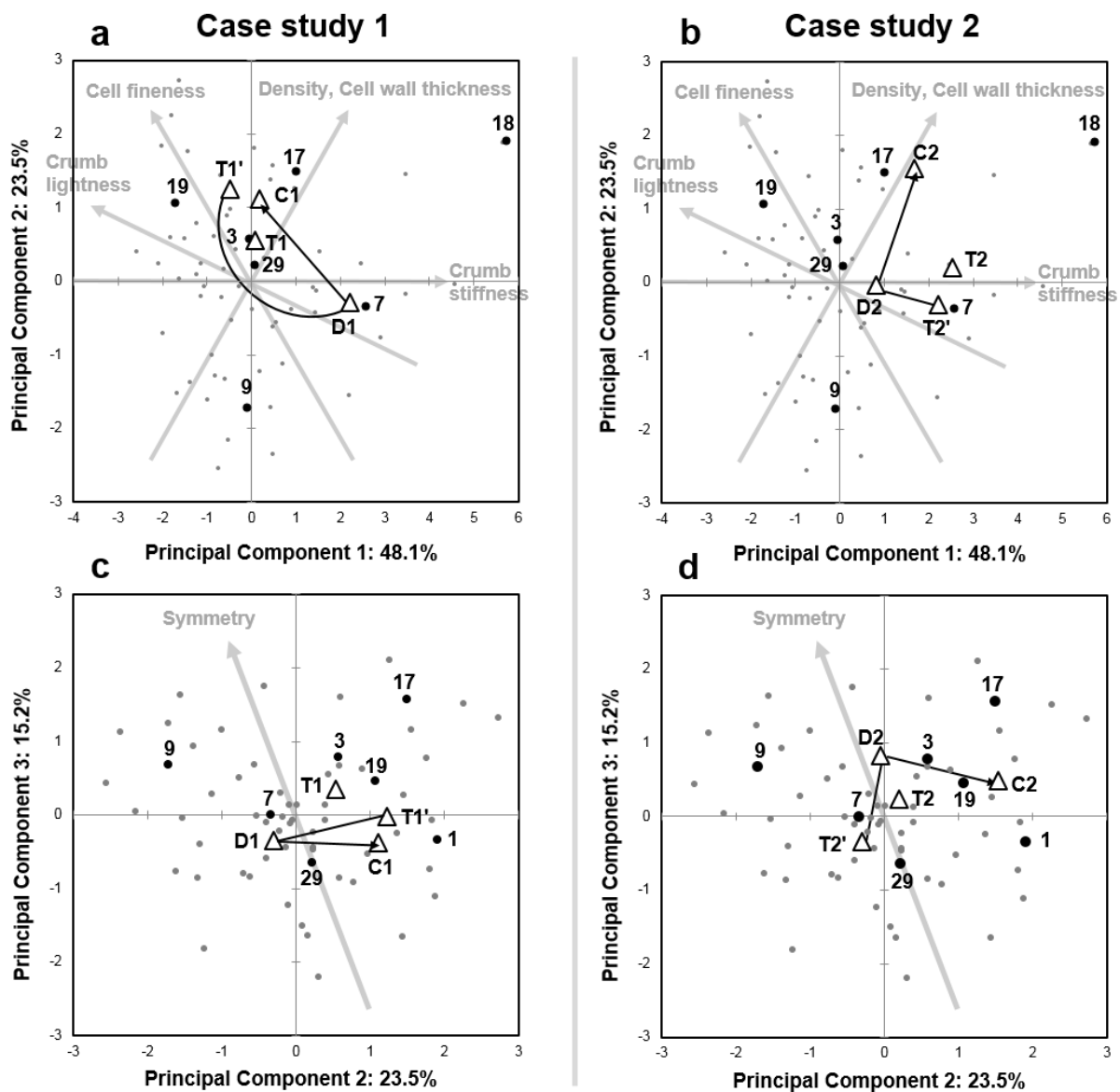
**FIGURE 1** HCA dendrogram (a) showing the distribution of the 56 trials in clusters according to their instrumental properties; (b-e) PCAs of instrumental properties with loadings plots (b; d) and product maps with identification of the clusters (c; e): (b-c) PCA on PC1 and PC2 (71.6% of information); (d-e) PCA on PC2 and PC3 (38.7% of information).



**FIGURE 2** Photos of the longitudinal sections of the cakes and (on the right) close ups of the crumb structure of the products representative of the six clusters. Mean values of the instrumental properties are given for each product, with minimum and maximum values in italics and bold. CF: cell fineness; CWT: cell wall thickness; L\*: crumb lightness.

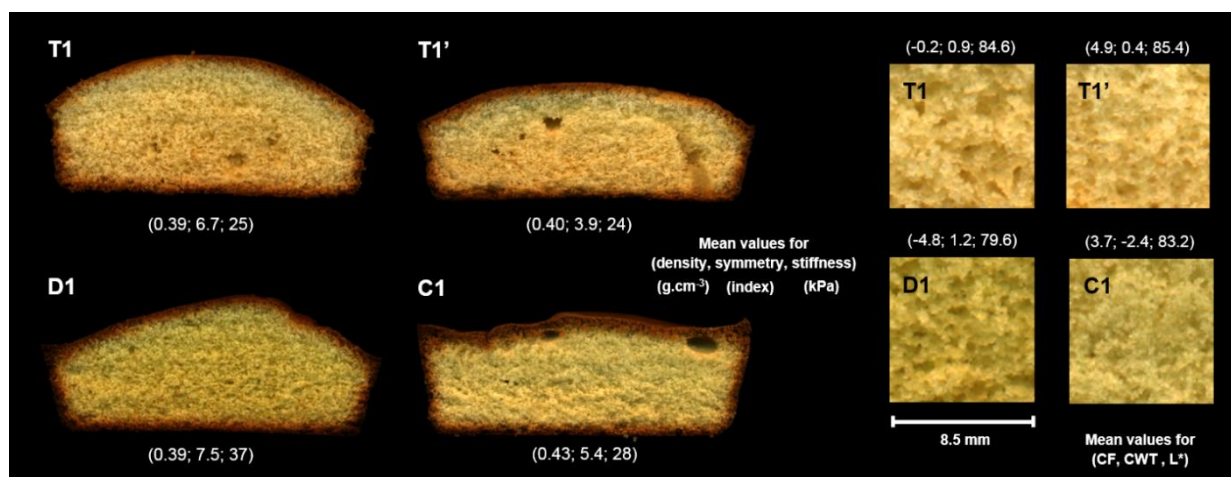
## 2.2.3.2 Instrumental correction efficiency of the model

To visualize the instrumental correction efficiency, the paths between the target, degraded and corrected products were drawn on the product maps of the PCA of the instrumental properties according to principal components 1 and 2 (Figure 3.a for case study 1; 3.b for case study 2) and principal components 2 and 3 (Figure 3.c for case study 1; 3.d for case study 2). The most influent response variables of the loadings plots (Figures 1.b and 1.c) are identified by the grey arrows on the product maps to help interpretation. The target products T1 and T2 used for the definition of the desirability function were not superimposed with their repetitions T1' and T2' on any of the maps. This corresponded to the differences due to cake processing repeatability over the 6-month interval. The differences can be seen in Figures 4 and 5. There were used as a benchmark in the analysis of the correction efficiency of the model in order to take into account the potential reproducibility of the cake preparation for a given formula.



**FIGURE 3** Paths for the optimization of cake quality for case studies 1 (a ;c) and 2 (b; d) on the product maps of the PCAs of the instrumental properties in the 56 trials as principal individuals (●) and instrumental properties of the products representative of the design space (●) and of the products from the case studies (Δ) as supplementary individuals: (a; b) PCAs on PC1 and PC2 (71.6% of information) from case studies 1 and 2 respectively; (b; d) PCAs on PC2 and PC3 (38.7% of information) from case studies 1 and 2 respectively.

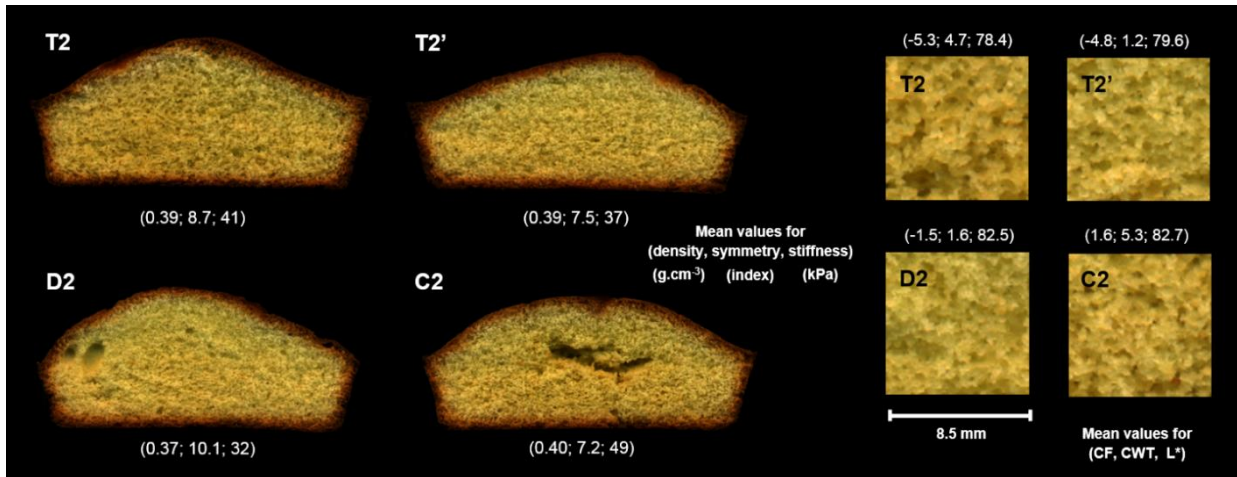
In the first case study, D1 shifted to the right of the map in comparison to T1 and T1'. The introduction of 35% of pea flour in a 0% pea cake caused an increase in crumb stiffness according to the first component, that was further corrected as C1 shifted back near T1 and T1' (Figure 3.a). According to the other significant response variables in the PC1-PC2 map, there was a decrease in crumb lightness and cell fineness for D1 in comparison to T1 and T1' that was also corrected in C1. While the variation in crumb lightness is visible (Figure 4), it is doubtful whether the variation in cell fineness would be perceived by consumers. Finally, the addition of pea flour did not cause any perceptible change in density and cell wall thickness (D1 versus T1 and T1', Figure 3.a). Neither did the correction by adjusting the processing parameters (C1 versus T1, T1' and D1). In PC2-PC3 map, there was a slight variation in symmetry between the products (Figure 3.c). C1 shifted back near T1 and T1' in comparison to D1.



**FIGURE 4** Photos of the longitudinal sections and (on the right) close ups of the crumb structure of the products of case study 1. T1: initial target for the desirability function; T1': target assessed by descriptive sensory analysis; D1-T2': degraded product; C1: corrected product. CF: cell fineness; CWT: cell wall thickness; L\*: crumb lightness.

In the second case study, the increase in the proportion of pea fine fraction from 50% to 100% in a 35% pea cake caused a general degradation of instrumental properties that barely outweighed the differences due to repeatability (Figure 3.b) except for symmetry (Figure 3.d). Indeed the photos of the cakes revealed fewer differences between the target and degraded products than in the first case study (Figure 5). More precisely, the position of C2 in comparison to D2 and T2 and T2' shows that the changes in processing parameters satisfactorily corrected symmetry (Figure 3.d). The other variables were not corrected (stiffness and crumb lightness), further degraded (cell fineness) or overcorrected (density and wall thickness) (Figure 3.b). Overall, the correction efficiency for this case study was not satisfactory, probably because the degradation was too small with respect to cake processing repeatability and hence model sensitivity. This defines the limits of the multiobjective model in terms of instrumental correction. Moreover it shows that a variation in the proportion of pea fine fraction does not significantly influence cake quality. However, these two case studies show the interest of evaluating the accuracy of sensory perception of changes in quality in comparison to those detected instrumentally.

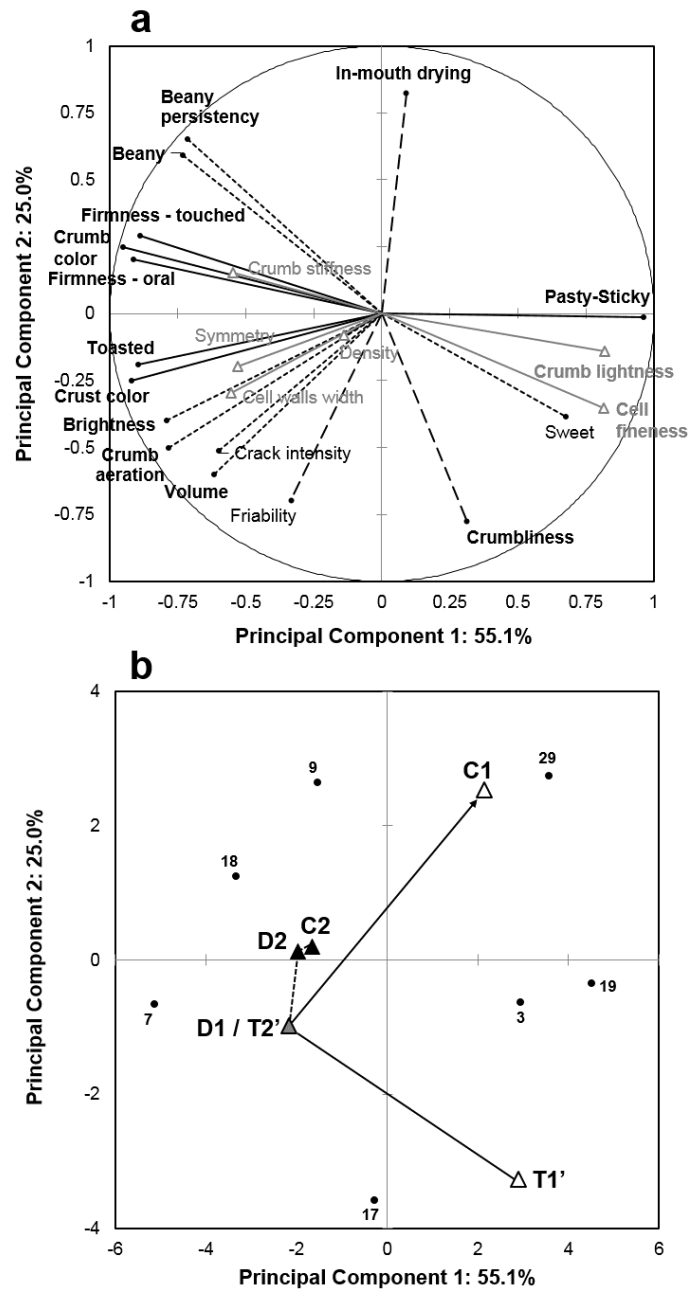




**FIGURE 5.** Photos of the longitudinal sections and (on the right) close ups of the crumb structure of the products of case study 2. T2: initial target for the desirability function; D1-T2': target assessed by descriptive sensory analysis; D2: degraded product; C2: corrected product. CF: cell fineness; CWT: cell wall thickness; L\*: crumb lightness.

### 2.2.3.3 Sensory characterization

A PCA was performed of the sensory properties of the 12 products according to the 16 attributes with their instrumental properties as supplementary variables. Figure 6.a shows the loadings plot according to the two first dimensions with categorization of the attributes depending on their orientation. The first component accounted for 55% of the variance and expressed the attribute “pasty-sticky” versus, on one hand, the firmness attributes (oral firmness and firmness when touched) correlated with crumb color, and on the other hand, the “toasted” attribute correlated with crust color (Figure 6.a). Instrumentally, we saw that crumb stiffness varied inversely with crumb lightness and cell fineness (Figure 1.b). Here, instrumental crumb lightness and cell fineness were negatively correlated with sensory “firmness when touched” (-0.798 and -0.854 respectively) and crumb color (-0.865 and -0.839), and positively correlated with the “pasty-sticky” attribute (+0.900 and +0.853). Instrumental crumb stiffness was positively correlated with sensory “firmness when touched” (+0.726) and oral firmness (+0.685) although it did not appear clearly in the PC1-PC2 plane. The lower firmness value and the darker color of the crumb perceived by the panelists were thus related to a lower cell fineness. The cakes with lighter and softer crumbs were perceived as stickier after chewing and before swallowing. The finer cell structure of these cakes could result in faster kinetics of hydration by saliva that would enhance cell breakage and collapse, and early amyolysis, giving rise to a more adhesive bolus. The correlation between toasted flavor and crust color reflected the baking intensity of the cake, driven by baking temperature. Cakes baked at a higher temperature (200 °C, 180 °C, 160 °C) were perceived as less sticky. The second component accounted for 25% of the variance and was expressed the “in-mouth drying” attribute versus the “crumbliness” attribute (Figure 6.a). The “beany” and “beany persistency” attributes were grouped in the last quartile. A last group in the third quartile was composed of the “volume”, “brightness” and “crumb aeration” attributes. Crumb aeration, defined as the dense or aerated aspect of the crumb, appeared to be related to the total amount of air incorporated in the cake rather than to cell fineness per se. The measurement of cell fineness at the millimetric scale, as well as cell wall thickness, provided additional information to that provided by the panelists’ perceptions. According to the regression coefficients of the multiobjective model (Monnet et al., submitted), cake density decreases with an increase in mixing speed or baking temperature. The higher volume, crumb aeration and brightness of the cakes perceived by the panelists could result from these factors. The attributes “sweet”, “friability” and “crumbliness” were not well represented in the plane of the two first dimensions. This was due to the poorer performance of the panel in terms of individual homogeneity and their ability to discriminate these attributes that was explained by a very high degree of similarity between the products.



**FIGURE 6** PCA on PC1 and PC2 (80.1% of information) of sensory properties as principal variables and instrumental properties as supplementary variables: (a) loadings plot with sensory variables relative to PC1 (—), PC2 (---), neither relative to PC1 nor PC2 (----), and instrumental variables ( $\triangle$ ); (b) product map with the paths for the optimization of cake quality. In (a) the variables that are statistically significant in the plane are represented in bold characters.

Figure 6.b shows the product map corresponding to the loadings plot. The 12 products were evenly distributed in all directions. In the first case study, the introduction of 35% of pea flour in a 0% pea cake caused a degradation according to the first component that was properly corrected (Figure 6.b). Degraded 35% pea cakes (D2) were perceived as less sticky, with firmer and darker crumb, with a darker crust and a more toasted flavor than target 0% cakes and corrected 35% pea cakes. This is in agreement with the variation observed in instrumental crumb firmness and lightness (3.2). However according to the second component, there was a degradation that was not corrected and was even increased by correction. It corresponded to the decrease in crumbliness and to the increase in the “in-mouth drying” attribute. Products 9 and 29 that also received high “in-mouth drying” scores were characterized by a high pea flour content (60%) and high mixing speeds (Table 1). The addition of from 0% to 35% pea flour caused a first increase in the “in-mouth drying” attribute and the correction with a higher liquid mix mixing speed exacerbated it because this dimension was not taken into account in the multiobjective model. Furthermore, the addition of pea flour caused an increase in the “beany” and “beany persistency” attributes that was not corrected. Again, this was a dimension that was not monitored by the model, but that could be corrected by a proper flavoring of the formulas. The panelists perceived no change in the “volume”, “crumb aeration” and “brightness” attributes between T1' and D1, but an increase in them for C1. Compared to the instrumental variation in density, the panelists were highly sensitive to a small instrumental variation.

In the second case study, displacement within the map was much less important. Only a slight degradation according to the second component was observed between T2' and D2, the latter being grouped with C2. Thus, the panelists perceived the degraded and corrected product as a little less crumbly and a little more “in-mouth drying” than the target product. This confirmed that the degradation was barely perceptible from a sensorial point of view like from an instrumental point of view (3.2). Secondly, this confirmed that the use of our multiobjective model was not necessary for extremely small degradations in quality. Interestingly, the panelists perceived C2 as almost the same as D2, while its instrumental properties were closer to D2 than were those of T2' because of several overcorrections (Figures 3.b and 3.d).

#### 2.2.4 Conclusions

Multiobjective models that make it possible to predict the best settings of several processing parameters to reach a trade-off between several target properties are very valuable tools for industry. Our model enabled monitoring of cake properties after a variation in flour quality among a range of physical properties. Through two different case studies, we showed that correction proposed by the model was only effective when the degradation caused by flour variation exceeded model sensitivity, i.e. processing repeatability, and when variations were sensorially perceivable. Otherwise, treatment by the model led to several overcorrections in the second case study. Sensory analysis of the products enabled the identification of several convergences between measured physical properties and sensory attributes concerning cake volume or density, crumb firmness, color, cell fineness measured directly or through indirect attributes like “pasty-sticky”. In this respect, the correction efficiency of the model was adequate from a sensory point of view for the first case study. Thus, even if the multiobjective model is based on instrumental variables, it was shown to be a very efficient tool to manage variations in flour composition simply by modifying processing parameters. Even if the sensory analysis revealed additional degradations like beany taste, aftertaste, and in-mouth drying that were perceived by the panelists but not taken into account in the model, these faults could be overcome by a change in the formula, such as flavoring or the addition of humectants such as glycerin.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank Marion Beugin and Clotilde Baron for their help with the sensory experiments.

This work was carried out in the framework of the FLEXIPROCESS project with financial support from the Carnot institute Qualiment. The authors thank the Carnot institute Qualiment, AgroParisTech, and the French Ministry of Higher Education and Research for their financial support of the authors.

2.2.5 References

- Boye, J., Zare, F., Pletch, A., 2010. Pulse proteins: Processing, characterization, functional properties and applications in food and feed. *Food Res. Int.* 43, 414–431. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.003>
- De Vries, H., Mikolajczak, M., Salmon, J.-M., Abecassis, J., Chaunier, L., Guessasma, S., Lourdin, D., Belhabib, S., Leroy, E., Trystram, G., 2017. Small-scale food process engineering — Challenges and perspectives. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* <https://doi.org/10.1016/J.IFSET.2017.09.009>
- Donovan, J.W., 1977. A study of the baking process by differential scanning calorimetry. *J. Sci. Food Agric.* 28, 571–578. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740280616>
- Monnet, A.-F., Laleg, K., Michon, C., Micard, V., n.d. Legume-enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties. *Trends Food Sci. Technol.*
- Monnet, A.-F., Jeuffroy, M.-H., Michon, C., Blumenthal, D., submitted. Taking into account upstream variability of flours with processing variables in legume-enriched soft cakes: conception of a multiobjective model for the monitoring of physical properties. *Food Bioprocess. Technol.*

### 2.3 Conclusions

Un modèle multicritère multi-contraintes a été conçu pour modéliser et maîtriser **l'effet de 7 facteurs** (taux de mélange blé/pois, pourcentage de fraction fine de blé, pourcentage de fraction fine de pois, vitesse de mélange des liquides, vitesse de mélange de l'huile, durée de mélange de l'huile, température de cuisson) **sur 6 propriétés physiques des cakes** (masse volumique, symétrie, fermeté de la mie, couleur de la mie, finesse de la mie, épaisseur des parois alvéolaires). Cette démarche est originale puisqu'à notre connaissance la correction des effets d'une variation de la qualité des matières premières par les paramètres de procédé n'a jamais été réalisée en construisant ainsi un plan d'expériences avec une présélection des paramètres.

Le modèle multicritère multi-contraintes a été validé pour sa capacité de prévision (Article 3) et utilisé dans le cadre de deux scénarii d'optimisation (Article 4). Ces scénarii ont montré que le modèle était capable de corriger une dégradation de la qualité des cakes lorsque celle-ci excédait les différences de propriétés liées à la répétabilité de fabrication. La réalisation d'un panel sensoriel par analyse descriptive quantitative a permis de mettre en lumière des convergences entre les variations instrumentales et les perceptions sur certaines dimensions :

- Fermeté de la mie mesurée et fermeté perçue à la compression au toucher
- Finesse de la mie mesurée et couleur de la mie perçue, sensation de pâteux-collant, fermeté perçue
- Clarté de la mie mesurée et couleur de la mie perçue

Sur ces dimensions, les dégradations et corrections de la qualité des cakes ont fait l'objet de perceptions sensibles de la part des panélistes. L'efficacité de correction du modèle sur ces dimensions a pu être confirmée. L'évolution des valeurs instrumentales et des notes adressées par les panélistes pour chaque paire « propriété physique-attribut sensoriel » montre cependant que les corrélations ne sont pas linéaires et simples.

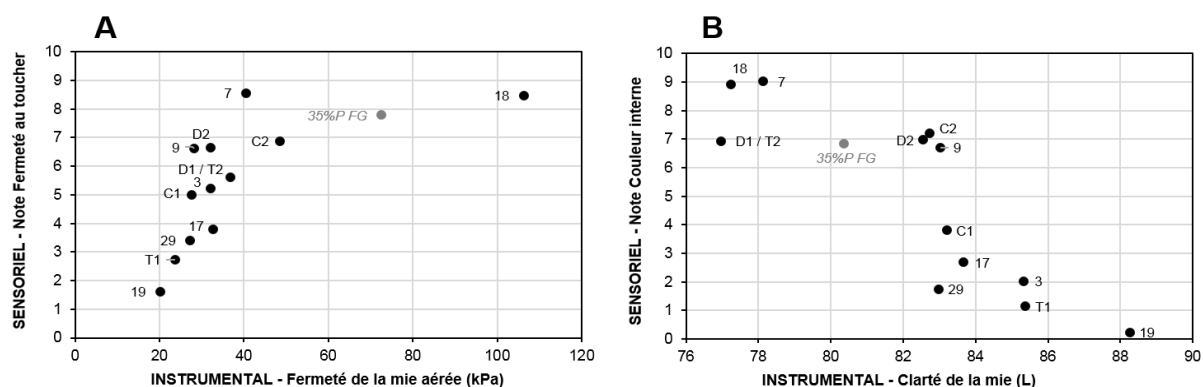


Figure 65 – Corrélations deux-à-deux entre les notes de fermeté sensorielle et les valeurs de fermeté instrumentale (A) et entre les notes de couleur perçue et les valeurs de couleur instrumentale (B). Le point « 35%P FG » correspond à un produit supplémentaire non présenté dans les résultats de l'Article 4 (Tableau 40).

Ainsi la corrélation entre fermeté sensorielle et instrumentale montre qu'au-delà d'une fermeté mesurée « seuil » (environ 40 kPa), les panélistes ne perçoivent plus d'augmentation de la fermeté proportionnelle à la fermeté mesurée mais perçoivent une fermeté bien moindre que ce que les valeurs de fermeté mesurée le suggèrent (Figure 65A). La corrélation entre couleur perçue et couleur mesurée (Figure 65B), ainsi que les corrélations reliant la finesse de la mie mesurée à la fermeté perçue, la couleur perçue ou la sensation de pâteux-collant (Figure 66A, Figure 66B, Figure 66C) présentent des allures linéaires bien que ce ne soit pas toujours évident (Figure 66C).

## 2. MISE EN PLACE D'UN MODÈLE MULTICRITÈRE MULTI-CONSTRAINTES [...]

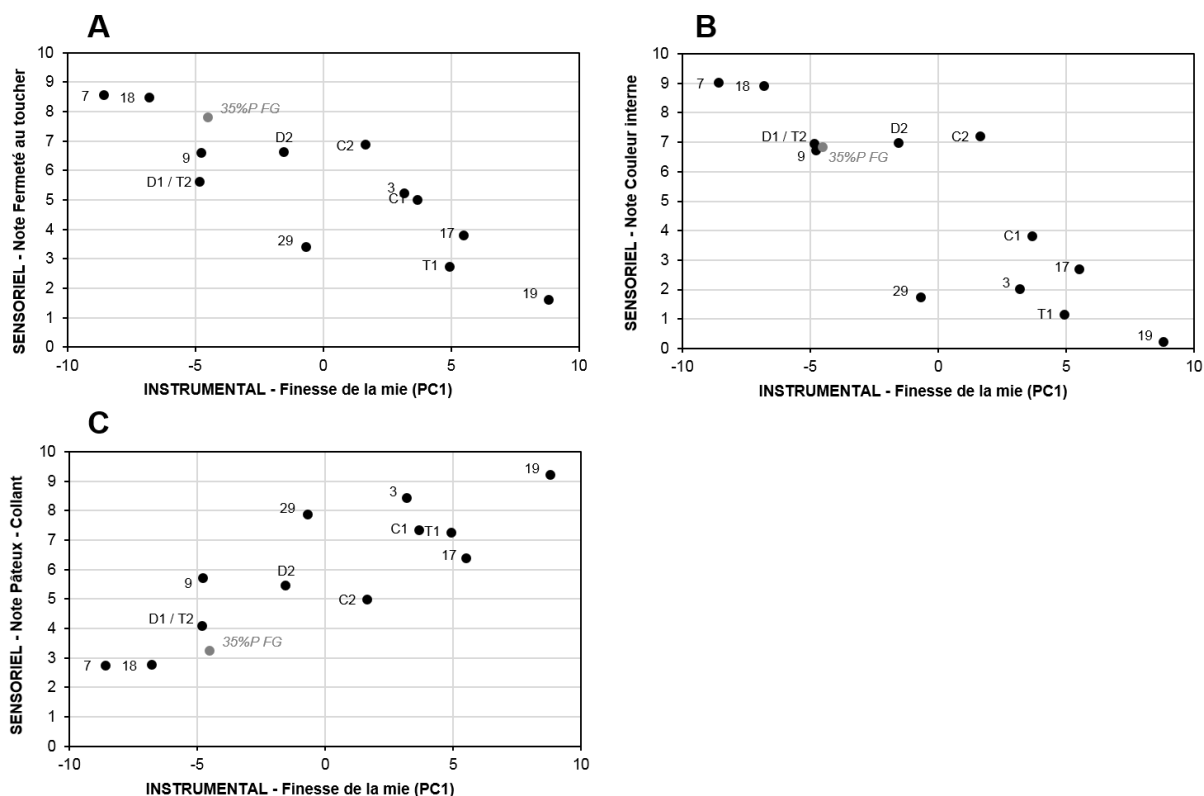


Figure 66 – Corrélations deux-à-deux entre les notes de fermeté sensorielle (A), couleur perçue (B) et sensation de pâteux-collant (C) et les valeurs de finesse de la mie instrumentale.

Par ailleurs, l'analyse sensorielle descriptive quantitative a permis de mettre en évidence d'autres perceptions issues des cakes qui échappaient à la caractérisation effectuée par le modèle multicritère multi-contraintes. Ces perceptions étaient essentiellement d'ordre aromatique ou proprioceptif : goût vert de légumineuse et rémanence de ce goût, sensation d'asséchant. Ces perceptions n'étaient pas maîtrisées par le modèle et ont fait l'objet de dégradations lors de l'ajout de farine de pois ou de l'augmentation de la proportion de fraction grossière de pois. Nous pensons que ces dégradations pourraient être limitées voire occultées par un travail sur la formulation des cakes en jouant sur son aromatisation ou sur l'ajout de composés aux propriétés attendrissantes et humectantes (dépresseurs d' $a_w$ ) tels que le glycérol.



# VI. Discussion générale





Dans cette discussion, nous allons nous intéresser à repositionner nos résultats dans le contexte d'une filière de transformation, c'est-à-dire de la sélection génétique des graines, à la valorisation du produit fini pour le consommateur. Pour cela, nous allons nous appuyer sur un ensemble de résultats issus du projet FlexiProcess qui permettent de former un tout cohérent au niveau de la filière, en allant jusqu'à inclure les propriétés nutritionnelles des produits. Cette démarche se fera en deux temps.

Dans un premier temps, nous nous concentrerons sur le bout de la chaîne, constitué de la 2<sup>nd</sup>e transformation et de la consommation. Nous intégrerons les résultats de l'étude *in vivo* de FlexiProcess menée sur trois produits différents pour discuter de leurs propriétés nutritionnelles et voir comment les propriétés physiques des produits les plus intéressants peuvent être optimisées par le modèle multicritère multi-contraintes. Ceci nous permettra de discuter de l'impact des améliorations proposées d'un point de vue énergétique et technique pour la mise en œuvre en industrie. Les résultats de l'étude *in vitro* de FlexiProcess, menée sur des produits légèrement différents, seront évoqués pour compléter l'analyse.

Dans un deuxième temps, nous élargirons notre discussion en plaçant l'utilisation du modèle pour l'optimisation de la 2<sup>nd</sup>e transformation au cœur d'une réflexion sur la durabilité de la filière blé-pois dans son ensemble. Pour cela, plusieurs circuits de la matière première ont été imaginés qui laissent place à de la flexibilité en terme de gestion de la matière première à des niveaux différents de la filière : production des cultures associées, tri des graines, première ou seconde transformation. Pour chaque cas, les solutions proposées par le modèle pour l'optimisation de la 2<sup>nd</sup>e transformation seront discutées au regard des implications en termes d'impact énergétique, de propriétés nutritionnelles et d'acceptation supposée du consommateur, ainsi que de coût et de réalisme économique des choix posés sur l'ensemble des étapes de la filière. L'ensemble des informations acquises en considérant la durabilité de la filière dans son ensemble nous permettra de formuler des conclusions et recommandations à chaque étape dans une logique d'ingénierie reverse.

### 1. Intégrer optimisation de la seconde transformation et propriétés nutritionnelles

Une étude *in vivo* sur rats a été réalisée par l'Unité de Nutrition Humaine (UNH) de Clermont-Ferrand, notre partenaire au sein de FlexiProcess. Celle-ci portait sur la comparaison des propriétés nutritionnelles de trois recettes de cake. Ces recettes ont été choisies pour tester deux hypothèses :

- Première hypothèse : la substitution de farine de blé par la farine de pois permet d'équilibrer le profil en acides aminés indispensables (AAI) de la recette et d'augmenter l'efficacité de la nutrition protéique.

Pour tester cette hypothèse, une recette contenant 35% de farine de pois, correspondant à l'équilibre théorique calculé du profil en AAI, a été comparée à une recette 100% blé enrichie en gluten pour contenir une quantité équivalente de protéines. Ainsi on ne teste que l'effet « qualité protéique ».

Dans ces deux recettes les farines utilisées étaient « standard », c'est-à-dire constituées de 50% de fraction fine et 50% de fraction grossière et réalisées selon le procédé de fabrication standard (Matériel et Méthodes IV.2.2.2). Par commodité nous appellerons « **100%B** » la recette 100% blé et « **35%P Std** » la recette 35% pois.

- Deuxième hypothèse : une différence de structure de cakes à composition égale peut impacter l'efficacité de la nutrition protéique.

Pour tester cette hypothèse, une recette supplémentaire a été choisie contenant 35% de farine de pois réalisée avec des farines de blé et de pois 100% grossières, selon le procédé standard. Cette recette présentait une structure nettement différente de celle de la recette 35% pois farines « standard », à composition équivalente. Nous appellerons cette troisième recette « **35%P FG** ».

Lors de l'étude, soixante rats ont été répartis en cinq groupes de douze consommant chacun un régime différent. Deux régimes témoin étaient inclus dans l'étude, l'un composé d'une protéine idéale (la caséine) et l'autre dépourvu de protéine. Les trois autres régimes correspondaient aux recettes de cake. Les régimes étaient distribués aux rats en quantités non limitantes.

## 1. INTÉGRER 2<sup>NDE</sup> TRANSFORMATION ET PROPRIÉTÉS NUTRITIONNELLES

Les recettes ont été conçues grâce à des calculs théoriques de composition. Un préalable de l'analyse des résultats de l'étude *in vivo* a été de vérifier leur composition par un lot d'analyses nutritionnelles sous-traitées. La composition en macronutriments et le score chimique des trois recettes sont présentés dans le Tableau 44.

Tableau 44 – Composition en macronutriments et score chimique des trois recettes testées lors de l'étude *in vivo*

Recette	Eau (g/100g)	Amidon (g/100g)	Lipides (g/100g)	Protéines : acides aminés totaux (g/100g)	Acide Aminé Indispensable limitant	Score chimique
100% blé <i>isoprotéique</i> 35% pois (100%B)	16,9 ± 0,1	24,9 ± 1,2	13,2 ± 1,6	<b>5,8 ± 0,1</b>	Lysine	<b>0,56 ± 0,01</b>
35% pois Standard (35%P Std)	16,7 ± 0,1	24,5 ± 2,0	12,6 ± 0,2	<b>6,3 ± 0,2</b>	Lysine	<b>0,88 ± 0,04</b>
35% pois Fractions grossières (35%P FG)	16,1 ± 0,0	22,5 ± 2,5	12,5 ± 0,5	<b>6,7 ± 0,3</b>	Lysine	<b>0,92 ± 0,03</b>

Alors que les teneurs en eau, amidon et lipides des recettes sont équivalentes, un écart de 0,5% de teneur en protéines est observé entre les recettes deux à deux. Les recettes ayant été conçues pour être isoprotéiques, cet écart devra être pris en compte dans le calcul des indicateurs de qualité nutritionnelle. Cet écart est dû à une mauvaise estimation de la quantité de protéines apportée par chaque source de blé ou de pois (utilisation de coefficients de conversion de l'azote en protéine spécifiques) et à un écart de teneur en protéines entre les farines entières et les fractions grossières non soupçonné au départ. Après vérification, il est en effet apparu que les fractions grossières étaient plus riches en protéines que les farines entières, particulièrement dans le cas du pois (Tableau 45).

L'équilibre du profil en AAI des recettes a pu être évalué par le calcul du score chimique (État de l'art II.3.2.1) (Tableau 44). L'acide aminé indispensable limitant était la lysine pour les trois recettes, qui correspond à l'acide aminé limitant dans les graines de blé. Le score chimique de la recette 100%B était nettement plus faible (0,56) que ceux des recettes 35%P, établis à 0,88 pour la recette 35%P std et 0,92 pour la recette 35%P FG. Le score chimique de la recette 35%P FG était légèrement plus élevé que celui de la recette 35%P Std, sans que ce soit significatif (Tableau 44). Cet écart de score chimique peut être dû à une différence de profil en AAI entre les farines entières et les fractions grossières. Le score chimique des farines et fractions est présenté en Tableau 45. Alors que le score chimique de la fraction grossière de blé est légèrement supérieur à celui de la farine, le cas inverse se présente pour le pois. Il est donc difficile d'expliquer ainsi la différence de score chimique entre les deux recettes 35%P.

Tableau 45 – Teneur en protéines, score chimique et teneur en amidon endommagé des farines entières et des fractions grossières de blé et de pois

Echantillon	Protéines : acides aminés totaux (g/100g)	Acide(s) Aminé(s) Indispensable(s) limitant(s)	Score chimique	Amidon endommagé (SD%)
Farine entière de blé	8,95 ± 0,11	Lysine	0,51	5,8 ± 0,0
Fraction grossière de blé	<b>9,34 ± 0,26</b>	Lysine	<b>0,55</b>	3,9 ± 0,2
Farine entière de pois	18,96 ± 0,96	Soufrés (Met + Cys)	1,17	3,6 ± 0,2
Fraction grossière de pois	<b>22,41 ± 0,22</b>	Soufrés (Met + Cys)	<b>1,03</b>	0,4 ± 0,0

Par ailleurs, nous avons vu dans l'Article 1 que les farines et fractions de blé et de pois présentaient des teneurs différentes en amidon endommagé, rappelées en Tableau 45. Ceci est à même de modifier l'accessibilité de l'amidon au sein des cakes lors de la digestion, sa cinétique de dégradation par les enzymes amylolytiques, et donc les propriétés nutritionnelles des cakes. L'étude des propriétés de digestion *in vitro* a en effet montré que

la cinétique d'amylolyse de cakes 100%P était plus lente que celle de cakes 29%P ou de cakes 100%B isoprotéiques 29% pois, ce qui peut être relié au plus faible taux d'endommagement de la farine de pois.

Les premiers indicateurs analysés pour comparer l'efficacité des régimes sont la quantité d'aliment consommée ainsi que l'évolution du poids corporel ou « croissance ». La Figure 67 présente l'évolution de la quantité quotidienne moyenne de cake consommée pour chaque recette au long des trois semaines de l'étude. La quantité de cake 100% blé (100%B) consommée est inférieure à celle des cakes 35%P, dès la fin de la première semaine, et cet écart s'accroît avec le temps. Il a été montré dans la littérature que les rats adaptent leur consommation au profil en AAI de l'aliment, en diminuant leur consommation lorsque celui-ci s'éloigne de leurs besoins. Il semblerait que ce soit le cas pour la recette 100%B par rapport aux recettes 35% pois. La quantité de cake 35%P Std consommée reste constante durant les trois semaines. La quantité de cake 35%P FG consommée est équivalente durant les deux premières semaines, puis augmente lors de la troisième semaine. Cet écart pourrait s'expliquer par la légère différence de score chimique observée entre les deux recettes (Tableau 44).

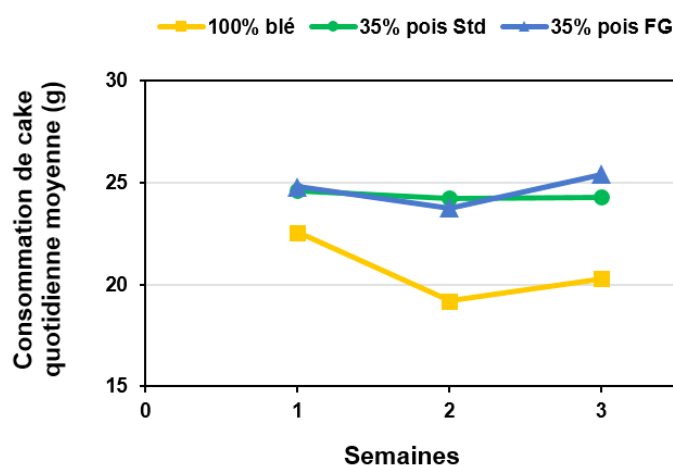


Figure 67 – Evolution de la consommation quotidienne moyenne de cake en fonction de la recette au long des trois semaines d'étude (moyenne réalisée sur les 12 rats composant chaque groupe et les différents jours de la semaine). Source des résultats : UNH Clermont-Ferrand.

L'évolution du poids corporel au long de l'étude est ensuite étudiée. Cet indicateur a été ramené à la quantité de protéine consommée en fonction de la recette, de façon à prendre en compte la différence de teneur en protéines des recettes (Tableau 44). Un équivalent de « coefficient d'efficacité protéique » sur 17 jours au lieu de 28 jours est obtenu (État de l'art II.3.2.2) (Tableau 46). À l'image de la différence de score chimique, le coefficient d'efficacité protéique est significativement plus élevé pour les recettes 35% pois que pour la recette 100% blé. En revanche, il n'est pas significativement différent entre les deux recettes 35% pois (Tableau 46).

Tableau 46 – Coefficient d'efficacité protéique des cakes. Source des résultats : UNH Clermont-Ferrand

Recette	Coefficient d'efficacité protéique (g /g de protéine)
100% blé isoprotéique 35% pois (100%B)	+ 0,31 a
35% pois Standard (35%P Std)	+ 1,51 b
35% pois Fractions grossières (35%P FG)	+ 1,43 b

Les nombres accompagnés de lettres différentes sont significativement différents (P < 0.05).

# 1. INTÉGRER 2<sup>NDE</sup> TRANSFORMATION ET PROPRIÉTÉS NUTRITIONNELLES

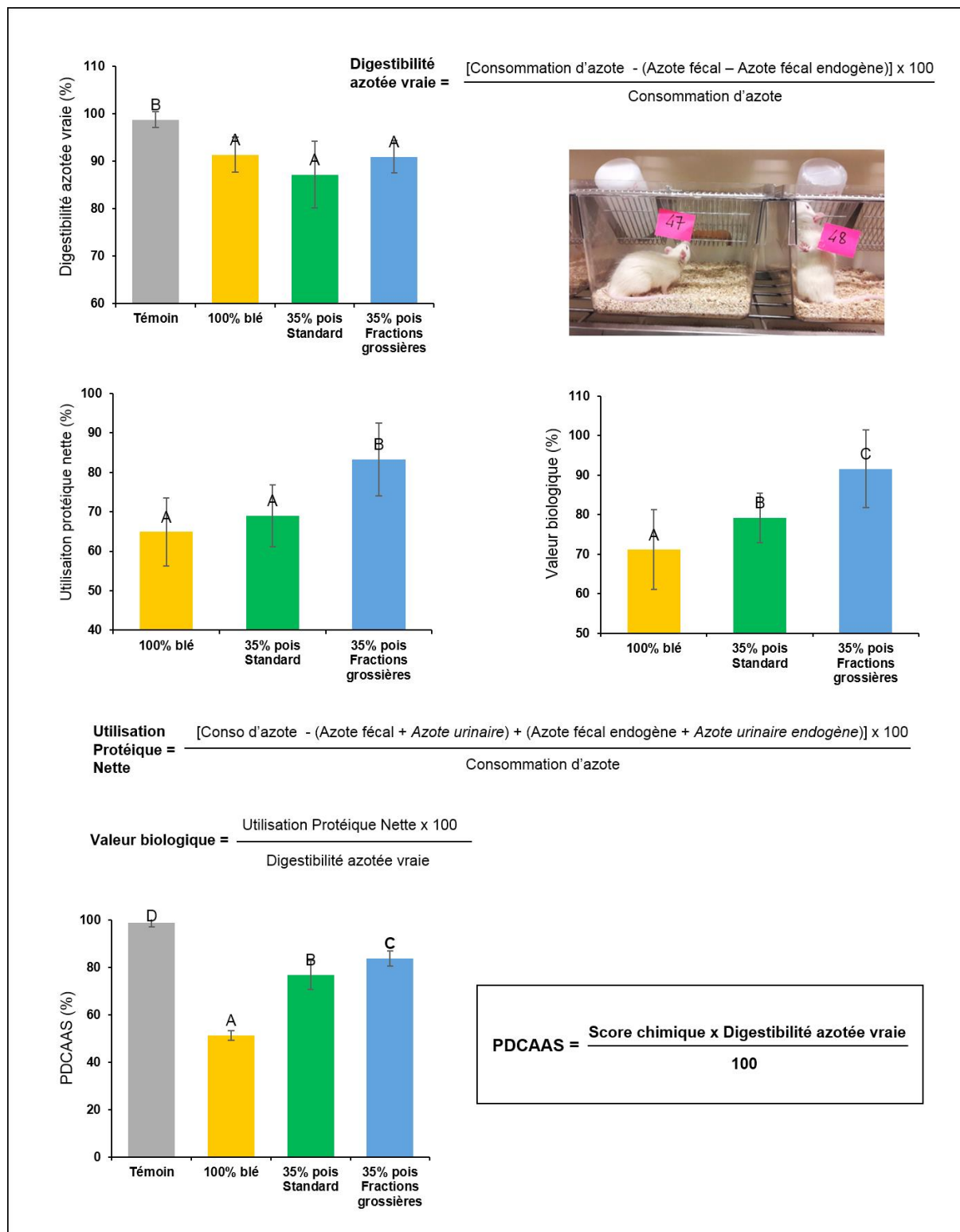


Figure 68 – Calculs des indicateurs d'efficacité de la nutrition protéique pour les trois cakes : digestibilité azotée vraie, utilisation protéique, valeur biologique, PDCAAS et formules associées. Source des résultats : UNH Clermont-Ferrand.

Différents indicateurs sont ensuite calculés sur la base des flux d'azote mesurés (azote consommé et azote excrété par les voies urinaires ou fécales). Parmi ceux-ci, la digestibilité azotée vraie, l'utilisation protéique nette et la valeur biologique (État de l'art II.3.2.2) ont été calculés avec les formules présentées en Figure 68.

La **digestibilité azotée vraie** est calculée à partir de l'azote consommé et de l'azote excrété par voie fécale (Figure 68). La digestibilité du régime témoin à base de caséine était significativement supérieure à celle des cakes, ce qui est logique car le régime à base de caséine constitue une référence en terme de digestibilité. La digestibilité des trois recettes était non significativement différente. La digestibilité des protéines de légumineuse peut être impactée par la présence de facteurs anti-nutritionnels propres aux légumineuses tels que l'activité anti-trypsique, les alpha-galactosides (raffinose, stachyose, verbascose) et l'acide phytique (État de l'art II.3.2.2). Un dosage de ces composés dans les trois recettes ainsi que dans les farines a montré la présence d'une faible activité anti-trypsique dans les cakes 35% pois provenant de la farine de pois (Tableau 47). Ceci n'a visiblement pas été suffisant pour impacter la digestibilité des cakes. Les autres types de facteurs anti-nutritionnels, lorsque présents dans les farines (cas des alpha-galactosides), étaient présents en quantité négligeable dans les cakes. Ils ont été éliminés lors de la cuisson.

Tableau 47 – Teneurs en facteurs antinutritionnels des farines et cakes et Protein Digestibility Corrected Amino Acid Score (PDCAAS) des cakes

Echantillon	Activité anti-trypsique (mg trypsine/g)	Raffinose (g/100g)	Stachyose (g/100g)	Verbascose (g/100g)	Acide phytique (g/100g)	PDCAAS (%)
Farine de blé	0,2	nd	nd	4,1	0,1	-
Farine de pois	<b>1,3</b>	0,9	2,9	1,4	0,2	-
100% blé isoprotéique 35% pois (100%B)	0,3	nd	nd	nd	0,2	<b>51,2 ± 2,1</b>
35% pois Standard (35%P Std)	<b>0,6</b>	0,2	0,3	0,2	0,2	<b>76,7 ± 6,2</b>
35% pois Fractions grossières (35%P FG)	<b>0,5</b>	0,2	0,4	nd	0,2	<b>83,7 ± 3,2</b>

nd : non détectable

Le calcul de l'**utilisation protéique nette** inclut en plus l'azote excrété par voie urinaire (Figure 68). Ainsi l'utilisation protéique nette des cakes 35%P FG est significativement supérieure à celles des cakes 100%B et 35%P Std qui sont équivalentes, probablement dû à une moindre élimination d'azote dans les urines, ce qui traduit une meilleure rétention azotée liée à un meilleur équilibre protéique. Le calcul de la **valeur biologique**, ratio de l'utilisation protéique nette sur la digestibilité azotée vraie, donne lieu à un classement significatif entre les recettes : la recette 100%B ayant une valeur biologique inférieure à la recette 35%P Std, elle-même inférieure à la recette 35%P FG (Figure 68). Enfin, le **Protein Digestibility Corrected Amino Acid Score (PDCAAS)** peut être calculé. C'est un indicateur intégratif faisant le produit du score chimique et de la digestibilité azotée vraie. Ici encore on retrouve un classement des recettes : le PDCAAS de la recette 100%B (51) est significativement inférieur à celui de la recette 35%P Std (77) qui est significativement inférieur à celui de la recette 35%P FG (84). Le régime témoin à base de caséine présente quant à lui un PDCAAS quasiment égal à 100 (Figure 68).

Ces résultats indiquent dans un premier temps que l'efficacité de la nutrition protéique des recettes 35% pois est nettement supérieure à celle de la recette 100% blé. **La première hypothèse de l'étude *in vivo* concernant l'effet d'une amélioration du profil en AAI sur l'efficacité de la nutrition protéique est donc validée.**

Nous observons dans un deuxième temps une amélioration significative de plusieurs indicateurs -l'utilisation protéique nette, la valeur biologique et le PDCAAS- pour la recette 35%P FG par rapport à la recette 35%P Std. **La recette 35%P FG bénéficie donc de meilleures propriétés nutritionnelles que la recette 35%P Std.** Ceci est dû à un score chimique légèrement plus élevé et à une meilleure rétention azotée urinaire. Alors que l'augmentation du score chimique est attribuable à une différence de composition en acides aminés entre les recettes 35% pois (même si difficilement traçable par l'examen des scores chimiques des farines et fractions), **il est plus difficile de savoir si l'amélioration de l'ensemble des propriétés du cake 35%P FG est liée à cette différence de composition et/ou aux différences de structure qui existent entre les recettes 35% pois.**

Nous allons à présent examiner les propriétés physiques des cakes.

## 1. INTÉGRER 2<sup>NDE</sup> TRANSFORMATION ET PROPRIÉTÉS NUTRITIONNELLES

---

Placés au sein de la cartographie d'ACP des propriétés instrumentales des 56 produits du plan d'expériences utilisée dans [l'Article 4](#), les trois produits expriment des propriétés relativement différentes (Figure 69). Les cakes 100%B et 35%P Std présentent une masse volumique, une fermeté de mie et une épaisseur de parois équivalentes (Figure 69A et Figure 69B, Tableau 48). Au contraire les cakes 35%P FG présentent une masse volumique, une fermeté de mie et une épaisseur des parois significativement supérieures. Les cakes 100%B se distinguent des cakes 35% pois par des alvéoles significativement plus fines (Tableau 48). En outre, les trois recettes ne diffèrent pas en symétrie ni en fermeté des parois alvéolaires.

Les différences de masse volumique et de structure alvéolaire des cakes sont observables sur les images de coupe longitudinale de mie scannées (Figure 70). Le cake 35%P FG apparaît en effet plus dense, et les zooms sur mie montrent des parois alvéolaires plus épaisses que celles des cakes 100%B et 35%P Std. La micro-tomographie et la microscopie électronique à balayage environnemental fournissent un éclairage supplémentaire sur la structure alvéolaire des mies (Figure 70 et Figure 71). La vision en coupe des parois par la micro-tomographie montre de façon plus directe l'augmentation de l'épaisseur des parois lorsque la farine de pois est introduite, et particulièrement pour la recette 35%P FG. L'augmentation de l'épaisseur des parois va de pair avec l'augmentation du nombre d'alvéoles enfermées au sein des parois, représentées en rouge sur les images de micro-tomographie. La structure des parois est reconnaissable sur les images de microscopie électronique à balayage environnemental (ESEM) (Figure 71). On observe l'apparition de parois plus épaisses formant une architecture cubique en opposition à celle du cake 100%B formée de parois plus fines et conservant une allure ronde. La présence d'un second degré de structure au sein des parois est visible avec un nombre important de petites alvéoles enfermées dans les parois des cakes 35%P Std et 35%P FG (Figure 71). Hormis cela, on constate grâce aux images de micro-tomographie et d'ESEM que les alvéoles des cakes 100%B sont effectivement plus petites que celles des cakes 35% pois.

Enfin, la microscopie confocale à balayage laser nous renseigne sur l'organisation des composants au sein des parois par un marquage différencié de la matrice protéique (en vert) et de la matière grasse (en rouge). Plusieurs images de la mie pour chaque recette sont présentées en Figure 72. Il n'y a pas de différence visible entre les recettes concernant l'intensité de la couleur verte du tapis protéique recouvrant les parois, hormis peut-être une intensité légèrement plus faible pour la recette 35%P FG (Figure 72). L'intensité de la couleur verte représente le degré local d'agrégation de la matrice protéique. La répartition de la distribution en protéines en fonction de leurs liaisons, mesurée par SE-HPLC, nous donne des informations complémentaires sur le degré d'agrégation protéique (Tableau 49). Avant cuisson les pâtes 100% blé contiennent moins de protéines liées par des liaisons faibles et plus de protéines liées par des ponts disulfure que les pâtes 35% pois. Il n'y a pas de différence entre les pâtes 35% pois. Cette répartition reflète directement la différence de composition initiale des protéines des farines de blé et de pois (Figure 14) : les protéines de blé comportent des liaisons disulfure intra- et inter-moléculaires alors que les protéines de pois sont majoritairement liées par des liaisons faibles. Dans la pâte, lors du battage il n'y a pas de phénomènes d'agrégation protéique (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017). C'est la raison pour laquelle il n'y a pas de protéines inextractibles qui sont formées par agrégation. Lors de la cuisson, l'agrégation augmente leur proportion, ainsi que celle de protéines liées par ponts disulfure. Dans les cakes 100% blé, à l'image des pâtes, on retrouve moins de protéines liées par liaisons faibles que dans les cakes 35% pois. Par ailleurs, contrairement aux résultats observés sur recette domestique (V.1.2.3.2.2), la proportion de protéines liées par ponts disulfure est supérieure dans les cakes 100% blé par rapport aux cakes 35% pois (Tableau 49). Ceci peut être lié à la présence de gluten rajouté. Enfin, le degré d'agrégation mesuré par SE-HPLC des recettes 35% pois est similaire.

Les images de microscopie confocale nous montrent également l'organisation de la matière grasse à la surface des parois. Le cake 100%B présente de petits globules gras imbriqués dans la matrice protéique. Dans le cake 35%P FG, les globules gras sont de même taille mais ils sont moins imbriqués. Enfin le cake 35%P Std présente de gros globules gras à la surface des parois, accompagnés de petits globules imbriqués (Figure 72). Ces différences d'émulsification de la matière grasse au sein des parois peuvent impacter les propriétés nutritionnelles des cakes. Il a en effet été montré qu'une diminution de la taille des globules gras augmentait la vitesse de lipolyse au sein d'aliments modèles (Thèse de Damien Mat). Dans notre cas, nous ne sommes pas en mesure de relier ces informations aux propriétés nutritionnelles des cakes.

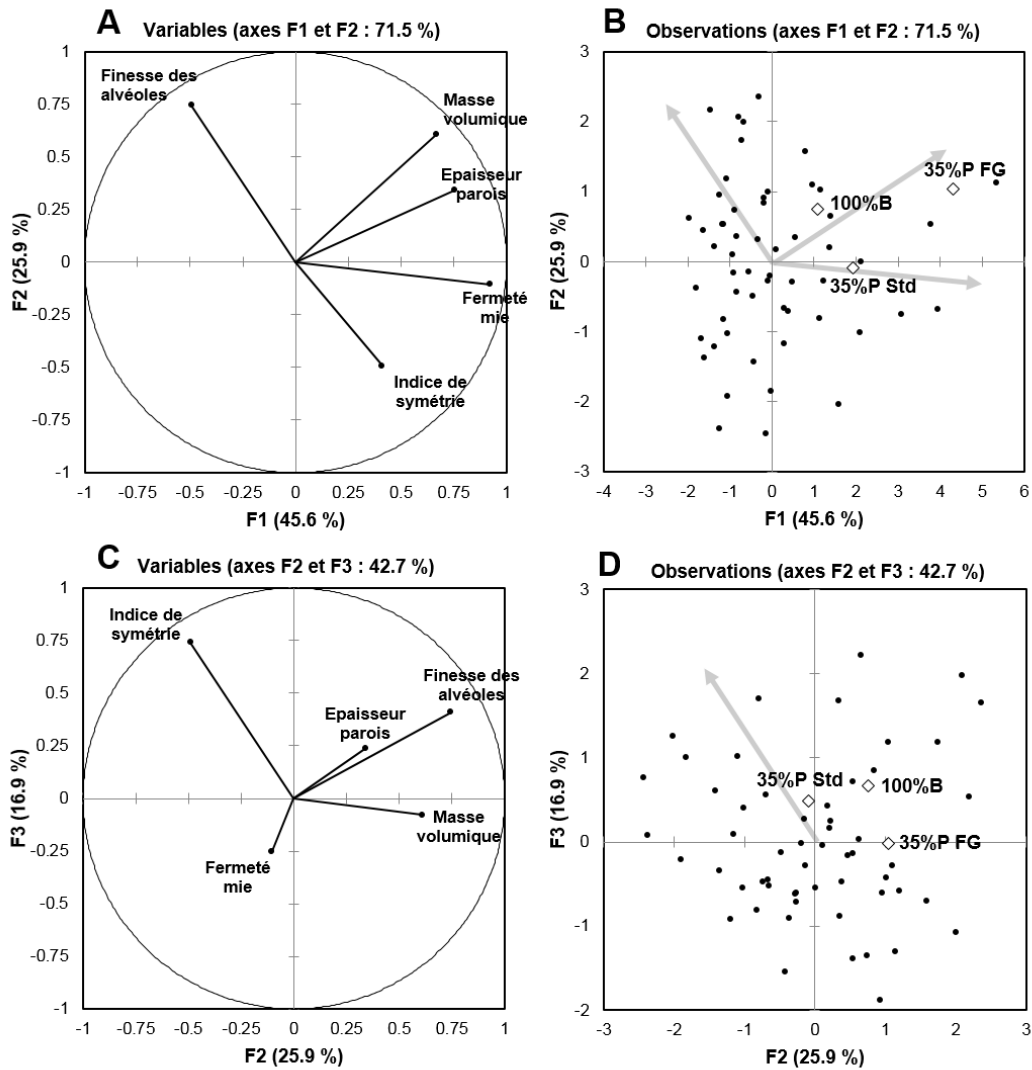


Figure 69 – Positionnement des 3 produits in vivo en points supplémentaires dans une ACP des propriétés instrumentales des 56 produits du plan d'expériences : cercles des corrélations selon F1-F2 (A) et F2-F3 (C) ; cartographie des produits selon F1-F2 (B) et F2-F3 (D).

Tableau 48 – Caractéristiques de structure macroscopique et mésoscopique des cakes

Produit	Structure macroscopique		Structure mésoscopique : propriétés mécaniques & structure alvéolaire			
	Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	Indice de symétrie	Module de Young apparent de la mie aérée E <sub>a</sub> (kPa)	Module de Young apparent des parois E <sub>c</sub> (kPa)	Finesse des alvéoles (coord. F1)	Epaisseur des parois (coord. F2)
100%B	0,40 ± 0,004 a	8,4 ± 2,1 a	37,1 ± 8,7 a	1,5.10 <sup>3</sup> ± 0,3.10 <sup>3</sup> a	<b>2,6 ± 1,8 b</b>	2,0 ± 1,1 a
35%P Std	0,39 ± 0,003 a	9,9 ± 1,3 a	45,8 ± 10,2 a	1,7.10 <sup>3</sup> ± 0,3.10 <sup>3</sup> a	-4,8 ± 6,1 a	3,7 ± 1,9 a
35%P FG	<b>0,44 ± 0,010 b</b>	8,7 ± 2,1 a	<b>85,5 ± 10,7 b</b>	1,1.10 <sup>3</sup> ± 0,1.10 <sup>3</sup> a	-3,6 ± 7,5 a	<b>7,5 ± 0,3 b</b>

Les nombres accompagnés de lettres différentes sont significativement différents (P < 0.05).



# 1. INTÉGRER 2<sup>NDE</sup> TRANSFORMATION ET PROPRIÉTÉS NUTRITIONNELLES

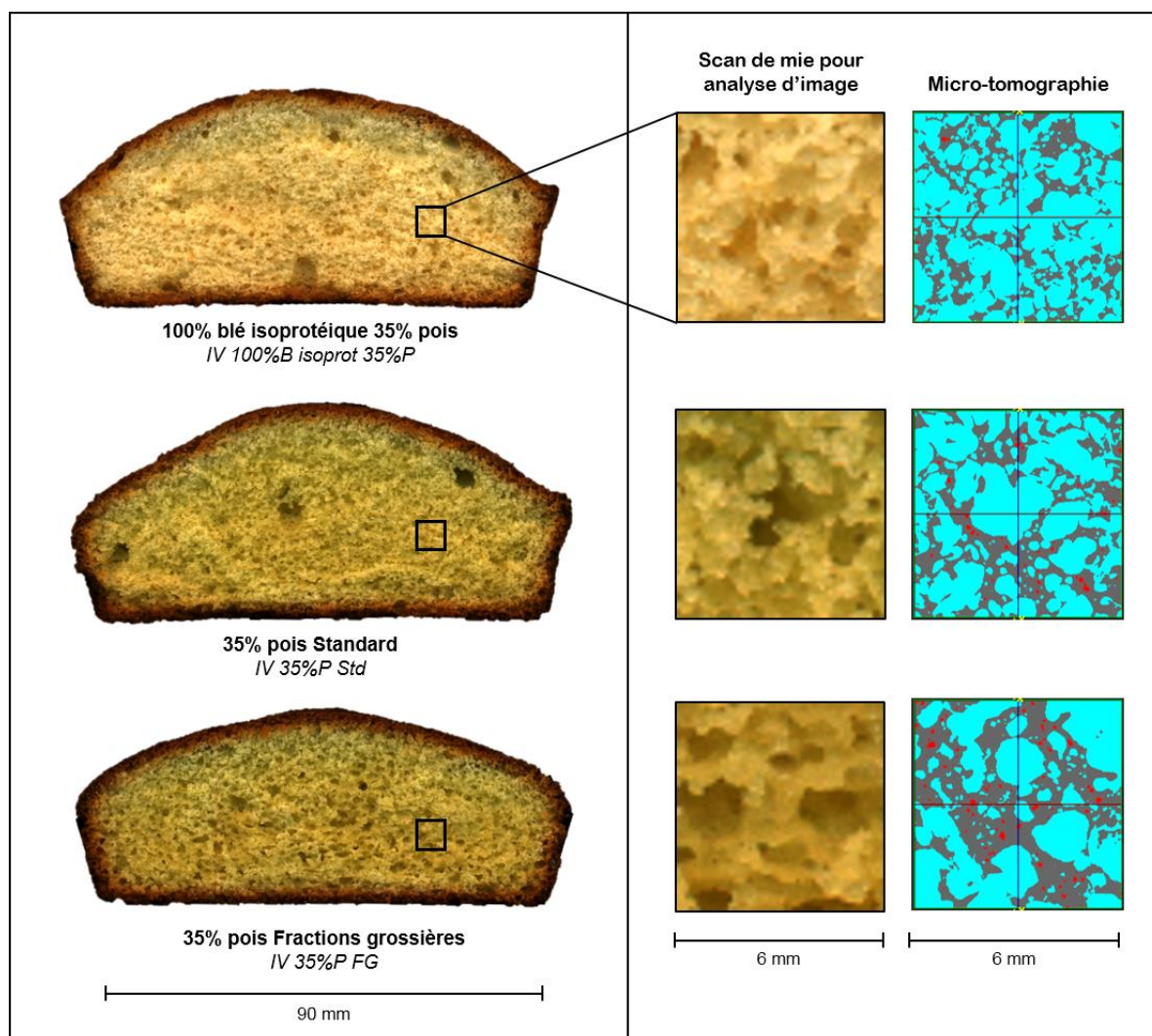


Figure 70 – Images de coupes longitudinales de mie scannées (A), zooms pour observation à l'échelle de taille de la micro-tomographie (B) et images de coupe en xy de micro-tomographie (C) des trois produits in vivo

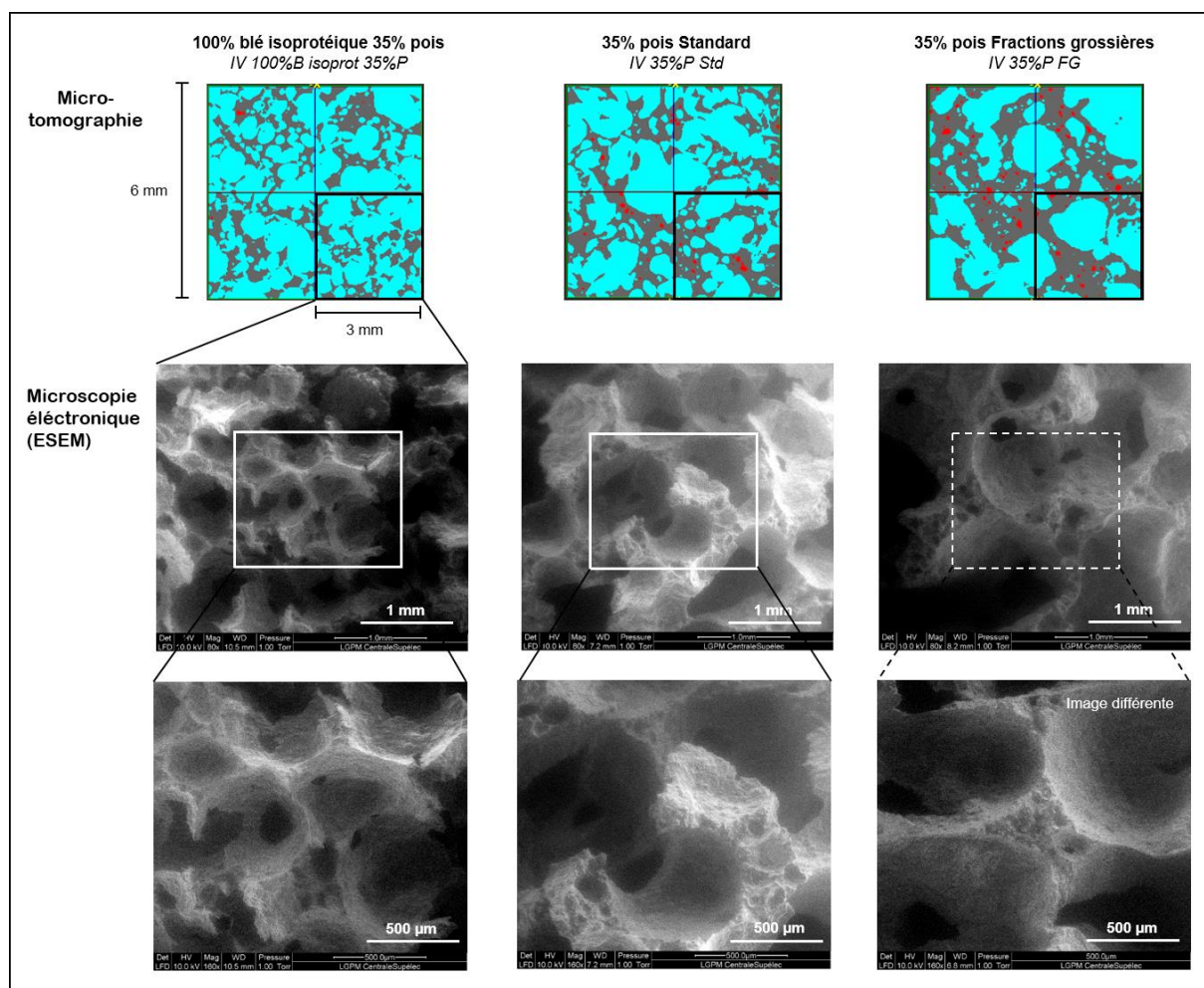


Figure 71 – Images de coupe en xy de micro-tomographie et images de microscopie électronique à balayage environnemental de la mie des trois produits in vivo

Tableau 49 – Répartition de la distribution en protéines dans la pâte et le cake en fonction de leur type de liaison pour les trois produits in vivo, mesurée par SE-HPLC

Produit	Avant cuisson : Pâte			Après cuisson : Cake		
	Solubles DTS : liaisons faibles (%)	Solubles DTE : ponts S-S (%)	Inextractibles : liaisons covalentes hors ponts S-S (%)	Solubles DTS : liaisons faibles (%)	Solubles DTE : ponts S-S (%)	Inextractibles : liaisons covalentes hors ponts S-S (%)
100%B	77	23	0	17	67	15
35%P Std	86	14	0	25	55	20
35%P FG	87	13	0	25	54	21

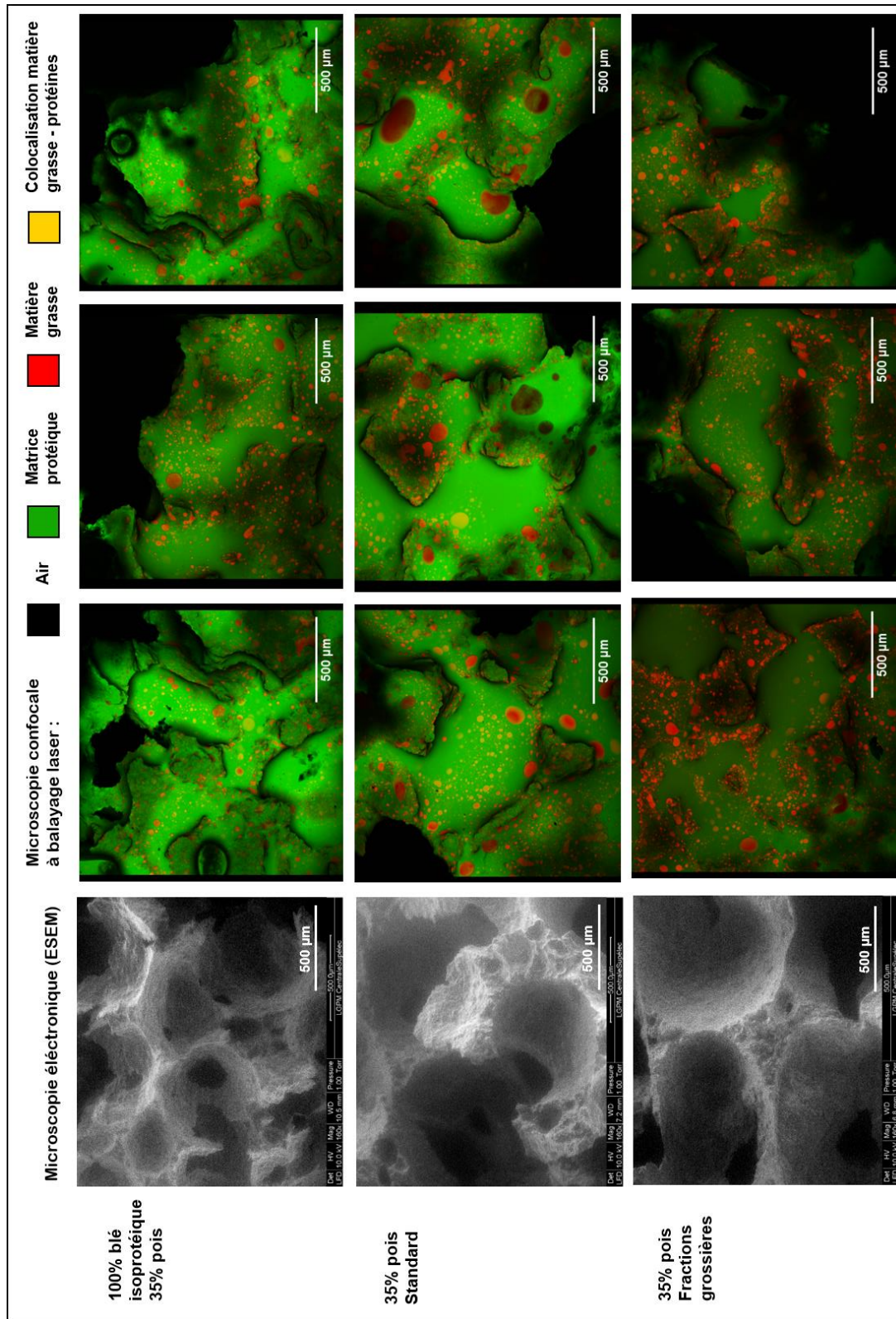


Figure 72 – Images de microscopie électronique à balayage environnemental et de microscopie confocale à balayage laser avec marquage (vert : matrice protéique ; rouge : matière grasse) de la mie des trois produits in vivo

Enfin, la réalisation du **panel sensoriel descriptif** nous apporte quelques informations complémentaires pour caractériser les recettes. La recette 100%B testée par le panel ne correspond pas exactement à celle de l'étude *in vivo* puisqu'elle n'a pas été enrichie en gluten pour être isoprotéique des recettes 35% pois. Les recettes 35%P Std et 35%P FG sont quant à elles bien équivalentes dans les deux cas. La recette 35%P FG a été incluse parmi les produits étudiés par le panel, bien que ses propriétés ne soient pas présentées dans les résultats de l'Article 4 (V.2.2.3). La Figure 73 présente le positionnement des trois recettes (100% blé non isoprotéique, 35%P Std et 35%P FG) sur la cartographie d'ACP des propriétés sensorielles des produits du panel, avec leurs propriétés instrumentales en variable supplémentaires.

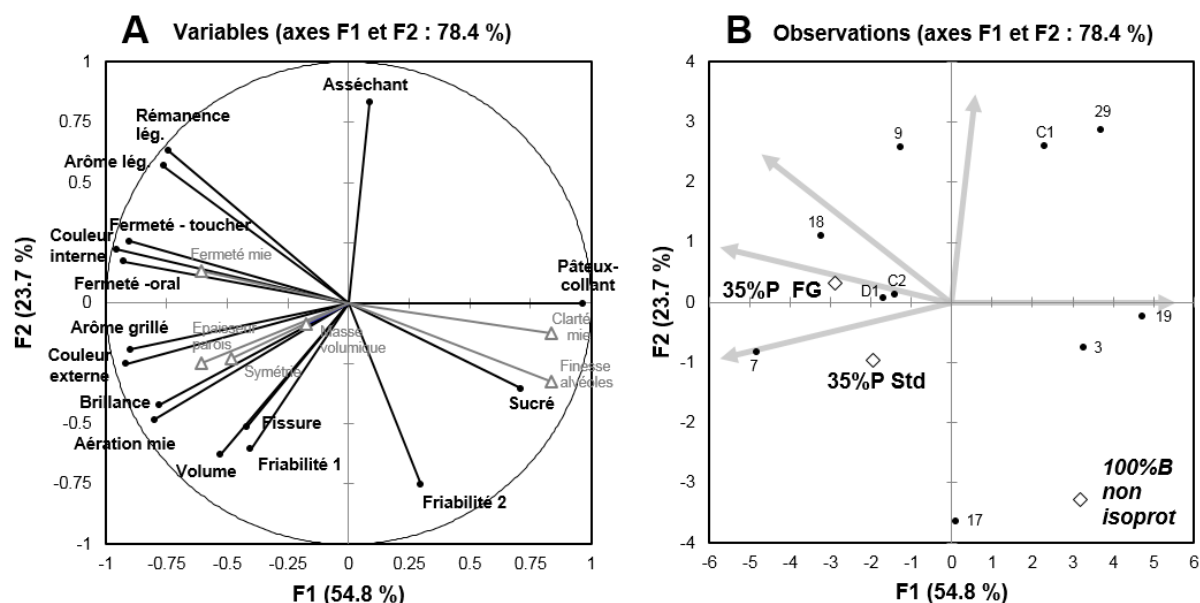


Figure 73 – Positionnement des cakes 100% blé non isoprotéique, 35% pois Standard et 35% pois Fractions Grossières testés lors du panel dans l'ACP des propriétés sensorielles : cercle des corrélations (A) et cartographie des produits (B) selon F1-F2.

Le cake 100% blé non isoprotéique est perçu comme moins ferme mais plus pâteux et collant que les cakes 35% pois. Nous avons vu que la fermeté sensorielle était corrélée à la fermeté instrumentale (V.2.3). Étant donné qu'instrumentalement le cake 100% blé est de fermeté équivalente au cake 35%P Std, nous pouvons difficilement attribuer cette différence au cake 100% blé isoprotéique. Hormis cela, le cake 100% blé non isoprotéique est perçu comme moins coloré intérieurement et extérieurement et avec moins d'arôme de grillé que les cakes 35% pois. Il présente également moins d'arôme et de rémanence d'arôme de légumineuse et moins d'asséchant. Conformément aux résultats instrumentaux, le cake 35%P FG est plus ferme que le cake 35%P Std. Il est donc un peu moins pâteux. Par ailleurs il possède un peu plus d'arôme et de rémanence d'arôme de légumineuse, d'asséchant et de couleur interne.

Le Tableau 50 en page suivante présente un bilan des propriétés nutritionnelles, physiques et sensorielles des produits de l'étude *in vivo*.

## 1. INTÉGRER 2<sup>NDE</sup> TRANSFORMATION ET PROPRIÉTÉS NUTRITIONNELLES

Tableau 50 – Bilan des propriétés nutritionnelles, physiques et sensorielles associées aux deux hypothèses de l'étude *in vivo*

Propriétés	Hypothèse 1 : 100% blé isoprotéique 35% pois vs. 35% pois	Hypothèse 2 : 35% pois Fractions grossières vs. 35% pois Standard
<b>Nutritionnelles</b>	- PDCAAS de la recette 100%B nettement inférieur	- PDCAAS de la recette 35%P FG supérieur
Macroscopique		- Masse volumique + élevée
Mésoscopique	- Alvéoles + fines	- Parois alvéolaires + épaisses - Mie + ferme
<b>Structure</b>	- Meilleure stabilisation des globules gras	
Microscopique		- Pas de différence d'agrégation protéique
Macromoléculaire	- Moins de liaisons faibles, moins d'inextractibles, + de ponts disulfure	
<b>Sensorielles</b>	- Peu coloré (mie et croûte) et peu d'arôme grillé - Peu d'arôme et rémanence légumineuse - Peu asséchant	- Plus ferme et moins pâteux - Plus d'arôme et rémanence légumineuse - Plus asséchant - Plus de couleur interne

Concernant la **première hypothèse**, nous retiendrons que la substitution de 35% de la farine de blé par de la farine de pois à teneur en protéines équivalente améliore très nettement les propriétés nutritionnelles des cakes sans en affecter trop les propriétés physiques mesurées du point de vue instrumental. Seule la finesse des alvéoles semble impactée, ainsi que l'organisation de la matière grasse et de la matrice protéique aux échelles inférieures (Tableau 50). Pour autant, quelques différences perçues sensoriellement laissent présager qu'une optimisation de la structure des cakes 35% pois est envisageable pour les rapprocher des caractéristiques supposées désirées de cakes 100% blé.

Concernant la **deuxième hypothèse**, nous retiendrons que la substitution des farines de blé et de pois « standard » (50% fractions fines + 50 % fractions grossières) par des fractions grossières dans un cake 35% pois entraîne une augmentation de la masse volumique et une modification de la structure alvéolaire (Tableau 50). Ainsi, si les meilleures propriétés nutritionnelles de la recette 35%P FG sont à expliquer par des différences de structure, elles le sont par ces différences aux échelles macroscopique et mésoscopique. Par ailleurs l'utilisation de fractions grossières intensifie les perceptions associées à l'introduction de farine de pois : couleur de la mie, arôme de légumineuse, sensation d'asséchant (Tableau 50). Ainsi, pour tous ces impacts de l'utilisation des fractions grossières dans un cake 35% pois, il peut être intéressant de chercher à optimiser la structure de ces cakes aux propriétés nutritionnelles intéressantes en les rapprochant de celles de cakes 100% blé. Bien sûr si le bénéfice nutritionnel de la recette 35%P FG n'est lié qu'à sa structure, cela reviendrait à le perdre. Cependant nous faisons l'hypothèse qu'il peut être dû à une différence de composition en AAI.

A partir de ces hypothèses, nous allons nous intéresser à l'optimisation de procédé proposée par le modèle multicritère multi-contraintes pour améliorer la structure de ces cakes 35% pois aux bonnes propriétés nutritionnelles. Dans ces cas théoriques, nous utiliserons comme propriétés désirées celles d'un cake 100% blé standard (non isoprotéique, Tableau 31). Nous discuterons les optimisations proposées au regard de leur réalisme en terme de mise en œuvre des matières premières et de durabilité des procédés.

## - Cas numéro 1

Dans ce cas, nous nous intéressons à l'optimisation des propriétés d'un cake 35% pois sans contrainte sur la granulométrie des farines. Une première optimisation par le modèle multicritère multi-contraintes nous propose les ajustements de paramètres de fabrication présentés dans le Tableau 51. La simulation des propriétés optimisées obtenues est présentée dans le Tableau 52.

Tableau 51 – Optimisation des paramètres de fabrication de cake 35% pois avec et sans contrainte de granulométrie

Produit	% Farine de pois	% Fraction fine de pois	% Fraction fine de blé	Vitesse Liquides (Kitchen Aid)	Vitesse Huile (Kitchen Aid)	Durée Huile (min)	Température cuisson (°C)
Cible : 100% blé Standard	0	0	50	4	1	1	180
35% pois sans contrainte de granulométrie	35	8,5	<b>100</b>	6 ↗	1	5 ↗	184 ↗↗
35% pois granulométrie standard (Article 4)	35	50	50	8 ↗	1	5 ↗	179 ↘

Tableau 52 – Comparaison des propriétés simulées des cakes 35% pois optimisés et des propriétés de la cible 100% blé

Propriétés : moyennes et intervalles de confiance	Masse volumique (g.cm-3)	Indice de symétrie	Fermeté mie (kPa)	Finesse alvéoles (coord. F1)	Epaisseur parois (coord. F2)	Clarté mie (L*)
Cible : 100% blé Standard	0,39 ± 0,01	6,7 ± 1,8	24,6 ± 1,8	-0,2 ± 3,1	0,9 ± 0,5	84,6 ± 1,7
35% pois sans contrainte de granulométrie <b>D = 0,98</b>	0,38 ± 0,03	6,9 ± 2,5	32,4 ± 11,4	0,0 ± 4,0	0,7 ± 2,2	83,7 ± 1,4
35% pois granulométrie standard <b>D = 0,95</b>	0,38 ± 0,02	6,2 ± 2,4	25,8 ± 10,7	1,5 ± 3,8	-1,1 ± 2,1	84,9 ± 1,3

L'optimisation proposée par le modèle nous promet **l'obtention d'un cake 35% pois aux propriétés très proches de la cible 100% blé**. En effet le score de désirabilité qui représente la distance à la cible pondérée de chacune des propriétés mesurées est de **0,98** et les différences entre les propriétés du produit optimisé et celles de la cible ne sont pas significatives (Tableau 52). Du côté des ajustements de paramètres de fabrication, le modèle nous suggère l'utilisation d'une farine de pois majoritairement grossière (8,5% de fraction fine) et d'une **farine de blé complètement fine**. Si nous considérons un cas simplifié où l'approvisionnement en farine se fait de façon distincte pour chaque farine, il est peu réaliste d'envisager l'utilisation d'une farine de blé complètement fine. En effet, la fraction fine qu'elle soit de blé ou de pois, a pour propriété d'être très légère et volatile. Transférer cette farine d'un sac à un récipient de pesée ou d'un récipient de pesée à un mélangeur entraîne une importante dispersion aérienne de poudre. En plus d'occasionner des pertes, cela peut à long terme causer des **problèmes respiratoires** chez les opérateurs, rentrant dans le champ de ce qu'on appelle l'« asthme du boulanger ». De plus, les ajustements de procédé consistent en une augmentation de la vitesse de mélange des liquides, de la durée de mélange de l'huile et de la température de cuisson. Ces trois actions augmentent la **dépense énergétique du procédé**. En particulier, l'augmentation de la durée de mélange de l'huile est conséquente, et l'on peut s'attendre à ce que l'élévation de la température de cuisson de 4°C soit également très impactante car la dépense énergétique associée à la cuisson est plus importante que celle associée au battage.

## 1. INTÉGRER 2<sup>NDE</sup> TRANSFORMATION ET PROPRIÉTÉS NUTRITIONNELLES

Ainsi nous constatons que l'optimisation par le modèle multicritère multi-contraintes sans contrainte sur la granulométrie des farines n'est en adéquation ni avec les contraintes de mise en œuvre des farines et leurs **impacts sociaux**, c'est-à-dire sur la santé des opérateurs, ni avec les **impacts environnementaux** du procédé en terme de dépense énergétique. Dans ce cas précis, il est plus intéressant de restreindre la liberté du modèle en choisissant des granulométries de farine standard (50% fine, 50 % grossière) ne posant pas de problème à la mise en œuvre. Le produit optimisé correspond à celui présenté dans l'Article 4 sous l'intitulé « C1 ». Pour cette optimisation, le modèle prévoit un score de désirabilité de **0,95** ce qui reste satisfaisant (Tableau 52). Les ajustements de procédé nécessaires correspondent à une augmentation de la vitesse de mélange des liquides plus importante que précédemment, une augmentation de la durée de mélange de l'huile similaire, et une réduction de la température de cuisson d'un degré (Tableau 51). Ce procédé de fabrication est peut-être plus énergivore que le procédé standard de la cible mais l'augmentation de consommation en énergie reste modérée et il constitue la meilleure optimisation possible si l'on prend en compte 2<sup>nde</sup> transformation et propriétés sensorielle et nutritionnelles.

### - Cas numéro 2

Dans ce cas, nous nous intéressons à l'optimisation des propriétés d'un cake 35% pois fabriqué à partir de farines grossières pour cibler les propriétés d'un cake 100% blé par la seule action du procédé. Le Tableau 53 présente les ajustements de procédé proposés et le Tableau 54 les propriétés simulées du cake optimisé.

Dans ce cas il n'y a pas de problématique de mise en œuvre des farines. L'optimisation proposée permet d'atteindre un score de désirabilité simulé de **0,94** ce qui est satisfaisant (Tableau 54). Les ajustements de procédé nécessaires consistent, comme dans le cas précédent, à augmenter la vitesse de mélange des liquides et la durée de mélange de l'huile, et à réduire la température de cuisson. La diminution de la température de cuisson est cependant plus importante (-3 degrés) et l'on peut supposer que l'économie d'énergie réalisée compense la dépense liée à l'intensification du battage. L'optimisation des propriétés d'un cake 35% pois fait à partir de farines grossières est donc réalisable et sans trop de conséquence au niveau environnemental.

Tableau 53 – Optimisation des paramètres de fabrication d'un cake 35% pois Fractions grossières

Produit	% Farine de pois	% Fraction fine de pois	% Fraction fine de blé	Vitesse Liquides (Kitchen Aid)	Vitesse Huile (Kitchen Aid)	Durée Huile (min)	Température cuisson (°C)
Cible : 100% blé Standard	0	0	50	4	1	1	180
35% pois Fractions grossières	35	0	0	8 ↗	1	5 ↗	177 ↘

Tableau 54 – Comparaison des propriétés simulées d'un cake 35% pois Fractions grossières optimisé et des propriétés de la cible

Propriétés : moyennes et intervalles de confiance	Masse volumique (g.cm-3)	Indice de symétrie	Fermeté mie (kPa)	Finesse alvéoles (coord. F1)	Epaisseur parois (coord. F2)	Clarté mie (L*)
Cible : 100% blé Standard	0,39 ± 0,01	6,7 ± 1,8	24,6 ± 1,8	-0,2 ± 3,1	0,9 ± 0,5	84,6 ± 1,7
35% pois Fractions grossières <b>D = 0,94</b>	0,38 ± 0,03	6,8 ± 3,3	29,2 ± 14,9	-2,7 ± 5,3	-1,2 ± 2,9	84,7 ± 1,8

En conclusion de cette partie, nous retiendrons que les cakes enrichis en farine de pois à hauteur de l'optimum théorique de l'équilibre du profil en AAI présentent des propriétés nutritionnelles intéressantes, particulièrement lorsqu'ils sont réalisés à partir de farines grossières. Ensuite, nous avons vu que le modèle multicritère multi-contraintes est capable de proposer des ajustements de procédé pour optimiser les propriétés physiques de ces cakes mais que ces ajustements ne vont pas toujours dans le sens d'une économie d'énergie. Dans le cas d'une cible 100% blé, il semblerait qu'il y ait une tendance à intensifier le battage pour augmenter la finesse et la clarté de la mie du cake 35% pois et diminuer sa fermeté. Cependant dans ce bilan la modification de la température de cuisson est à prendre en compte car elle correspond à l'étape la plus énergivore du procédé. Concernant la granulométrie des farines, nous avons vu qu'il n'est pas souhaitable d'avoir à gérer une farine complètement fine si tant est que l'on considère que les farines de blé et de pois arrivent sous la forme de matières premières distinctes à l'industriel et pas sous la forme de mélange.

Dans la partie suivante, nous allons intégrer cette observation de la capacité d'optimisation du modèle et de l'impact environnemental des ajustements proposés dans une vision plus large de la filière. Plusieurs « circuits » de la matière première seront envisagés qui correspondront à différents cas d'utilisation du modèle pour l'optimisation de la seconde transformation.



### 2. Intégrer la durabilité à l'échelle de la filière

Dans cette partie, nous allons envisager différents circuits de transformation de la matière première issue de cultures associées. Nous considérerons les quatre étapes centrales de la filière : production des cultures associées, tri et stockage des graines à la coopérative, 1<sup>ère</sup> transformation, 2<sup>nde</sup> transformation. Nous avons construit une trame présentant l'évolution du flux de matières premières entre les étapes, ainsi que les options de gestion de la matière première associées à chaque étape. Un schéma explicitant cette trame est disponible en Figure 67. Tous les circuits ont pour point commun de débiter par une étape de culture associée à l'issue de laquelle une grande variabilité de proportions pois/blé peut être obtenue. Lors de la réception du mélange à la coopérative, une identification des proportions pois/blé est réalisée pour permettre la rémunération de l'agriculteur, et le mélange est stocké dans un silo dédié. Ensuite, la gestion du flux de matières premières diffère selon les circuits en fonction de l'option de gestion choisie pour le tri des graines. Les options de gestion de la matière première se rapportent à des aspects variés selon les étapes : niveau d'apport azoté lors de la culture, précision du tri des graines, présence d'opérations de tamisage supplémentaires lors de la mouture. Ces options ont pour point commun d'impacter la qualité des matières premières, soit sur la proportion du mélange (apport azoté lors de la culture, précision du tri), soit sur sa granulométrie (tamisage lors de la mouture). Elles occasionnent également différents niveaux de coût énergétique que nous avons estimés sur une échelle simplifiée pour chacun des circuits. D'autres options de gestion sont à considérer qui n'impactent pas la qualité des matières premières, mais peuvent entraîner des coûts supplémentaires : le besoin de silos supplémentaires à la coopérative pour stocker les graines et la nécessité d'effectuer un assemblage des matières premières en 2<sup>nde</sup> transformation. Selon les circuits, une variation de la proportion pois/blé pourra avoir besoin d'être gérée par la 2<sup>nde</sup> transformation. L'utilisation du modèle multicritère multi-contraintes nous permettra de définir si une optimisation des propriétés du produit fini satisfaisante est possible et quel est son coût énergétique. Chaque circuit sera discuté selon son score énergétique, la qualité nutritionnelle de son débouché, son réalisme économique en termes d'acceptation du consommateur et le cas échéant des autres acteurs de la filière, et ses éventuels coûts annexes.

Chaque circuit donnera la priorité à une étape de la filière en diminuant la contrainte portée sur celle-ci en terme de gestion de la matière première. Pour l'ensemble des cas d'optimisation envisagés nous prendrons comme cible les propriétés d'un cake 35% pois standard.

**NB** : A propos de la 1<sup>ère</sup> transformation :

Comme nous l'avons mentionné précédemment dans ce manuscrit, il n'existe pas encore de technologie de « co-fragmentation » qui permettrait de faire la mouture simultanée des graines de blé et de légumineuse. Nous avons envisagé la meule de pierre, déjà utilisée pour blé ou légumineuses dans certaines applications dédiées à l'alimentation humaine, comme outil hybride qui pourrait faire l'affaire. Hormis cela, les impacts de la co-fragmentation sur deux types de graine de forme et de dureté différentes sont inconnus. Nous avons fait l'hypothèse que la granulométrie des deux farines composant le mélange serait impactée, à savoir la proportion et la taille des particules de fraction fine et grossière pour chaque farine. Nous avons d'ailleurs pu voir que, soumises à des contraintes de broyage similaires, les farines de blé et de pois ne se désagrègent pas de la même façon, la farine de pois composée de particules grossières de plus grande taille formant plus rapidement des particules fines ([Article 1](#)). Sachant cela, nous avons fait plusieurs hypothèses simplificatrices concernant la 1<sup>ère</sup> transformation pour la discussion qui suit. Premièrement, nous avons considéré qu'il était possible de réaliser une co-fragmentation quelles que soient les proportions blé/légumineuse en entrée, et que ces proportions seraient conservées jusqu'à la farine mixte produite. Deuxièmement, nous avons considéré que les différentiels de granulométrie créés par la co-fragmentation pouvaient être maîtrisés par des opérations de tamisage supplémentaires permettant de contrôler complètement la granulométrie de la farine mixte en sortie.

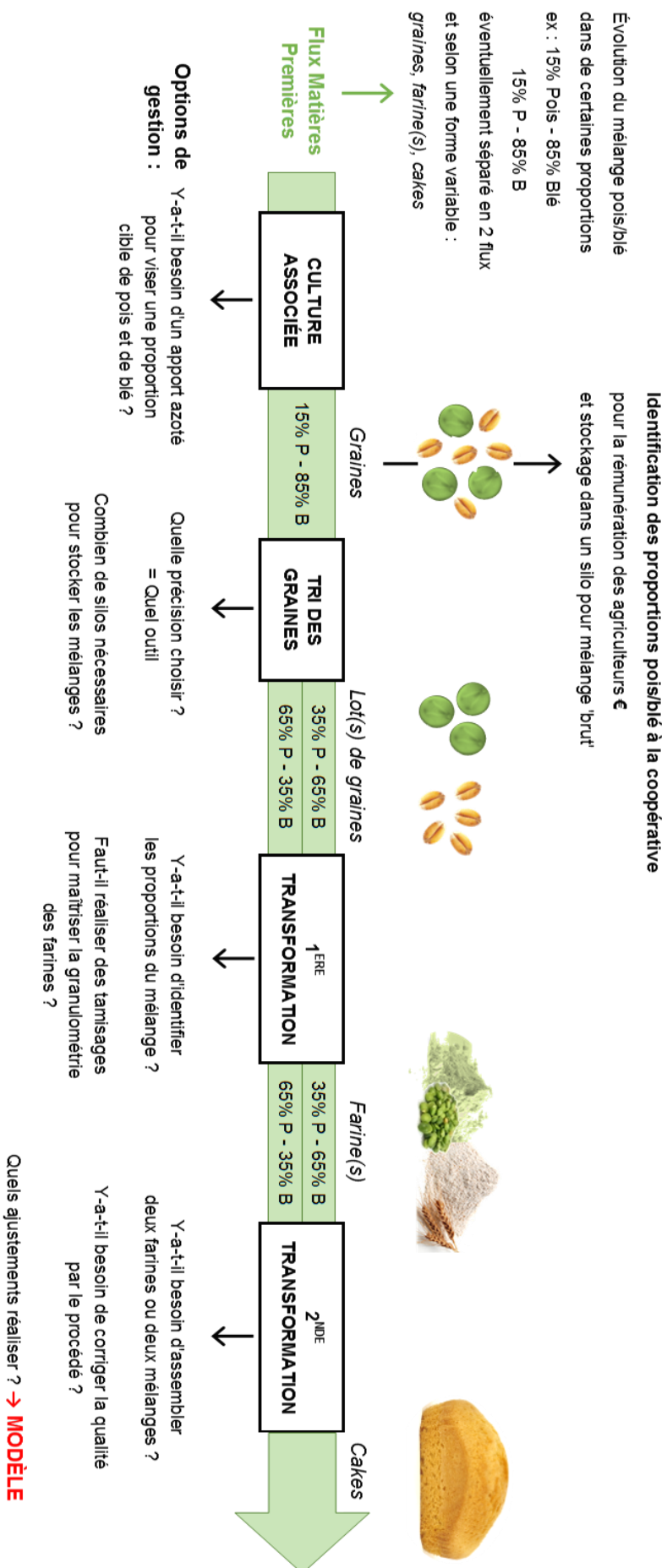


Figure 74 – Schématisation de la filière avec évolution du flux de matières premières et options de gestion de la matière première à chaque étape

## IV. DISCUSSION GÉNÉRALE

---

### - Circuit numéro 1 : Tri complet des graines, « Dans la lignée de la filière classique »

Ce circuit est présenté en Figure 75. Dans ce circuit, il n'est a priori pas nécessaire de jouer sur l'apport azoté pour viser une proportion cible de pois et de blé. Dans la pratique des cultures associées, la fertilisation azotée en cours de culture peut être utilisée comme un levier de gestion des proportions blé/légumineuse à la récolte (Tableau 3). Apportée en début de culture, elle permet de favoriser le blé et d'augmenter sa proportion par rapport à la légumineuse. En effet, en présence d'azote minéral dans le sol, la réponse du blé en terme de croissance est beaucoup plus forte que celle du pois. À la récolte, nous savons que les proportions blé/légumineuse peuvent être extrêmement variables (Tableau 2) : selon les proportions semées, le stock d'azote présent dans le sol et la gestion de la fertilisation azotée, ainsi que les évènements climatiques exceptionnels, nous estimons qu'elles peuvent varier entre **15% de pois – 85% de blé et 80% de pois – 20% de blé**. À la coopérative, pour réaliser un tri des graines complet, un outil de tri sophistiqué est nécessaire (trieur optique ou table densimétrique, Figure 3). La coopérative n'a cependant pas besoin d'investir dans des silos de stockage supplémentaires en plus de celui nécessaire au stockage du mélange brut puisque les graines triées peuvent rejoindre les graines issues de cultures pures de pois et de blé. La suite de la chaîne de transformation est similaire à une filière classique. En 1<sup>ère</sup> transformation, les lots de graine sont traités séparément de sorte qu'il n'y a pas besoin d'opérations de tamisage supplémentaires. Ensuite en 2<sup>nde</sup> transformation, il est nécessaire d'assembler les deux farines pures. En revanche de cette façon, il n'y a pas de variation de la proportion blé/pois à gérer dans la recette, la proportion souhaitée (35% de farine de pois pour de meilleures propriétés nutritionnelles) peut être ajoutée directement.

Ce circuit obtient le **score de coût énergétique de 4**. Il présente la particularité de rejoindre le parcours d'une filière de transformation classique dès l'étape de tri, après avoir bénéficié d'un **gain environnemental et énergétique important** par la réalisation des cultures associées (économie d'azote et de produits phytosanitaires). Cependant, il reste difficile de défendre l'avantage comparatif de ce circuit par rapport aux circuits de transformation des cultures pures de blé et de pois. Dans ces conditions, les graines issues de cultures associées peuvent difficilement devenir compétitives de celles issues de cultures pures. Le développement des cultures associées nécessite la mise en place d'un circuit de transformation plus exclusif, qui permette une valorisation spécifique de ces matières premières.

## 2. INTÉGRER LA DURABILITÉ À L'ÉCHELLE DE LA FILIÈRE

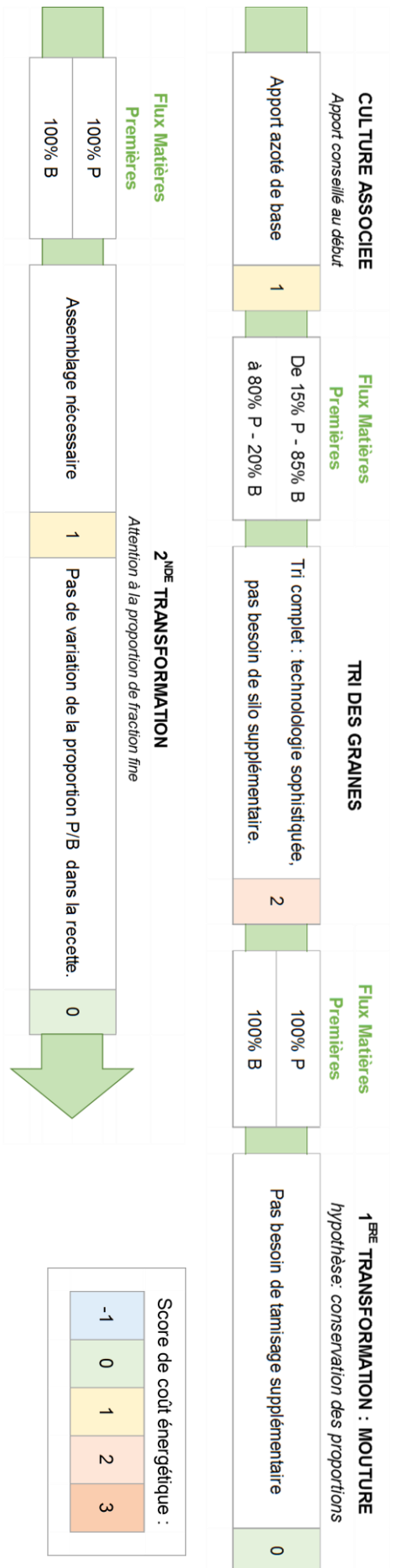


Figure 75 – Circuit numéro 1 : Tri complet des graines

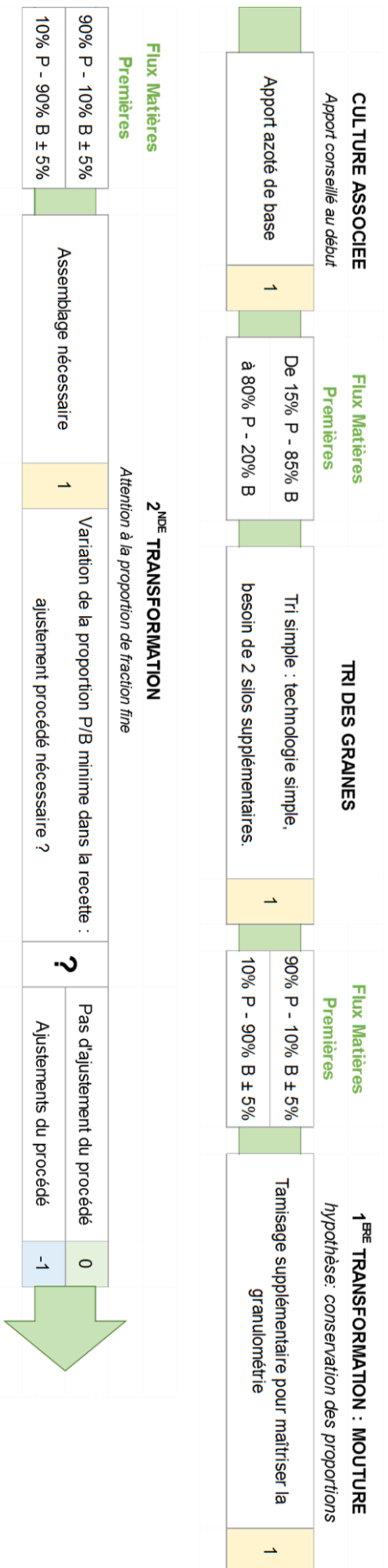


Figure 76 – Circuit numéro 2 : Tri simple des graines

## IV. DISCUSSION GÉNÉRALE

- *Circuit numéro 2 : Tri simple du mélange, « Economie sur le tri »*

Ce circuit est présenté en Figure 76. De la même façon, on considère que ce circuit ne nécessite pas d'apport azoté supplémentaire en début de culture pour gérer les proportions blé/légumineuse. À partir de la forte variabilité reçue à la récolte, un tri simple est exécuté à la coopérative à l'aide des outils usuels (nettoyeur-séparateur, trieur alvéolaire, Figure 3). Nous savons, grâce à des tests de tri effectués sur des mélanges blé-légumineuse issus de cultures associées (II.1.2.2) avec des outils usuels, que les taux de mélange obtenus sont de 10 à 15% d'un type de graine dans l'autre. Ce type de tri permet également d'éliminer les impuretés du mélange. Nous considérons donc en sortie du tri deux flux de matières premières : l'un composé de **90% de pois et 10% de blé**, l'autre de **90% de blé et 10% de pois**, tous deux **avec  $\pm 5\%$  de variation sur les proportions**. Pour stocker ces nouveaux mélanges, la coopérative doit investir dans deux silos supplémentaires. En 1<sup>ère</sup> transformation, étant donné que nous sommes dans un cas de co-fragmentation, nous faisons l'hypothèse que des opérations de tamisage supplémentaires seront nécessaires pour obtenir une granulométrie de farine mixte complètement maîtrisée. Deux farines mixtes sont obtenues, l'une à dominante pois ( $90 \pm 5\%$ ), l'autre à dominante blé (idem).

Arrivant en 2<sup>nd</sup>e transformation, l'industriel peut assembler les deux farines mixtes pour reconstituer un taux de mélange de 35% de farine de pois sur le total de farine. Il est en effet possible de reconstituer virtuellement n'importe quel taux de mélange de farine à partir des deux farines mixtes. Cependant chacune des farines peut varier de  $\pm 5\%$  en proportions pois/blé indépendamment l'une de l'autre, et ce à chaque réapprovisionnement. Deux cas de variation extrêmes peuvent être envisagés :

- Minimisation de la proportion de pois dans les deux farines mixtes simultanément : 85% pois– 15% blé et 5% pois – 95% blé. La proportion de farine de pois dans la recette est **diminuée à 30%**.
- Maximisation de la proportion de pois dans les deux farines mixtes simultanément : 95% pois– 5% blé et 15% pois – 85% blé. La proportion de farine de pois dans la recette est **augmentée à 40%**.

Nous avons utilisé le modèle multicritère multi-contraintes pour simuler les dégradations des propriétés physiques des cakes lorsque la proportion de farine de pois passait de 35% à 30 ou 40%, en considérant une granulométrie et un procédé de fabrication standard (Tableau 55). Dans l'ensemble, les modifications des propriétés simulées des cakes 30 et 40% pois par rapport aux propriétés du cake 35% pois mesurées n'étaient pas significatives, hormis une légère modification de l'épaisseur des parois et de la clarté de la mie pour le cake 30% pois.

Tableau 55 – Comparaison des propriétés simulées de cakes 30% et 40% pois et des propriétés mesurées d'un cake 35% pois

Propriétés : moyennes et intervalles de confiance	Masse volumique (g.cm-3)	Indice de symétrie	Fermeté mie (kPa)	Finesse alvéoles (coord. F1)	Epaisseur parois (coord. F2)	Clarté mie (L*)
35% pois Standard mesuré (Article 4)	0,39 $\pm$ 0,01	8,7 $\pm$ 1,8	41,1 $\pm$ 14,1	-5,3 $\pm$ 1,4	4,7 $\pm$ 1,1	78,4 $\pm$ 2,8
30% pois Standard simulé	0,40 $\pm$ 0,02	8,6 $\pm$ 1,9	45,4 $\pm$ 8,4	-3,0 $\pm$ 3,0	<b>1,7 <math>\pm</math> 1,6</b>	<b>82,3 <math>\pm</math> 1,0</b>
40% pois Standard simulé	0,40 $\pm$ 0,02	9,0 $\pm$ 1,9	49,3 $\pm$ 8,6	-5,4 $\pm$ 3,0	1,9 $\pm$ 1,7	81,0 $\pm$ 1,0

Face à ces modifications modérées des propriétés, l'industriel peut décider d'accepter les variations naturelles de proportions pois/blé des farines mixtes sans ajuster le procédé. Dans le cas contraire, il lui est possible d'apporter les ajustements proposés par le modèle (Tableau 56). Les scores de désirabilité associés aux propositions du modèle sont reportés dans le Tableau 56.

## 2. INTÉGRER LA DURABILITÉ À L'ÉCHELLE DE LA FILIÈRE

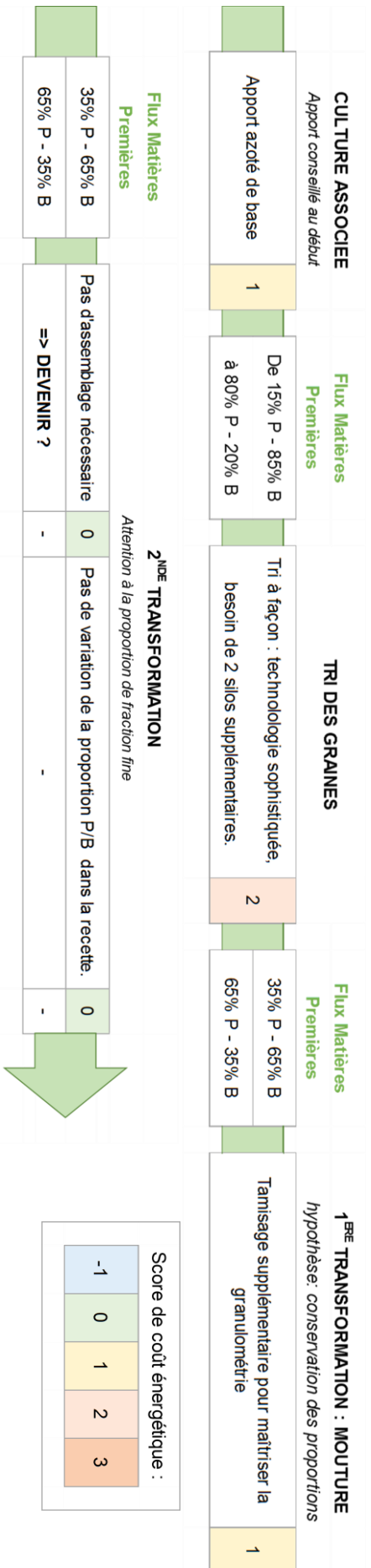


Figure 78 – Circuit numéro 3 : Tri à façon des graines

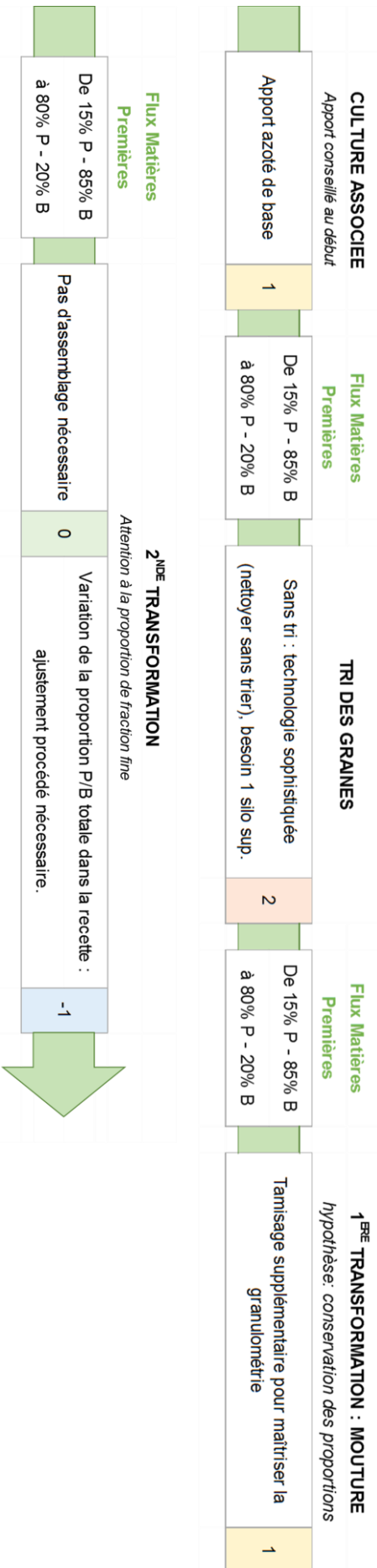


Figure 77 – Circuit numéro 4 : Pas de tri des graines

## IV. DISCUSSION GÉNÉRALE

Tableau 56 – Optimisation du procédé de fabrication de cakes 30% et 40% pois

Produit	% Farine de pois	% Fraction fine de pois	% Fraction fine de blé	Vitesse Liquides (Kitchen Aid)	Vitesse Huile (Kitchen Aid)	Durée Huile (min)	Température cuisson (°C)
Cible : 35% pois Standard	35	50	50	4	1	1	180
30% pois <b>D = 0,89</b>	30	50	50	2 ↘	2 ↗	1,2 ↗	175 ↘↘
40% pois <b>D = 0,92</b>	40	50	50	4	1	1	178 ↘

Les optimisations proposées par le modèle permettent d'atteindre des scores de désirabilité de **0,89** pour le cake 30% pois et **0,92** pour le cake 40% pois ce qui est satisfaisant. Les ajustements de procédé permettent dans chaque cas de diminuer la dépense énergétique du procédé. Ainsi un gain d'énergie est réalisé lors de la 2<sup>nd</sup>e transformation lorsque des ajustements sont apportés au procédé.

Pour résumer, dans ce circuit de transformation basé sur un tri simple des graines, l'industriel de 2<sup>nd</sup>e transformation a deux possibilités :

- Accepter les variations naturelles de proportions pois/blé des farines mixtes sans s'en préoccuper ;
- Apporter des ajustements à son procédé de fabrication en simulant et validant une fois les ajustements proposés par le modèle (en l'occurrence un modèle sur-mesure conçu sur la base de sa recette et de son procédé de fabrication) pour les variations de proportions pois/blé maximales et en construisant des règles de conduite de la sorte (Figure 79):

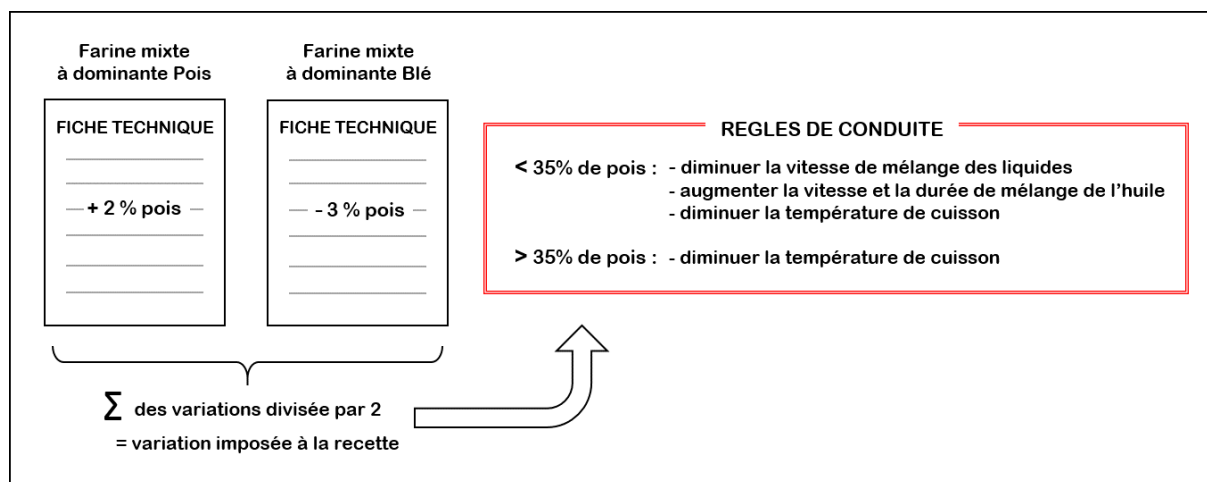


Figure 79 – Exemple de règles de conduite en industrie de 2<sup>nd</sup>e transformation pour la gestion de farines mixtes issues d'un tri simple des graines

Ce circuit obtient un **score de coût énergétique de 3** en cas d'ajustement du procédé, **ou 4** sans ajustement. Il implique néanmoins un surcoût financier pour l'achat de deux silos. C'est un circuit intéressant pour la valorisation des cultures associées, qui présente l'intérêt d'offrir deux possibilités à l'industriel de 2<sup>nd</sup>e transformation tout en conservant un taux de mélange final dans la recette garantissant de bonnes propriétés nutritionnelles. La variation de +/- 5% maximum de la proportion de farine de pois dans la recette constitue un point fort de ce circuit puisqu'elle permet à l'industriel de ne pas présenter de variation de composition du produit sur son emballage ou alors de la « marketer » auprès des consommateurs en tant que garantie d'une filière de transformation durable. D'après la simulation des modifications des propriétés physiques des cakes, les consommateurs ne devraient pas subir d'importantes variations de qualité des produits. D'après ce que nous savons de la complémentarité entre les variations de propriétés instrumentales et les perceptions humaines sur ces produits, il est possible que les consommateurs perçoivent ces différences. Une bonne communication sur l'origine de ces variations pourrait cependant leur permettre de les accepter.

## 2. INTÉGRER LA DURABILITÉ À L'ÉCHELLE DE LA FILIÈRE

### - Circuit numéro 3 : Tri à façon des graines, « Priorité à la seconde transformation »

Ce circuit est présenté en Figure 78. Comme dans les circuits précédents, il n'est a priori pas nécessaire d'ajuster l'apport azoté lors de la culture. Afin de réaliser un tri à façon permettant de livrer à la 2<sup>nd</sup>e transformation un mélange dans les proportions qui lui conviennent pour sa recette (**35% pois – 65% de blé**), l'utilisation d'une technologie de tri sophistiqué est nécessaire ainsi que l'investissement dans deux silos de stockage supplémentaires. En 1<sup>ère</sup> transformation, des opérations de tamisage supplémentaires sont requises pour produire des farines mixtes de granulométrie maîtrisée.

La farine mixte **35% pois – 65% de blé** peut ensuite être utilisée par la 2<sup>nd</sup>e transformation sans coût puisqu'il n'y a pas d'assemblage de farines nécessaire ni de variation de la proportion pois/blé à corriger par le procédé. Ce circuit obtient un **score de coût énergétique de 4**, avec un surcoût financier correspondant à deux silos. Il a par ailleurs pour caractéristique de produire une seconde farine mixte à dominante pois (**65% pois – 35% de blé**) qui n'est pas valorisée par la fin de la chaîne de transformation. Plusieurs débouchés pourraient être envisagés pour ce flux de matières premières : sous forme de farine mixte à destination de l'alimentation animale, ou retrié par un second passage en tri sophistiqué pour faire des farines pures à destination de l'alimentation humaine. Dans les deux cas, ce flux constitue un coproduit qui dévalorise économiquement la filière de transformation des cultures associées. Ce circuit n'est donc pas particulièrement intéressant.

### - Circuit numéro 4 : Pas de tri des graines, « Suivons la variabilité au champ »

Ce circuit est présenté en Figure 79. Dans ce circuit, la filière de transformation s'adapte à la variabilité de proportion pois/blé obtenue à la récolte, qui est comprise entre **15% de pois – 85% de blé et 80% de pois – 20% de blé**. Le levier de gestion de la proportion pois/blé en cours de culture (à sens unique, seule l'augmentation de la proportion de blé est possible) par un apport azoté au début sera donc actionné ou pas selon les besoins en fin de filière. Au niveau de l'étape de tri à la coopérative, il n'y a pas de besoin de séparer les graines, cependant il faut tout de même en extraire les impuretés. Pour enlever les impuretés sans trier, un outil de tri sophistiqué peut être nécessaire. Le mélange obtenu doit être stocké dans un silo à part entière. En 1<sup>ère</sup> transformation, des opérations de tamisage supplémentaires sont requises pour fabriquer la farine mixte. Enfin en 2<sup>nd</sup>e transformation, il n'y a pas d'assemblage de farine nécessaire mais forcément des ajustements de procédé à réaliser pour gérer la forte variabilité des proportions de mélange pois/blé.

Nous avons utilisé le modèle multicritère multi-contraintes pour simuler les ajustements de procédé à effectuer pour une large gamme de pourcentage de pois dans la recette en prenant pour cible un cake 35% pois de granulométrie et procédé standard. La granulométrie des farines était maintenue constante au niveau standard (50% fine, 50% grossière). Les scores de désirabilité des propriétés obtenues simulées nous ont servi de jauge pour estimer la capacité du modèle à corriger. Les résultats sont présentés dans le Tableau 57.

Tableau 57 – Optimisation du procédé de fabrication des cakes dans le cas d'une forte variabilité de la proportion pois/blé

Produit	% Farine de pois	% Fraction fine de pois	% Fraction fine de blé	Vitesse Liquides (Kitchen Aid)	Vitesse Huile (Kitchen Aid)	Durée Huile (min)	Température cuisson (°C)
Cible : 35% pois Standard	35	50	50	4	1	1	180
15% pois <b>D = 0,78</b>	15	50	50	2 ↘	2 ↗	1	178 ↘
25% pois <b>D = 0,86</b>	25	50	50	2 ↘	2 ↗	1	177 ↘↘
45% pois <b>D = 0,93</b>	45	50	50	4	1	1	176 ↘↘
50% pois <b>D = 0,87</b>	50	50	50	4	1	1	174 ↘↘↘
55% pois <b>D = 0,92</b>	55	50	50	6 ↗	1	1	173 ↘↘↘



## IV. DISCUSSION GÉNÉRALE

Les scores de désirabilité obtenus pour les solutions simulées par le modèle sont globalement satisfaisants (> **0,78**). Ils le sont cependant plus, lorsque la proportion de farine de pois est supérieure à 35% (> **0,87**). Les ajustements du procédé vont dans le sens d'une économie d'énergie quelle que soit la variation de proportion pois/blé subie. Cependant, là encore, l'économie est plus importante lorsque la proportion de farine de pois est supérieure à 35%.

Nous en déduisons donc qu'une variation importante de la proportion de mélange pois/blé dans la farine mixte est a priori gérable par le modèle en 2<sup>nde</sup> transformation. De plus, les simulations du modèle nous indiquent qu'il est préférable que le mélange contienne **plutôt plus de pois en proportion** que ce qu'il est nécessaire d'avoir pour des propriétés nutritionnelles optimisées, **ou du pois en majorité**. Ainsi l'utilisation du levier de la fertilisation azotée en début de culture pour augmenter la proportion de blé n'est pas recommandée. Ce dernier circuit obtient le **score de coût énergétique de 3**, avec un surcoût financier correspondant à l'achat d'un silo. Néanmoins, ce circuit lève toute contrainte sur la composition du produit fini qui, si ces propriétés physiques peuvent être rectifiées pour ne pas trop s'écarter de la cible, risque de causer des différences de propriétés organoleptiques importantes perçues par le consommateur. De même, l'amélioration des propriétés nutritionnelles du produit ne sera plus acquise, et l'industriel de 2<sup>nde</sup> transformation devra gérer la question de l'affichage de la variation de la composition du produit sur son emballage. Ce mode de fonctionnement au sein d'une filière se place complètement en rupture du fonctionnement de la filière de transformation céréalière classique, mais il mérite d'être envisagé et questionné.

- Pour terminer : qu'en est-il des variations de granulométrie des farines au sein de la filière ?

Dans les circuits précédents, nous avons fait l'hypothèse que la granulométrie de la farine mixte serait maîtrisée lors de la 1<sup>ère</sup> transformation grâce à des opérations de tamisage. Si nous omettons ces opérations, nous pouvons nous attendre à l'obtention d'un différentiel de granulométrie entre les deux farines au sein de la farine mixte. Étant donné que les graines de pois semblent moins dures que celles de blé, à contrainte de fragmentation égale, nous pouvons nous attendre à ce que **la proportion de fraction fine de pois soit toujours supérieure à celle de blé**. Nous allons tester différents cas en postulant un écart de proportion de fraction fine entre les espèces de 25%. Le point de départ sera un mélange de fractions grossières (0% de fraction fine pour chaque espèce) et le point d'arrivée un mélange de 75% de fraction fine de pois et 50% de fraction fine de blé. Comme expliqué dans le cas numéro 1 de la première partie de la discussion, il n'est pas souhaitable d'avoir plus de 75% de fraction fine dans une farine car celle-ci devient trop volatile. Pour chaque cas les ajustements de procédé nécessaires et les scores de désirabilité associés sont simulés (Tableau 58).

Tableau 58 – Optimisation du procédé de fabrication de cakes 35% pois à granulométrie variable

Produit	% Farine de pois	% Fraction fine de pois	% Fraction fine de blé	Vitesse Liquides (Kitchen Aid)	Vitesse Huile (Kitchen Aid)	Durée Huile (min)	Température cuisson (°C)
Cible : 35% pois Standard	35	50	50	4	1	1	180
35% pois Tout grossier <b>D = 0,88</b>	35	0	0	6 ↗	1	1	174 ↘↘↘
35% pois Différentiel 1 <b>D = 0,88</b>	35	25	0	6 ↗	1	1	175 ↘↘
35% pois Différentiel 2 <b>D = 0,92</b>	35	50	25	4	1	1	180
35% pois Différentiel 3 <b>D = 0,91</b>	35	75	50	1 ↘	2 ↗	2	167 ↘↘↘↘

La présence d'un différentiel de granulométrie entre les farines entraîne une dégradation des propriétés des cakes qui peut être corrigée de façon satisfaisante par le modèle (**désirabilité > 0,88**). Les ajustements de procédé, nécessaires pour cette correction, vont dans le sens d'une économie d'énergie, notamment grâce à une réduction importante des températures de cuisson.

## 2. INTÉGRER LA DURABILITÉ À L'ÉCHELLE DE LA FILIÈRE

---

**En conclusion de cette deuxième partie, dans une logique d'ingénierie reverse, nous pouvons former les conclusions et recommandations suivantes pour les différentes étapes de la filière :**

- ✓ Pour faciliter la valorisation des cultures associées par la co-fragmentation, il y a intérêt à **diminuer le différentiel de dureté** entre les graines de blé tendre et de légumineuse (a priori blé > légumineuses).  
***Au niveau de la sélection génétique***, des efforts peuvent être faits pour augmenter la dureté intrinsèque des graines de légumineuse ou diminuer la durée de leur cycle cultural. En effet la légumineuse (le pois) arrive généralement à maturité et à dureté maximale avant le blé. Au plus tôt elle est récoltée, moins la dureté du blé qui l'accompagne sera importante.  
***Au niveau de la culture***, la récolte de l'association peut être réalisée à maturité du pois plutôt qu'à maturité du blé (généralement privilégié pour optimiser le remplissage des grains de blé en protéines). Par ailleurs, il est déconseillé de faire un apport de fertilisation azotée tardif qui accélère le remplissage des grains de blé et augmente leur dureté.
- ✓ Dans le cas de la gestion d'une variabilité importante de la proportion pois/blé sur l'ensemble de la chaîne, il vaut mieux privilégier l'obtention d'**une proportion importante de pois par rapport au blé en sortie de culture** pour permettre à l'industrie de 2<sup>nde</sup> transformation d'optimiser au mieux les propriétés des produits. Ce choix a par ailleurs le mérite de permettre une valorisation d'une quantité importante de pois. Au niveau des pratiques culturales, cela signifie qu'il est préférable de ne pas faire d'apport azoté excédentaire en début de culture.
- ✓ Un point sensible pour la mise en place de toute filière de cultures associées, quel soit le niveau de tri, concerne la **rémunération des agriculteurs**. En effet dans le mode de fonctionnement habituel, un taux d'impuretés (cailloux, débris végétaux ou graines d'autres espèces) supérieur à 2% constitue un facteur de dévalorisation économique pour le lot de graines pour lequel l'agriculteur voit sa rémunération diminuer. Pour les filières de cultures associées, c'est donc un **tout nouveau système de rémunération et de valorisation** qu'il faut inventer et qui puisse rentrer dans les standards légaux. La mise en place d'une filière protégée avec des débouchés sécurisés et exclusifs, à l'image d'une Appellation d'Origine Protégée, pourrait être une solution adaptée pour encadrer la pratique des cultures associées tout en stimulant leur développement. Au sein de cette filière la rémunération des agriculteurs serait assurée **en fonction de la composition du mélange récolté** grâce à une identification des proportions de blé et de légumineuse à la coopérative. De plus une aide pourrait être imaginée pour favoriser la mise en place de filières sous la forme d'une aide à l'investissement pour des outils de tri sophistiqués ou des silos de stockage supplémentaires destinés aux cultures associées.
- ✓ Les circuits de transformation de la matière première envisagés dans cette discussion ne constituent que des visions très simplifiées de filières réalistes. Cette approche simplifiée pourra être concrétisée par des études détaillées des différents circuits par des méthodes telles que l'**Analyse de Cycle de Vie**. Selon notre échelle de coût énergétique simplifiée, les circuits de tri simple et sans tri obtiennent le score de 3, contre 4 pour les circuits de tri complet et de tri à façon (Figure 80 ci-dessous). Par ailleurs, nous avons montré que les aspects de réalisme économique discriminent aussi largement les circuits. Parmi les options envisagées, nous retiendrons qu'un circuit de transformation incluant un **tri simple des graines** peut être un compromis intéressant en termes de gestion de la variabilité car il permet de satisfaire : i) les exigences de l'industriel de 2<sup>nde</sup> transformation qui peut corriger légèrement le procédé s'il le souhaite et afficher une variation de composition minimale sur l'emballage ; ii) les exigences du consommateur qui peut comprendre les légères variations de propriétés voire les apprécier si celles-ci sont bien expliquées ; iii) l'objectif nutritionnel qui est atteint quelles que soient les légères variations de composition ; iv) un objectif de dépense énergétique modéré.

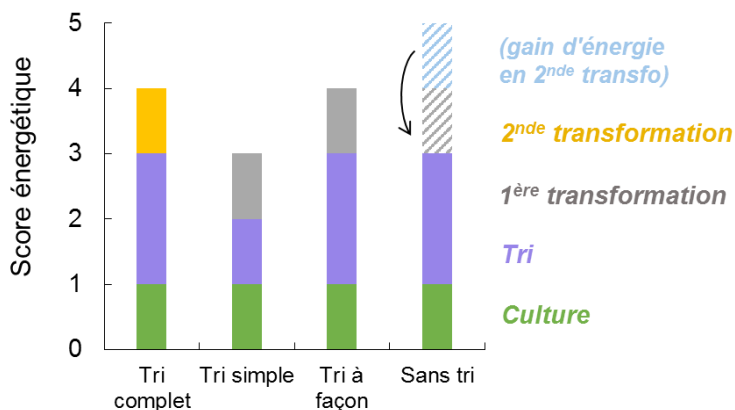


Figure 80 – Répartition du score énergétique en fonction des étapes pour les quatre circuits

- ✓ A propos de la **1<sup>ère</sup> transformation**, il est nécessaire d'étudier les différentes modalités de co-fragmentation, leur faisabilité et leurs impacts sur les propriétés des farines mixtes produites. Nous savons néanmoins qu'un différentiel de granulométrie au sein de la farine mixte (proportion de fraction fine supérieure pour la légumineuse) peut être géré par ajustement du procédé au niveau de la 2<sup>nde</sup> transformation.
- ✓ A propos de la **2<sup>nde</sup> transformation**, l'étude de la capacité du modèle à corriger l'effet des variations de la qualité des farines (proportion pois/blé ou granulométrie) à travers les différents cas exposés a montré que **l'outil de correction était robuste au regard des problématiques qui peuvent se poser dans une filière de cultures associées**. Cette réflexion à l'échelle de la filière nous a permis de montrer la faisabilité et la force d'une approche d'optimisation d'une étape de la filière (la 2<sup>nde</sup> transformation) en fonction des autres étapes par un modèle multi-contraintes. Il reste à démontrer la reproductibilité dans d'autres contextes de process, recettes ou légumineuse associée.

## VII. Conclusion



L'objectif du projet FlexiProcess était d'**initier une démarche d'ingénierie reverse** appliquée à une filière alimentaire innovante qui était la filière de transformation des cultures associées blé-pois en cakes enrichis en farine de pois. Au sein de ce projet, l'objectif de ce travail de thèse était de **développer un outil de formulation raisonnée** qui permette de produire des cakes de qualité constante quelles que soient les variations de qualité des matières premières et d'indiquer quelles propriétés de matières premières favoriser pour optimiser la réalisation de la seconde transformation. Ainsi, le développement de l'outil de formulation raisonnée, sous la forme du modèle multicritère multi-contraintes, formait une pièce centrale de la démarche.

Nous pouvons nous représenter la démarche d'ingénierie reverse comme un **grand « aller-retour » d'informations** exécuté entre les étapes de la filière blé-pois. Nous allons dans cette conclusion suivre le cours de ce trajet en aller-retour pour faire ressortir les **conclusions majeures ou points saillants** du travail de thèse, **ses originalités** mais aussi **ses limites**, ainsi que **les travaux complémentaires à mener** pour combler les lacunes existantes.

La Figure 81 ci-dessous représente l'initiation de notre démarche de réflexion ou ce que nous appellerons le trajet « aller » des informations au long de la filière. Un des points saillants de ce travail est qu'à travers le trajet « aller » nous avons su **envisager l'évolution des matières premières entre les étapes** et la forme sous laquelle elles arriveraient à la seconde transformation. Nous avons rassemblé des informations concernant les étapes amont et identifié celles où se posaient des questions techniques ou technologiques. Nous avons identifié des leviers (options) de gestion pour chacune, et posé des hypothèses sur la nature des variables de qualité des matières premières qui seraient en jeu. La constitution du trajet « aller » des informations a été permise par des échanges avec des experts des étapes amont et par la collecte d'informations dans la littérature. La Figure 81 résume l'ensemble des informations collectées et les hypothèses réalisées.

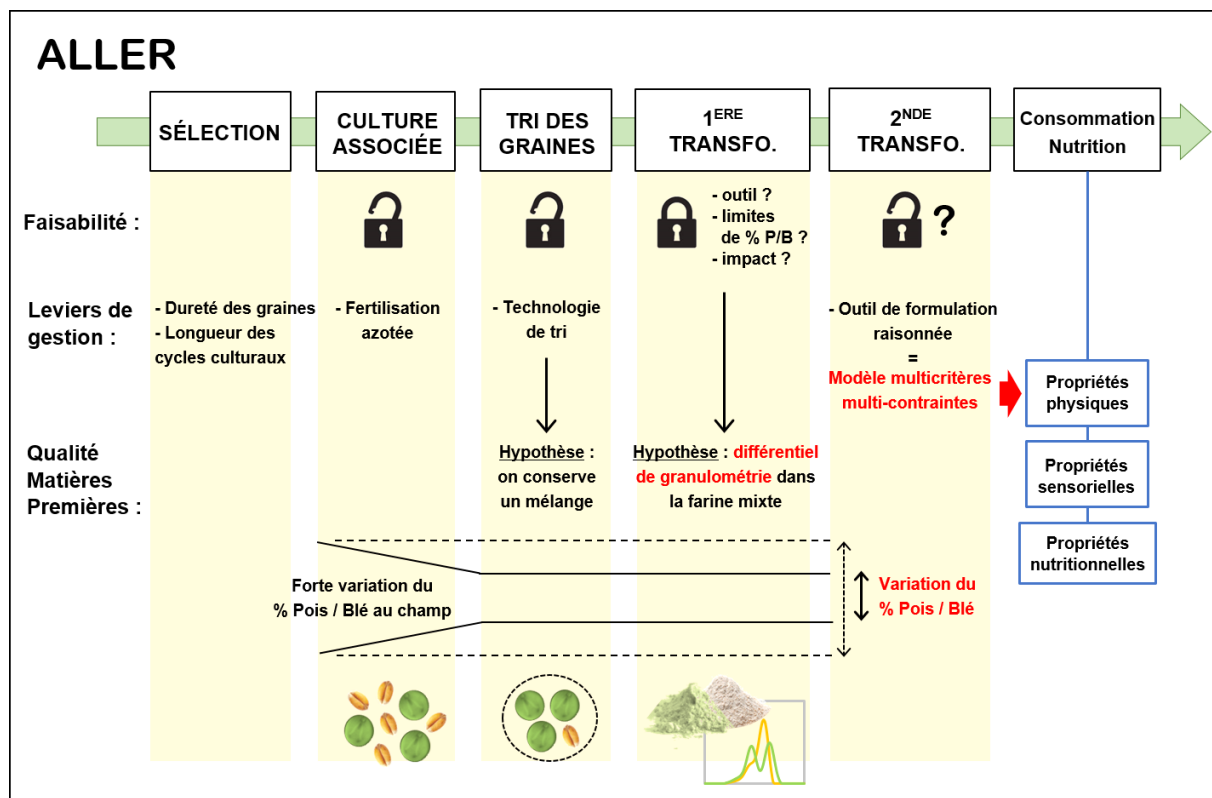


Figure 81 – Connaissances acquises concernant la faisabilité et les leviers d'action des étapes amont, et hypothèses réalisées concernant la qualité des matières premières

Cette démarche a permis de poser les **hypothèses de départ** concernant l'état des matières premières arrivant à la seconde transformation qui allaient définir nos **conditions expérimentales** pour la mise en place de l'outil de formulation raisonnée. Pour rappel, la **formulation raisonnée** se définit comme une démarche consistant à

## VII. CONCLUSION

---

« s'appuyer sur la connaissance des matières premières et la compréhension des interactions physico-chimiques lors de la fabrication pour adapter formule ou procédé dans un but technologique, nutritionnel ou gustatif » (Michon & Canselier, 2013).

Ainsi nous nous sommes d'abord appliqués à **bien connaître nos matières premières blé et légumineuse**, à la fois du point de vue des propriétés identifiées comme critiques du point de vue de l'amont de la filière (granulométrie et teneur en amidon endommagé) que de celles importantes pour la réalisation de gâteaux moelleux. Ceci a été réalisé à la fois par des travaux bibliographiques et par des travaux expérimentaux.

Concernant les **propriétés des matières premières en lien avec la première transformation**, nous avons constaté un certain manque dans les connaissances concernant la structure et la résistance mécanique des graines de légumineuse, les procédés de mouture adaptés à l'alimentation humaine et les propriétés de granulométrie des farines. Par nos travaux, nous avons pu **confirmer le lien entre les éléments de structure végétaux** (cellule, grain d'amidon) **et la taille des particules** dans le cas des farines de légumineuse et de blé et nous avons pu pointer un effet de ces variables sur la composition. D'une façon originale, nous avons procédé à l'étude du rebroyage des deux types de farine dans des conditions similaires, indiquant une **différence de comportement à la fragmentation et d'endommagement de l'amidon** entre les deux matières qui pourrait s'expliquer par une moindre dureté des graines de légumineuse (moins de cohésion entre la matrice protéique et les grains d'amidon). Nous avons par ailleurs confirmé qu'il était impossible de dissocier variation de la taille des particules et variation de la teneur en amidon endommagé, ce qui avait déjà été illustré pour des farines de blé. Enfin, nous nous sommes intéressés à **l'adaptabilité de méthodes de caractérisation classiques de la filière céréalière** aux farines de légumineuse, en développant une équation de calibration spécifique pour la méthode rapide de mesure de l'endommagement de l'amidon (SDmatic Chopin) et en validant l'utilisation de la méthode rapide de dosage des protéines par proche infrarouge pour les farines de légumineuse par comparaison avec la méthode de dosage Kjeldahl (non présenté dans ce manuscrit). Bien sûr ces travaux comportent des limites. Concernant le lien aux éléments de structure, il aurait été intéressant de valider leur identification par des observations en microscopie. Par ailleurs, pour plus d'aisance dans la comparaison des farines l'étude du rebroyage aurait pu être réalisée à partir de farines à la granulométrie standardisée plutôt que sur des farines du commerce de granulométries différentes. Nous aurions pu également utiliser un outil plus représentatif d'un procédé de mouture réel (compression et cisaillement). Enfin, le nombre d'échantillons de farine utilisés pour la calibration du SDmatic était faible au regard de celui utilisé pour définir l'équation du blé. L'équation que nous proposons pour les légumineuses consiste plutôt en une preuve de concept à décliner par les utilisateurs. Pour conclure sur les propriétés de matières premières en lien avec l'amont et plus précisément la première transformation, nous proposons à partir des différentes conclusions issues de la littérature et des travaux menés dans cette thèse présentés tout particulièrement dans l'Article 1, une liste de perspectives qui restent ouvertes parmi le champ des connaissances à acquérir pour les légumineuses.

*Tableau 59 – Perspectives des connaissances à acquérir pour les propriétés des matières premières en lien avec la première transformation*

Thème	Connaissances à acquérir
Structure de la graine	Étudier finement les populations de grains d'amidon chez les légumineuses (nombre de populations, tailles). Expliciter la présence de fissures sur les grains.
Lien structure - résistance	Établir la relation entre la structure des graines de légumineuse et leurs propriétés mécaniques, à l'instar de l'étude de la dureté et de la vitrosité dans le cas des graines de blé.
Mouture	Définir et étudier des procédés de mouture de légumineuses pour l'alimentation humaine.
Lien structure - composition	Déterminer de façon précise l'impact de la taille des particules sur la composition (amidon, protéines, cendres) des farines de blé et de légumineuse distinctement.

Nous nous sommes ensuite attachés à connaître nos matières premières au regard de leur utilisation lors des opérations de battage et de cuisson de la seconde transformation. Ceci a permis de poursuivre le processus de formulation raisonnée en s'intéressant à la **compréhension des interactions physico-chimiques** lors du procédé.

**Au niveau de l'étape de battage**, la compréhension de la façon dont la pâte se structure au cours du procédé par l'ajout des différents ingrédients est encore limitée. Nous ne savons notamment pas comment les ingrédients se répartissent l'eau et contribuent à la viscosité de la pâte à gâteau, car cette dernière est un milieu complexe et difficile à observer. Le savoir-faire industriel classique concernant les modes de préparation de la pâte (nombre et ordre des étapes d'ajout d'ingrédients) est basé sur des connaissances empiriques jamais examinées sous l'œil de la science. De plus, l'introduction de l'air qui est un critère fondamental de détermination de la qualité pour ces produits a fait l'objet d'assez peu d'études sur le milieu complexe de la pâte à cake. Dans le champ de ces études, aucune ne s'est intéressé au potentiel effet tensioactif d'un ajout de farine de légumineuse lors du battage. Lors de nos travaux, nous avons pu illustrer **l'effet de l'ordre d'incorporation des ingrédients sur la cinétique d'introduction d'air dans la pâte** et le relier à une efficacité énergétique supposée du procédé, ce qui constitue une approche tout à fait originale. Nous avons par ailleurs illustré **la capacité de la modulation de cet ordre à modifier la structuration de la pâte et des cakes** à différentes échelles. Nous avons étudié la cinétique d'incorporation d'air en présence de farine de légumineuse, et mis en évidence des **phénomènes de structuration complexes au sein de la pâte** lorsque la proportion de farine de légumineuse augmentait. Les limites de ces travaux résident dans le fait que les variations de structuration des pâtes observées par des indicateurs indirects (masse volumique, consistance) auraient pu être explicitées par des observations de l'organisation des composants (protéines, amidon, matière grasse, bulles d'air) par microscopie confocale à balayage laser. De plus, des mesures de la capacité viscosifiante des farines de blé et de pois au rhéomètre aurait permis d'enrichir notre compréhension des phénomènes complexes observés. Concernant les perspectives, nous pensons qu'il faut **intégrer plus de complexité dans l'étude de nos matières premières** en étendant l'étude des propriétés fonctionnelles, classiquement réservée aux isolats protéiques, aux farines entières en imaginant des moyens de standardiser leur granulométrie pour faciliter leur comparaison. Le Tableau 60 ci-dessous liste les différentes pistes d'investigation ouvertes.

*Tableau 60 – Perspectives des connaissances à acquérir pour les propriétés fonctionnelles des matières premières mises en jeu lors du battage*

Thème	Connaissances à acquérir
Propriétés fonctionnelles des farines	Étudier de façon générique et approfondie les propriétés fonctionnelles des farines de légumineuse par les indicateurs simples : activités et stabilités moussantes et émulsifiantes. Établir une comparaison nette avec les farines de blé.
	Observer de façon fine la solubilisation des protéines de légumineuse lors de l'ajout de farine en milieu simple puis complexifié (se rapprochant de la pâte) et mesurer leurs propriétés tensioactives. En cours de réalisation par des partenaires au sein de Flexiprocess.
	Observer les phénomènes de compétition aux interfaces entre les protéines de légumineuse et les différentes espèces tensioactives présentes dans la pâte (protéines et lipides d'œuf, émulsifiant, lipides de la farine de blé) en milieu simplifié par tensiométrie.
	Étudier les propriétés viscosifiantes comparées des farines de légumineuses et de blé, dans des conditions de dilution réalistes par rapport à la fabrication de pâtes à gâteau.



**Au niveau de l'étape de cuisson**, nous avons pu constater lors de nos travaux bibliographiques la nécessité de développer les connaissances sur la cuisson de gâteaux moelleux à l'image de celles déjà acquises sur le pain. Il s'agit notamment de pouvoir quantifier la contribution dans le temps des différents moteurs d'expansion de la structure et, d'une façon générale, **d'acquérir une vision plus complète et complexe des mécanismes se succédant lors de la cuisson** (diminution de la viscosité, expansion, ouverture de la structure, fissure de la croûte, structuration, affaissements post-structuration et post-cuisson). Ceci serait rendu possible en combinant la mesure de différentes variables clés (viscosité de la pâte, températures de transition thermique, hauteur du cake lors d'un suivi de la cuisson) au cours de la chauffe qui pourraient à terme alimenter une démarche de modélisation de la cuisson tel que développée dans le cas du pain. Une telle approche pourrait être utilisée pour expliquer les effets observés de l'ajout de farine de légumineuse sur la structure des cakes, en prenant en compte la proportion d'éléments structurants (grains d'amidon et protéines). L'étude de l'ajout de farine de légumineuse dans les cakes se limite dans la littérature à l'effet sur la structure aux échelles macroscopique et mésoscopique. De même, les informations concernant l'effet de la variation de la taille des particules de la farine sur les propriétés de structure des cakes sont rares. Lors de nos travaux, nous avons d'abord cherché à prévoir théoriquement l'effet de la substitution de la farine de blé par la farine de légumineuse lors du procédé en faisant une revue des températures de transition mesurées sur les amidons et protéines de blé et de légumineuse. Ce travail a montré l'existence de **températures de gélatinisation de l'amidon et de dénaturation des protéines légèrement plus élevées pour les légumineuses**. Il a permis d'envisager le trajet du produit au cours du procédé au sein d'un diagramme température-teneur en eau comportant les températures de transition blé et légumineuse, ainsi que les conséquences sur la structure du cake du décalage entre ces températures. L'utilisation d'une approche « matériaux » dans le cadre de la comparaison de deux matières premières sur l'ensemble d'un procédé est complètement innovante (a fortiori incluant des légumineuses). Cette approche a été déclinée aux procédés de cinq produits céréaliers courants dans l'article de revue présenté en Annexe 2 : Article de review en collaboration. Nous avons ensuite démontré expérimentalement l'effet de l'ajout de farine de pois sur les propriétés de structure des cakes aux différentes échelles. **L'ajout de farine de pois a de multiples impacts sur la structure des cakes** : densification des cakes, élargissement des alvéoles menant à une diminution de la fermeté de la mie, diminution du niveau d'agrégation protéique au sein de la mie. Ces résultats ont confirmé l'hypothèse d'une **structuration tardive et moins efficace due aux températures de transition thermique plus élevées, aux moindres capacités de liaison des protéines de légumineuse et à la moindre teneur en amidon**. Un des points forts de notre approche de caractérisation réside dans l'attention portée à la structure alvéolaire qui est un élément déterminant de la qualité et qui est particulièrement affecté par la présence de légumineuse. L'emploi de la technique d'analyse d'image par morphologie mathématique, couplée à l'analyse des structures par micro-tomographie à rayons X et parfois complétée d'une observation par microscopie électronique à balayage environnemental, a permis de **mettre en évidence la mise en place d'une structure alvéolaire à part entière, faite d'épaisse parois renfermant de petites alvéoles** (Figure 71). Au regard de ce qui est fait dans la littérature, s'intéresser à l'effet de l'introduction de farine de légumineuse sur la structure aux différentes échelles en portant une attention particulière à la structure alvéolaire constitue une approche résolument originale. Nos travaux comportent néanmoins des limites. L'étude théorique des températures de transition thermique des composants amidon et protéines pris séparément est restrictive puisque l'on néglige les interactions entre eux et avec d'autres ingrédients (le sucre notamment) pour l'accès à l'eau. Pour évaluer les températures de transition réelles des composants au cours du procédé, un suivi expérimental des transitions thermiques lors de la chauffe de formules de cake avec et sans farine de pois aurait pu être réalisé par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Concernant la caractérisation multi-échelles de la structure, deux limites peuvent être pointées. La première réside dans le fait que nous n'avons pas toujours bénéficié d'une observation de la structure de la mie à l'échelle microscopique permettant de compléter l'analyse. La seconde est que la caractérisation de l'agrégation protéique par SE-HPLC des cakes après cuisson n'était pas suffisante pour nous renseigner précisément sur la nature des interactions entre les protéines de pois, de blé et d'œufs. Une étude de l'agrégation protéique au cours de la cuisson sur des formules de cake contenant une source protéique, puis deux, puis trois, nous aurait permis de clarifier ces phénomènes. Les perspectives de travaux futurs à effectuer pour acquérir les connaissances manquantes sont nombreuses puisque l'on touche ici à des phénomènes complexes et encore peu étudiés (Tableau 61).

Tableau 61 – Perspectives des connaissances à acquérir concernant les propriétés des matières premières mises en jeu lors de la cuisson, concernant la compréhension de la cuisson, ou les effets spécifiques de l'utilisation de légumineuse ou de la granulométrie des farines sur la structuration

Thème	Connaissances à acquérir
Transitions thermiques	Acquérir des données supplémentaires sur les températures de transition thermique des composants des farines de légumineuse : transition vitreuse protéines et amidon (sur une gamme de teneur en eau plus large pour l'amidon), dénaturation des protéines à des teneurs en eau plus basses, gélatinisation de l'amidon en distinguant les températures de gélatinisation intermédiaires (Tm1, Tm2, Tm3).
	Étudier les transitions thermiques lors de la chauffe de formules de cake avec et sans farine de légumineuse par DSC.
Étude de la cuisson	Associer différentes techniques pour gagner en connaissances concernant la structuration de gâteaux moelleux lors de la cuisson : évolution de la viscosité de la pâte lors de la chauffe, mesure des températures de transition thermique, suivi de la hauteur des cakes en cuisson réelle, observation de l'expansion en cours de cuisson par des techniques d'imagerie avancées (IRM). Faire le lien aux propriétés de structure alvéolaire finales observées par analyse d'image ou micro-tomographie rayons X.
Structure alvéolaire	Utiliser la micro-tomographie à rayons X pour qualifier précisément la géométrie des structures alvéolaires : nombre, taille, forme des alvéoles, degré de porosité et épaisseur des parois. Dans le cas des cakes enrichis en farine de légumineuse, confronter la géométrie au modèle de Gibson & Ashby.
Agrégation protéique	Étudier le degré d'agrégation protéique par SE-HPLC au cours de la cuisson en comparant des formules contenant une seule source protéique, deux des trois sources protéiques (pois, blé, œufs) ou les trois ensemble pour établir les interactions entre elles en terme de liaisons chimiques.
Effet légumineuse	Comparer l'effet de l'augmentation de la proportion de farine de légumineuse entre différentes espèces (pois, pois chiche, lentille, fève) sur la structure des cakes en calculant l'évolution du score chimique théorique des formules selon l'espèce pour discuter des compromis intéressants.
	Comparer l'effet de la présence de farine entière, de protéines ou d'amidon de légumineuse sur la structure des cakes, en mélange avec de l'amidon et des protéines de blé de façon à maîtriser la composition de la formule.
Effet granulométrie	Étudier l'effet de la variation de la granulométrie d'une farine de blé et d'une farine de légumineuse distinctement (sans mélange) sur la structure des cakes. Les granulométries des farines seront standardisées et leur composition sera mesurée.

A partir des propriétés de farine que nous avons illustrées comme importantes pour la fabrication de gâteaux moelleux enrichis en farine de légumineuse, nous pourrions **suggérer l'établissement d'un cahier des charges** pour les farines de légumineuse pour ce type d'application, qui contienne les informations suivantes :

CAHIER DES CHARGES
_____
_____
_____
_____
_____

- composition proximale (eau, protéines, amidon, lipides, cendres = les données de routine)
- profil granulométrique
- teneur en amidon endommagé
- activité et stabilité moussantes
- autres propriétés propres aux farines de légumineuse : couleur L\*a\*b, activité enzymatique, teneurs en acides aminés indispensables et en facteurs antinutritionnels.

## VII. CONCLUSION

Une fois la connaissance des matières premières et la compréhension des interactions physico-chimiques lors du procédé prises en compte, nous sommes arrivés à la **conception de l'outil de formulation raisonnée** à proprement parler. Une représentation de cet outil, sous la forme du modèle multicritère multi-contraintes, est donnée en Figure 82.

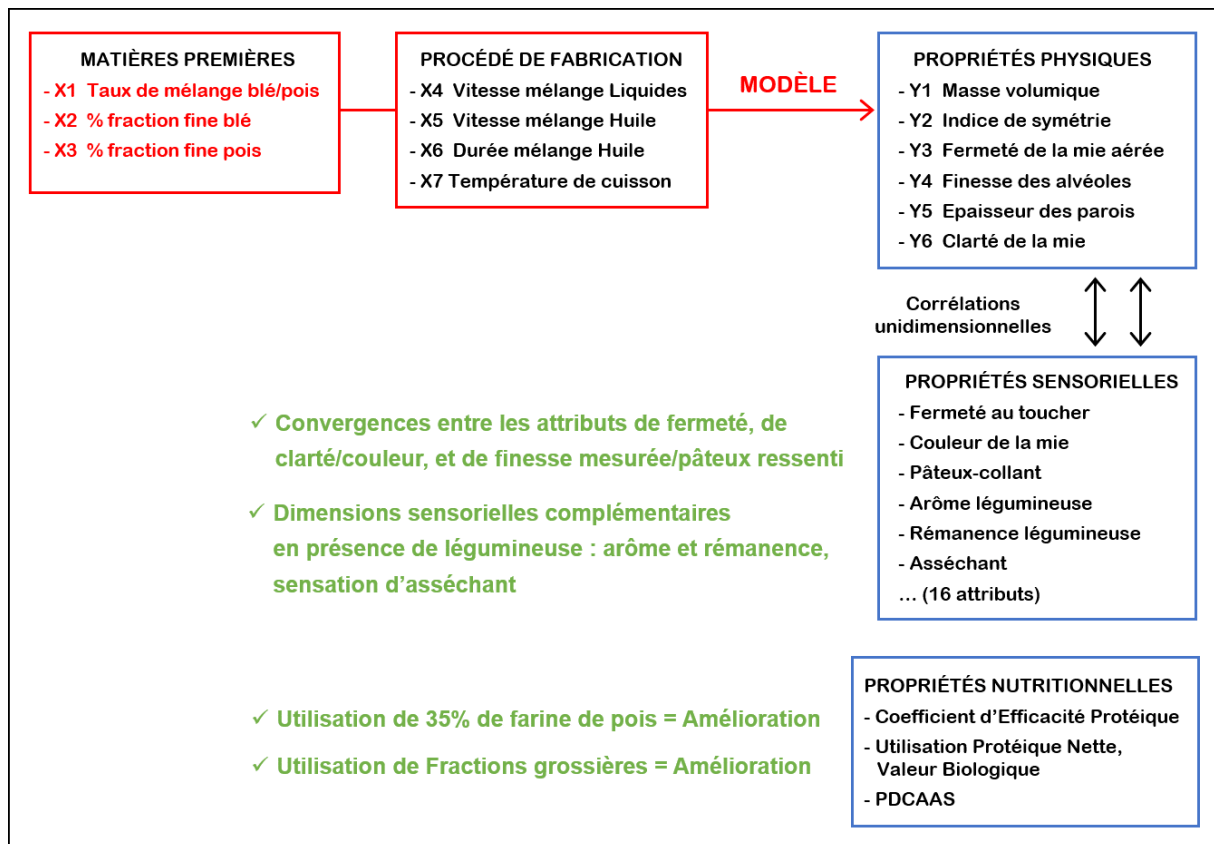


Figure 82 – Représentation du modèle multicritère multi-contraintes pour l'optimisation des propriétés physiques et des résultats principaux concernant les propriétés sensorielles et nutritionnelles des produits.

Les hypothèses de départ formulées à l'issue du trajet « aller » des informations au long de la filière nous ont permis de déterminer quelles seraient les variations de qualité des matières premières que l'outil de formulation raisonnée servirait à corriger : la proportion de farine de pois et la granulométrie de chaque farine (Figure 81). Nous avons ensuite recherché les facteurs de procédé influents et utilisé une démarche de plan d'expériences pour mettre en place un modèle multicritère multi-contraintes de correction de la qualité des cakes par le procédé (Figure 82). **Concevoir une démarche d'optimisation du procédé en fonction de la qualité de la matière première entrante en raisonnant la construction d'un modèle multicritère multi-contraintes dès le début du projet est totalement innovant dans le domaine des procédés alimentaires.** En effet, il n'existe pas d'études à notre connaissance :

- s'intéressant à la thématique de la variabilité des matières première
- incluant l'objectif d'optimisation dès le début de la démarche en recherchant les facteurs correctifs influents
- prenant en compte un nombre de facteurs étudiés et de réponses mesurées important
- formalisant la mise en place d'un modèle multicritère multi-contraintes sur lequel un tri des effets a été réalisé
- a fortiori réunissant les caractéristiques précédentes.

Les tests de validation et de correction des propriétés physiques des cakes ont permis d'établir que le modèle multicritère multi-contraintes était un **outil de correction robuste au regard des problématiques posées dans la filière de culture associée**. Concernant les limites de ce travail, une étude de sensibilité du modèle approfondie aurait pu être réalisée vis-à-vis de la répétabilité de fabrication à long terme (6 mois et plus) pour compléter les observations réalisées à ce propos. De plus, nous avons vu que les propriétés physiques mesurées ne représentaient pas l'ensemble des dimensions sensorielles générées par nos produits (Figure 82). Cela ouvre le champ des perspectives qu'il serait intéressant de mettre en place par la suite. Il serait par exemple intéressant de prendre en compte les perceptions sensorielles dès le début de la démarche pour définir les propriétés physiques à mesurer. Une approche tournée vers l'hédonique (l'acceptabilité des consommateurs, ce qu'ils aiment ou n'aiment pas) pourrait permettre de définir quelles caractéristiques des cakes sont représentatives de la qualité pour les consommateurs et quelles sont les valeurs cibles à atteindre. Par ailleurs, nos travaux ont pu montrer la nécessité de corriger les aspects aromatiques qui échappent aux mesures physiques du modèle. Des travaux sur l'aromatisation des formules, pour l'usage en recherche comme l'application en industrie, devraient permettre de résoudre ce problème. Ensuite, une perspective plus large de ce travail consisterait à tester la robustesse du modèle multicritère multi-contraintes pour d'autres légumineuses. En effet les farines des autres espèces de légumineuse (pois chiche, lentille, fève) comportent des teneurs en amidon et en protéine similaires, avec des températures de transition thermique proches. Il serait donc intéressant de vérifier la validité du modèle dans le cas de l'utilisation de ces farines. Enfin, des tests de changement d'échelle seraient nécessaires pour vérifier l'adaptabilité du modèle à l'échelle industrielle. Un résumé des perspectives associées à la création de l'outil de formulation raisonnée est donné dans le Tableau 62.

*Tableau 62 – Perspectives des connaissances à acquérir concernant la création d'un outil de formulation raisonnée*

Thème	Connaissances à acquérir
Sensibilité du modèle	Étudier la sensibilité de prédiction du modèle vis-à-vis de la répétabilité de la fabrication sur le long terme (6 mois ou plus), dans des conditions de variation de la température du local de fabrication.
Perceptions aromatiques	Effectuer un travail sur l'aromatisation des formules permettant d'éliminer les notes 'légumineuse' distinctives entre les cakes avec et sans farine de légumineuse.
Adaptabilité du modèle à d'autres légumineuses	Tester la validité du modèle multicritère multi-contraintes pour d'autres farines de légumineuse. Faire si cela s'applique des travaux d'ajustement.
Adaptabilité du modèle à l'industrie	Effectuer des tests de changement d'échelle incluant l'utilisation d'un batteur et d'un four industriels.

## VII. CONCLUSION

A l'issue de la conception de l'outil de formulation raisonnée, nous sommes à présent en mesure d'effectuer le **trajet « retour »** des informations au sein de notre démarche de réflexion sur la filière blé-pois, reconstituant ainsi **la boucle de l'ingénierie reverse**. La Figure 83 représente le trajet « retour » des informations effectué.

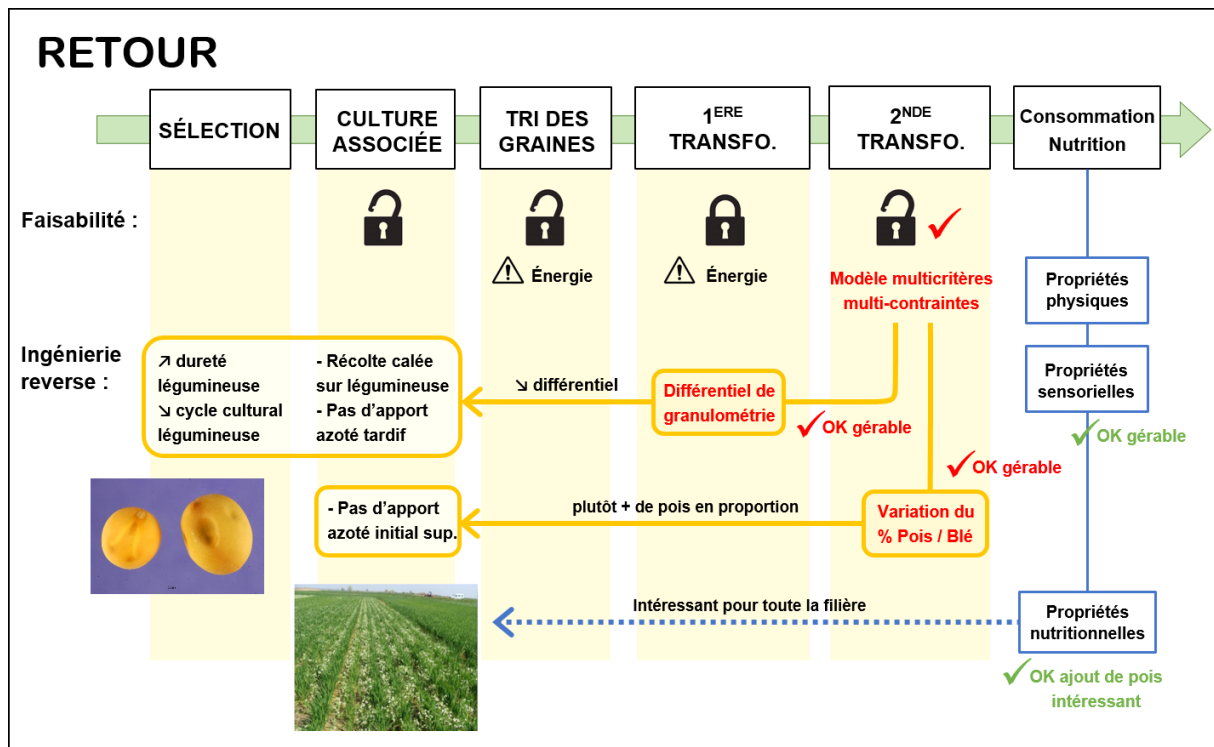


Figure 83 – Trajet retour des connaissances acquises de l'aval de la filière vers l'amont

Grâce à des simulations réalisées par le modèle et des hypothèses simplificatrices posées sur l'étape de première transformation, nous avons été en mesure de **donner des recommandations simples pour l'amont de la filière** (Figure 83). Par ailleurs, l'utilisation du modèle multicritère multi-contraintes nous permet de proposer des **changements de pratique concrets aux industriels de seconde transformation** (Figure 79).

En termes de limites, certaines des recommandations effectuées pour l'amont de la filière sont dépendantes du cas précis de l'utilisation de ce modèle multicritère multi-contraintes, avec cette légumineuse, cette formule et ce procédé. Il s'agit notamment de la recommandation sur la proportion de pois supérieure dans le mélange à récolter au champ. Par ailleurs, nous avons été limités par un manque de connaissances important concernant l'étape de première transformation, ce qui nous a obligés à faire de fortes hypothèses (conservation de la proportion du mélange lors de la mouture, différentiel de granulométrie des farines ou maîtrise de la granulométrie par des opérations de tamisage). Une perspective primordiale pour améliorer cela est d'étudier la faisabilité d'une « co-fragmentation », de trouver une technologie adaptée et d'en étudier les impacts sur la qualité des farines.

En guise de conclusion générale sur ce travail de thèse qui nous aura fait cheminer à la lumière d'une météo elle aussi variable durant ces quatre années, nous pensons :

- Que le projet d'envisager une filière de transformation des cultures associées légumineuse-blé tendre en cakes enrichis en farine de légumineuse est résolument intéressant pour définir de nouveaux systèmes alimentaires durables tant du point de vue nutritionnel (démonstré dans les résultats du projet FlexiProcess, Figure 82) que du point de vue cultural.
- Que la valorisation des cultures associées par la fabrication de produits céréaliers courants -des gâteaux moelleux- enrichis en farine de légumineuse est possible car l'ajout de légumineuse peut être compensé par un ajustement des facteurs de procédé (et de la formule en ce qui concerne l'aromatisation).
- Qu'une approche multicritère multi-contraintes conçue en connaissance de la filière est un outil parfaitement adapté pour gérer la variabilité de la qualité des matières premières. En cela notre travail constitue une preuve de concept qui pourra être décliné à d'autres filières/légumineuses/formules et procédés de produits céréaliers.
- Que la valorisation des cultures associées légumineuse-blé tendre sous la forme d'une filière durable, protégée, avec valorisation des bénéfices environnementaux auprès du consommateur est pertinente et adaptée au contexte actuel, et que le développement de telles filières devrait être encouragé.



*Bourdon et haricot d'Espagne, Phaseolus coccineus (© Vladimer Shioshvili)*



## VIII. Bibliographie





## A

- Abd El-Hady, E. A., & Habiba, R. A. (2003). Effect of soaking and extrusion conditions on antinutrients and protein digestibility of legume seeds. *LWT - Food Science and Technology*, 36(3), 285–293. [http://doi.org/10.1016/S0023-6438\(02\)00217-7](http://doi.org/10.1016/S0023-6438(02)00217-7)
- Abecassis, J., Abbou, R., Chaurand, M., & Morel, M. (1994). Influence of extrusion conditions on extrusion speed, temperature, and pressure in the extruder and on pasta quality. *Cereal Chemistry*, 71, 247–253.
- Abou-Zaid, A. A. M., Ramadan, M. T., & Al-Asklany, S. A. (2011). Utilization of Faba bean and lupin flours in gluten free cake production. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 5(12), 2665–2672.
- Adebiyi, A. P., & Aluko, R. E. (2011). Functional properties of protein fractions obtained from commercial yellow field pea (*Pisum sativum* L.) seed protein isolate. *Food Chemistry*, 128(4), 902–908. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.03.116>
- AFSSA. (2007a). Apport en protéines: consommation, qualité, besoins et recommandations. Agence française de sécurité sanitaire des aliments (Vol. 282). Paris.
- AFSSA. (2007b). Evaluation de la qualité de l'apport protéique. In Apport en protéines : consommation, qualité, besoins et recommandation (pp. 202–211). Paris: Afssa.
- AFSSA. (2007c). Evaluation des besoins et apports nutritionnels conseillés en protéines et acides aminés indispensables. In Apport en protéines : consommation, qualité, besoins et recommandation (p. 461 pages). Paris: Afssa.
- Agboola, S. O., Mofolasayo, O. A., Watts, B. M., & Aluko, R. E. (2010). Functional properties of yellow field pea (*Pisum sativum* L.) seed flours and the in vitro bioactive properties of their polyphenols. *Food Research International*, 43(2), 582–588. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.013>
- Aggarwal, V., Singh, N., Kamboj, S. S., & Brar, P. S. (2004). Some properties of seeds and starches separated from different Indian pea cultivars. *Food Chemistry*, 85(4), 585–590. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.07.036>
- Aguilera, J. M., & Stanley, D. W. (1999). The Microstructural Approach. In J. M. Aguilera & D. W. Stanley (Eds.), *Microstructural Principles of Food Processing and Engineering* (pp. 413–423). Gaithersburg: Aspen Publishers, Inc.
- Ahmed, A. R. (2014). Influence of Chemical Properties of Wheat-Lupine Flour Blends on Cake Quality. *American Journal of Food Science and Technology*, 2(2), 67–75. <http://doi.org/10.12691/ajfst-2-2-4>
- Alam, J., Talukder, M. U., Rahman, M. N., Prodhan, U. K., & Huq, A. K. O. (2013). Evaluation of the nutritional and sensory quality of functional breads prepared from whole wheat and soybean flour. *Annals Food Sci Technol*, 14(2), 171–175.
- Alamanou, S., & Doxastakis, G. (1997). Effect of wet extraction methods on the emulsifying and foaming properties of lupin seed protein isolates (*Lupinus albus* ssp. *Graecus*). *Food Hydrocolloids*, 11(4), 409–413.
- Alexandratos, N., & Bruinsma, J. (2012). *World agriculture towards 2030/2050: the 2012 revision*. Rome.
- Allais, I., Edoura-Gaena, R.-B., Gros, J.-B., & Trystram, G. (2006). Influence of egg type, pressure and mode of incorporation on density and bubble distribution of a lady finger batter. *Journal of Food Engineering*, 74(2), 198–210. <http://doi.org/doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.03.014>
- Alonso, R., Orúe, E., & Marzo, F. (1998). Effects of extrusion and conventional processing methods on protein and antinutritional factor contents in pea seeds. *Food Chemistry*, 63(4), 505–512. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00037-5](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00037-5)

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Aluko, R. E., Mofolasayo, O. A., & Watts, B. M. (2009). Emulsifying and foaming properties of commercial yellow pea (*Pisum sativum* L.) seed flours. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(20), 9793–9800. <http://doi.org/10.1021/jf902199x>
- Anton, A. A., Gary Fulcher, R., & Arntfield, S. D. (2009). Physical and nutritional impact of fortification of corn starch-based extruded snacks with common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) flour: Effects of bean addition and extrusion cooking. *Food Chemistry*, 113(4), 989–996. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.08.050>
- Arntfield, S. D., & Murray, E. D. (1981). The influence of processing parameters on food protein functionality I. Differential scanning calorimetry as an indicator of protein denaturation. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 14(4), 289–294. Retrieved from <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0315546381729298>
- Asif, M., Rooney, L. W., Ali, R., & Riaz, M. N. (2013). Application and opportunities of pulses in food system: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 53(11), 1168–1179. <http://doi.org/10.1080/10408398.2011.574804>
- Asselman, A., van Straten, G., Boom, R. M., Esveld, D. C., & van Boxtel, A. J. B. (2007). Quality prediction of bakery products in the initial phase of process design. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 8(2), 285–298. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2007.01.006>

## B

- Baik, O. D., Sablani, S. S., Marcotte, M., & Castaigne, F. (1999). Modeling the thermal properties of a cup cake during baking. *Journal of Food Science*, 64(2), 295–299. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1999.tb15886.x>
- Barak, S., Mudgil, D., & Khatkar, B. S. (2012). Effect of flour particle size and damaged starch on the quality of cookies. *Journal of Food Science and Technology*, 51(7), 1342–1348. <http://doi.org/10.1007/s13197-012-0627-x>
- Barrera, G. N., Pérez, G. T., Ribotta, P. D., & León, A. E. (2007). Influence of damaged starch on cookie and bread-making quality. *European Food Research and Technology*, 225(1), 1–7. <http://doi.org/10.1007/s00217-006-0374-1>
- Baş, D., & Boyacı, I. H. (2007). Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology. *Journal of Food Engineering*, 78(3), 836–845. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.11.024>
- Bedoussac, L., Journet, E.-P., Hauggaard-Nielsen, H., Naudin, C., Corre-Hellou, G., Jensen, E. S., ... Justes, E. (2015). Ecological principles underlying the increase of productivity achieved by cereal-grain legume intercrops in organic farming. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 35(3), 911–935. <http://doi.org/10.1007/s13593-014-0277-7>
- Bedoussac, L., Triboulet, P., Magrini, Marie-Benoît, Rambault, G., Foissy, D., & Corre-Hellou, G. (2013). Conséquences de l'introduction des cultures associées céréale-légumineuse à graines dans les filières. Analyse du point de vue des agriculteurs et des coopératives. *Innovations Agronomiques*, 32, 199–212.
- Bell, A. V., Berger, K. G., Russo, J. V., White, G. W., & Weathers, T. L. (1975). A study of the micro-baking of sponges and cakes using cine and television microscopy. *International Journal of Food Science & Technology*, 10(2), 147–156. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1975.tb00017.x>
- Bengoechea, C., Arrachid, A., Guerrero, A., Hill, S. E., & Mitchell, J. R. (2007). Relationship between the glass transition temperature and the melt flow behavior for gluten, casein and soya. *Journal of Cereal Science*, 45(3), 275–284. <http://doi.org/10.1016/J.JCS.2006.08.011>
- Bennion, E. B., Bamford, G. S. T., & Bent, A. J. (1997). Cake-making processes. In E. B. Bennion, G. S. T. Bamford, & A. J. Bent (Eds.), *The technology of cake making* (pp. 251–274). Boston, MA: Springer.
- Bernstein, A., Sun, Q., Hu, F., & Stampfer, M. (2010). Major dietary protein sources and risk of coronary heart

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- disease in women. *Circulation*, 122(9), 876–883. <http://doi.org/10.1161/CIRCULATIONAHA.109.915165>
- Bertoft, E., Manelius, R., & Qin, Z. (1993). Studies on the Structure of Pea Starches. Part 1: Initial Stages in  $\alpha$ -Amylolysis of Granular Smooth Pea Starch. *Starch-Stärke*, 45(7), 215–220. <http://doi.org/10.1002/star.19930450702>
- Biliaderis, C. G., Maurice, T. J., & Vose, J. R. (1980). Starch gelatinization phenomena studied by differential scanning calorimetry. *Journal of Food Science*, 45(6), 1669–1674.
- Bloksma, A. H. (1986). Rheological aspects of structural changes during baking. In J. M. V Blanshard (Ed.), *Chemistry and physics of baking: materials, processes, and products*. Sutton Bonington: London: Royal Society of Chemistry.
- Boursier, B. (2005). Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires. *Techniques de l'ingénieur*. Ed. Techniques Ingénieur.
- Bourson, Y. (2009). Mouture du blé tendre et techniques d'obtention de la farine. *Techniques de l'ingénieur*. Ed. Techniques Ingénieur.
- Bousseau, D. (2009). Associations céréales-légumineuses et mélanges de variétés de blé tendre : point de vue agronomique et pratique d'une coopérative. *Innovations Agronomiques*, 7, 129–137.
- Bouvard, V., Loomis, D., Guyton, K. Z., Grosse, Y., El Ghissassi, F., Benbrahim-Tallaa, L., ... Straif, K. (2015). Carcinogenicity of consumption of red and processed meat. *The Lancet Oncology*, 16(16), 1599–1600. [http://doi.org/10.1016/S1470-2045\(15\)00444-1](http://doi.org/10.1016/S1470-2045(15)00444-1)
- Boye, J. I. I., Aksay, S., Roufik, S., Ribéreau, S., Mondor, M., Farnworth, E., & Rajamohamed, S. H. H. (2010). Comparison of the functional properties of pea, chickpea and lentil protein concentrates processed using ultrafiltration and isoelectric precipitation techniques. *Food Research International*, 43(2), 537–546. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.021>
- Boye, J. I., Zare, F., & Pletch, A. (2010). Pulse proteins: Processing, characterization, functional properties and applications in food and feed. *Food Research International*, 43(2), 414–431. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.003>
- Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 23(2), 85–112.
- Bushuk, W. (1966). Distribution of water in dough and bread. *Baker's Digest*, 40(5), 38–40.
- Butt, M. S., & Batool, R. (2010). Nutritional and Functional Properties of Some Promising Legumes Protein Isolates. *Pakistan Journal of Nutrition*, 9(4), 373–379. <http://doi.org/10.3923/pjn.2010.373.379>
- C —————
- Campbell, G. M., & Mougeot, E. (1999). Creation and characterisation of aerated food products. *Trends in Food Science & Technology*, 10(9), 283–296. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(00\)00008-X](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(00)00008-X)
- Campbell, L., Euston, S. R., & Ahmed, M. A. (2016). Effect of addition of thermally modified cowpea protein on sensory acceptability and textural properties of wheat bread and sponge cake. *Food Chemistry*, 194, 1230–1237.
- CAOBISCO. (2016). Annual report 2016. Retrieved July 18, 2018, from <http://caobisco.eu/caobisco-chocolate-biscuits-confectionery-europe-page-41-Annual-Report.html#.W1M-NclyVtk>
- Carlsson-Kanyama, A., & Gonzalez, A. D. (2009). Potential contributions of food consumption patterns to climate change. *American Journal of Clinical Nutrition*, 89(5), 1704S–1709S.

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Carrouée, B., Schneider, A., Flénet, F., Jeuffroy, M.-H., & Nemecek, T. (2012). Introduction du pois protéagineux dans des rotations à base de céréales à paille et colza : impacts sur les performances économiques et environnementales. *Innovations Agronomiques*, 25, 125–142.
- Cauvain, S. P., & Cyster, J. (1996). *Sponge cake technology*. Chipping Campden: Campden & Chorleywood Food Research Association.
- Cavaillès, E. (2009). La relance des légumineuses dans le cadre d'un plan protéine : quels bénéfices environnementaux. *La Défense*.
- Champ, M., & Colonna, P. (1993). Importance de l'endommagement de l'amidon dans les aliments pour animaux. *INRA Productions Animales*, 6(3), 185–198.
- Chardigny, J.-M., & Walrand, S. (2016). Plant protein for food: opportunities and bottlenecks. *Oilseeds & Fats Crops and Lipids*, 23(4), D404. <http://doi.org/10.1051/ocl/2016019>
- Chesterton, A. K. S., Meza, B. E., Moggridge, G. D., Sadd, P. A., & Wilson, D. I. (2011). Rheological characterisation of cake batters generated by planetary mixing: Elastic versus viscous effects. *Journal of Food Engineering*, 105(2), 332–342. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.043>
- Chevallier, S., Colonna, P., Buléon, A., & Della Valle, G. (2000). Physicochemical Behaviors of Sugars, Lipids, and Gluten in Short Dough and Biscuit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(4), 1322–1326. <http://doi.org/10.1021/jf990435+>
- Chevallier, S., Colonna, P., Della Valle, G., & Lourdin, D. (2000). Contribution of Major Ingredients during Baking of Biscuit Dough Systems. *Journal of Cereal Science*, 31(3), 241–252. <http://dx.doi.org/10.1006/jcrs.2000.0308>
- Chichti, E., George, M., Delenne, J.-Y., Radjai, F., & Lullien-Pellerin, V. (2013). Nano-mechanical properties of starch and gluten biopolymers from atomic force microscopy. *European Polymer Journal*, 49(12), 3788–3795. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.08.024>
- Choi, H.-W., & Baik, B.-K. (2013). Significance of wheat flour particle size on sponge cake baking quality. *Cereal Chemistry*, 90(2), 150–156. <http://doi.org/10.1094/CCHEM-07-12-0088-R>
- Cholez, C., & Magrini, M.-B. (2014). Cultiver des légumineuses à graines en pure ou en association avec des céréales : points de vue d'acteurs du système sociotechnique agricole. In *Actes du colloque CIAG Associations végétales* (pp. 45–63). Angers.
- Chove, B. E., Grandison, A. S., & Lewis, M. J. (2007). Some functional properties of fractionated soy protein isolates obtained by microfiltration. *Food Hydrocolloids*, 21(8), 1379–1388. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.10.018>
- Chung, H. J., Liu, Q., Hoover, R., Warkentin, T. D., & Vandenberg, B. (2008). In vitro starch digestibility, expected glycemic index, and thermal and pasting properties of flours from pea, lentil and chickpea cultivars. *Food Chemistry*, 111(2), 316–321. <http://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2008.03.062>
- Colonna, P., Doublier, J. L., Melcion, J. P., De Monredon, F., & Mercier, C. (1984). Extrusion cooking and drum drying of wheat starch. *Cereal Chemistry*, 61, 538–554.
- Condé-Petit, B. (2001). *Structural features of starch in food : a polymeric and colloidal approach*. Swiss Federal Institute of Technology.
- Cuq, B., Abecassis, J., & Guilbert, S. (2003). State diagrams to help describe wheat bread processing. *International Journal of Food Science and Technology*, 38(7), 759–766. <http://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2003.00748.x>

## D

- D'Appolonia. (1977). Rheological and baking studies of legume-wheat flour blends. *Cereal Chemistry*, 54(1), 53–63.
- De la Hera, E., Ruiz-París, E., Oliete, B., & Gómez, M. (2012). Studies of the quality of cakes made with wheat-lentil composite flours. *LWT - Food Science and Technology*, 49(1), 48–54. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.05.009>
- De Vries, H., Mikolajczak, M., Salmon, J.-M., Abecassis, J., Chaunier, L., Guessasma, S., ... Trystram, G. (2017). Small-scale food process engineering — Challenges and perspectives. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 46, 122–130. <http://doi.org/10.1016/J.IFSET.2017.09.009>
- Della Valle, G., Kozlowski, A., Colonna, P., & Tayeb, J. (1989). Starch transformation estimated by the energy balance on a twin screw extruder. *Lebensmittel Wissenschaft Technologie*, 22(5), 279–286.
- Derbyshire, E., Wright, D. J., & Boulter, D. (1976). Legumin and vicilin, storage proteins of legume seeds. *Phytochemistry*, 15(1), 3–24. [http://doi.org/10.1016/S0031-9422\(00\)89046-9](http://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)89046-9)
- Dervas, G., Doxastakis, G., Hadjisavva-Zinoviadi, S., & Triantafyllakos, N. (1999). Lupin flour addition to wheat flour doughs and effect on rheological properties. *Food Chemistry*, 66(1), 67–73. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00234-9](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00234-9)
- Dewaest, M., VILLEMEJANE, C., BERLAND, S., MICHON, C., VEREL, A., & MOREL, M.-H. (2017). Changes in protein size distribution during wheat flour cake processing. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 333–341. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.01.036>
- Dewaest, M., VILLEMEJANE, C., BERLAND, S., NERON, S., CLEMENT, J., VEREL, A., & MICHON, C. (2017). Effect of crumb cellular structure characterized by image analysis on cake softness. *Journal of Texture Studies*, 49(3), 328–338. <http://doi.org/10.1111/jtxs.12303>
- Donelson, D. H., & Wilson, J. T. (1960). Effect of the Relative Quantity of Flour Fractions on Cake Quality. *Cereal Chem*, 37(3). Retrieved from <http://www.aacnet.org/publications/cc/backissues/1960/Documents/cc1960a30.html>
- Donelson, J. R., & Yamazaki, W. T. (1962). Note on a rapid method for estimation of damaged starch in soft wheat flours. *Cereal Chemistry*, 39(6), 460.
- Donovan, J. W. (1977). A study of the baking process by differential scanning calorimetry. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(6), 571–578. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740280616>
- Doxastakis, G., Zafiriadis, I., Irakli, M., Marlani, H., & Tananaki, C. (2002). Lupin, soya and triticale addition to wheat flour doughs and their effect on rheological properties. *Food Chemistry*, 77(2), 219–227. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00362-4](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00362-4)
- Dubat, A. (2004). Importance de l'endommagement de l'amidon et évolution des méthodes de mesure. *Industries Des Céréales*, (137), 2–8.
- Duranti, M. (2006). Grain legume proteins and nutraceutical properties. *Fitoterapia*, 77(2), 67–82. <http://doi.org/10.1016/j.fitote.2005.11.008>
- Duranti, M., & Gius, C. (1997). Legume seeds: protein content and nutritional value. *Field Crops Research*, 53(1–3), 31–45. [http://doi.org/10.1016/S0378-4290\(97\)00021-X](http://doi.org/10.1016/S0378-4290(97)00021-X)
- Dury-Brun, C., Jury, V., Guillard, V., Desobry, S., Voilley, A., & Chalier, P. (2006). Water barrier properties of treated-papers and application to sponge cake storage. *Food Research International*, 39(9), 1002–1011. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2006.07.003>

## E

- Eliasson, A. (1980). Effect of water content on the gelatinization of wheat starch. *Starch-Stärke*, 32(8), 270–272.
- Elkowicz, K., & Sosulski, F. W. (1982). Antinutritive factors in eleven legumes and their air-classified protein and starch fractions. *Journal of Food Science*, 47(4), 1301–1304.
- Esveld, D. C., Boom, R. M., Van Straten, G., & Van Boxtel, A. J. B. (2008). Product quality driven design of bakery operations using dynamic optimization. *Journal of Food Engineering*, 86(3), 399–413. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.10.015>
- Evans, I. D., & Haisman, D. R. (1982). The effect of solutes on the gelatinization temperature range of potato starch. *Starch-Stärke*, 34(7), 224–231.

## F

- Farooq, Z., & Boye, J. I. (2011). Novel food and industrial applications of pulse flours and fractions. In B. K. Tiwari, A. Gowen, & B. McKenna (Eds.), *Pulse Foods: Processing, Quality and Nutraceutical Applications* (pp. 283–323). Academic Press.
- Farrand, E. A. (1964). Flour properties in relation to the modern bread processes in the United Kingdom, with special reference to alpha-amylase and starch damage. *Cereal Chem*, 41(98), 99–111.
- Fehaili, S., Courel, M., Rega, B., & Giampaoli, P. (2010). An instrumented oven for the monitoring of thermal reactions during the baking of sponge cake. *Journal of Food Engineering*, 101(3), 253–263. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.07.003>
- Feillet, P. (2000). *Le grain de blé: composition et utilisation*. (Quae, Ed.). Paris: INRA éditions.
- Fenn, D., Lukow, O. M., Humphreys, G., Fields, P. G., & Boye, J. I. (2010). Wheat-Legume Composite Flour Quality. *International Journal of Food Properties*, 13(2), 381–393. <http://doi.org/10.1080/10942910802571729>
- Fernández-Quintela, A., Macarulla, M. T., Barrio, A. S. del, & Martínez, J. A. (1997). Composition and functional properties of protein isolates obtained from commercial legumes grown in northern Spain. *Plant Foods for Human Nutrition*, 51(4), 331–341. <http://doi.org/10.1023/A:1007936930354>
- Ferrari, I., Alamprese, C., Mariotti, M., Lucisano, M., & Rossi, M. (2013). Optimisation of cake fat quantity and composition using response surface methodology. *International Journal of Food Science & Technology*, 48(3), 468–476. <http://doi.org/10.1111/ijfs.12018>
- Fleming, S. E., & Sosulski, F. W. (1977a). Breadmaking properties of four concentrated plant proteins. *Cereal Chemistry*, 54(5), 1124–1140.
- Fleming, S. E., & Sosulski, F. W. (1977b). Nutritive value of bread fortified with concentrated plant proteins and lysine. *Cereal Chemistry*, 54(6), 1238–1248.
- Fleming, S. E., & Sosulski, F. W. (1978). Microscopic evaluation of bread fortified with concentrated plant proteins. *Cereal Chemistry*, 55(3), 373–382.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2007a). Conceptual framework for estimating protein and amino acid requirements. In *Protein and amino acid requirements in human nutrition: report of a joint WHO/FAO/UNU expert consultation (Food and A, pp. 9–34)*. Genève: United Nations University.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2007b). Protein and amino acid requirements in human nutrition: report of a joint WHO/FAO/UNU expert consultation. WHO technical report series. Genève: United Nations University. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/18330140>

- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2007c). Protein quality evaluation. In Protein and amino acid requirements in human nutrition: report of a joint WHO/FAO/UNU expert consultation (Food and A, pp. 93–102). Genève: United Nations University.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2011). Feeding the future. In A. McLeod (Ed.), World Livestock 2011 - Livestock in food security (pp. 77–97). Rome: FAO.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations [FAO]. (2016). FAOSTAT Food Balance Sheets. Retrieved February 17, 2017, from <http://www.fao.org/faostat/en/#data/FBS>
- Foschia, M., Horstmann, S. W., Arendt, E. K., & Zannini, E. (2017). Legumes as functional ingredients in gluten-free bakery and pasta products. *Annual Review of Food Science and Technology*, 8, 75–96.
- Freke, C. D. (1971). The examination of starch gelling by microscopy. *International Journal of Food Science & Technology*, 6(3), 273–279.
- Frias, J., Giacomino, S., Peñas, E., Pellegrino, N., Ferreyra, V., Apro, N., ... Vidal-Valverde, C. (2011). Assessment of the nutritional quality of raw and extruded *Pisum sativum* L. var. laguna seeds. *LWT - Food Science and Technology*, 44(5), 1303–1308. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.12.025>
- Fujiwara, N., Hall, C., & Jenkins, A. L. (2017). Development of Low Glycemic Index (GI) Foods by Incorporating Pulse Ingredients into Cereal-Based Products: Use of In Vitro Screening and In Vivo Methodologies. *Cereal Chemistry*, 94(1), 110–116.

## G

- Gaines, C. S., & Donelson, J. R. (1982). Cake batter viscosity and expansion upon heating. *Cereal Chem*, 59(4), 237–240.
- Gaines, C. S., & Donelson, J. R. (1985). Influence of certain flour quality parameters and postmilling treatments on size of angel food and high-ratio white layer cakes. *Cereal Chem*, 62(1), 60–63.
- Géhin, B., Guéguen, J., Bassot, P., & Seger, A. (2010). Répondre aux besoins spécifiques de qualité pour augmenter l'utilisation des légumineuses en transformation industrielle. *Innovations Agronomiques*, 11, 115–127.
- Gélinas, P., Roy, G., & Guillet, M. (1999). Relative effects of ingredients on cake staling based on an accelerated shelf-life test. *Journal of Food Science*, 64(5), 937–940. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1999.tb15944.x>
- Gerber, P. J., Steinfeld, H., Henderson, B., Mottet, A., Opio, C., Dijkman, J., ... Tempio, G. (2013). The aggregate picture. In FAO (Ed.), Tackling climate change through livestock - a global assessment of emissions and mitigation opportunities. (pp. 15–22). Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO).
- Gergely, S., Bekassy-Molnar, E., & Vatai, G. (2003). The use of multiobjective optimization to improve wine filtration. *Journal of Food Engineering*, 58(4), 311–316. [http://doi.org/10.1016/S0260-8774\(02\)00376-X](http://doi.org/10.1016/S0260-8774(02)00376-X)
- Ghavidel, R. A., & Prakash, J. (2007). The impact of germination and dehulling on nutrients, antinutrients, in vitro iron and calcium bioavailability and in vitro starch and protein digestibility of some legume seeds. *LWT - Food Science and Technology*, 40(7), 1292–1299. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2006.08.002>
- Gibson, L. J., & Ashby, M. F. (1982). The Mechanics of Three-Dimensional Cellular Materials. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 382(1782), 43–59. <http://doi.org/10.1098/rspa.1982.0088>
- Gibson, T. S., Al Qalla, H., & McCleary, B. V. (1992). An improved enzymic method for the measurement of starch damage in wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 15(1), 15–27.



## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Glenn, G. M., & Saunders, R. M. (1990). Physical and structural properties of wheat endosperm associated with grain texture. *Cereal Chem*, 67(2), 176–182.
- Glenn, G. M., Younce, F. L., & Pitts, M. J. (1991). Fundamental physical properties characterizing the hardness of wheat endosperm. *Journal of Cereal Science*, 13(2), 179–194. [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(09\)80035-0](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(09)80035-0)
- Goesaert, H., Brijs, K., Veraverbeke, W. S., Courtin, C. M., Gebruers, K., & Delcour, J. A. (2005). Wheat flour constituents: how they impact bread quality, and how to impact their functionality. *Trends in Food Science & Technology*, 16(1), 12–30. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2004.02.011>
- Gómez, M., Doyagüe, M. J., & De la Hera, E. (2012). Addition of pin-milled pea flour and air-classified fractions in layer and sponge cakes. *LWT - Food Science and Technology*, 46(1), 142–147. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.10.014>
- Gómez, M., Oliete, B., García-Álvarez, J., Ronda, F., & Salazar, J. (2008). Characterization of cake batters by ultrasound measurements. *Journal of Food Engineering*, 89(4), 408–413. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.05.024>
- Gómez, M., Oliete, B., Rosell, C. M., Pando, V. V., & Fernández, E. (2008). Studies on cake quality made of wheat–chickpea flour blends. *LWT-Food Science and Technology*, 41(9), 1701–1709. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.11.024>
- Gómez, M., Ronda, F., Caballero, P. A., Blanco, C. A., & Rosell, C. M. (2007). Functionality of different hydrocolloids on the quality and shelf-life of yellow layer cakes. *Food Hydrocolloids*, 21(2), 167–173. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.03.012>
- Gómez, M., Ruiz-París, E., & Oliete, B. (2010). Influence of flour mill streams on cake quality. *International Journal of Food Science and Technology*, 45(9), 1794–1800. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2010.02338.x>
- Goñi, I., & Valentín-Gamazo, C. (2003). Chickpea flour ingredient slows glycemic response to pasta in healthy volunteers. *Food Chemistry*, 81(4), 511–515. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00480-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00480-6)
- Goupy, J. (1988). *La méthode des plans d'expériences: optimisation du choix des essais et de l'interprétation des résultats*. Paris: Dunod.
- Goupy, J. (1999). *Plans d'expériences pour surfaces de réponse*. Paris: Dunod.
- Goupy, J., & Creighton, L. (2006). *Introduction aux plans d'expériences (3ème)*. Paris: Dunod.
- Greffeuille, V., Abécassis, J., Barouh, N., Villeneuve, P., Mabilie, F., Bar-L'Helgouac'h, C., & Lullien-Pellerin, V. (2007). Analysis of the milling reduction of bread wheat farina: Physical and biochemical characterisation. *Journal of Cereal Science*, 45(1), 97–105. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.07.003>
- Greffeuille, V., Marsset-Baglieri, A., Molinari, N., Cassan, D., Sutra, T., Avignon, A., & Micard, V. (2015). Enrichment of pasta with faba bean does not impact glycemic or insulin response but can enhance satiety feeling and digestive comfort when dried at very high temperature. *Food & Function*, 6(9), 2996–3005. <http://doi.org/10.1039/C5FO00382B>
- Groupe technique AB Franche-Comté. (2012). *Les mélanges Céréales/Protéagineux récoltés en grain en Franche-Comté*.
- Groupement National Interprofessionnel des Semences. (2015). *Principe du triage des semences*. Retrieved February 25, 2015, from <http://www.gnis-pedagogie.org/station-principe-triage-semence.html>
- Guéguen, J., & Barbot, J. (1988). Quantitative and qualitative variability of pea (*Pisum sativum* L.) protein composition. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 42(3), 209–224. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740420304>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Guillamon, E., Pedrosa, M. M., Burbano, C., Cuadrado, C., de Cortes Sánchez, M., & Muzquiz, M. (2008). The trypsin inhibitors present in seed of different grain legume species and cultivar. *Food Chemistry*, 107(1), 68–74. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.07.029>
- Guillard, V., Broyart, B., Bonazzi, C., Guilbert, S., & Gontard, N. (2003). Moisture diffusivity in sponge cake as related to porous structure evaluation and moisture content. *Journal of Food Science*, 68(2), 555–562. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2003.tb05711.x>
- Guillon, F., & Champ, M. M.-J. (2002). Carbohydrate fractions of legumes: uses in human nutrition and potential for health. *The British Journal of Nutrition*, 88 Suppl 3, S293-306. <http://doi.org/10.1079/BJN2002720>
- Gujaska, E., Reinhard, W. D., & Khan, K. (1994). Physicochemical Properties of Field Pea, Pinto and Navy Bean Starches. *Journal of Food Science*, 59(3), 634–636. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1994.tb05580.x>
- Gularte, M. A., Gómez, M., & Rosell, C. M. (2012). Impact of legume flours on quality and in vitro digestibility of starch and protein from gluten-free cakes. *Food and Bioprocess Technology*, 5(8), 3142–3150. <http://doi.org/10.1007/s11947-011-0642-3>
- Güler, S., Köksel, H., & Ng, P. K. W. (2002). Effects of industrial pasta drying temperatures on starch properties and pasta quality. *Food Research International*, 35(5), 421–427. [https://doi.org/10.1016/S0963-9969\(01\)00136-3](https://doi.org/10.1016/S0963-9969(01)00136-3)

---

## H

---

- Haddad, Y., Benet, J. C., & Abecassis, J. (1998). A rapid general method for appraising the rheological properties of the starchy endosperm of cereal grains. *Cereal Chemistry*, 75(5), 673–676. <https://doi.org/10.1094/CHEM.1998.75.5.673>
- Haddad, Y., Benet, J. C., Delenne, J. Y., Mermet, A., & Abecassis, J. (2001). Rheological Behaviour of Wheat Endosperm—Proposal for Classification Based on the Rheological Characteristics of Endosperm Test Samples. *Journal of Cereal Science*, 34(1), 105–113. <https://doi.org/10.1006/jcrs.2000.0373>
- Han, J., Janz, J. A. M., & Gerlat, M. (2010). Development of gluten-free cracker snacks using pulse flours and fractions. *Food Research International*, 43(2), 627–633. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.015>
- Hareland, G. A. (1994). Evaluation of flour particle size distribution by laser diffraction, sieve analysis and near-infrared reflectance spectroscopy. *Journal of Cereal Science*, 20(2), 183–190.
- Heenan, S. P., Dufour, J.-P., Hamid, N., Harvey, W., & Delahunty, C. M. (2010). The influence of ingredients and time from baking on sensory quality and consumer freshness perceptions in a baked model cake system. *LWT-Food Science and Technology*, 43(7), 1032–1041. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.12.009>
- Heenan, S. P., Hamid, N., Dufour, J.-P., Harvey, W., & Delahunty, C. M. (2009). Consumer freshness perceptions of breads, biscuits and cakes. *Food Quality and Preference*, 20(5), 380–390. <http://doi.org/10.1016/j.foodqual.2009.02.008>
- Hoover, R., Hughes, T., Chung, H. J., & Liu, Q. (2010). Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: A review. *Food Research International*, 43(2), 399–413. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.001>
- Hoover, R., & Ratnayake, W. S. (2002). Starch characteristics of black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada. *Food Chemistry*, 78(4), 489–498.
- Hoover, W. (1979). Use of soy proteins in baked foods. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 56(3), 301–303. <http://doi.org/10.1007/BF02671480>
- Horváth, E., Ormai-Cserhalmi, Z., & Czukor, B. (1989). Functional properties of air-classified yellow pea (*Pisum sativum*) fractions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 49(4), 493–497. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740490412>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

Hoseney, R. C., & Delcour, J. A. (2010). Principles of cereal science and technology. St. Paul: American Association of Cereal Chemists (AACC).

Hoseney, R. C., Zeleznak, K., & Lai, C. S. (1986). Wheat gluten-a glassy polymer. *Cereal Chemistry*, 63(3), 285–286.

Huang, J., Sulmann, E., & Voragen, A. G. J. (2007). Physicochemical properties and amylopectin chain profiles of cowpea, chickpea and yellow pea starches. *Food Chemistry*, 101(4), 1338–1345. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.03.039>

### J

Jane, J. (2009). Structural features of starch granules II. In *Starch (Third Edition)* (pp. 193–236). Elsevier.

Jayasena, V., & Nasar-Abbas, S. M. (2011). Effect of lupin flour incorporation on the physical characteristics of dough and biscuits. *Quality Assurance and Safety of Crops and Foods*, 3(3), 140–147. <http://doi.org/10.1111/j.1757-837X.2011.00100.x>

Joshi, M., Adhikari, B., Aldred, P., Panozzo, J. F., Kasapis, S., & Barrow, C. J. (2012). Interfacial and emulsifying properties of lentil protein isolate. *Food Chemistry*, 134(3), 1343–1353. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.03.029>

### K

Kaletunç, G., & Breslauer, K. J. (1996). Construction of a wheat-flour state diagram: Application to extrusion processing. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 47(5), 1267–1288. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.06.012>

Karaca, A. C., Low, N., & Nickerson, M. (2011). Emulsifying properties of chickpea, faba bean, lentil and pea proteins produced by isoelectric precipitation and salt extraction. *Food Research International*, 44(9), 2742–2750. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.06.012>

Karkalas, J., Tester, R. F., & Morrison, W. R. (1992). Properties of damaged starch granules. I. Comparison of a micromethod for the enzymic determination of damaged starch with the standard AACC and Farrand methods. *Journal of Cereal Science*, 16(3), 237–251.

Kataria, A., Chauhan, B. M., & Gandhi, S. (1988). Effect of domestic processing and cooking on the antinutrients of black gram. *Food Chemistry*, 30(2), 149–156.

Kaur, M., Sandhu, K. S., & Lim, S.-T. (2010). Microstructure, physicochemical properties and in vitro digestibility of starches from different Indian lentil (*Lens culinaris*) cultivars. *Carbohydrate Polymers*, 79(2), 349–355. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.08.017>

Kaur, M., & Singh, N. (2007a). Characterization of protein isolates from different Indian chickpea (*Cicer arietinum* L.) cultivars. *Food Chemistry*, 102(1), 366–374. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.05.029>

Kaur, M., & Singh, N. (2007b). Comparative study of the functional, thermal and pasting properties of flours from different field pea (*Pisum sativum* L.) and pigeon pea (*Cajanus cajan* L.) cultivars. *Food Chemistry*, 104(1), 259–267. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.11.037>

Khattab, R. Y., & Arntfield, S. D. (2009). Nutritional quality of legume seeds as affected by some physical treatments 2: Antinutritional factors. *LWT - Food Science and Technology*, 42(6), 1113–1118. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.02.004>

Khattab, R. Y., Arntfield, S. D., & Nyachoti, C. M. (2009). Nutritional quality of legume seeds as affected by some physical treatments, Part 1: Protein quality evaluation. *LWT - Food Science and Technology*, 42(6), 1107–1112. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2009.02.008>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Kim, C. S., & Walker, C. E. (1992). Interactions between starches, sugars, and emulsifiers in high-ratio cake model systems. *Cereal Chem*, 69(2), 206–212.
- Kiosseoglou, V., & Paraskevopoulou, A. (2005). Molecular interactions in gels prepared with egg yolk and its fractions. *Food Hydrocolloids*, 19(3), 527–532. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2004.10.027>
- Kitabatake, N., Tahara, M., & Doi, E. (1990). Thermal denaturation of soybean protein at low water contents. *Agricultural and Biological Chemistry*, 54(9), 2205–2212.
- Koehler, P., & Wieser, H. (2013). Chemistry of cereal grains. In M. Gobbetti & M. Gänzle (Eds.), *Handbook on sourdough biotechnology* (pp. 11–45). Boston, MA: Springer.
- Kohajdová, Z., Karovičová, J., & Magala, M. (2013). Rheological and qualitative characteristics of pea flour incorporated cracker biscuits. *Croatian Journal of Food Science and Technology*, 5(1), 11–17. Retrieved from <http://hrcak.srce.hr/106157>
- Kokini, J. L., Chang, C. N., & Lai, L. S. (1992). The role of rheological properties on extrudate expansion. *Food Extrusion Science and Technology*, 740, 631–652.
- Kokini, J. L., Cocero, A. M., & Madeka, H. (1995). State diagrams help predict rheology of cereal proteins: Chemical and rheological changes during phase transition in food. *Food Technology*, 49(10), 74–82.
- Kumar, R., Kumar, A., Sharma, N. K., Kaur, N., Chunduri, V., Chawla, M., ... Garg, M. (2016). Soft and Hard Textured Wheat Differ in Starch Properties as Indicated by Trimodal Distribution, Morphology, Thermal and Crystalline Properties. *PloS One*, 11(1), 1–14. <http://doi.org/10.1371/journal.pone.0147622>
- 
- L
- L'Hocine, L., Boye, J. I., & Arcand, Y. (2006). Composition and functional properties of soy protein isolates prepared using alternative defatting and extraction procedures. *Journal of Food Science*, 71(3), C137–C145. Retrieved from <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2621.2006.tb15609.x/full>
- Lafiandra, D., & MacRitchie, F. (1997). Structure function relationships of wheat proteins. In S. Damodaran & A. Paraf (Eds.), *Food Proteins and their Applications*. (pp. 293–324). New York: Marcel Dekker.
- Laleg, K., Barron, C., Cordelle, S., Schlich, P., Walrand, S., & Micard, V. (2016). How the structure, nutritional and sensory attributes of pasta made from legume flour is affected by the proportion of legume protein. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 471–478. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.01.069>
- Laleg, K., Barron, C., Santé-Lhoutellier, V., Walrand, S., & Micard, V. (2016). Protein enriched pasta: structure and digestibility of its protein network. *Food & Function*, 7(2), 1196–1207. <http://doi.org/10.1039/C5FO01231G>
- Laleg, K., Cassan, D., Abecassis, J., & Micard, V. (2016). Procédé de fabrication de pâte destinée a l'alimentation humaine et/ou animale comprenant au moins 35% de legumineuse. France: WIPO.
- Laleg, K., Cassan, D., Barron, C., Prabhasankar, P., & Micard, V. (2016). Structural, culinary, nutritional and anti-nutritional properties of high protein, gluten free, 100% legume pasta. *PloS One*, 11(9), 1–19.
- Lam, A. C. Y., Can Karaca, A., Tyler, R. T., & Nickerson, M. T. (2018). Pea protein isolates: Structure, extraction, and functionality. *Food Reviews International*, 34(2), 126–147. <http://doi.org/10.1080/87559129.2016.1242135>
- Lazou, A. E., Michailidis, P. A., Thymi, S., Krokida, M. K., & Bisharat, G. I. (2007). Structural Properties of Corn-Legume Based Extrudates as a Function of Processing Conditions and Raw Material Characteristics. *International Journal of Food Properties*, 10(4), 721–738. <http://doi.org/10.1080/10942910601154305>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Lazou, A., & Krokida, M. (2010). Structural and textural characterization of corn–lentil extruded snacks. *Journal of Food Engineering*, 100(3), 392–408. <http://doi.org/10.1016/J.JFOODENG.2010.04.024>
- Lazou, A., & Krokida, M. (2011). Thermal characterisation of corn–lentil extruded snacks. *Food Chemistry*, 127(4), 1625–1633. <http://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2011.02.029>
- Lee, C. C., & Hosney, R. C. (1982). Optimization of the fat-emulsifier system and the gum-egg white-water system for a laboratory scale single stage cake mix. *Cereal Chem*, 59(5), 392–395.
- Leterme, P., Monmart, T., & Baudart, E. (1990). Amino acid composition of pea (*Pisum sativum*) proteins and protein profile of pea flour. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 53(1), 107–110. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740530112>
- Liang, H.-N., & Tang, C.-H. (2013). pH-dependent emulsifying properties of pea [*Pisum sativum* (L.)] proteins. *Food Hydrocolloids*, 33(2), 309–319. <http://doi.org/All rights reserved>. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.04.005>
- Lin, M. J. Y., Humbert, E. S., & Sosulski, F. W. (1974). Certain functional properties of sunflower meal products. *Journal of Food Science*, 39(2), 368–370. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1974.tb02896.x>
- Liu, C., Wang, X., Ma, H., Zhang, Z., Gao, W., & Xiao, L. (2008). Functional properties of protein isolates from soybeans stored under various conditions. *Food Chemistry*, 111(1), 29–37. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.03.040>
- Lostie, M., Peczalski, R., Andrieu, J., & Laurent, M. (2002). Study of sponge cake batter baking process. Part I: Experimental data. *Journal of Food Engineering*, 51(2), 131–137. [http://doi.org/10.1016/S0260-8774\(01\)00049-8](http://doi.org/10.1016/S0260-8774(01)00049-8)
- Lucas, T., Doursat, C., Grenier, D., Wagner, M., Trystram, G., & Flick, D. (2015). Modeling of bread baking with a new, multi-scale formulation of evaporation–condensation–diffusion and evidence of compression in the outskirts of the crumb. *Journal of Food Engineering*, 149, 24–37. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.07.020> 0260-8774

---

## M

---

- Ma, Z., Boye, J. I., Simpson, B. K., Prasher, S. O., Monpetit, D., & Malcolmson, L. (2011). Thermal processing effects on the functional properties and microstructure of lentil, chickpea, and pea flours. *Food Research International*, 44(8), 2534–2544. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.12.017>
- Magrini, M.-B., Anton, M., Cholez, C., Corre-Hellou, G., Duc, G., Jeuffroy, M.-H., ... Walrand, S. (2016). Why are grain-legumes rarely present in cropping systems despite their environmental and nutritional benefits? Analyzing lock-in in the French agrifood system. *Ecological Economics*, 126, 152–162. <http://doi.org/10.1016/j.ecolecon.2016.03.024>
- Magrini, M.-B., Voisin, A.-S., Anton, M., Cholez, C., Duc, G., Corre-Hellou, G., ... Walrand, S. (2014). La transition vers des systèmes agro-alimentaires durables : quelle place et qualification pour les légumineuses à graines ? In Séminaire « La Grande Transformation de l’Agriculture, 20 ans après » (pp. 1–25).
- Maningat, C. C., Seib, P. A., Bassi, S. D., Woo, K. S., & Lasater, G. D. (2009). Wheat starch: production, properties, modification and uses. In J. N. BeMiller & R. L. Whistler (Eds.), *Starch: chemistry and technology* (Third, pp. 441–510). Elsevier.
- Mann, J., Schiedt, B., Baumann, A., Conde-Petit, B., & Vilgis, T. A. (2014). Effect of heat treatment on wheat dough rheology and wheat protein solubility. *Revista de Agaroquímica y Tecnología de Alimentos*, 20(5), 341–351. <http://doi.org/10.1177/1082013213488381>
- Martín-Cabrejas, M. a., Aguilera, Y., Pedrosa, M. M., Cuadrado, C., Hernández, T., Díaz, S., & Esteban, R. M. (2009). The impact of dehydration process on antinutrients and protein digestibility of some legume flours. *Food Chemistry*, 114(3), 1063–1068. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.10.070>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Massey, A. H., Khare, A. S., & Niranjana, K. (2001). Air Inclusion Into a Model Cake Batter Using a Pressure Whisk: Development of Gas Hold-up and Bubble Size Distribution. *Journal of Food Science*, 66(8), 1152–1157.
- Mat, D. (2017). Cinétiques d'hydrolyse des protéines et des lipides lors de digestions in vitro d'aliments modèles : influence des paramètres de structure des matrices. Université Paris Saclay.
- McAllister, J. T., Walker, C. K., & Panozzo, J. F. (2011). Influence of Starch Composition on Starch Damage Values Determined by Megazyme and SDmatic Methods. *Cereal Chemistry*, 88(4), 349–351. <http://doi.org/10.1094/CCHEM-10-10-0142>
- Mcwatters, K. H. H. (1978). Cookie baking properties of defatted peanut, soybean, and field pea flours. *Cereal Chemistry*, 55(6), 853–863.
- Medcalf, D. G., & Gilles, K. A. (1965). Determination of starch damage by rate of iodine absorption. *Cereal Chemistry*, 42, 546–557.
- Mellen, P. B., Walsh, T. F., & Herrington, D. M. (2008). Whole grain intake and cardiovascular disease: a meta-analysis. *Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases*, 18(4), 283–290. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2006.12.008>
- Mession, J.-L., Sok, N., Assifaoui, A., & Saurel, R. (2013). Thermal Denaturation of Pea Globulins (*Pisum sativum* L.) Molecular Interactions Leading to Heat-Induced Protein Aggregation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(6), 1196–1204. <http://doi.org/10.1021/jf303739n>
- Miao, M., Zhang, T., & Jiang, B. (2009). Characterisations of kabuli and desi chickpea starches cultivated in China. *Food Chemistry*, 113(4), 1025–1032. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.08.056>
- Michon, C. (2018). Chapitre 1. Une approche matériaux menée aux différentes échelles pour comprendre la construction des propriétés des produits alimentaires. In G. Almeida & M. Panouillé (Eds.), *Structure des produits alimentaires* (Lavoisier).
- Michon, C., & Canselier, J.-P. (2013). Conception raisonnée des aliments: une approche multidisciplinaire de la formulation. Les Ulis: Edp Sciences.
- Millenium Ecosystem Assessment. (2005). *Ecosystems and Human Well-being : General Synthesis*. (World Resources Institute, Ed.). Washington, DC, USA: Island Press.
- Miller, B. S., Trimbo, H. B., & Powell, K. R. (1967). Effects of flour granulation and starch damage on the cake making quality of soft wheat flour. *Cereal Sci. Today*, 12(245), 250–257.
- Mine, Y. (1998). Emulsifying characterization of hens egg yolk proteins in oil-in-water emulsions. *Food Hydrocolloids*, 12(4), 409–415.
- Mine, Y. (2008). *Egg bioscience and biotechnology*. (Y. Mine, Ed.). Hoboken, NJ: John Wiley & Sons.
- Ministère de l'Agriculture et de l'Agroalimentaire [MAAF]. (2016). *Agreste - Statistique Agricole Annuelle 2016*. Retrieved January 12, 2016, from <https://stats.agriculture.gouv.fr/disar/faces/report/tabDocBySource.jsp>
- Mizukoshi, M. (1979). Model studies of cake baking. I. Continuous observations of starch gelatinization and protein coagulation during baking. *Cereal Chem*, 56(4), 305–309.
- Mizukoshi, M. (1985). Model Studies of Cake Baking. VI. Effects of Cake Ingredients. *Cereal Chem*, 62(4), 247–251.
- Mizuno, A., Mitsuiki, M., & Motoki, M. (2000). Effect of transglutaminase treatment on the glass transition of soy protein. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(8), 3286–3291. <https://doi.org/10.1021/jf9911500>
- Mohammed, I., Ahmed, A. R., & Senge, B. (2012). Dough rheology and bread quality of wheat–chickpea flour blends. *Industrial Crops and Products*, 36(1), 196–202. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.09.006>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Moiraghi, M., De la Hera, E., Pérez, G. T. G. T. T., & Gómez, M. (2013). Effect of wheat flour characteristics on sponge cake quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(3), 542–549. <http://doi.org/10.1002/jsfa.5821>
- Monnet, A.-F., Eurieult, A., Berland, S., Jeuffroy, M.-H., & Michon, C. (n.d.). Effect of grinding on the proportion of damaged starch and on particle size distribution of legume and wheat flours. *Cereal Chemistry*.
- Monnet, A.-F., Jeuffroy, M.-H., Michon, C., & Blumenthal, D. (n.d.). Taking into account upstream variability of flours with processing variables in legume-enriched soft cakes: conception of a multiobjective model for the monitoring of physical properties. *Food and Bioprocess Technology*.
- Monnet, A.-F., Jeuffroy, M.-H., Villemejeane, C., & Michon, C. (n.d.). Effect of the order incorporation of cake ingredients on the formation of the batter and the final properties: contribution of the addition of pea flour. *Journal of Food Engineering*.
- Monnet, A.-F., Laleg, K., Michon, C., & Micard, V. (n.d.). Legume-enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties. *Trends in Food Science & Technology*.
- Morales, A., & Kokini, J. L. (1997). Glass transition of soy globulins using differential scanning calorimetry and mechanical spectrometry. *Biotechnology Progress*, 13(5), 624–629. <http://doi.org/10.1021/bp9700519>
- Moraru, C. I., & Kokini, J. L. (2003). Nucleation and Expansion During Extrusion and Microwave Heating of Cereal Foods. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2(4), 147–165. <http://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2003.tb00020.x>
- Morel, M.-H., Dehlon, P., Autran, J. C., Leygue, J. P., & Bar-L'Helgouac'h, C. (2000). Effects of temperature, sonication time, and power settings on size distribution and extractability of total wheat flour proteins as determined by size-exclusion high-performance liquid chromatography. *Cereal Chemistry*, 77(5), 685–691. <https://doi.org/10.1094/CCHEM.2000.77.5.685>
- Morgan, J. E., & Williams, P. C. (1995). Starch damage in wheat flours: a comparison of enzymatic, iodometric, and near-infrared reflectance techniques. *Cereal Chemistry*, 72(2), 209–212.
- Morris, C. F. (2002). Puroindolines: the molecular genetic basis of wheat grain hardness. *Plant Molecular Biology*, 48(5–6), 633–647.
- Morrison, W. R., Tester, R. F., & Gidley, M. J. (1994). Properties of damaged starch granules. II. Crystallinity, molecular order and gelatinisation of ball-milled starches. *Journal of Cereal Science*, 19(3), 209–217.

---

## N

---

- Naguleswaran, S., & Vasanthan, T. (2010). Dry milling of field pea (*Pisum sativum* L.) groats prior to wet fractionation influences the starch yield and purity. *Food Chemistry*, 118(3), 627–633. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.05.045>
- Naivikul, O., & D'Appolonia. (1979). The carbohydrates present in flour obtained from various types of legumes. *Cereal Chemistry*, 56(1), 24–28.
- Naudin, C., Corre-Hellou, G., Pineau, S., Crozat, Y., & Jeuffroy, M. H. (2010). The effect of various dynamics of N availability on winter pea-wheat intercrops: Crop growth, N partitioning and symbiotic N<sub>2</sub> fixation. *Field Crops Research*, 119(1), 2–11. <http://doi.org/10.1016/j.fcr.2010.06.002>
- Nemecek, T., von Richthofen, J.-S., Dubois, G., Casta, P., Charles, R., & Pahl, H. (2008). Environmental impacts of introducing grain legumes into European crop rotations. *European Journal of Agronomy*, 28(3), 380–393. <http://doi.org/10.1016/j.eja.2007.11.004>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

Noor Aziah, A. A., Mohamad Noor, A. Y., & Ho, L.-H. (2012). Physicochemical and organoleptic properties of cookies incorporated with legume flour. *International Food Research Journal*, 19(4), 1539–1543. <http://doi.org/10.13140/2.1.4554.8164>

Noorfarahzilal, M., Lee, J. S., Sharifufin, M. S., Mohd Fadzelly, A. B., & Hasmadi, M. (2014). Applications of composite flour in development of food products. *International Food Research Journal*, 21(6), 2061–2074.

---

### O

---

OCED/FAO. (2016). OECD-FAO Agricultural Outlook 2016-2025. Table 3.A1.4 World meat projections. In OECD-FAO Agricultural Outlook 2016-2025 (p. 133). Paris: OECD Publishing. [http://doi.org/10.1787/agr\\_outlook-2016-en](http://doi.org/10.1787/agr_outlook-2016-en)

Osborne, T. B. (1907). *The proteins of the wheat kernel*. Washington: Carnegie institution of Washington.

Osorio-Díaz, P., Agama-Acevedo, E., Mendoza-Vinalay, M., Tovar, J., & Bello-Pérez, L. A. (2008). Pasta added with chickpea flour: chemical composition, in vitro starch digestibility and predicted glycemic index. *Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 6(1), 6–12. <http://doi.org/10.1080/11358120809487621>

Otto, T., Baik, B.-K., & Czuchajowska, Z. (1997). Microstructure of seeds, flours, and starches of legumes. *Cereal Chemistry*, 74(4), 445–451. <http://doi.org/10.1094/CHEM.1997.74.4.445>

Oury, F., Lasmé, P., Michelet, C., Rousset, M., Abecassis, J., & Lullien-Pellerin, V. (2015). Relationships between wheat grain physical characteristics studied through near-isogenic lines with distinct puroindoline-b allele. *Theoretical and Applied Genetics*, 128(5), 913–929. <http://doi.org/10.1007/s00122-015-2479-z>

---

### P

---

Papalamprou, E. M., Doxastakis, G. I., Biliaderis, C. G., & Kiosseoglou, V. (2009). Influence of preparation methods on physicochemical and gelation properties of chickpea protein isolates. *Food Hydrocolloids*, 23(2), 337–343. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.03.006>

Paredes-Lopez, O., Orrdorca-Falomir, C., & Olivares-Vazquez, M. R. (1991). Chickpea Protein Isolates: Physicochemical, Functional and Nutritional Characterization. *Journal of Food Science*, 56(3), 726–729. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1991.tb05367.x>

Patel, M. M., & Rao, G. V. (1995). Effect of untreated, roasted and germinated black gram (*Phaseolus mungo*) flours on the physico-chemical and biscuit (cookie) making characteristics of soft wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 22(3), 285–291. <https://doi.org/10.1006/jcrs.1995.0065>

Patil, S. S., Brennan, M. A., Mason, S. L., & Brennan, C. S. (2016). The effects of fortification of legumes and extrusion on the protein digestibility of wheat based snack. *Foods*, 5(2), 26. <https://doi.org/10.3390/foods5020026>

Paton, D., Larocque, G. M., & Holme, J. (1981). Development of cake structure: influence of ingredients on the measurement of cohesive force during baking. *Cereal Chemistry*.

Pearce, K. N., & Kinsella, J. E. (1978). Emulsifying properties of proteins: evaluation of a turbidimetric technique. *Journal of Agricultural and Food*, 26(3), 716–723. <http://doi.org/10.1021/jf60217a041>

Pearson, T., Wilson, J., Gwirtz, J., Maghirang, E., Dowell, F., McCluskey, P., & Bean, S. (2007). Relationship between single wheat kernel particle-size distribution and Perten SKCS 4100 Hardness Index. *Cereal Chemistry*, 84(6), 567–575. <http://doi.org/10.1094/CHEM-84-6-0567>

Pelgrom, P. J. M., Berghout, J. A. M., Van der Goot, A. J., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2014). Preparation of functional lupine protein fractions by dry separation. *LWT-Food Science and Technology*, 59(2), 680–688. <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2014.06.007>



## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Pelgrom, P. J. M., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2015). Method development to increase protein enrichment during dry fractionation of starch-rich legumes. *Food and Bioprocess Technology*, 8(7), 1495–1502. <http://doi.org/10.1007/s11947-015-1513-0>
- Pelgrom, P. J. M., Schutyser, M. A. I., & Boom, R. M. (2013). Thermomechanical morphology of peas and its relation to fracture behaviour. *Food and Bioprocess Technology*, 6(12), 3317–3325. <http://doi.org/10.1007/s11947-012-1031-2>
- Pelgrom, P. J. M., Vissers, A. M., Boom, R. M., & Schutyser, M. A. I. (2013). Dry fractionation for production of functional pea protein concentrates. *Food Research International*, 53(1), 232–239. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.05.004>
- Pelzer, E., Bazot, M., Makowski, D., Corre-Hellou, G., Naudin, C., Al Rifaï, M., ... Jeuffroy, M. H. (2012). Pea-wheat intercrops in low-input conditions combine high economic performances and low environmental impacts. *European Journal of Agronomy*, 40, 39–53. <http://doi.org/10.1016/j.eja.2012.01.010>
- Pelzer, E., Bedoussac, L., Hellou, G., Jeuffroy, M.-H., Métivier, T., & Naudin, C. (2014). Associations de cultures annuelles combinant une légumineuse et une céréale retours d'expériences d'agriculteurs et analyse. In *Actes du colloque CIAG Associations végétales* (pp. 75–95). Angers.
- Perrot, C. (1995). Les protéines de pois : de leur fonction dans la graine à leur utilisation en alimentation animale. *INRA Productions Animales*, 8(3), 151–164.
- Petitot, M., Abecassis, J., & Micard, V. (2009). Structuring of pasta components during processing: impact on starch and protein digestibility and allergenicity. *Trends in Food Science & Technology*, 20(11), 521–532. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2009.06.005>
- Petitot, M., Boyer, L., Minier, C., & Micard, V. (2010). Fortification of pasta with split pea and faba bean flours: Pasta processing and quality evaluation. *Food Research International*, 43(2), 634–641. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.020>
- Petitot, M., Brossard, C., Barron, C., Larré, C., Morel, M.-H., & Micard, V. (2009). Modification of pasta structure induced by high drying temperatures. Effects on the in vitro digestibility of protein and starch fractions and the potential allergenicity of protein hydrolysates. *Food Chemistry*, 116(2), 401–412. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.01.001>
- Pomeranz, Y., Bolling, H., & Zwingelberg, H. (1984). Wheat hardness and baking properties of wheat flours. *Journal of Cereal Science*, 2, 137–143.
- Previtali, M. A., Mastromatteo, M., De Vita, P., Ficco, D. B. M., Conte, A., & Del Nobile, M. A. (2014). Effect of the lentil flour and hydrocolloids on baking characteristics of wholemeal durum wheat bread. *International Journal of Food Science & Technology*, 49(11), 2382–2390. <http://doi.org/10.1111/ijfs.12559>
- Projet PerfCom. (2012). Rapport PerfCom : Les cultures associées céréale/légumineuse en agriculture “bas intrants” dans le Sud de la France.

---

## R

---

- Rababah, T. M., Al-Mahasneh, M. A., & Ereifej, K. I. (2006). Effect of chickpea, broad bean, or isolated soy protein additions on the physicochemical and sensory properties of biscuits. *Journal of Food Science*, 71(6), S438–S442. <http://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2006.00077.x>
- Raeker, M. Ö., Gaines, C. S., Finney, P. L., & Donelson, T. (1998). Granule Size Distribution and Chemical Composition of Starches from 12 Soft Wheat Cultivars. *Cereal Chemistry*, 75(5), 721–728. <http://doi.org/10.1094/CCHEM.1998.75.5.721>
- Raidl, M. A., & Klein, B. P. (1983). Effects of soy or field pea flour substitution on physical and sensory characteristics of chemically leavened quick breads. *Cereal Chemistry*, 60(5), 367–370.

- Ranhotra, G. S., Gelroth, J. A., & Eisenbraun, G. J. (1993). Correlation between Chopin and AACC methods of determining damaged starch. *Cereal Chemistry*, 70(2), 236–237.
- Ratnayake, W. S., Hoover, R., Shahidi, F., Perera, C., & Jane, J. (2001). Composition, molecular structure, and physicochemical properties of starches from four field pea (*Pisum sativum* L.) cultivars. *Food Chemistry*, 74(2), 189–202. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00124-8](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00124-8)
- Ratnayake, W. S., Hoover, R., & Warkentin, T. (2002). Pea Starch: Composition, Structure and Properties — A Review. *Starch - Stärke*, 54(6), 217–234.
- Rehman, Z., & Shah, W. H. (2005). Thermal heat processing effects on antinutrients, protein and starch digestibility of food legumes. *Food Chemistry*, 91(2), 327–331. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.06.019>
- Reijnders, L., & Soret, S. (2003). Quantification of the environmental impact of different dietary protein choices. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 78(3), 664S–668S. Retrieved from <http://ajcn.nutrition.org/content/78/3/664S.short>
- Ronda, F., Oliete, B., Gómez, M., Caballero, P. A., & Pando, V. (2011). Rheological study of layer cake batters made with soybean protein isolate and different starch sources. *Journal of Food Engineering*, 102(3), 272–277. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.09.001>
- Roos, Y. H., & Drusch, S. (2016). Food Components and Polymers. In Y. H. Roos & S. Drusch (Eds.), *Phase transitions in foods* (pp. 115–162). Waltham: Academic Press.
- Rosa-Sibakov, N., Heiniö, R.-L., Cassan, D., Holopainen-Mantila, U., Micard, V., Lantto, R., & Sozer, N. (2016). Effect of bioprocessing and fractionation on the structural, textural and sensory properties of gluten-free faba bean pasta. *LWT - Food Science and Technology*, 67, 27–36. <http://doi.org/10.1016/j.LWT.2015.11.032>

S

- Sahi, S. S., & Alava, J. M. (2003). Functionality of emulsifiers in sponge cake production. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83(14), 1419–1429. <http://doi.org/10.1002/jsfa.1557>
- Sakin, M., Kaymak-Ertekin, F., & Ilicali, C. (2007). Simultaneous heat and mass transfer simulation applied to convective oven cup cake baking. *Journal of Food Engineering*, 83(3), 463–474. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.04.007>
- Sakiyan, O., Sumnu, G., Sahin, S., & Bayram, G. (2004). Influence of fat content and emulsifier type on the rheological properties of cake batter. *European Food Research and Technology*, 219(6), 635–638. <http://doi.org/10.1007/s00217-004-1020-4>
- Sanchez, H. D., Osella, C. A., & De La Torre, M. A. (2004). Use of response surface methodology to optimize gluten-free bread fortified with soy flour and dry milk. *Food Science and Technology International*, 10(1), 5–9. <http://doi.org/10.1177/1082013204042067>
- Sandhu, K. S., & Lim, S.-T. (2008). Digestibility of legume starches as influenced by their physical and structural properties. *Carbohydrate Polymers*, 71(2), 245–252. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.036>
- Saravacos, G. D., & Maroulis, Z. B. (2011). *Food process engineering operations*. Boca Raton: CRC Press.
- Sato, H., Matsumura, T., & Shibukawa, S. (1987). Apparent heat transfer in a forced convection oven and properties of baked food. *Journal of Food Science*, 52(1), 185–188.
- Schlemmer, U., Frølich, W., Prieto, R. M., & Grases, F. (2009). Phytate in foods and significance for humans: food sources, intake, processing, bioavailability, protective role and analysis. *Molecular Nutrition & Food Research*, 53(S2), S330–S375. <http://doi.org/10.1002/mnfr.200900099>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Schutyser, M. A. I., Pelgrom, P. J. M., Van der Goot, A. J., & Boom, R. M. (2015). Dry fractionation for sustainable production of functional legume protein concentrates. *Trends in Food Science & Technology*, 45(2), 327–335. <http://doi.org/10.1016/J.TIFS.2015.04.013>
- Shand, P. J. J., Ya, H., Pietrasik, Z., & Wanasundara, P. K. J. P. D. (2007). Physicochemical and textural properties of heat-induced pea protein isolate gels. *Food Chemistry*, 102(4), 1119–1130. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.060>
- Shepherd, I. S., & Yoell, R. W. (1974). Role of fats and emulsifiers in cake structure. In *Journal of the American Oil Chemists' Society* (Vol. 51, pp. A530–A530). Champaign, IL: American Oil Chemists' Society.
- Shevkani, K., Singh, N., Kaur, A., & Rana, J. C. (2015). Structural and functional characterization of kidney bean and field pea protein isolates: A comparative study. *Food Hydrocolloids*, 43, 679–689. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.07.024>
- Shewry, P. R. (2009). Wheat. *Journal of Experimental Botany*, 60(6), 1537–1553. <http://doi.org/10.1093/jxb/erp058>
- Shewry, P. R., D'Ovidio, R., Lafiandra, D., Jenkins, J. A., Mills, E. N. C., & Békés, F. (2009). Wheat grain proteins. In K. Khan & P. R. Shewry (Eds.), *Wheat: chemistry and technology* (pp. 223–298). St. Paul: American Association of Cereal Chemists, Inc (AACC).
- Shewry, P. R., & Halford, N. G. (2002). Cereal seed storage proteins: structures, properties and role in grain utilization. *Journal of Experimental Botany*, 53(370), 947–958. <http://doi.org/10.1093/jexbot/53.370.947>
- Shewry, P. R., Napier, J. A., & Tatham, A. S. (1995). Seed storage proteins: structures and biosynthesis. *The Plant Cell*, 7(7), 945–956. <http://doi.org/10.1105/tpc.7.7.945>
- Shewry, P. R., Tatham, A. S., Forde, J., Kreis, M., & Mifflin, B. J. (1986). The classification and nomenclature of wheat gluten proteins: a reassessment. *Journal of Cereal Science*, 4(2), 97–106. [http://doi.org/10.1016/S0733-5210\(86\)80012-1](http://doi.org/10.1016/S0733-5210(86)80012-1)
- Shogren, R. L., Mohamed, A. A., & Carriere, C. J. (2003). Sensory Analysis of Whole Wheat/Soy Flour Breads. *Journal of Food Science*, 68(6), 2141–2145. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2003.tb07033.x>
- Simsek, S., Tulbek, M. C., Yao, Y., & Schatz, B. (2009). Starch characteristics of dry peas (*Pisum sativum* L.) grown in the USA. *Food Chemistry*, 115(3), 832–838. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.12.093>
- Singh, M., Byars, J. A., & Liu, S. X. (2015). Navy bean flour particle size and protein content affect cake baking and batter quality. *Journal of Food Science*, 80(6), 1229–1234. <http://doi.org/10.1111/1750-3841.12869>
- Singh, N., Sandhu, K. S., & Kaur, M. (2004). Characterization of starches separated from Indian chickpea (*Cicer arietinum* L.) cultivars. *Journal of Food Engineering*, 63(4), 441–449. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2003.09.003>
- Sollars, W. F., & Rubenthaler, G. L. (1971). Performance of wheat and other starches in reconstituted flours. *Cereal Chemistry*, (48), 397–410.
- Sosulski, F. W., Hoover, R., Tyler, R. T., Murray, E. D., & Arntfield, S. D. (1985). Differential Scanning Calorimetry of Air-Classified Starch and Protein Fractions from Eight Legume Species. *Starch-Stärke*, 37(8), 257–262. <http://doi.org/10.1002/star.19850370803>
- Sosulski, F. W., & Mc Curdy, A. R. (1987). Functionality of Flours, Protein Fractions and Isolates from Field Peas and Faba Bean. *Journal of Food Science*, 52(4), 1010–1014. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1987.tb14263.x>
- Sosulski, F. W., & Youngs, C. G. (1979). Yield and functional properties of air-classified protein and starch fractions from eight legume flours. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 56, 292–295. <http://doi.org/10.1007/BF02671477>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Spackman, D. H., Stein, W. H., & Moore, S. (1958). Automatic recording apparatus for use in chromatography of amino acids. *Analytical Chemistry*, 30(7), 1190–1206.
- Sparvoli, F., Laureati, M., Pilu, R., Pagliarini, E., Toschi, I., Giuberti, G., ... Bollini, R. (2016). Exploitation of common bean flours with low antinutrient content for making nutritionally enhanced biscuits. *Frontiers in Plant Science*, 7, 928. <http://doi.org/10.3389/fpls.2016.00928>
- Steinfeld, H., Gerber, P., Wassenaar, T. D., Castel, V., & De Haan, C. (2006). *Livestock's long shadow: environmental issues and options*. Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO).
- Stone, B., Morell, M. K., Khan, K., & Shewry, P. R. (2009). Carbohydrates. In K. Khan & P. R. Shewry (Eds.), *Wheat: chemistry and technology* (pp. 299–362). St. Paul: American Association of Cereal Chemists, Inc (AACC).
- Sun, X. D., & Arntfield, S. D. (2010). Gelation properties of salt-extracted pea protein induced by heat treatment. *Food Research International*, 43(2), 509–515. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.039>
- Surget, A., & Barron, C. (2005). Histologie du grain de blé. Retrieved March 4, 2015, from <http://www.industriesdescereales.com/Images/Produits/548E2BE8-6F6B-447B-8E94-4C8E59097B35.PDF>
- Szczesniak, A. S. (2002). Texture is a sensory property. *Food Quality and Preference*, 13(4), 215–225. [https://doi.org/10.1016/S0950-3293\(01\)00039-8](https://doi.org/10.1016/S0950-3293(01)00039-8)

---

## T

---

- Tan, M. C., Chin, N. L., & Yusof, Y. A. (2012). A Box–Behnken design for determining the optimum experimental condition of cake batter mixing. *Food and Bioprocess Technology*, 5(3), 972–982. <http://doi.org/10.1007/s11947-010-0394-5>
- Terres Univia. (2017). *Chiffres Clés Oléagineux et Plantes riches en protéines 2016*. Paris.
- Tester, R. F. (1997). Properties of damaged starch granules: composition and swelling properties of maize, rice, pea and potato starch fractions in water at various temperatures. *Food Hydrocolloids*, 11(3), 293–301.
- Tester, R. F., Karkalas, J., & Qi, X. (2004). Starch — composition, fine structure and architecture. *Journal of Cereal Science*, 39(2), 151–165. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2003.12.001>
- Tester, R. F., Morrison, W. R., Gidley, M. J., Kirkland, M., & Karkalas, J. (1994). Properties of damaged starch granules. III. Microscopy and particle size analysis of undamaged granules and remnants. *Journal of Cereal Science*, 20(1), 59–67.
- Tiwari, B. K., Gowen, A., McKenna, B., Wood, J. A., & Malcolmson, L. J. (2011). Pulse milling technologies. In B. K. Tiwari, A. Gowen, & B. McKenna (Eds.), *Pulse Foods* (pp. 193–221). London: Academic Press.
- Toews, R., & Wang, N. (2013). Physicochemical and functional properties of protein concentrates from pulses. *Food Research International*, 52(2), 445–451. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.12.009>
- Topin, V. (2008). *Matériaux granulaires cimentés: modélisation et application à l'albumen de blé*. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc.
- Torres, A., Frias, J., Granito, M., Guerra, M., & Vidal-Valverde, C. (2007). Chemical, biological and sensory evaluation of pasta products supplemented with  $\alpha$ -galactoside-free lupin flours. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87(1), 74–81. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2673>
- Torres, A., Frias, J., Granito, M., & Vidal-Valverde, C. (2007). Germinated *Cajanus cajan* seeds as ingredients in pasta products: Chemical, biological and sensory evaluation. *Food Chemistry*, 101(1), 202–211. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.01.018>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

Turabi, E., Sumnu, G., & Sahin, S. (2008). Optimization of baking of rice cakes in infrared–microwave combination oven by response surface methodology. *Food and Bioprocess Technology*, 1(1), 64–73. <http://doi.org/10.1007/s11947-007-0003-4>

Tyler, R. T. (1984). Impact Milling Quality of Grain Legumes. *Journal of Food Science*, 49(3), 925–930. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1984.tb13243.x>

---

### U

---

UNIP. (2014). Pois protéagineux de printemps et d'hiver. Guide de culture 2014-2015. (ARVALIS - Institut du végétal, Ed.). Paris.

USDA. (2016). USDA National Nutrient Database for Standard Reference, Release 28. Retrieved March 29, 2017, from <https://ndb.nal.usda.gov/ndb/search/list>

---

### V

---

Vaisey-Genser, M., Ylimaki, G., & Johnston, B. (1987). The selection of levels of canola oil, water, and an emulsifier system in cake formulations by response surface methodology. *Cereal Chem*, 64(1), 50–54.

Vanin, F. M., Lucas, T., & Trystram, G. (2009). Crust formation and its role during bread baking. *Trends in Food Science & Technology*, 20(8), 333–343. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2009.04.001>

Villarino, C. B. J., Jayasena, V., Coorey, R., Chakrabarti-Bell, S., Foley, R., Fanning, K., & Johnson, S. K. (2015). The effects of lupin (*Lupinus angustifolius*) addition to wheat bread on its nutritional, phytochemical and bioactive composition and protein quality. *Food Research International*, 76, 58–65. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.11.046>

Voisin, A. S., Guéguen, J., Huyghe, C., Jeuffroy, M. H., Magrini, M. B., Meynard, J. M., ... Pelzer, E. (2014). Legumes for feed, food, biomaterials and bioenergy in Europe: A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 34(2), 361–380. <http://doi.org/10.1007/s13593-013-0189-y>

---

### W

---

Wade, P., & Davis, R. I. (1964). Energy requirements for the mixing of biscuit doughs under industrial conditions. BBIRA Rep, 71.

Wagner, M., Lucas, T., Le Ray, D., & Trystram, G. (2007). Water transport in bread during baking. *Journal of Food Engineering*, 78(4), 1167–1173. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.12.029>

Wagner, M., Quellec, S., Trystram, G., & Lucas, T. (2008). MRI evaluation of local expansion in bread crumb during baking. *Journal of Cereal Science*, 48(1), 213–223. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.09.006>

Walker, P., Rhubart-Berg, P., McKenzie, S., Kelling, K., & Lawrence, R. S. (2005). Public health implications of meat production and consumption. *Public Health Nutrition*, 8(4), 348–356. <http://doi.org/10.1079/PHN2005727>

Wang, J., Zhao, M., Yang, X., & Jiang, Y. (2006). Improvement on functional properties of wheat gluten by enzymatic hydrolysis and ultrafiltration. *Journal of Cereal Science*, 44(1), 93–100. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.04.002>

Wang, N., Daun, J. K., & Malcolmson, L. J. (2003). Relationship between physicochemical and cooking properties, and effects of cooking on antinutrients, of yellow field peas (*Pisum sativum*). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83(12), 1228–1237. <http://doi.org/10.1002/jsfa.1531>

Wang, N., Hatcher, D. W., & Gawalko, E. J. (2008). Effect of variety and processing on nutrients and certain anti-nutrients in field peas (*Pisum sativum*). *Food Chemistry*, 111(1), 132–138. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.03.047>

## BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE

---

- Wang, N., Hatcher, D. W., Toews, R., & Gawalko, E. J. (2009). Influence of cooking and dehulling on nutritional composition of several varieties of lentils (*Lens culinaris*). *LWT - Food Science and Technology*, 42(4), 842–848. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.10.007>
- Wang, S., Sharp, P., & Copeland, L. (2011). Structural and functional properties of starches from field peas. *Food Chemistry*, 126(4), 1546–1552. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.154>
- Waniska, R. D., & Kinsella, J. E. (1979). Foaming properties of proteins: evaluation of a column aeration apparatus using ovalbumin. *Journal of Food Science*, 44(5), 1398–1402. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1979.tb06447.x>
- Wiebensohn, L. (2010). Online evaluation of masses & batters. *Baking+Biscuit Issue*, (1), 42–45.
- Wilderjans, E., Luyts, A., Brijs, K., & Delcour, J. A. (2013). Ingredient functionality in batter type cake making. *Trends in Food Science & Technology*, 30(1), 6–15. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2013.01.001>
- Wilderjans, E., Pareyt, B., Goesaert, H., Brijs, K., & Delcour, J. A. (2008). The role of gluten in a pound cake system: A model approach based on gluten–starch blends. *Food Chemistry*, 110(4), 909–915. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.02.079>
- Willey, R. W. (1979). Intercropping Its Importance And Research Needs Part 1. Competition And Yield Advantages, 32. Retrieved from <http://krishikosh.egranth.ac.in/handle/1/2056350>
- Willhoft, E. M. A. (1973). Mechanism and theory of staling of bread and baked goods, and associated changes in textural properties. *Journal of Texture Studies*, 4(3), 292–322.
- Wilson, J. D., Kaufman, R. C., Seabourn, B. W., Galant, A. L., & Herald, T. (2016). A Rapid method to determine starch damage in sorghum. *International Journal of Food Properties*, 19(1), 154–158. <http://doi.org/10.1080/10942912.2015.1020391>
- Withana-Gamage, T. S., Wanasundara, J. P. D., Pietrasik, Z., & Shand, P. J. (2011). Physicochemical, thermal and functional characterisation of protein isolates from Kabuli and Desi chickpea (*Cicer arietinum* L.): a comparative study with soy (*Glycine max*) and pea (*Pisum sativum* L.). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(6), 1022–1031. <http://doi.org/10.1002/jsfa.4277>
- Wójtowicz, A., & Mościcki, L. (2014). Influence of legume type and addition level on quality characteristics, texture and microstructure of enriched precooked pasta. *LWT - Food Science and Technology*, 59(2), 1175–1185. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.06.010>
- Wood, J. A. (2009). Texture, processing and organoleptic properties of chickpea-fortified spaghetti with insights to the underlying mechanisms of traditional durum pasta quality. *Journal of Cereal Science*, 49(1), 128–133. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2008.07.016>

---

## Y

---

- Yang, X., & Foegeding, E. A. (2010). Effects of sucrose on egg white protein and whey protein isolate foams: Factors determining properties of wet and dry foams (cakes). *Food Hydrocolloids*, 24(2–3), 227–238. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.09.011>
- Ye, E. Q., Chacko, S. A., Chou, E. L., Kugizaki, M., & Liu, S. (2012). Greater whole-grain intake is associated with lower risk of type 2 diabetes, cardiovascular disease, and weight gain. *The Journal of Nutrition*, 142(7), 1304–1313. <https://doi.org/10.3945/jn.111.155325>
- Young, V. R., & Pellett, P. L. (1994). Plant proteins in relation to human protein and amino acid nutrition. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 59(5), 1203S–1212S. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/8172124>

### Z

- Zafar, T. A., Al-Hassawi, F., Al-Khulaifi, F., Al-Rayyes, G., Waslien, C., & Huffman, F. G. (2015). Organoleptic and glycemic properties of chickpea-wheat composite breads. *Journal of Food Science and Technology*, 52(4), 2256–2263. <http://doi.org/10.1007/s13197-013-1192-7>
- Zhao, Y. H., Manthey, F. A., Chang, S. K. C., Hou, H.-J., & Yuan, S. H. (2005). Quality Characteristics of Spaghetti as Affected by Green and Yellow Pea, Lentil, and Chickpea Flours. *Journal of Food Science*, 70(6), s371–s376. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2005.tb11458.x>
- Zhou, Y., Hoover, R., & Liu, Q. (2004). Relationship between  $\alpha$ -amylase degradation and the structure and physicochemical properties of legume starches. *Carbohydrate Polymers*, 57, 299–317. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.05.010>
- Zia-ur-Rehman, & Salariya, A. M. (2005). The effects of hydrothermal processing on antinutrients, protein and starch digestibility of food legumes. *International Journal of Food Science and Technology*, 40(7), 695–700. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2005.00978.x>
- Zucco, F., Borsuk, Y., & Arntfield, S. D. (2011). Physical and nutritional evaluation of wheat cookies supplemented with pulse flours of different particle sizes. *LWT - Food Science and Technology*, 44(10), 2070–2076. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.06.007>

# IX. Annexes





## Annexe 1 : Valorisation des travaux de thèse

### Publications

- Association céréale-légumineuse : Caractériser les farines pour mieux les transformer. A.F. Monnet, S. Berland, C. Michon. *Industries des céréales*, n°201, p 32-33, Mars-Avril 2017.
- Legume enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties. A.F. Monnet, K. Laleg, C. Michon, V. Micard. *Trends in Food Science and Technology*. Soumis en Février 2018, accepté en Février 2019. <http://doi.org/10.1016/J.TIFS.2019.02.027>
- Damaged starch in pea versus wheat flours: fragmentation behavior and contribution of fine and coarse fractions. A.F. Monnet, A. Eurieult, S. Berland, M.H. Jeuffroy, C Michon. *Cereal Chemistry*. Soumis en Août 2018, accepté en Février 2019. <http://doi.org/10.1002/cche.10146>
- Effect of the incorporation order of cake ingredients on the formation of the batter and the final properties: contribution of the addition of pea flour. A.F. Monnet, M.H. Jeuffroy, C. Villemejeane, C. Michon. *Food and Bioprocess Technology*. Soumis en Mars 2019.
- Taking into account upstream variability of flours with processing variables in legumeenriched soft cakes: conception of a multiobjective model for the monitoring of physical properties. A.F. Monnet, C. Michon, M.H. Jeuffroy, D. Blumenthal. *Food and Bioprocess Technology*. Soumis en Juin 2018, accepté en Décembre 2018. <http://doi.org/10.1007/s11947-018-2230-2>
- Engineering the properties of pea-enriched soft cakes using a multiobjective model based on instrumental characterization: sensory relevant? A.F. Monnet, A. Saint-Eve, C. Michon, M.H. Jeuffroy, J. Delarue, D. Blumenthal. *Journal of Food engineering*. Soumis en Avril 2019.

### Conférences

- Valoriser les associations céréale-légumineuse par la conception d'un produit équilibré et de qualité maîtrisée. A.F. Monnet, C. Michon, M.H. Jeuffroy. Rencontre Françaises sur les Légumineuses, Dijon, 31 mai & 1<sup>er</sup> juin 2016. Présentation orale.
- Impact de l'introduction de farine de légumineuse dans un produit céréalier courant. A.F. Monnet, C. Michon, M.H. Jeuffroy. Rencontre Françaises sur les Légumineuses, Dijon, 31 mai & 1<sup>er</sup> juin 2016. Poster. → visible à la fin du manuscrit
- Understand the structuring of wheat-legume cakes to promote product innovation & to design new formulation tools for the industry. A.F. Monnet, C. Michon, M.H. Jeuffroy. Second International Legume Society Conference, Portugal, 13 octobre 2016. Présentation orale. Prix de la meilleure présentation.
- Formulation raisonnée de cakes enrichis en légumineuses pour contribuer à la durabilité des filières. A.F. Monnet, C. Michon, M.H. Jeuffroy. Atelier prospectif Recherches sur les légumineuses de l'académie de l'agriculture, Paris, 10 novembre 2016. Présentation orale.
- Optimisation de la transformation de matières premières issues de cultures associées légumineuse/blé tendre par une bonne connaissance de la physicochimie des ingrédients et du procédé de fabrication. A.F. Monnet, C. Michon, M.H. Jeuffroy. Méta-séminaire du département CEPIA, Massy, 29 Mars 2018. Présentation orale.
- Mixing wheat and legume flours in a everyday life product. A.F. Monnet, M.H. Jeuffroy, C. Michon. Journées des doctorants 2016 de l'Ecole Doctorale ABIES, Paris, 14-15 Avril 2016. Poster. Prix du meilleur poster. → visible à la fin du manuscrit
- Conception de produits alimentaires et de modes de cultures à base de céréales et de légumineuses. C. Michon, M.H. Jeuffroy, A.F. Monnet, N. Perrot. Séminaire IDEAS, Grignon, 20 Juin 2016. Présentation orale.



### Communication à des industriels

- Exemple d'une démarche : Approche intégrée Filières. A.F. Monnet, M.H. Jeuffroy, C. Michon, Journée atelier-échange Nestlé. Paris, 7 novembre 2016.
- Association céréale-légumineuse : Caractériser les farines pour mieux les transformer. A.F. Monnet, S. Berland, C. Michon. Poster présenté dans le cadre des Journée Techniques des Industries Céréalières, Paris, 9 & 10 novembre 2016. → visible à la fin du manuscrit

## Annexe 2 : Article de review en collaboration

Référence : Monnet, A.-F., Laleg, K., Michon, C., & Micard, V. (2019). Legume enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties. *Trends in Food Science & Technology*, 86, 131–143. <http://doi.org/10.1016/J.TIFS.2019.02.027>

# Legume enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties

A.F. Monnet<sup>1\*</sup>, K. Laleg<sup>2\*</sup>, C. Michon<sup>1</sup>, V. Micard<sup>2§</sup>

<sup>1</sup> UMR Ingénierie Procédés Aliments, AgroParisTech, Inra, Université Paris-Saclay, Massy, France

<sup>2</sup> UMR IATE, Montpellier SupAgro, INRA, CIRAD, University of Montpellier, Montpellier, France

\* Co-first authors

§ Corresponding author: Valérie Micard, Montpellier SupAgro 2 place Pierre Viala, 34060 Montpellier cedex 01, France, [valerie.micard@supagro.fr](mailto:valerie.micard@supagro.fr)

### ABSTRACT

Enriching cereal products with legume flour has nutritional advantages, notably that of improving the amino acid balance, but also modifies their processability and properties. Being able to predict such modifications is a major issue for industry.

In this review, we focus on the properties of the main components of cereal and legume flour (proteins and starch), and their functionality during processing of five typical cereal products (snacks, pasta, biscuits, cakes and bread), and pay particular attention to their role in structuring the product throughout processing. The nutritional and other properties (color, texture, structure, and sensory acceptability) of the legume-enriched cereal products are described.

Adding legume flour changes the structure of the product and results in a different texture. As the structure is usually designed during processing, a good knowledge of the product-process interactions is required. State diagrams of starch and protein in both cereals and legumes are compared. The gelatinization and the denaturation temperatures of starch and protein in legumes are slightly higher than those of cereals. These differences may affect the structuring dynamics and the final structure of the products. Process modifications are proposed to limit such effects and are discussed in light of several results in the literature.

Applying an integrative approach enabled us to demonstrate the expression of the functional properties throughout processing, from the composition of the different flours to the end products. We propose a generic representation that can be used by all those who wish to rationally formulate legume enriched cereal products.

### HIGHLIGHTS

- Composition and behavioral differences in the components of wheat and legume flours
- Texture, sensory and nutritional properties of legume enriched cereal products
- Impact of adding legume flour on the multi-scale structure of cereal products
- Modifying processing to control the quality of legume enriched cereal products

### KEYWORDS

Food; chemical-physics; functional properties; protein; starch; state diagram; structure

## Introduction

Meat is a major source of protein in the human diet and in 2013, accounted for 40% of the world's total protein supply (FAO, 2016). Meat consumption reached 34 kg/capita/year in the 2013-2015 period (OECD/FAO, 2016) and is projected to increase by ~70% by 2050 (FAO, 2011). However, a decrease in meat consumption is recommended due to growing concerns about the environmental impact of livestock and the health risks associated with high meat intake. This leads to the need for more plant based diets and more energy efficient processing.

Cereal and legume grains are ancestral staple foods that are rich in carbohydrates, fibers and micronutrients. They also provide a fair amount of proteins (9-18 and 20-40 g/ 100 g of grains wb, respectively). When combined, protein efficiency is improved thanks to complementary essential amino acid profiles (Young & Pellett, 1994). Both kinds of whole grain also play a key role in the prevention of cardiovascular disease, type 2 diabetes, some cancers, digestive tract diseases, overweight and obesity (Duranti, 2006; Mellen, Walsh, & Herrington, 2008; Ye, Chacko, Chou, Kugizaki, & Liu, 2012).

In another connection, agricultural research has shown the potential advantages of cereal-legume intercropping that makes better use of natural resources at crop or rotation scale (Pelzer et al., 2012). Considering that wheat based baked products are widely consumed and accepted (more than 4 million metric tons consumed in Europe in 2015 (CAOBISCO, 2016)), improving the formulation of pulse enriched products could be a step towards more sustainable food chains.

In the literature, a wide variety of studies focus on the formulation of cereal products with legume flours or isolates (Noorfarahzilah, Lee, Sharifufin, Mohd Fadzelly, & Hasmadi, 2014). The first boom in this research started in the late 1970s driven by the quest for more competitive and high quality protein sources in many parts of the world. Special programs were conceived to promote the use of composite flours, i.e. binary or ternary mixtures of flours and fractions (starch, proteins) of different botanical origin that would enable the formulation of fortified products, especially valuable for developing countries. This led to studies of the nutritional, structural and sensory properties of fortified products for example by (D'Appolonia, 1977; Fleming & Sosulski, 1977a, 1977b; Mcwatters, 1978).

A second boom began in 2000 due to the strong resurgence of concerns about protein in a context of forced nutritional transitions at global scale. In line with pioneer works, recent studies have focused on the impact of replacing wheat flour with legume flour on nutritional, structural and sensory properties of enriched products (Noorfarahzilah et al., 2014). Such experiments are underway worldwide. However, among studies on the use of legumes in cereal or cereal-like products, only a few have focused on the flours and on the effect of partial or total replacement of cereal flour by legume flour on the product structure at different spatial scales and throughout processing (Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, Walrand, & Micard, 2016; Laleg, Cassan, Barron, Prabhasankar, & Micard, 2016; Petitot, Barron, Morel, & Micard, 2010).

Processing such products raises technological questions due to differences in functionality between wheat and legume flours, at first sight the most obvious being the type and functionality of proteins. Foschia, Horstmann, Arendt, & Zannini (2017) recently reviewed the uses of legumes (mainly as concentrate and isolate) as an ingredient in different gluten free bakery and pasta products. These authors described the resulting changes in the properties of the end product in an attempt to link them with the functional properties of proteins, and underlined the difficulty in drawing any generic conclusions concerning the effect of legume ingredients on product quality due to the variation in their formulas and in processing conditions. To be able to properly monitor processing and to achieve constant product quality, changes in the structure of the product need to be better assessed at each stage of processing.

The present review investigates the impact of adding varying amounts of legume flour to wheat flour on the multi-scale structure of five standard cereal products: bread, pasta, biscuits, soft cakes and extruded snacks. In line with the above mentioned review by Foschia et al. (2017) of gluten free products enriched in legumes, particular attention is paid to the functional properties of the legume components, particularly starch and proteins. Their influence on the resulting texture, color, flavor and nutrition of final food products is described.

The structure-properties relationships are highlighted in an original way. Finally, for the first time, a generic approach is proposed to monitor the transformation of material during processing of legume enriched cereal products.

### Formulation of classical wheat products likely to be complemented with legume flours

Formulation offers the opportunity to tailor the structure of a food by controlling the processing conditions (Aguilera & Stanley, 1999). Table 1 provides a simplified comparison of the formulas of the five products based on their major ingredients. Flour content varied homogeneously over the range of formulas. Three cases can be distinguished: (i) products rich in flour, whose second ingredient is mainly water (snacks, pasta, bread); ii) biscuits, with an intermediate amount of flour and equal proportions of sugar and fat as second ingredients; iii) soft cakes, with a small amount of flour, the same amount of sugar, and smaller amounts of fat, egg, and water. Additional ingredients are yeast, raising agents or emulsifiers in bread, biscuit and cake formulas. These are minor ingredients as far as their concentration is concerned but they contribute to the formation of a gas phase and/or influence the distribution of air and fat inside the product structure.

Beyond the nature of the ingredients, their components, i.e. starch, proteins of various origins, water, lipids and fibers, also require attention. The balance between these components and the way they come into contact (mixing order, intensity and duration) define the way they interact to form one or several phases that, in turn, determine the product structure or matrix. For an overview of the different balances between components, data from the National Nutrient Database of USDA (2016) for the composition of an average wheat flour (11.5% protein content) and whole eggs was used to deduce the approximate starch, protein, lipid, fiber composition, and total water content of all formulas (Table 1). The result highlights the importance of starch and water, followed by proteins, which accounted for around 10% or less. Starch and proteins are essential components in the process of structure building of these products, and their action is closely linked to water availability.

		Snacks <sup>a</sup>	Pasta <sup>b</sup>	Bread <sup>c</sup>	Biscuits <sup>d</sup>	Soft cakes <sup>e</sup>
<b>Major ingredients (g/ 100 g of total formula)</b>	Wheat flour or semolina	97	78	60	50	29
	Sugar	-	-	*	20	30
	Fat	-	-	*	20	9
	Egg	-	-	-	-	15
	Water	3	22	35	10	17
Other ingredients				Yeast, Salt	Raising agents, Emulsifiers*,Salt	
<b>Components (g/ 100 g of total formula)</b>	Total water	15	32	43	16	32
	Starch	61	49	38	31	18
	Proteins	11	9	7	6	3 (wheat) 2 (eggs)
	Lipids	1	1	1	21	11
	Total dietary fibers	2	2	2	1	1
<sup>a</sup> Kaletunç and Breslauer (1996) <sup>b</sup> Petitot, Brossard, et al. (2009) <sup>c</sup> Alam et al. (2013); Heenan, Hamid, Dufour, Harvey, & Delahunty (2009); Shogren et al. (2003) <sup>d</sup> Short type; Heenan et al. (2009); Rababah, Al-Mahasneh, & Ereifej (2006); Zucco, Borsuk, & Arntfield (2011) <sup>e</sup> Layer type; De la Hera et al. (2012); Gularte et al. (2012) * Optional ingredients <i>Composition of the wheat flour chosen for calculations: 11.5% proteins, 63% starch, 2% fibers, 1.5% lipids, 13% water (USDA, 2016).</i>						



### **Comparative composition of wheat and legume flours**

Replacing wheat flour with legume flour, which differs in composition, has an impact on the balance of the components in the formula. Legume flours contain less starch, more protein and more fiber than wheat flour and semolina, at an equal or higher lipid content.

Starch content accounts for between 60% and 80% db of soft and durum wheat, whereas it ranges from 40% to 65% for legumes except for lupin (less than 1% db) (Ahmed, 2014; Feillet, 2000; Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, et al., 2016; Osorio-Díaz, Agama-Acevedo, Mendoza-Vinalay, Tovar, & Bello-Pérez, 2008; Petitot, Boyer, Minier, & Micard, 2010; Sosulski & Mc Curdy, 1987; N. Wang, Hatcher, Toews, & Gawalko, 2009).

Protein contents (N x 6.25) vary between 20% and 30% db in legume flours (D'Appolonia, 1977; N. Wang et al., 2009) except in faba and lupin flours in which protein can reach almost 40% db (Abou-Zaid, Ramadan, & Al-Askany, 2011; Ahmed, 2014). In wheat flour and semolina, protein content usually varies between 9% and 18% db (Feillet, 2000).

Fiber contents are around 2% db in wheat flour and semolina while it can reach 10% db in pea and faba flours, and even 20% to 40% db in chickpea, lentil and lupin flours (Abou-Zaid et al., 2011; Ahmed, 2014; Osorio-Díaz et al., 2008; Petitot, Boyer, et al., 2010; Previtali et al., 2014; Sosulski & Mc Curdy, 1987). In the latter species, the flours are made from grains that have not been dehulled, and the result is a higher proportion of fiber. Lipid content varies between 1% and 3% db in wheat and legume flours except for chickpea and lupin flours in which it can reach 10% to 13% db (Ahmed, 2014; Laleg, Cassan, Barron, et al., 2016; Petitot, Boyer, et al., 2010; Sosulski & Mc Curdy, 1987; Zhao, Manthey, Chang, Hou, & Yuan, 2005).

### **Comparative composition and structure of proteins and starches**

In addition to varying in proportions, starch and proteins in wheat and legume grains also vary in nature.

The proportion and size of the main proteins contained in wheat and legume grains vary. In wheat, gluten proteins i.e. prolamins, are the dominant group, accounting for 80% of total protein (Shewry, Tatham, Forde, Kreis, & Mifflin, 1986). Prolamins are storage proteins and are classified as gliadins and glutenins depending on their structure and size (Shewry et al., 1986). Glutenins are high molecular mass polymeric proteins (> 100 kDa) composed of subunits linked by disulfide bonds. Gliadins are lower mass monomeric polypeptides (25-75 kDa) that can form intra-polypeptide disulfide bonds (Feillet, 2000; Shewry et al., 1986). In legumes, globulins are the dominant group, accounting for 50% to 70% of total protein (Boye, Zare, & Pletch, 2010). Globulins are also storage proteins that can be divided into two classes according to their Svedberg sedimentation coefficients, 7S and 11S. Vicilins are 7S trimeric proteins with three subunits linked by weak bonds (hydrogen, hydrophobic interactions) for a total molecular mass of ~175 kDa (Boye, Zare, et al., 2010). Legumins are 11S hexameric proteins with six subunits held together by weak bonds for a total molecular mass ranging from 270 to 420 kDa (Duranti & Gius, 1997). Wheat gliadins and glutenins contain a higher concentration of sulfur amino acids than legume globulins meaning they have more reactive cysteine residues (Boye, Zare, et al., 2010; Mann, Schiedt, Baumann, Conde-Petit, & Vilgis, 2014). Finally, low molecular mass metabolic albumins account for the remaining fraction in both cereal and legume grains, reaching respectively, 15% and 15-40% of total protein contents (Boye, Zare, et al., 2010; Feillet, 2000). In legumes, they are subdivided into a major fraction PA1 (dimeric, 50 kDa), a minor fraction PA2 (dimeric, 11 kDa), lectins (tetrameric, 50 kDa) and enzyme inhibitors (Perrot, 1995).

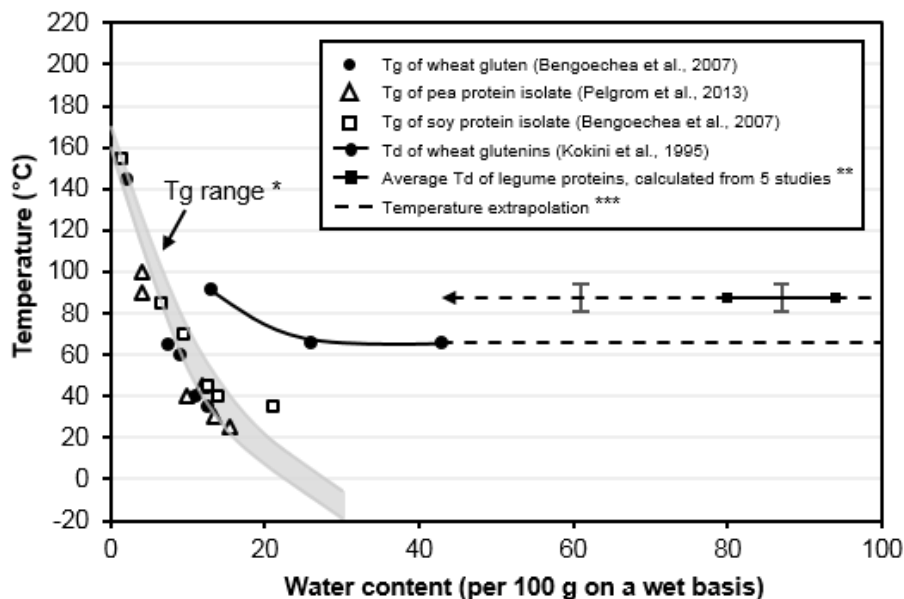
Starch in both wheat and legumes is composed of starch granules containing linear amylose and branched amylopectin organized in semi-crystalline and amorphous structures. However they differ in their shape and amylose/amylopectin ratio (Buléon, Colonna, Planchot, & Ball, 1998). Wheat starch presents a bimodal distribution of large lenticular starch granules (25-40 µm) and small spherical starch granules (5-10 µm) (Buléon et al., 1998). The amylose/amylopectin ratio in wheat granules varies from 11/89 to 26/74 depending on the variety (Kumar et al. 2016). Legume starches are generally composed of oval or irregularly shaped starch granules. Their size is similar, ranging from 8 to 50 µm in pea, 6 to 37 µm in lentil, and 14 to 30 µm in chickpea (Hoover, Hughes, Chung, & Liu, 2010). Legume starches have a higher proportion of amylose than wheat starch: their amylose/amylopectin ratios range from 24/76 to 40/60 for pea and lentil starches and from 23/77 to 35/65 for chickpea starch (Hoover et al. 2010).

### **Comparison of the functional properties of proteins and starches**

During the formation of the structure, proteins and starch express their functional properties in response to different environmental parameters: water availability, temperature, mechanical treatment, and potential chemical or physical interactions with other components. Fundamental properties concern the ability to form specific structures (networks, interfaces) and to undergo thermal transitions that are all closely related to the process of structure building. First, we discuss the usual functional properties of proteins from both origins. We then provide insights into the thermal transitions of protein and starch based on available data, as shown in figures 1 and 2.

Most wheat proteins are insoluble in water at neutral pH, which corresponds to standard processing conditions (Shewry et al., 1986). This almost makes them unsuitable for several functional properties requiring solvation, i.e. emulsification and foaming. However, under specific hydration and shear conditions, wheat proteins have the ability to form dough with viscoelastic properties. These mechanical properties are enabled by the formation of a gluten network made of “fibers” composed of glutenins and gliadins linked by inter- and intra-disulfide bonds. This is made possible by the large amount of reactive cysteine residues in these proteins (Mann et al., 2014). Conversely, legume protein isolates exhibit a satisfactory degree of solubility in water at pH 7, and the mean values for pea, lentil and chickpea are ~70% (Boye, Aksay, et al., 2010; Karaca, Low, & Nickerson, 2011). Concerning interfacial properties, legume protein isolates have low emulsifying properties (~20 m<sup>2</sup> of oil covered/g of isolate) and stability (~10 to 20 min) compared to animal protein isolates (Fenn, Lukow, Humphreys, Fields, & Boye, 2010; Karaca et al., 2011; Withana-Gamage, Wanasundara, Pietrasik, & Shand, 2011). However, they show better foaming activities (~100% to 200%) and stabilities (~60% to 90% at 30 min) (Boye, Aksay, et al., 2010; Toews & Wang, 2013). This ability is related to their low molecular mass that enables them to rapidly diffuse to the air-water interface. In any case, their interfacial properties are better than those of wheat gluten (only ~5 m<sup>2</sup> of oil covered/g of isolate and 9 min of emulsifying stability, and foaming activity and stability indexes of 29% and 40% (J. Wang, Zhao, Yang, & Jiang, 2006)).

As polymers, protein and starch are subject to thermal transitions. Their transition temperature depends on the available water content that is expected to vary during the course of the process. Figure 1 summarizes thermal transitions in the form of state diagrams for proteins and figure 2 for starch.



**FIGURE 1** Summary of data on glass transition temperatures (Tg) and denaturation temperatures (Td) of wheat and legume proteins from different sources in the literature.

\* Tg range of wheat gluten adapted from Cuq et al. (2003)

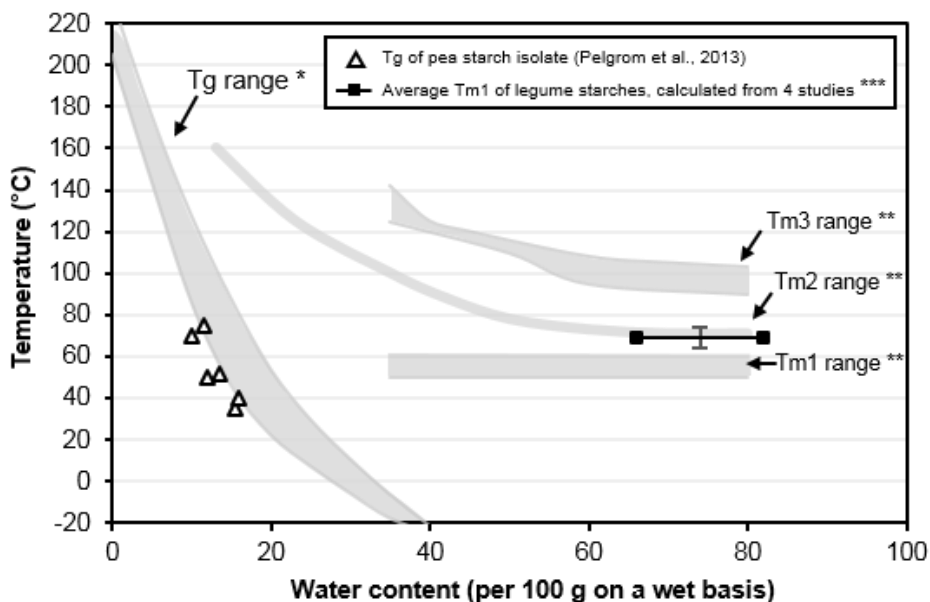
\*\* Average Td value for legume proteins calculated from data from five studies on protein isolates or 7S and 11S globulins between 80% and 94% water (wb), for 11 different legume species and 3 heating rates (2, 5 and 10 °C/min). The error bars show the standard deviation associated with the calculation ( $T_d = 88 \text{ °C} \pm 7 \text{ °C}$ ). Sources: Kitabatake, Tahara, & Doi (1990); L'Hocine, Boye, & Arcand (2006); Shevkani, Singh, Kaur, & Rana (2015); Sosulski, Hoover, Tyler, Murray, & Arntfield (1985); Withana-Gamage et al. (2011).

\*\*\* Extrapolation of Td ranges for wheat and legume proteins at high water contents (40-100% water wb)

All temperatures correspond to peak temperatures of endotherms measured by differential scanning calorimetry.

Proteins are subject to two kinds of thermal transition: glass transition and thermosetting. Glass transition corresponds to an increase in molecular mobility enabled by an increase in temperature and/or in water content. This change in organization at a molecular scale is accompanied by major changes in the mechanical properties of the material, which changes from a solid brittle state or “glassy state” to a soft viscoelastic state or “rubbery state” (Cuq, Abecassis, & Guilbert, 2003). Glass transition is well described in wheat proteins. Changes in the glass transition temperature (Tg) of wheat gluten proteins as a function of water content, as reviewed by Cuq et al. (2003) and in supplementary data by Bengoechea, Arrachid, Guerrero, Hill, & Mitchell (2007) are shown in figure 1. Only a few studies have focused on glass transition in legume proteins, considering either isolates (Bengoechea et al., 2007; Pelgrom, Schutyser, & Boom, 2013) or purified fractions (Mizuno, Mitsuiki, & Motoki, 2000; Morales & Kokini, 1997). Changes in the Tg of pea and soy protein isolates as a function of water content reported by Pelgrom et al. (2013) and Bengoechea et al. (2007) are included in figure 1. This comparison shows that glass transitions in wheat gluten and legume protein isolates take place in the same ranges of temperature and water content. Thermosetting refers to the fact that above a certain temperature, there is a change in protein structure. This phenomenon is described as the succession of protein unfolding or denaturation and protein aggregation or crosslinking, both occurring in a relatively narrow temperature range. The beginning of thermosetting is usually estimated by the denaturation temperature (Td) measured by differential scanning calorimetry. As a result of protein crosslinking by hydrogen, hydrophobic and disulfide bonds, a three-dimensional network is formed that confers new rheological properties to the matrix (Mann et al., 2014). Figure 1 shows the changes in the thermosetting temperature of wheat gluten proteins as reported by Kokini, Cocero, & Madeka (1995). The Td of wheat gluten proteins varies from ~90 °C for water contents below 20% water db to ~70 °C for water contents above 20% water db, assuming that it remains constant above 43% water db (Fig. 1). Many studies have documented the denaturation of proteins in different legume species and protein fractions

at water contents of between 80% and 94% wb and at different DSC heating rates (2, 5 or 10 °C/min). To get an idea of the variation in Td in these parameters, we chose to calculate an average Td for 50 values from five studies, considering 11 different legume species and three heating rates after having checked that the difference in the heating rate had very low impact on the values. Averaging the legume species was possible given the low standard deviation with regard to the positioning of the Td curve in the state diagram (Fig. 1). The result was 88 °C ± 7 °C over the 80-94% moisture range, indicating a higher Td for legume proteins than for wheat gluten proteins.



**FIGURE 2** Summary of data on glass transition temperatures (Tg) and melting temperatures (Tm) of wheat and legume starches from different sources in the literature.

\* Tg range of glass transition temperatures in wheat starch, adapted from Cuq et al. (2003)

\*\* Ranges of Tm1, Tm2, Tm3 in wheat starch, adapted from Vanin et al. (2009)

\*\*\* Average Tm1 value for legume starches calculated from data from four studies between 70% and 82% water on a wet basis (wb), for 11 different legume species and 1 heating rate (10 °C/min). The error bars show the standard deviation associated with the calculation ( $T_m = 70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ ). Sources: Chung, Liu, Hoover, Warkentin, & Vandenberg (2008); Hoover and Ratnayake (2002); Singh, Sandhu, Kaur, Singh Sandhu, & Kaur (2004); Zhou, Hoover, & Liu (2004).

All temperatures correspond to peak temperatures of endotherms measured by differential scanning calorimetry.

As a semi-crystalline polymer, starch is subject to glass transition of its amorphous zones and melting of its crystalline zones. Like for wheat proteins, data are available on the glass transition of wheat starch (Cuq et al., 2003). Figure 2 shows changes in the glass transition temperature (Tg) of wheat starch as a function of water content, as reviewed by Cuq et al. (2003). In contrast, very few data can be found on the Tg of legume starches. Pelgrom et al. (2013) documented changes in the Tg of pea starch between 10% and 16% water wb (Fig. 2). On this basis, the comparison of Tg in wheat and pea starches suggests that glass transition occurs in the same ranges of temperature and water content. As a semi-crystalline polymer, starch is subject to the melting of its crystalline zones at the temperature Tm. Crystallites melt in a three-stage process composed of the rapid melting of amylopectin crystallites (Tm1), slow melting of remaining ones (Tm2) and melting of amylose-lipid complexes (Tm3) (Roos & Drusch, 2015). The occurrence of Tm1 and Tm2 depends on water content; usually only Tm2 is observed at low water content (< 35% wb), both Tm1 and Tm2 at intermediate water contents (35% to 60% wb) and only Tm1 at high water contents (> 60% wb) (Roos & Drusch, 2015). Theoretically, it is only in excess water (i.e. > 60% wb) conditions that gelatinization *stricto sensu* can occur. Gelatinization is a complex process including melting of the crystallites at Tm1 but also a group of other structural changes leading to hydration and swelling of the granules, leaching and potential loss of granular integrity. In the case of wheat starch, Vanin, Lucas, &

Trystram (2009) summarized data from three studies on Tm1, Tm2 and Tm3; the corresponding Tm ranges are shown in figure 2. In the figure, data from the study by Eliasson (1980) show the occurrence of Tm2 above 60% water wb; however, this is not standard behavior. Like in the case of legumes, the study of the starch thermal transition has mostly focused on gelatinization properties with little research devoted to the different melting transitions. Consequently, available data usually provide information about a single transition endotherm in the 70-80% moisture range that we believe to be Tm1. For the same reason as for protein denaturation, we calculated an average Tm1 for legume starches based on 46 values taken from four studies concerning 11 legume species. In this case, all the studies used the same heating rate of 10 °C/min. The result was an average temperature of 70 °C ± 5 °C over the 70-82% moisture range (Fig. 2). This suggests a higher Tm1 for legume starches than for wheat starch, whose Tm1 lies around 55 °C ± 5 °C. Foschia et al. linked this to the higher amylose/amylopectin ratio of legume starches (Foschia et al., 2017).

To conclude, it appears that wheat and legume components have contrasted properties. While they exhibit distinct behaviors in terms of solvation and structure building abilities (e.g. the formation of a network versus foam), their thermal properties appear to be similar. However in legumes, higher protein denaturation and starch gelatinization temperatures (Tm1) may point to a tendency to a shift in these reactions as a function of temperature during thermal treatment.

### **Current knowledge about the impact of adding legume flour on the end properties of the product**

A good number of studies are available concerning the impact of replacing wheat flour on the textural, sensory and nutritional properties of enriched products. They are summarized in Table 2 according to the trends shared by the five cereal products.

Table 2. Impact of replacing cereals with different legumes on textural & structural, color, sensory and nutritional properties of the food products					
Legume-enriched food	% Legume flour	Food properties			
		Texture & Structure	Color	Sensory attributes	Composition & Nutrition
<b>Snacks<sup>a</sup></b>	<b>0-90%</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ expansion ratio</li> <li>- ↑ density and porosity</li> <li>- ↑ breaking strength index (N/mm<sup>2</sup>) and stiffness (Young's modulus)</li> <li>- ↓ crispness (distance of travel to F max during compression and percent deformation)</li> <li>- Scanning electron microscopy: ↓ number of cells, thickening of cells and cell walls</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ L</li> <li>- ↑ a* and b*</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ crunchiness</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↑ protein content (up to 12 fold)</li> <li>- ↑ antioxidant activity</li> <li>- ↑ phytic acid and trypsin inhibitors</li> <li>- ↑ <i>in-vitro</i> protein hydrolysis</li> </ul>
<b>Cooked pasta<sup>b</sup></b>	<b>0-100%</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ breaking energy, cohesiveness and resilience</li> <li>- ↑ stickiness</li> <li>- ↑ firmness and chewiness</li> <li>- Confocal laser scanning microscopy: no change in protein network at 35%</li> <li>- Brightfield microscopy: denser protein film, at 100%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ L</li> <li>- = a* and b*</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ general appearance</li> <li>- ↑ fracturability, hardness and stickiness, and ↓ in bulkiness, elasticity, surface smoothness</li> <li>- ↑ adhesiveness and grittiness</li> <li>- ↓ taste acceptability</li> <li>- ↑ intensity of "beany" flavor</li> <li>- ↓ color acceptability</li> <li>- ↓ overall acceptability</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↑ protein content</li> <li>- ↑ amino acid score</li> <li>- = or ↓ glycemic index</li> <li>- = or ↓ rapidly available glucose</li> <li>- ↑ <i>in-vitro</i> protein hydrolysis</li> <li>- ↑ <i>in-vivo</i> protein digestibility and efficiency</li> </ul>
<b>Bread<sup>c</sup></b>	<b>0-40%</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ volume</li> <li>- ↑ density (↓ specific volume)</li> <li>- ↑ firmness or hardness</li> <li>- Scanning electron microscopy: disruption of protein-starch complex, thickening of cell walls, presence of holes in the walls</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Crumb and crust: ↓ L, ↑ a* and b*</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ overall appearance acceptability</li> <li>- ↑ crumb denseness</li> <li>- ↑ size of the cells</li> <li>- ↑ crumb hardness, firmness</li> <li>- ↑ crust color</li> <li>- ↑ flavor intensity (e.g. "beany")</li> <li>- ↓ taste and odor acceptability</li> <li>- ↓ overall acceptability</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↑ protein, fiber and mineral contents</li> <li>- ↑ amino acid score</li> <li>- ↓ blood glucose response (glycemic index)</li> <li>- ↓ satiety</li> <li>- Rat growth assay : ↑ feed consumption, weight gain, net protein ratio and protein efficiency ratio</li> </ul>
<b>Cake<sup>d</sup></b>	<b>0-100%</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ volume</li> <li>- ↑ density (↓ specific volume)</li> <li>- ↓ symmetry</li> <li>- ↑ firmness or hardness (TPA)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Crust : ↓ L</li> <li>- Crumb : ↓ L, ↑ a* and b*</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ general appearance</li> <li>- ↓ flavor, aroma, persistency acceptability</li> <li>- ↓ texture acceptability</li> <li>- ↓ overall acceptability</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↑ total and available protein, mineral and fiber contents</li> <li>- ↓ rapidly available glucose</li> </ul>
<b>Biscuits<sup>e</sup></b>	<b>0-100%</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Diameter, thickness, spread ratio: variable effect depending on type and % of legume incorporated</li> <li>- ↑ hardness (F max) and fracturability</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↓ L and ↑ b* above 20%</li> <li>- ↓ a*</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↑ color acceptability</li> <li>- flavor, aroma, overall acceptability: variable effect depending on type and % of legume incorporated</li> <li>- ↑ aftertaste (e.g. "beany")</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ↑ protein, fiber and mineral contents</li> <li>- ↑ amino acid score</li> <li>- ↑ antioxidant activity</li> <li>- ↓ predicted glycemic index</li> </ul>

<sup>a</sup> Anton et al. (2009); Lazou et al. (2007); Lazou and Krokida (2010); Patil et al. (2016)

<sup>b</sup> Goñi and Valentín-Gamazo (2003); Greffeuille et al. (2015); Laleg, Barron, Cordelle, et al. (2017); Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, et al. (2016); Laleg, Cassan, Barron, et al. (2016); Rosa-Sibakov et al. (2016); Wójtowicz and Mościcki (2014); Wood (2009)

<sup>c</sup> Alam et al. (2013); Fleming & Sosulski (1978, 1977a, 1977b); Mohammed et al. (2012); Previtali et al. (2014); Raidl and Klein (1983); Shogren et al. (2003); Villarino et al. (2015); Zafar et al. (2015)

<sup>d</sup> Campbell, Euston, & Ahmed (2016); De la Hera et al. (2012); Gómez et al. (2008); Gómez et al. (2012); Gularte et al. (2012)

<sup>e</sup> Jayasena and Nasar-Abbas (2011); Mcwatters (1978); Noor Aziah et al. (2012); Patel and Rao (1995); Sparvoli et al. (2016); Zucco et al. (2011)

### Modifications in color and texture caused by adding legume flour

Concerning color, a decrease in lightness values (L) with an increase in the proportion of legume flour is regularly reported. The same decrease was observed in all five kinds of product, both in the crust and crumb in the case of bread and cakes. This could be related to the color of the legume flour (Zhao et al., 2005), and to the thermal induced protein-carbohydrate Maillard reactions which involve reducing sugar and the terminal amino group of a free amino acid, in particular lysine. These reactions could be more pronounced in the case of legume-enriched products, resulting in a larger decrease in the lysine content in comparison with that in wheat products (-14% and -2% decrease in lysine between low and very high temperature treatment of 35% faba bean pasta and wheat pasta respectively) (Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, et al., 2016). In dried pasta, lightness decreased by 16% in

35% split pea enriched pasta (Petitot, Boyer, et al., 2010). With 100% enrichment, the extent of pasta darkening has been shown to depend directly on the type of legume. The lightness decreased by 43%, 60% and 26% respectively with 100% faba, lentil and black gram pasta (Laleg, Cassan, Barron, et al., 2016; Petitot, Boyer, et al., 2010). In biscuits, lightness decreased by 10% when 50% of lupin flour was added (Jayasena & Nasar-Abbas, 2011). In snacks, lightness decreased by 13% when 45% of bean flour was introduced compared to 15% of added bean flour (Anton, Gary Fulcher, & Arntfield, 2009). In cake, crumb lightness decreased by 3% and crust lightness by 10% when 50% of chickpea flour was added (Gómez, Oliete, Rosell, Pando, & Fernández, 2008). In bread crumb, lightness decreased by 7% and crust lightness by 24% when 30% of chickpea flour was added (Mohammed, Ahmed, & Senge, 2012). A tendency to increased yellowness-blueness ( $b^*$ ) was also observed in snacks, biscuits, bread crumb and crust, and cake crumb. In snacks  $b^*$  increased by 22% when 45% of bean flour was added compared to 15% of added bean flour (Anton et al., 2009). In biscuits,  $b^*$  increased by 51% when 50% of lupin flour was added (Jayasena & Nasar-Abbas, 2011). In bread, crumb  $b^*$  increased by 1,230% and crust  $b^*$  increased by 160% when 30% of chickpea flour was added (Mohammed et al., 2012). In cake crumb  $b^*$  increased by 72% when 50% of chickpea flour was added (Gómez et al., 2008). Variations in redness-greenness ( $a^*$ ) depended on each case; they generally depended on type of legume and the proportion of flour.

In terms of texture, incorporating legume flour always increases the hardness, firmness or stiffness of the product, measured by TPA, other compression tests, or bending tests. For example, in snacks Anton et al. (2009) measured a +5% and +15% increase in the breaking strength index (peak breaking force over surface area measured with a three point bending test) in snacks containing 30% and 45% of legume flour compared to snacks containing 15% of legume flour. A +38% and +48% increase in pasta firmness has been observed in 35% faba or split pea pasta, and in 100% faba bean pasta, respectively (Petitot, Boyer, et al., 2010; Rosa-Sibakov et al., 2016). However, the firmness of gluten free 100% faba bean, lentil and black gram pasta was shown to still be 2.3, 1.7 and 1.5 fold lower than a cereal gluten free pasta (Laleg, Cassan, Barron, et al., 2016). In biscuits Jayasena and Nasar-Abbas (2011) observed increases in hardness and brittleness (evaluated with a three point bending test) ranging between +51% and +342% for hardness and +96% and +223% for brittleness in biscuits containing 10% to 50% of lupin flour. In bread, using a compression test, Previtali et al. (2014) showed an increase in firmness of +26% and +82% in breads containing 20% and 25% of lentil flour, respectively. De la Hera, Ruiz-París, Oliete, & Gómez (2012) reported increases in hardness (TPA test) ranging from +18% to +80% in layer cakes containing 50% of lentil flour (different cultivars and particle sizes) and between +32% and +145% in cakes containing 100% lentil flour.

In pasta and biscuits, the increase in hardness can only be attributed to the structure and composition of the dense matrix in contrast to snacks, bread and cake (aerated products) where cellular structure may also play a role. In the case of aerated products, an increase in firmness can be attributed either to the cell wall material itself or to the distribution of air within the structure (size, number and distribution of the cells, thickness of the cell walls). Some of these aspects have been shown to be impacted by the incorporation of legume flour in some products. First, product expansion and density decreased and increased, respectively, with an increasing proportion of legume flour: reaching -20% of expansion in snacks containing 45% of legume flour compared to 15% in snacks (Anton et al., 2009); +33% density in layer cakes containing 100% lentil flour (De la Hera et al., 2012); up to +31% of density in breads containing 40% of soy flour (Shogren, Mohamed, & Carriere, 2003). Secondly, in the case of enriched snacks and breads, thickening of the cell walls and an increase in porosity (meaning more holes in the walls) have been reported (Fleming & Sosulski, 1978; Lazou, Michailidis, Thymi, Krokida, & Bisharat, 2007; Lazou & Krokida, 2010), concomitant with a decrease in the number of cells in enriched snacks.

### ***Sensory perception and acceptability of legume-enriched products***

Sensory results provide qualitative information on variations resulting from descriptive profiles that take color, flavor, texture and structure characteristics of products into account. The few results available in descriptive profiles appear to confirm instrumental observations of volume and textural properties. Indeed, Shogren et al. (2003) reported an increase in the perceived denseness and firmness of breads when the proportion of soy flour was increased from 0% to 40%. Petitot, Boyer, et al. (2010) and Rosa-Sibakov et al. (2016) also reported an increase in perceived hardness in pasta containing 35% faba bean and split pea and 100% faba bean flour, respectively, in comparison with wheat pasta. These descriptive profiles also made it possible to detect the

emergence of specific flavors or aftertastes, with the mention of a “beany” attribute. In the same study by Shogren et al. (2003), the increase in the proportion of soy from 0% to 40% caused an increasing tendency to a beany flavor as well as an increase in bitter flavor that is described as “mildly bitter aftertaste associated with soy flour”. In pasta, Wojtowicz & Moscicki (2014) reported the “poor taste” related to a beany flavor in pasta containing more than 20% of legume flour.

Acceptability tests have also been performed. The majority of these studies are based on acceptability scores based on a scale of 0 to 10. The results show a general tendency to decreasing values of acceptability of certain attributes with an increase in the amount of legume flour incorporated. This may concern overall acceptability as well as general appearance, color or texture. Specific attributes like taste, aroma, flavor and associated persistence are also concerned and linked to unusual “beany” perceptions. Such studies usually investigate the maximum amount of legume flour that can be used and still ensure a product is of acceptable sensory quality. To our knowledge, no study has been conducted of the effect of the incorporation of legume flour in the acceptability of snacks. The 15% and 30% enriched pasta were scored as equally acceptable as the durum control, with no difference in color, flavor or overall acceptability (Wood, 2009). At higher levels of enrichment, the overall acceptability of pasta decreased due to a beany flavor (Wójtowicz & Mościcki, 2014), and to changes in major textural attributes, e.g. an increase in hardness, elasticity and fracturability (by 60%, 30–40% and 170%, respectively, for 35% legume pasta (Petitot, Boyer, et al., 2010). However, the acceptability of pasta enriched with 70-100% legume flour was still equivalent to that of their high fiber or gluten free counterparts. Indeed, acceptability of 70% faba bean pasta was close to or better than whole wheat or gluten free pasta, respectively, and 100% faba bean pasta tended to be better appreciated than commercial gluten free pasta (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017). For biscuits, Noor Aziah, Mohamad Noor, & Ho (2012) reported an improvement in flavor, after taste, crispness and overall acceptability with the addition of 35% of mung bean or chickpea flour, but a decrease in aroma acceptability. Conversely, Jayasena and Nasar-Abbas (2011) and Mc Watters (1978) reported a decrease in flavor, taste, crispness and overall acceptability of biscuits with 20% and 50% of added lupin, soy or pea flours. In cakes, Gómez, Doyagüe, & de la Hera (2012) reported a decrease in acceptability in the appearance, texture, odor, taste, persistency and overall acceptability of cakes containing 35% of pea flour. However scores for the enriched cake were higher than 5 (neither like nor dislike), indicating relatively good acceptability. Finally, a decrease in the acceptability of breads containing more than 10% to 20% of chickpea, soy, pea and lentil flour was observed (Alam, Talukder, Rahman, Prodhan, & Huq, 2013; Mohammed et al., 2012; Previtali et al., 2014; Raidl & Klein, 1983).

#### ***Nutritional impact of the incorporation of legume flour***

The optimization of the composition of all cereal products by incorporating legumes results in beneficial nutritional properties (table 2) starting with an increase in protein, fiber and mineral content. The increase in protein content is associated with an improvement in the essential amino acid score, notably that of lysine, which depends on the type or on the amount of legume incorporated (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017; Sparvoli et al., 2016). Even if lysine essential amino acid is reduced by the Maillard reactions that take place during the thermal treatment, it is still higher in legume enriched products than in wheat products (21 mg/g of protein in low temperature wheat pasta and 33 mg/g of protein in very high temperature mixed faba bean pasta) (Laleg, Barron, Santé-Lhoutellier, et al., 2016). *In vitro* protein hydrolysis is also impacted; increases of 11% in 15% green pea snacks (Patil, Brennan, Mason, & Brennan, 2016) and of 24% in 100% faba bean pasta (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017) have been reported. In the case of pasta, this could be explained by the molecular weakening of the protein network structure that facilitates accessibility of proteolytic enzymes to specific protein cleavage sites (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017). Only a few studies of the effect of legume enrichment on *in vivo* protein digestion of foods can be found in the literature (Fleming & Sosulski, 1977b; Torres, Frias, Granito, Guerra, & Vidal-Valverde, 2007; Torres, Frias, Granito, & Vidal-Valverde, 2007). No impact of the incorporation of legume flour on protein true digestibility was reported in these studies that focused on pasta and bread. However increases in the protein efficiency ratio (amount of weight gain per unit of protein consumed) have been reported, from +53% for bread (Fleming & Sosulski, 1977b) to +64% to +86% for pasta (Torres, Frias, Granito, Guerra, et al., 2007; Torres, Frias, Granito, & Vidal-Valverde, 2007).



The digestive behavior of the starch fraction is more widely documented. Generally, the incorporation of legume flours reduces the *in vitro* glycemic response in any product (Gularte, Gómez, & Rosell, 2012; Laleg, Cassan, Barron, et al., 2016; Sparvoli et al., 2016). However, the same difference measured *in vivo* is not statistically significant in many wheat products (Fujiwara, Hall, & Jenkins, 2017; Greffeuille et al., 2015). Only studies on pasta by Goñi and Valentín-Gamazo (2003) and on bread by Zafar et al. (2015) reported a significant decrease in the *in vivo* glycemic index (bread and pasta), although enriched products generally still have low *in vivo* glycemic and insulin indexes (Greffeuille et al., 2015).

Legume flour enrichment is also an effective way to provide micronutrients and bioactive compounds. Some of these bioactive compounds, including protease inhibitors, phytic acid and  $\alpha$ -galactosides, are considered as “anti-nutritional factors” because of their ability to reduce protein digestibility, nutrient absorption and to cause intestinal discomfort, respectively (Duranti, 2006; N. Wang et al., 2009). The amount of bioactive compounds in legumes can be significantly reduced by preprocessing (soaking, fermentation and germination) or during standard processing. Indeed, the inhibitory activity of trypsin is almost completely inactivated in cooked pasta. Total  $\alpha$ -galactosides (44 to 57 mg/g db, in lentil, faba and black gram flours) are also remarkably reduced (-41% to -71%) (Laleg, Cassan, Barron, et al., 2016). However, no effect of these processing steps has been reported for phytic acid. Germinating *Cajanus cajan* seeds led to a 58% reduction in phytic acid (Torres, Frias, Granito, & Vidal-Valverde, 2007). Finally, interest has recently focused on the nutritional function of the bioactive compounds supplied by legumes as intestinal, metabolic or probiotic/prebiotic factors.

In conclusion, the incorporation of legume flour in cereal products has a positive impact on their nutritional properties. The change in color does not appear to be a problem. The off-flavor reduces the acceptability score, but could be limited by the use of flavoring agents. Finally the change in texture, which is linked to the structure, needs to be controlled. A good knowledge of transformations that occur during the process will help control the final structure and texture.

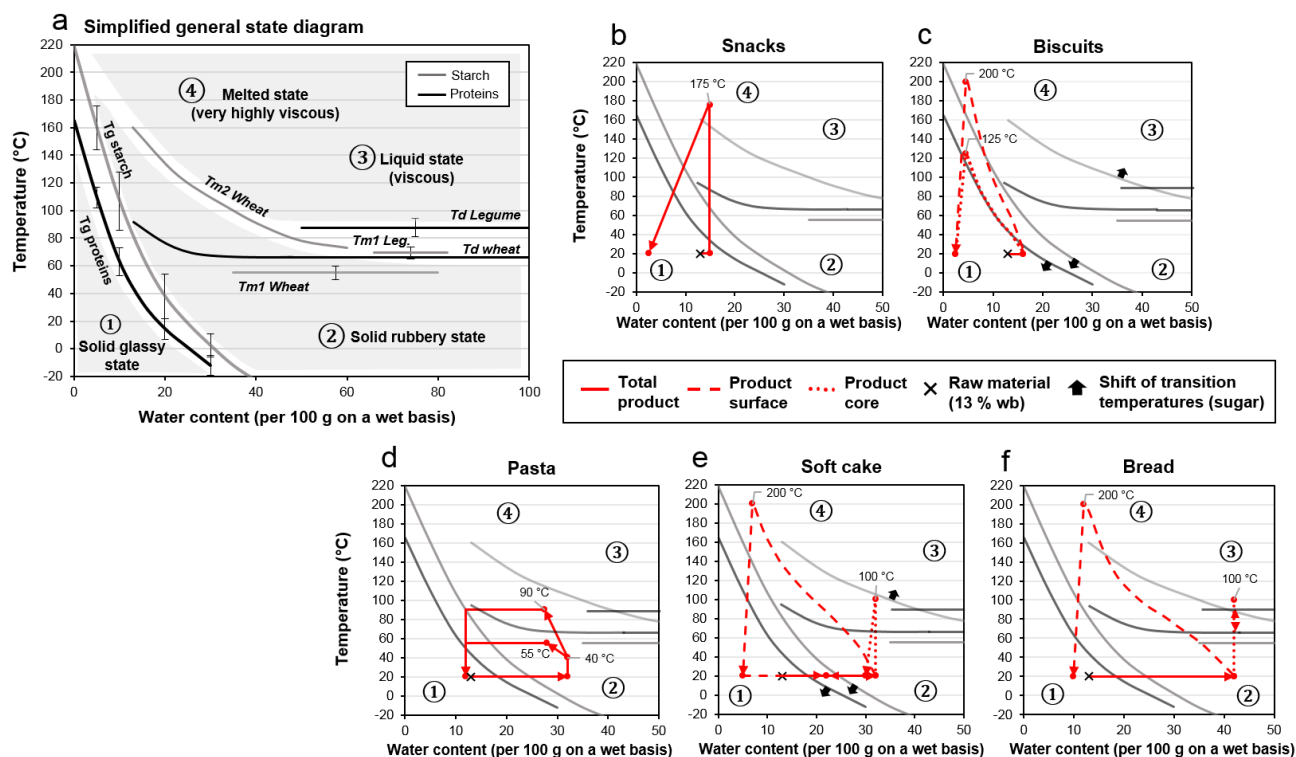
## From the raw materials to the end product: structure building by the action of the process

### *Simplified state diagram for protein and starch of legumes and cereal and process paths of five main cereal products*

In the following review, we refer to a simplified state diagram summarizing the thermal transitions of both wheat and legume components (Fig. 3a) to propose hypotheses concerning the effect of incorporating legume flour on the structuring and the resulting structure of each type of product.

The four zones in the diagram correspond to different physical states of the material. Zones 1 and 2 refer to the glassy and rubbery states separated by the average glass transition lines.

The shift from the lower part of the diagram (zone 2) to the upper part (zones 3 and 4) corresponds to the general softening of the material toward the liquid state that is related to the melting of starch crystallites (Cuq et al., 2003), and may be emphasized by the presence of shear. Zones 3 and 4 differ in the viscosity of the liquid as a function of the variation in water content. When thermosetting of the proteins occurs, leading to the formation of a network, the product in the upper part of the state diagram (zones 3 and 4) can be qualified as soft solid. It should be noted that dependence of transition temperatures on water content is taken into consideration for each component separately as if it had free access to total water in the product with no competition from other components or ingredients. This is a simplified approach to the distribution of water in the product (Lazou & Krokida, 2011). Furthermore, the effect of sugar on the increase in the starch melting temperatures and the decrease in the starch and protein glass transition temperatures has been well described (Roos & Drusch, 2015). Such an effect should be taken into account in the case of biscuits and soft cakes that contain 20% and 30% sugar wb, respectively (table 1).



**FIGURE 3** Simplified state diagram for starch and proteins with four zones (a) and paths of the products: snacks (b), biscuits (d), pasta (d), soft cakes (e), bread (f).

*Standard deviation bars in (a) show the ranges of variation of transition temperatures shown in figures 1 and 2.*

Table 3. Changes in water content and in the temperature of the five products and the corresponding zone in the state diagram (Fig. 3)					
	Snacks <sup>a</sup>	Biscuits <sup>b</sup>	Pasta <sup>c</sup>	Soft cakes <sup>d</sup>	Bread <sup>e</sup>
<b>Flour or Semolina</b>	① 13% wb Room temp.	① 13% wb Room temp.	① 13% wb Room temp.	① 13% wb Room temp.	① 13% wb Room temp.
<b>After mixing/kneading or during extrusion: Dough, Batter or Mix</b>	② 15% wb Room temp. 300-900 kJ/kg	① 16% wb Room temp. 5-10 kJ/kg	② 32% wb Mixing: Room temp. Extrusion: 40 °C single screw 70-120 kJ/kg twin-screw 900 kJ/kg	② 32% wb Room temp.	② 43% wb Room temp. 10-30 kJ/kg
<b>During baking or drying : Hot product</b>	④ Surface & core: 150-200 °C at the die	② Surface: 180-220 °C Core: 100-150 °C	②③ [Drying] Surface & core: 55-90 °C	② Surface: 180-210 °C Core: 100 °C	④③ Surface: 200-250 °C Core: 90-100 °C
			③ [Cooking] 100 °C		
<b>After cooling and equilibration: End product</b>	① 1-5% wb Room temp.	① 1-5% wb Room temp.	① [Dried] 12% wb Room temp.	① 22% wb Room temp.	①② Crust: 5-15% wb Crumb: 40-50% wb Room temp.
			② [Cooked] 69% wb Consumption temp. (~ 50 °C)		

<sup>a</sup> Della Valle et al. (1989); Kaletunç and Breslauer (1996)

<sup>b</sup> Feillet (2000); Wade and Davis (1964)

<sup>c</sup> Abecassis, Abbou, Chaurand, & Morel (1994); Petitot, Brossard, et al. (2009)

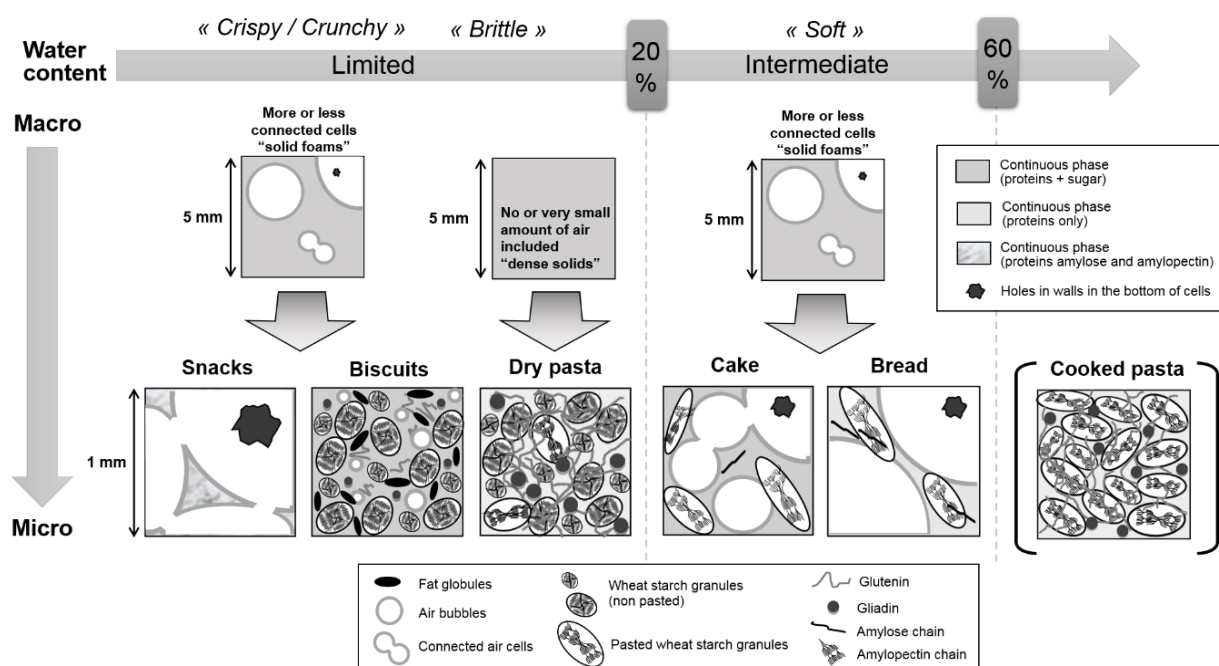
<sup>d</sup> De la Hera et al. (2012); Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al. (2017); Lostie et al. (2002)

<sup>e</sup> Cuq et al. (2003); Feillet (2000); Vanin et al. (2009)

*In some cases, the specific mechanical energy (SME) (kJ/kg) is given.  
A standard moisture loss of 2% was used for the cooling step based on data on bread from Feillet (2000). Moisture loss during snack cooling was 12.5%. Moisture loss during pasta cooling and bread/cake crumbs during baking were considered negligible. Moisture loss during baking or drying in all other cases was calculated to obtain a water content after cooling of + 2%.*

Table 3 compares the water content and temperature of the products during the course of processing. Processing is summarized in four steps: raw material, mixing before thermal treatment, hot product and end product. For each step, the link with the appropriate zone in the state diagram (Fig. 3a) is defined based on water content and temperature. This comparison illustrates the wide range of water contents (from 15% to 43% wb) of the flour or semolina during the processing of five main cereal products, in the maximum product temperature (from 100 °C to 250 °C) and in the final water content (from 1% to 69% wb, with a difference between the core and the surface of the product, or not).

Based on these data, the path of each product in the simplified state diagram can be drawn (Fig. 3). Each process leads to the formation of a final structure that is schematically represented in figure 4. We now describe the path of each product to show how closely it is related to structure building during the course of processing. The potential impact of incorporating legume flour, together with the above mentioned implications are also discussed. In a material science approach, the changes in the products depending on variations in temperature and moisture during processing are described in the order of increasing final water content of the product.



**FIGURE 4** Schematic representation of all structures at two length scales. Distribution of the products according to water content and type of structure (presence of air in the form of cells interconnected to varying degrees, or absence of air).

#### ***The temperature-hydration history and its effect on the final structure of snacks***

In snacks (Fig. 3b) the initial semolina is rather poorly hydrated (15% wb). In the extruder barrel, it is highly sheared (SME of 300-900 kJ/kg) resulting in a rapid and large increase in pressure and temperature (Della Valle, Kozłowski, Colonna, & Tayeb, 1989). The product goes through all the transition temperatures ( $T_g$ ,  $T_m$ ,  $T_d$ ) leading to the formation of a very viscous liquid called “melt” with the disruption of starch granules but also the depolymerization of proteins, amylose and amylopectin (Colonna, Doublier, Melcion, De Monredon, & Mercier, 1984). The melt is pushed through the extruder die (zone 4 on Fig. 3b) and returns to room pressure while still very hot. Flash vaporization of water occurs accompanied by rapid expansion of the product corresponding to the formation of numerous large bubbles (Kokini, Chang, & Lai, 1992). Melt viscosity is a key parameter in snack expansion and is influenced by the size and structure of starch and protein macromolecules, even if these are depolymerized. In the case of legume enriched melts, viscosity could be reduced by the lower molecular mass of legume proteins, and by the higher amylose/amylopectin ratio of legume starches, even though the impact of the latter factor is still the subject of debate in the literature (Moraru & Kokini, 2003). A lower melt viscosity

could increase the expansion of the matrix. Upon bubble growth, stress is exerted on the cell walls that open and holes appear (Fig. 4). Moreover, depending on their resistance to expansion stress, some walls may completely disappear. Water vapor evacuates thereby accelerating cooling and causing the stiffening of the walls as proteins and starch return to a glassy state (Kokini et al., 1992) (Fig. 3b). Glass transition should occur at a sufficiently high temperature to prevent the bubbles collapse. Because legume enriched snacks contain significantly more proteins than 100% wheat snacks, one can hypothesize that the glass transition temperature of the mixed protein + starch matrix would decrease towards the T<sub>g</sub> of proteins (Fig. 1). This would delay stiffening after the opening of the structure, resulting in shrinking of the snack and consequently a lower final volume. In this case, the final water content of the snack is low (1-5% wb); its texture is crispy. At macroscopic scale, the snack is an open solid foam with large interconnected cells (Fig. 4). At microscopic scale, the cell walls are composed of a continuous phase made of a mix of proteins, amylose and amylopectin in the amorphous state.

#### ***The temperature-hydration history and its effect on the final structure of biscuits***

In biscuits, the dough is poorly hydrated at the mixing step (16% wb). The presence of sugar in the dough reduces the glass transition temperatures of both proteins and starch (Roos & Drusch, 2015). Thus, at the mixing step, proteins are nearly able to undergo glass transition whereas starch is not (Fig. 3c). Biscuit dough can be qualified as a homogeneous mix of swollen flour particles and fat globules in an aqueous phase with high concentrations of sugar (Chevallier, Colonna, Buléon, & Della Valle, 2000). During baking, two paths can be distinguished depending on the changes in temperature. The surface of the product rapidly reaches high temperatures (~200 °C) that cause glass transition in proteins and in starch with no denaturation or gelatinization phenomena because of the limited water content. The core of the product reaches a lower temperature (~125 °C) that only allows glass transition of proteins. Given that biscuits are not subject to either protein thermosetting or to starch gelatinization (Chevallier, Colonna, Della Valle, & Lourdin, 2000), replacing wheat flour with legume flour would be expected to have little impact on structuring. During baking, the reaction of raising agents can lead to the formation of small air bubbles. After baking, the surface and core of the product return to the glassy state. The product has low water content (1-5% wb) and a crunchy texture. At macroscopic scale, the biscuit is a dense matrix that is homogeneous between the core and the surface. At microscopic scale, the matrix contains unpasted starch granules, fat globules, and small air cells entrapped in a continuous, highly concentrated phase of sugar and proteins (Fig. 4).

#### ***The temperature-hydration history and its effect on the final structure of pasta***

In pasta (Fig. 3d), the combination of 32% hydration and low shear stress during the mixing step transform the semolina into a sandy dough, in which both starch and proteins are in the rubbery state and no gluten network is detectable (Petitot, Abecassis, & Micard, 2009) (Fig. 3d). The extrusion step (SME from 70-120 kJ/kg and pressure up to 17.6 MPa in a single screw extruder) forms a dough with a partial gluten network and sufficient compactness to survive cooking. Several thermal treatments are possible to dry the pasta (Fig. 3d). A low temperature treatment (40-60 °C/70-80% relative humidity/18-28 h) returns the protein and starch to the glassy state without causing protein thermosetting. Conversely, a high temperature treatment (> 84 °C/74-90% relative humidity/2-5 h) allows gluten proteins to undergo thermosetting before reaching the glassy state. In a 0% to 100% legume-enriched pasta dried at low temperature, the percentage of proteins linked by weak bonds (hydrogen, hydrophobic) and covalent bonds (notably by disulfide bonds) linearly increased and decreased, respectively (from 70% to 94% and 30% to 5% respectively in faba bean-wheat pasta) inherent to the smaller quantity of cysteine residues in legume proteins (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017). When dried at high temperature, these differences between legume enriched and wheat pasta due to composition persisted. In addition, the proportions of covalently linked proteins in all the pasta increased when the drying temperature reached or was above the T<sub>d</sub> of wheat protein, and higher than the higher T<sub>d</sub> of legume protein. Only partial gelatinization of starch (20%) may occur (Güler, Köksel, & Ng, 2002) (Fig. 3d). The complete gelatinization of starch and protein thermosetting will occur during the final cooking step (mentioned in table 3 but not in Fig. 3d) in boiling water, and at higher temperatures when legume flour is incorporated. Ready to eat pasta is soft and viscoelastic. Its microscopic structure (Fig. 4) is characterized by swollen starch granules held in a compact and poorly porous protein network.

***The temperature-hydration history and its effect on the final structure of soft cakes***

In soft cakes, at the mixing step, the batter is relatively highly hydrated (30% wb), which allows proteins and starch to go into the rubbery state (Fig. 3e). Due to the low proportion of flour in the formula (table 1) and to the design of the mixer, no gluten network is formed (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017). Nevertheless, mixing incorporates air in the form of small bubbles that are stabilized in the batter thanks to surface active compounds (Sahi & Alava, 2003). The paths at the surface of the product and in the core differ during baking. The surface dries rapidly, leading to the formation of the crust (Fig. 3e) that limits water transfers between the core and the oven atmosphere (Lostie et al., 2002). The surface temperature reaches high temperatures (180-210 °C) and the proteins thermoset but the starch granules do not gelatinize (Fig. 3e). The water content of the product core remains constant while the temperature slowly increases up to 100 °C. Bubbles grow thanks to water vaporization, carbon dioxide formation, and gas dilatation. Like for snacks, bubble growth is associated with structure opening due to the formation of holes in the cell walls and to the disappearance of the cell walls (Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al., 2017; Lostie et al. (2002)) (Fig. 4). However, no effect on expansion has been proven, as opening occurs when temperature and expansion pressure are still high. Cake expansion is limited by the formation of the crust and further stopped by protein thermosetting and starch gelatinization in the core that set the structure (Fig. 3e). In cakes, pasted starch granules called “bricks” are considered to be the first structuring element of the cell walls, with denatured proteins forming the “mortar” between the bricks (Donovan, 1977) (Fig. 4). In legume-enriched cakes, starch content is lower which means the proportion of structuring elements in the cell walls is lower. There is also an increase in the thermosetting temperature that could delay the increase in viscosity and consequently promote cake expansion before setting. The result depends on the balance between expansion and stiffening kinetics. After baking, the product surface (crust) changes to the glassy state while the core (crumb) remains at the rubbery state. Usually in industry, the product is rapidly placed in hermetic packaging, which leads to water redistribution within the product (last arrows in Fig. 3e). At macroscopic scale, the crumb can be qualified as a soft open solid foam made of small interconnected cells with holes in their walls (Dewaest, Villemejeane, Berland, Neron, et al., 2017) (Fig. 4).

***The temperature-hydration history and its effect on the final structure of bread***

In bread, the phenomena are the same as in cakes with two paths (crust and crumb) in the state diagram. However they differ in two important points. First, thanks to the supply of mechanical energy (10-30 kJ/kg) and to the design of the mixer, gluten proteins are able to form a 3D network that gives the dough higher elastic properties (Feillet, 2000). When legume flour is incorporated, the presence of lower molecular mass proteins that are unable to form a network by themselves and might thus affect structuring (Boye, Zare, et al., 2010). Second, during the fermentation step, the bubbles start increasing in size at room temperature because yeast produces carbon dioxide. During baking, the bubbles continue to expand thanks to water and carbon dioxide vaporization and gas dilatation. Holes appear in the cell walls but in bread, the cell walls are more resistant to deformation than in cake thanks to their viscoelastic properties (Fig. 4). Loaf expansion is stopped by the formation of a crust that is more rigid than that of cake, and by the setting of the core (Fig. 3f). The crust goes into the glassy state and becomes brittle when it returns to room temperature. The core remains in a rubbery state and becomes a soft viscoelastic crumb with relatively high water content (40-50% wb). At macroscopic scale, the crumb can be qualified as a soft open solid foam, made of rather large cells with holes in their walls (Fig. 4). At microscopic scale, the cell walls are made of pasted starch granules and a denatured gluten network that may be diluted by legume proteins (Fleming & Sosulski, 1978; Mohammed et al., 2012).

In conclusion, this material science generic approach allows the formulation of hypotheses concerning the effects of incorporating legume flour on the structure of cereal products. However, analyzing such effects is no trivial task, due to the combination of various structuring phenomena at different length scales. To illustrate this complexity, in the following section, we include a supplementary analysis of the incorporation of legume flour in order to describe the differences in behavior we observed during processing, to discuss the validity of some of the previously proposed hypotheses, and to propose changes in the process to insure the quality of such products. It aims at giving an additional highlight to the generic approach developed so far, for two of the five cereal products.

## **Incorporating legume flour in wheat foods requires modifying food processing: examples of low hydrated (pasta) and hydrated (cakes) products**

The examples below illustrate the effects of product-process interactions on the structure of pasta and cake during dough formation and thermal treatment at different length scales.

### ***During dough formation***

Legumes incorporated in the pasta dough act as a diluting agent for the gluten network and slightly weakened the protein interactions (from 11% in wheat to 7% in 35% legume enriched pasta) at molecular scale (Petitot, Barron, et al., 2010). At macroscopic scale, a formation of large sticky heterogeneous lumps of dough (particle size > 1-4 mm) was observed upon hydration and mixing, rendering the extrusion step difficult especially when the proportion of legume flour was greater than 35% (Petitot, Boyer, et al., 2010; Wood, 2009). This can be attributed to the difference in particle size of legume flour and semolina that can affect their hydration properties and increase dough heterogeneity. Moreover, the higher proportion of protein and enzyme in legume flour can modify its granulation properties (Laleg, Cassan, Abecassis, & Micard, 2016). An increase in mixing speed from 60 to 120 rpm and a decrease in dough hydration from 47% db in wheat pasta to 45-40% db in pasta containing at least 35% of legume have been suggested as a way of limiting the formation of aggregates and lumpy dough (Petitot, Boyer, et al., 2010). New alternatives are proposed under patent WO 2016097328 A1 (Laleg, Cassan, Abecassis, et al., 2016).

In the processing of industrial soft cakes (e.g. layer cakes or pound cakes), batter can be formed by multi-stage mixing of dry ingredients (flour, sugar, emulsifiers) with egg and water, and with fat in the form of liquid oil. During the first step, the flour is hydrated and a foam is created. At macroscopic scale, this leads to the formation of a continuous phase of hydrated proteins in which air bubbles, fat droplets, and starch granules are dispersed. Proteins and starch undergo glass transition. At this level, the ability of wheat or legume proteins to solvate or hydrate determines batter viscosity, which is a fundamental criterion for cake expansion (Sahi & Alava, 2003). Concerning foaming at mesoscopic scale, the presence of 20% to 40% of pea flour in a mix with wheat flour reduced batter density (-12% and -16% of batter density respectively compared to 100% wheat batter in a pound cake recipe, Monnet et al., unpublished results). The better interfacial properties of legume proteins enabled more efficient stabilization of the bubbles than wheat proteins. One way to incorporate the same amount of air at this step would be to reduce the duration of mixing when pea flour is used. During the second step of mixing, an oil-in-water emulsion is formed. Usually a partial loss of air can be observed at this step due to the antifoaming properties of oil. After oil is incorporated, the batter densities are equivalent (-1% or -2% with respectively, 20% or 40% of pea flour). Thus, the higher surface activity of pea proteins does not seem to prevent the antifoaming action of oil. However, in layer cakes made with a single-stage mixing method, Gómez et al. (2008, 2012) and De la Hera et al. (2012) reported significant decreases in batter density with the incorporation of 50% to 100% of chickpea, pea or lentil flour (-3% to -10% of density depending on the proportion, the cultivar and particle size of the legume concerned). Beyond the quantity of air at macroscopic scale, incorporating legume flour may affect the size and distribution of air bubbles in the batter. Gómez et al. (2012) showed that the distribution of air in batters containing 50% or 100% of pea flour was more stable with smaller bubbles. In turn, this could impact cell structure in the cake and hence its global structural and textural properties.

### ***During thermal treatment***

In standard processing of wheat pasta, drying promotes the aggregation of protein polymers through disulfide bonds, leading to the formation of larger protein aggregates (Petitot, Barron, et al., 2010). The extent of protein aggregation depends on the drying temperature (55 °C vs. 90 °C). At a low drying temperature (55 °C), as there is no thermosetting of either wheat or legume proteins, incorporating legume flour has no other impact than gluten dilution. The low drying program does not provide the right conditions for legume proteins to interact with each other covalently or with gluten via disulfide bonds. At a higher drying temperature (90 °C) additional covalent linkages (mainly disulfide, isopeptide or Maillard products) involving both wheat and legume proteins can be created (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017). A proportion of between 35% and 100% faba bean pasta dried at a very high temperature was subject to fewer covalent protein interactions than wheat pasta. However,

the increase in covalently linked proteins at very high temperature versus low temperature drying conditions was greater when the amount of faba bean proteins was increased from 0% to 100%, showing that very high drying temperature enables additional reactivity of faba proteins.

Cooking results in extensive protein aggregation through covalent bonds in both wheat and in legume enriched pasta. This reduces the difference in network structuring between pasta with and without legume flour even if one difference can still be observed: a significant increase in losses during cooking, depending on the proportion of legume flour added, has been reported for pasta enriched with different types of legumes (lentil, pea, black gram, white bean and faba bean) (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017; Laleg, Cassan, Barron, et al., 2016; Rosa-Sibakov et al., 2016; Wójtowicz & Mościcki, 2014). The losses were linked to several phenomena, including the weaker final protein structure due to the reduced capacity of legume proteins to covalently interlink, to the disruption of gluten matrix by the higher quantity of fiber provided by legume flour (Petitot, Barron, et al., 2010), and to the increased proportions of salt-soluble proteins resulting from the incorporation of legume flour (Petitot, Boyer, et al., 2010). Drying pasta at a high temperature can help counteract cooking losses notably by increasing the proportion of proteins linked by covalent linkages in the pasta protein network (Laleg, Barron, Cordelle, et al., 2017).

When soft cakes are baked, wheat glutenins and gliadins bind to each other through disulfide bonds and egg proteins do the same separately. It is only at the very end of baking that both kinds of proteins interact through disulfide bonds (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017). This interaction reduces the proportion of non-extractible proteins due to steric hindrance (Dewaest, Villemejeane, Berland, Michon, et al., 2017). When 20% to 40% of pea flour was incorporated in a pound cake recipe, an almost linear increase in the proportion of proteins linked by weak interactions was observed (+ 43% and + 81% respectively, Monnet et al., unpublished results). This increase was offset by a decrease in the proportion of covalently linked proteins (-7% and -13%, respectively) however, with little variation in the proportion of proteins linked by disulfide bonds (-3% and +1%). This is inherent to the structure of legume proteins. Thus, introducing legume proteins may weaken the force of interaction between proteins, especially their capacity to strongly bind to wheat and egg proteins. At macroscopic scale, incorporating pea flour increased the density of the cake (+3% for 20% or 40% compared to the control). At microscopic scale, the distribution of air among the cell walls appeared to be more homogeneous, and the cell walls appeared to be thicker. This suggests later and/or less efficient stiffening of the structure (due to a delay in thermosetting and/or reduced starch content) that may have caused shrinking of the cells and thickening of the cell walls during baking.

These two examples show how, by changing the nature, proportion, and functionalities of the components (especially the binding abilities of proteins), incorporating legume flour can result in differences in the structure building process, thereby elucidating the product-process interactions that occur from the raw material to the end product.



## Conclusion

Mixing legume and cereal flour leads to process different nature and amounts of their two main components, starch and proteins. Even though our approach, which consists in considering their distinct thermal transitions independently (one from another, and from other components and ingredients) may limit our overall understanding, the theoretical differences in their transition temperatures enabled us to propose preliminary hypotheses concerning the multi-scale structure building during baking or drying in connection with expansion properties in the case of aerated products. Comparing these hypotheses with results in the literature and with our own experience provided information on the effects of incorporating legume flour in standard cereal products at macroscopic, mesoscopic and macromolecular scales. Yet it is clear that establishing relationships between phenomena at different length scales is far from simple. Considering the information collected at different length scales, it can be assumed that incorporating legume flour has a significant effect on product structuring during processing. Knowledge about how to adapt process parameters to counteract such effects is already partially available. For snacks, barrel temperature, screw speed, feed rate and moisture content can be adjusted to modulate melt viscosity and expansion with respect to stiffening. For pasta, an increase in mixing speed and a decrease in hydration of the dough are recommended to limit the formation of lumps, and more drastic drying conditions to compensate for the weakening of protein interactions and the dilution of the gluten network. For cake, adjustments in mixing speed or in the order of incorporating the ingredients during batter formation could make it possible to adjust the amount and the distribution of air, and improvements could be made in structure setting by changing baking parameters (temperature, air speed). Finally for bread, dilution of the gluten network could be counteracted by sequential mixing to enable the formation of the protein network before the legume flour is added. The use of a structuring agent, such as a gum or animal proteins (ovalbumins) to imitate gluten structure is a possible alternative. In this way, wheat and legume flours could be successfully combined in a wide variety of cereal products. Aside from structural aspects, the nutritional quality of legume-enriched products is significantly improved. Adverse sensory effects are still an obstacle to the wider use of these products, but it is believed that such effects could be counteracted by proper aromatic formulation, and should thus not be considered as limiting. Finally, we propose an approach that could help predict the effect of replacing wheat flour with legume flour and make it possible to control the structure and texture of the product at each stage of processing, depending on the path taken by the components in the state diagram. This approach should be completed by studies of thermal transitions in real formula conditions, as well as by detailed studies on the structural changes that occur at microscopic and macromolecular length scales in all cereal products.

## ACKNOWLEDGEMENTS

This work was carried out in the framework of the projects VEGAGE and FLEXIPROCESS that received the financial support from the Carnot Qualiment Agency. The authors thank the Carnot Qualiment, AgroParisTech, Montpellier SupAgro, INRA, the French Ministry of Higher Education and Research and the Region Auvergne for their financial support of the authors.

## References

1. Abecassis, J., Abbou, R., Chaurand, M., & Morel, M. (1994). Influence of extrusion conditions on extrusion speed, temperature, and pressure in the extruder and on pasta quality. *Cereal Chemistry*, 71, 247–253.
2. Abou-Zaid, A. A. M., Ramadan, M. T., & Al-Asklany, S. A. (2011). Utilization of Faba bean and lupin flours in gluten free cake production. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 5(12), 2665–2672.
3. Aguilera, J. M., & Stanley, D. W. (1999). The Microstructural Approach. In J. M. Aguilera & D. W. Stanley (Eds.), *Microstructural Principles of Food Processing and Engineering* (pp. 413–423). Gaithersburg: Aspen Publishers, Inc.
4. Ahmed, A. R. (2014). Influence of Chemical Properties of Wheat-Lupine Flour Blends on Cake Quality. *American Journal of Food Science and Technology*, 2(2), 67–75. <http://doi.org/10.12691/ajfst-2-2-4>
5. Alam, J., Talukder, M. U., Rahman, M. N., Prodhan, U. K., & Huq, A. K. O. (2013). Evaluation of the nutritional and sensory quality of functional breads prepared from whole wheat and soybean flour. *Annals Food Sci Technol*, 14(2), 171–175.
6. Anton, A. A., Gary Fulcher, R., & Arntfield, S. D. (2009). Physical and nutritional impact of fortification of corn starch-based extruded snacks with common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) flour: Effects of bean addition and extrusion cooking. *Food Chemistry*, 113(4), 989–996. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.08.050>
7. Bengoechea, C., Arrachid, A., Guerrero, A., Hill, S. E., & Mitchell, J. R. (2007). Relationship between the glass transition temperature and the melt flow behavior for gluten, casein and soya. *Journal of Cereal Science*, 45(3), 275–284. <http://doi.org/10.1016/J.JCS.2006.08.011>
8. Boye, J. I., Aksay, S., Roufik, S., Ribéreau, S., Mondor, M., Farnworth, E., & Rajamohamed, S. H. (2010). Comparison of the functional properties of pea, chickpea and lentil protein concentrates processed using ultrafiltration and isoelectric precipitation techniques. *Food Research International*, 43(2), 537–546. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.021>
9. Boye, J. I., Zare, F., & Pletch, A. (2010). Pulse proteins: Processing, characterization, functional properties and applications in food and feed. *Food Research International*, 43(2), 414–431. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.003>
10. Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: structure and biosynthesis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 23(2), 85–112.
11. Campbell, L., Euston, S. R., & Ahmed, M. A. (2016). Effect of addition of thermally modified cowpea protein on sensory acceptability and textural properties of wheat bread and sponge cake. *Food Chemistry*, 194, 1230–1237. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.09.002>
12. CAOISCO. (2016). Annual report 2016. <http://caobisco.eu/caobisco-chocolate-biscuits-confectionery-europe-page-41-Annual-Report.html#.W1M-NclyVtk> Accessed 18.07.21.
13. Chevallier, S., Colonna, P., Buléon, A., & Della Valle, G. (2000). Physicochemical Behaviors of Sugars, Lipids, and Gluten in Short Dough and Biscuit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(4), 1322–1326. <http://doi.org/10.1021/jf990435+>
14. Chevallier, S., Colonna, P., Della Valle, G., & Lourdin, D. (2000). Contribution of Major Ingredients during Baking of Biscuit Dough Systems. *Journal of Cereal Science*, 31(3), 241–252. <http://dx.doi.org/10.1006/jcrs.2000.0308>
15. Chung, H. J., Liu, Q., Hoover, R., Warkentin, T. D., & Vandenberg, B. (2008). In vitro starch digestibility, expected glycemic index, and thermal and pasting properties of flours from pea, lentil and chickpea cultivars. *Food Chemistry*, 111(2), 316–321. <http://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2008.03.062>
16. Colonna, P., Doublier, J. L., Melcion, J. P., De Monredon, F., & Mercier, C. (1984). Extrusion cooking and drum drying of wheat starch. *Cereal Chemistry*, 61, 538–554.
17. Cuq, B., Abecassis, J., & Guilbert, S. (2003). State diagrams to help describe wheat bread processing. *International Journal of Food Science and Technology*, 38(7), 759–766. <http://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2003.00748.x>
18. D’Appolonia, B. L. (1977). Rheological and baking studies of legume-wheat flour blends. *Cereal Chemistry*, 54(1), 53–63.
19. De la Hera, E., Ruiz-París, E., Oliete, B., & Gómez, M. (2012). Studies of the quality of cakes made with wheat-lentil composite flours. *LWT - Food Science and Technology*, 49(1), 48–54. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.05.009>
20. Della Valle, G., Kozłowski, A., Colonna, P., & Tayeb, J. (1989). Starch transformation estimated by the energy balance on a twin screw extruder. *Lebensmittel Wissenschaft Technologie*, 22(5), 279–286.

21. Dewaest, M., VILLEMEJANE, C., BERLAND, S., NERON, S., CLEMENT, J., VEREL, A., & MICHON, C. (2017). Effect of crumb cellular structure characterized by image analysis on cake softness. *Journal of Texture Studies*, 49(3), 328–338. <http://doi.org/10.1111/jtxs.12303>
22. Dewaest, M., VILLEMEJANE, C., BERLAND, S., MICHON, C., VEREL, A., & MOREL, M.-H. (2017). Changes in protein size distribution during wheat flour cake processing. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 333–341. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.01.036>
23. Donovan, J. W. (1977). A study of the baking process by differential scanning calorimetry. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(6), 571–578. <http://doi.org/10.1002/jsfa.2740280616>
24. Duranti, M. (2006). Grain legume proteins and nutraceutical properties. *Fitoterapia*, 77(2), 67–82. <http://doi.org/10.1016/j.fitote.2005.11.008>
25. Duranti, M., & GIUS, C. (1997). Legume seeds: protein content and nutritional value. *Field Crops Research*, 53(1–3), 31–45. [http://doi.org/10.1016/S0378-4290\(97\)00021-X](http://doi.org/10.1016/S0378-4290(97)00021-X)
26. Eliasson, A. (1980). Effect of water content on the gelatinization of wheat starch. *Starch-Stärke*, 32(8), 270–272.
27. FAO. (2011). Feeding the future. In A. McLeod (Ed.), *World Livestock 2011 - Livestock in food security* (pp. 77–97). Rome: FAO.
28. FAO. FAOSTAT Food Balance Sheets. (2016). <http://www.fao.org/faostat/en/#data/FBS> Accessed 17.02.17.
29. Feillet, P. (2000). *Le grain de blé: composition et utilisation*. Paris : Quae, (Chapters 2-6).
30. Fenn, D., Lukow, O. M., Humphreys, G., Fields, P. G., & Boye, J. I. (2010). Wheat-Legume Composite Flour Quality. *International Journal of Food Properties*, 13(2), 381–393. <http://doi.org/10.1080/10942910802571729>
31. Fleming, S. E., & Sosulski, F. W. (1978). Microscopic evaluation of bread fortified with concentrated plant proteins. *Cereal Chemistry*, 55(3), 373–382.
32. Fleming, S. E., & Sosulski, F. W. (1977a). Breadmaking properties of four concentrated plant proteins.pdf. *Cereal Chemistry*, 54(5), 1124–1140.
33. Fleming, S. E., & Sosulski, F. W. (1977b). Nutritive value of bread fortified with concentrated plant proteins and lysine. *Cereal Chemistry*, 54(6), 1238–1248.
34. Foschia, M., Horstmann, S. W., Arendt, E. K., & Zannini, E. (2017). Legumes as functional ingredients in gluten-free bakery and pasta products. *Annual Review of Food Science and Technology*, 8, 75–96. <http://doi.org/10.1146/annurev-food-030216-030045>
35. Fujiwara, N., Hall, C., & Jenkins, A. L. (2017). Development of Low Glycemic Index (GI) Foods by Incorporating Pulse Ingredients into Cereal-Based Products: Use of In Vitro Screening and In Vivo Methodologies. *Cereal Chemistry*, 94(1), 110–116. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2009.01347.x>
36. Gómez, M., Doyagüe, M. J., & De la Hera, E. (2012). Addition of pin-milled pea flour and air-classified fractions in layer and sponge cakes. *LWT - Food Science and Technology*, 46(1), 142–147. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.10.014>
37. Gómez, M., Oliete, B., Rosell, C. M., Pando, V., & Fernández, E. (2008). Studies on cake quality made of wheat-chickpea flour blends. *LWT-Food Science and Technology*, 41(9), 1701–1709.
38. Goñi, I., & Valentín-Gamazo, C. (2003). Chickpea flour ingredient slows glycemic response to pasta in healthy volunteers. *Food Chemistry*, 81(4), 511–515. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00480-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00480-6)
39. Greffeuille, V., Marsset-Baglieri, A., Molinari, N., Cassan, D., Sutra, T., Avignon, A., & Micard, V. (2015). Enrichment of pasta with faba bean does not impact glycemic or insulin response but can enhance satiety feeling and digestive comfort when dried at very high temperature. *Food & Function*, 6(9), 2996–3005. <http://doi.org/10.1039/C5FO00382B>
40. Gualarte, M. A., Gómez, M., & Rosell, C. M. (2012). Impact of legume flours on quality and in vitro digestibility of starch and protein from gluten-free cakes. *Food and Bioprocess Technology*, 5(8), 3142–3150. <http://doi.org/10.1007/s11947-011-0642-3>
41. Güler, S., Köksel, H., & Ng, P. K. W. (2002). Effects of industrial pasta drying temperatures on starch properties and pasta quality. *Food Research International*, 35(5), 421–427. [https://doi.org/10.1016/S0963-9969\(01\)00136-3](https://doi.org/10.1016/S0963-9969(01)00136-3)
42. Heenan, S. P., Hamid, N., Dufour, J.-P., Harvey, W., & Delahunty, C. M. (2009). Consumer freshness perceptions of breads, biscuits and cakes. *Food Quality and Preference*, 20(5), 380–390. <http://doi.org/10.1016/j.foodqual.2009.02.008>
43. Hoover, R., Hughes, T., Chung, H. J., & Liu, Q. (2010). Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: A review. *Food Research International*, 43(2), 399–413. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.001>

44. Hoover, R., & Ratnayake, W. S. (2002). Starch characteristics of black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada. *Food Chemistry*, 78(4), 489–498. [http://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00163-2](http://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00163-2)
45. Jayasena, V., & Nasar-Abbas, S. M. (2011). Effect of lupin flour incorporation on the physical characteristics of dough and biscuits. *Quality Assurance and Safety of Crops and Foods*, 3(3), 140–147. <http://doi.org/10.1111/j.1757-837X.2011.00100.x>
46. Kaletunç, G., & Breslauer, K. J. (1996). Construction of a wheat-flour state diagram: Application to extrusion processing. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 47(5), 1267–1288.
47. Karaca, A. C., Low, N., & Nickerson, M. (2011). Emulsifying properties of chickpea, faba bean, lentil and pea proteins produced by isoelectric precipitation and salt extraction. *Food Research International*, 44(9), 2742–2750. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.06.012>
48. Kitabatake, N., Tahara, M., & Doi, E. (1990). Thermal denaturation of soybean protein at low water contents. *Agricultural and Biological Chemistry*, 54(9), 2205–2212.
49. Kokini, J. L., Chang, C. N., & Lai, L. S. (1992). The role of rheological properties on extrudate expansion. *Food Extrusion Science and Technology*, 740, 631–652.
50. Kokini, J. L., Cocero, A. M., & Madeka, H. (1995). State diagrams help predict rheology of cereal proteins: Chemical and rheological changes during phase transition in food. *Food Technology*, 49(10), 74–82.
51. Kumar, R., Kumar, A., Sharma, N. K., Kaur, N., Chunduri, V., Chawla, M., Sharma, S., Singh, K., Garg, M. (2016). Soft and Hard Textured Wheat Differ in Starch Properties as Indicated by Trimodal Distribution, Morphology, Thermal and Crystalline Properties. *PloS One*, 11(1), 1–14. <http://doi.org/10.1371/journal.pone.0147622>
52. L'Hocine, L., Boye, J. I., & Arcand, Y. (2006). Composition and functional properties of soy protein isolates prepared using alternative defatting and extraction procedures. *Journal of Food Science*, 71(3), C137–C145.
53. Laleg, K., Barron, C., Cordelle, S., Schlich, P., Walrand, S., & Micard, V. (2017). How the structure, nutritional and sensory attributes of pasta made from legume flour is affected by the proportion of legume protein. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 471–478.
54. Laleg, K., Barron, C., Santé-Lhoutellier, V., Walrand, S., & Micard, V. (2016). Protein enriched pasta: structure and digestibility of its protein network. *Food & Function*, 7(2), 1196–1207. <http://doi.org/10.1039/C5FO01231G>
55. Laleg, K., Cassan, D., Abecassis, J., & Micard, V. (2016). Procédé de fabrication de pâte destinée à l'alimentation humaine et/ou animale comprenant au moins 35% de légumineuse. *Patent No. WO 2016097328 A1*. France: WIPO Google Patents.
56. Laleg, K., Cassan, D., Barron, C., Prabhasankar, P., & Micard, V. (2016). Structural, culinary, nutritional and anti-nutritional properties of high protein, gluten free, 100% legume pasta. *PloS One*, 11(9), 1–19.
57. Lazou, A. E., Michailidis, P. A., Thymi, S., Krokida, M. K., & Bisharat, G. I. (2007). Structural Properties of Corn-Legume Based Extrudates as a Function of Processing Conditions and Raw Material Characteristics. *International Journal of Food Properties*, 10(4), 721–738. <http://doi.org/10.1080/10942910601154305>
58. Lazou, A. E., & Krokida, M. K. (2010). Structural and textural characterization of corn–lentil extruded snacks. *Journal of Food Engineering*, 100(3), 392–408. <http://doi.org/10.1016/J.JFOODENG.2010.04.024>
59. Lostie, M., Peczkowski, R., Andrieu, J., & Laurent, M. (2002). Study of sponge cake batter baking process. Part I: Experimental data. *Journal of Food Engineering*, 51(2), 131–137. [http://doi.org/10.1016/S0260-8774\(01\)00049-8](http://doi.org/10.1016/S0260-8774(01)00049-8)
60. Mann, J., Schiedt, B., Baumann, A., Conde-Petit, B., & Vilgis, T. A. (2014). Effect of heat treatment on wheat dough rheology and wheat protein solubility. *Revista de Agaroquímica y Tecnología de Alimentos*, 20(5), 341–351. <http://doi.org/10.1177/1082013213488381>
61. Mcwatters, K. H. (1978). Cookie baking properties of defatted peanut, soybean, and field pea flours. *Cereal Chemistry*, 55(6), 853–863.
62. Mellen, P. B., Walsh, T. F., & Herrington, D. M. (2008). Whole grain intake and cardiovascular disease: a meta-analysis. *Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases*, 18(4), 283–290. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2006.12.008>
63. Mizuno, A., Mitsuiki, M., & Motoki, M. (2000). Effect of transglutaminase treatment on the glass transition of soy protein. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(8), 3286–3291. <https://doi.org/10.1021/jf9911500>
64. Mohammed, I., Ahmed, A. R., & Senge, B. (2012). Dough rheology and bread quality of wheat–chickpea flour blends. *Industrial Crops and Products*, 36(1), 196–202. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.09.006>

65. Morales, A., & Kokini, J. L. (1997). Glass transition of soy globulins using differential scanning calorimetry and mechanical spectrometry. *Biotechnology Progress*, 13(5), 624–629. <http://doi.org/10.1021/bp9700519>
66. Moraru, C. I., & Kokini, J. L. (2003). Nucleation and Expansion During Extrusion and Microwave Heating of Cereal Foods. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2(4), 147–165. <http://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2003.tb00020.x>
67. Noor Aziah, A. A., Mohamad Noor, A. Y., & Ho, L.-H. (2012). Physicochemical and organoleptic properties of cookies incorporated with legume flour. *International Food Research Journal*, 19(4), 1539–1543.
68. Noorfarahzilah, M., Lee, J. S., Sharifufin, M. S., Mohd Fadzelly, A. B., & Hasmadi, M. (2014). Applications of composite flour in development of food products. *International Food Research Journal*, 21(6), 2061–2074.
69. OECD/FAO. (2016). *OECD-FAO Agricultural Outlook 2016-2025*. Paris: OECD Publishing, (Table 3.A1.4).
70. Osorio-Díaz, P., Agama-Acevedo, E., Mendoza-Vinalay, M., Tovar, J., & Bello-Pérez, L. A. (2008). Pasta added with chickpea flour: chemical composition, in vitro starch digestibility and predicted glycemic index. *Ciencia Y Tecnología Alimentaria*, 6(1), 6–12. <http://doi.org/10.1080/11358120809487621>
71. Patel, M. M., & Rao, G. V. (1995). Effect of untreated, roasted and germinated black gram (*Phaseolus mungo*) flours on the physico-chemical and biscuit (cookie) making characteristics of soft wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 22(3), 285–291. <https://doi.org/10.1006/jcrs.1995.0065>
72. Patil, S. S., Brennan, M. A., Mason, S. L., & Brennan, C. S. (2016). The effects of fortification of legumes and extrusion on the protein digestibility of wheat based snack. *Foods*, 5(2), 26. <https://doi.org/10.3390/foods5020026>
73. Pelgrom, P. J. M., Schutyser, M. A. I., & Boom, R. M. (2013). Thermomechanical Morphology of Peas and Its Relation to Fracture Behaviour. *Food and Bioprocess Technology*, 6(12), 3317–3325. <http://doi.org/10.1007/s11947-012-1031-2>
74. Pelzer, E., Bazot, M., Makowski, D., Corre-Hellou, G., Naudin, C., Al Rifai, M., Baranger, E., Bedoussac, L., Biarnès, V., Boucheny, P., Carrouée, B., Dorvillez, D., Foissy, D., Gaillard, B., Guichard, L., Mansard, M.-C., Omon, B., Prieur, L., Yvergniaux, M., Justes, E., Jeuffroy, M.-H. (2012). Pea-wheat intercrops in low-input conditions combine high economic performances and low environmental impacts. *European Journal of Agronomy*, 40, 39–53. <http://doi.org/10.1016/j.eja.2012.01.010>
75. Perrot, C. (1995). Les protéines de pois : de leur fonction dans la graine à leur utilisation en alimentation animale. *INRA Productions Animales*, 8(3), 151–164.
76. Petitot, M., Abecassis, J., & Micard, V. (2009). Structuring of pasta components during processing: impact on starch and protein digestibility and allergenicity. *Trends in Food Science & Technology*, 20(11), 521–532. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2009.06.005>
77. Petitot, M., Barron, C., Morel, M.-H., & Micard, V. (2010). Impact of legume flour addition on pasta structure: consequences on its in vitro starch digestibility. *Food Biophysics*, 5(4), 284–299.
78. Petitot, M., Boyer, L., Minier, C., & Micard, V. (2010). Fortification of pasta with split pea and faba bean flours: Pasta processing and quality evaluation. *Food Research International*, 43(2), 634–641. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.020>
79. Petitot, M., Brossard, C., Barron, C., Larré, C., Morel, M.-H., & Micard, V. (2009). Modification of pasta structure induced by high drying temperatures. Effects on the in vitro digestibility of protein and starch fractions and the potential allergenicity of protein hydrolysates. *Food Chemistry*, 116(2), 401–412. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.01.001>
80. Previtali, M. A., Mastromatteo, M., De Vita, P., Ficco, D. B. M., Conte, A., & Del Nobile, M. A. (2014). Effect of the lentil flour and hydrocolloids on baking characteristics of wholemeal durum wheat bread. *International Journal of Food Science & Technology*, 49(11), 2382–2390. <http://doi.org/10.1111/ijfs.12559>
81. Rababah, T. M., Al-Mahasneh, M. A., & Ereifej, K. I. (2006). Effect of chickpea, broad bean, or isolated soy protein additions on the physicochemical and sensory properties of biscuits. *Journal of Food Science*, 71(6), S438–S442. <http://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2006.00077.x>
82. Raidl, M. A., & Klein, B. P. (1983). Effects of soy or field pea flour substitution on physical and sensory characteristics of chemically leavened quick breads. *Cereal Chemistry*, 60(5), 367–370.
83. Roos, Y. H., & Drusch, S. (2016). Food Components and Polymers. In Y. H. Roos & S. Drusch (Eds.), *Phase transitions in foods* (pp. 115–162). Waltham: Academic Press.
84. Rosa-Sibakov, N., Heiniö, R.-L., Cassan, D., Holopainen-Mantila, U., Micard, V., Lantto, R., & Sozer, N. (2016). Effect of bioprocessing and fractionation on the structural, textural and sensory properties of gluten-free faba bean pasta. *LWT - Food Science and Technology*, 67, 27–36.

- <http://doi.org/10.1016/J.LWT.2015.11.032>
85. Sahi, S. S., & Alava, J. M. (2003). Functionality of emulsifiers in sponge cake production. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83(14), 1419–1429.
  86. Shevkani, K., Singh, N., Kaur, A., & Rana, J. C. (2015). Structural and functional characterization of kidney bean and field pea protein isolates: A comparative study. *Food Hydrocolloids*, 43, 679–689. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.07.024>
  87. Shewry, P. R., Tatham, A. S., Forde, J., Kreis, M., & Mifflin, B. J. (1986). The classification and nomenclature of wheat gluten proteins: A reassessment. *Journal of Cereal Science*, 4(2), 97–106. [http://doi.org/10.1016/S0733-5210\(86\)80012-1](http://doi.org/10.1016/S0733-5210(86)80012-1)
  88. Shogren, R. L., Mohamed, A. A., & Carriere, C. J. (2003). Sensory Analysis of Whole Wheat/Soy Flour Breads. *Journal of Food Science*, 68(6), 2141–2145. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2003.tb07033.x>
  89. Singh, N., Singh Sandhu, K., & Kaur, M. (2004). Characterization of starches separated from Indian chickpea (*Cicer arietinum* L.) cultivars. *Journal of Food Engineering*, 63(4), 441–449. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2003.09.003>
  90. Sosulski, F. W., Hoover, R., Tyler, R. T., Murray, E. D., & Arntfield, S. D. (1985). Differential Scanning Calorimetry of Air-Classified Starch and Protein Fractions from Eight Legume Species. *Starch-Stärke*, 37(8), 257–262.
  91. Sosulski, F. W., & Mc Curdy, A. (1987). Functionality of Flours, Protein Fractions and Isolates from Field Peas and Faba Bean. *Journal of Food Science*, 52(4), 1010–1014. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1987.tb14263.x>
  92. Sparvoli, F., Laureati, M., Pilu, R., Pagliarini, E., Toschi, I., Giuberti, G., Fortunati, P., Daminati M.G., Cominelli, E., Bollini, R. (2016). Exploitation of common bean flours with low antinutrient content for making nutritionally enhanced biscuits. *Frontiers in Plant Science*, 7, 928. <http://doi.org/10.3389/fpls.2016.00928>
  93. Toews, R., & Wang, N. (2013). Physicochemical and functional properties of protein concentrates from pulses. *Food Research International*, 52(2), 445–451. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.12.009>
  94. Torres, A., Frias, J., Granito, M., Guerra, M., & Vidal-Valverde, C. (2007). Chemical, biological and sensory evaluation of pasta products supplemented with  $\alpha$ -galactoside-free lupin flours. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87(1), 74–81.
  95. Torres, A., Frias, J., Granito, M., & Vidal-Valverde, C. (2007). Germinated *Cajanus cajan* seeds as ingredients in pasta products: Chemical, biological and sensory evaluation. *Food Chemistry*, 101(1), 202–211. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.01.018>
  96. USDA. (2016). USDA National Nutrient Database for Standard Reference, Release 28. <https://ndb.nal.usda.gov/ndb/search/list> Accessed 17.03.29.
  97. Vanin, F. M., Lucas, T., & Trystram, G. (2009). Crust formation and its role during bread baking. *Trends in Food Science & Technology*, 20(8), 333–343.
  98. Villarino, C. B. J., Jayasena, V., Coorey, R., Chakrabarti-Bell, S., Foley, R., Fanning, K., & Johnson, S. K. (2015). The effects of lupin (*Lupinus angustifolius*) addition to wheat bread on its nutritional, phytochemical and bioactive composition and protein quality. *Food Research International*, 76, 58–65. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.11.046>
  99. Wade, P., & Davis, R. I. (1964). Energy requirements for the mixing of biscuit doughs under industrial conditions. BBIRA Rep, 71.
  100. Wang, J., Zhao, M., Yang, X., & Jiang, Y. (2006). Improvement on functional properties of wheat gluten by enzymatic hydrolysis and ultrafiltration. *Journal of Cereal Science*, 44(1), 93–100. <http://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.04.002>
  101. Wang, N., Hatcher, D. W., Toews, R., & Gawalko, E. J. (2009). Influence of cooking and dehulling on nutritional composition of several varieties of lentils (*Lens culinaris*). *LWT - Food Science and Technology*, 42(4), 842–848. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.10.007>
  102. Withana-Gamage, T. S., Wanasundara, J. P. D., Pietrasik, Z., & Shand, P. J. (2011). Physicochemical, thermal and functional characterisation of protein isolates from Kabuli and Desi chickpea (*Cicer arietinum* L.): a comparative study with soy (*Glycine max*) and pea (*Pisum sativum* L.). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(6), 1022–31. <http://doi.org/10.1002/jsfa.4277>
  103. Wójtowicz, A., & Mościcki, L. (2014). Influence of legume type and addition level on quality characteristics, texture and microstructure of enriched precooked pasta. *LWT - Food Science and Technology*, 59(2), 1175–1185. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.06.010>
  104. Wood, J. A. (2009). Texture, processing and organoleptic properties of chickpea-fortified spaghetti with insights to the underlying mechanisms of traditional durum pasta quality. *Journal of Cereal Science*,

- 49(1), 128–133. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2008.07.016>
105. Ye, E. Q., Chacko, S. A., Chou, E. L., Kugizaki, M., & Liu, S. (2012). Greater whole-grain intake is associated with lower risk of type 2 diabetes, cardiovascular disease, and weight gain. *The Journal of Nutrition*, *142*(7), 1304–1313. <https://doi.org/10.3945/jn.111.155325>
106. Young, V. R., & Pellett, P. L. (1994). Plant proteins in relation to human protein and amino acid nutrition. *The American Journal of Clinical Nutrition*, *59*(5 Suppl), 1203S–1212S.
107. Zafar, T. A., Al-Hassawi, F., Al-Khulaifi, F., Al-Rayyes, G., Waslien, C., & Huffman, F. G. (2015). Organoleptic and glycemic properties of chickpea-wheat composite breads. *Journal of Food Science and Technology*, *52*(4), 2256–2263. <http://doi.org/10.1007/s13197-013-1192-7>
108. Zhao, Y. H., Manthey, F. A., Chang, S. K. C., Hou, H.-J., & Yuan, S. H. (2005). Quality Characteristics of Spaghetti as Affected by Green and Yellow Pea, Lentil, and Chickpea Flours. *Journal of Food Science*, *70*(6), s371–s376. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2005.tb11458.x>
109. Zhou, Y., Hoover, R., & Liu, Q. (2004). Relationship between  $\alpha$ -amylase degradation and the structure and physicochemical properties of legume starches. *Carbohydrate Polymers*, *57*(3), 299–317. <http://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2004.05.010>
110. Zucco, F., Borsuk, Y., & Arntfield, S. D. (2011). Physical and nutritional evaluation of wheat cookies supplemented with pulse flours of different particle sizes. *LWT - Food Science and Technology*, *44*(10), 2070–2076. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.06.00>

### Annexe 3 : Démarche de plan d'expériences pour la modélisation et l'optimisation de la fabrication

Les démarches de plan d'expériences sont des processus codifiés permettant d'organiser les expériences à réaliser dans le but de répondre à une question scientifique ou technique concernant l'effet de plusieurs facteurs expérimentaux X sur une ou plusieurs réponses mesurées Y. Ces démarches s'opposent aux méthodes classiques d'essai-erreur (« one-variable-at-a-time » en anglais) consistant à faire varier un seul facteur X à la fois en conservant les niveaux des autres facteurs constants, rendant ainsi impossibles l'étude des interactions entre facteurs et ne permettant pas d'identifier à coup sûr des optimums globaux. Correctement employées, ces méthodes de planification expérimentale permettent : i) d'établir la modélisation du phénomène étudié, c'est-à-dire d'établir la relation entre les facteurs X, leurs interactions et les réponses Y ; ii) d'identifier la ou les solutions optimales, c'est-à-dire de déterminer les niveaux des facteurs X (les conditions opératoires) à adopter pour cibler une valeur de Y ou un ensemble de valeurs de Y ; iii) de parvenir à ces finalités en minimisant le nombre d'essais nécessaires et en garantissant la meilleure précision possible sur les résultats (Goupy & Creighton, 2006).

Dans le domaine de l'étude de la seconde transformation céréalière ces méthodes sont relativement répandues lorsqu'il s'agit d'étudier l'effet de plusieurs facteurs expérimentaux sur une ou plusieurs réponses mesurées (Lee & Hosney, 1982; Turabi et al., 2008). Cependant une démarche de plan d'expériences complète se compose d'un nombre important d'étapes et les études ne les exécutent pas toutes, ou pas de la même façon. La partie qui suit a pour objectif de présenter brièvement les étapes qui composent classiquement une démarche de plan d'expériences à partir d'informations issues des ouvrages de Jacques Goupy (Goupy, 1988, 1999; Goupy & Creighton, 2006). Ce résumé sera discuté en parallèle d'une synthèse des caractéristiques de démarches mises en place dans le cas de sept études s'intéressant à la seconde transformation céréalière, présentée en Tableau 66.

A l'issue de ce résumé, une schématisation de la démarche de plan d'expériences dans son ensemble est présentée en guise de conclusion (Figure 90).



### 1. Définition de l'objectif

La démarche débute par une expression claire de la problématique. Il s'agit selon les articles de (Tableau 66):

- modéliser les effets de plusieurs facteurs X sur les propriétés des produits Y. Ceci fait référence à la capacité d'**explication** du modèle.

- et/ou trouver les niveaux des facteurs X (les conditions opératoires) pour optimiser les propriétés des produits Y. Ceci fait référence à la capacité de **prédiction** du modèle.

La modélisation des Y par les X est réalisée sous la forme d'un modèle polynomial du premier ou du second degré, avec ou sans interactions. Voici l'expression de ces modèles dans le cas d'un plan à deux facteurs :

*Modèle polynomial du premier degré :  $Y = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 \quad [ + a_{12} \cdot x_1 \cdot x_2 ] + E$*

*Avec  $a_0$  la constante du modèle ;  $a_1$  et  $a_2$  les coefficients des effets simples des facteurs  $X_1$  et  $X_2$  ;  $a_{12}$  le coefficient de l'interaction des facteurs  $X_1$  et  $X_2$  qui est incluse dans l'analyse ou pas ; E l'erreur aléatoire.*

*Modèle polynomial du second degré :  $y = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + a_3 \cdot x_1^2 + a_4 \cdot x_2^2 \quad [ + a_{12} \cdot x_{12} ] + E$*

*Avec  $a_3$  et  $a_4$  les coefficients des effets quadratiques des facteurs  $X_1$  et  $X_2$ .*

Pour la résolution du système d'équations du modèle, les variables X sont normalisées (centrées et réduites) de façon à gommer les différences d'unités et de gamme de variation entre chaque facteur. Chaque facteur X varie de façon discrète entre des niveaux dont le nombre et les valeurs sont définis lors du design du plan.

Par le terme « effets », on désigne l'ensemble des coefficients  $a_i$  : effets simples, interactions et effets quadratiques. Ces coefficients ont un signe de variation qui traduit le sens de variation de la variable X associée lorsque celle-ci passe d'un niveau bas du facteur à un niveau plus haut.

Lorsqu'on parle des « termes » du modèle, on fait cette fois-ci référence à l'ensemble des  $a_i \cdot x_i$  (et la constante  $a_0$ ).

Les interactions expriment le fait que l'effet d'un facteur  $X_i$  peut dépendre du niveau adopté par un autre facteur  $X_j$ . Le nombre d'interactions envisageables augmente avec le nombre de facteurs inclus dans le plan : interactions doubles (deuxième ordre) pour un plan à deux facteurs, interactions triples (troisième ordre) pour un plan à trois facteurs, etc.

### 2. Choix des réponses Y

Les réponses Y mesurées varient en fonction du sujet d'étude. Toutes les réponses ne se valent pas en termes de précision ou de pertinence par rapport à la problématique. De plus si l'ensemble des réponses doit être rassemblé au moment de l'analyse des résultats dans une logique d'optimisation « multicritère multi-contraintes » (point 7), le poids donné à chaque type de caractérisation par le nombre de réponses qui y sont associées doit être réfléchi.

### 3. Recherche des facteurs X influents

Dans une démarche de plans d'expériences complète, tous les facteurs rentrant dans le champ de la problématique et susceptibles d'influer sur les réponses mesurées doivent être recherchés. En effet, lors de la réalisation des expériences, ces facteurs sont des sources de variation de la réponse qu'il vaut mieux connaître afin de pouvoir les maîtriser, qu'ils soient choisis comme facteurs étudiés ou pas. Trois catégories de facteurs sont ainsi définies : les facteurs étudiés, les facteurs non étudiés mais maîtrisés, et les facteurs non étudiés non maîtrisés qui contribuent à former l'erreur expérimentale.

Le second objectif de cette phase est de préparer le design du plan d'expériences à venir en réalisant une phase de criblage des facteurs. Cette phase permet de déterminer quels facteurs sont les plus influents parmi les facteurs listés pour choisir ceux qui seront étudiés. Le nombre de facteurs étudiés doit en effet être limité pour ne pas démultiplier le nombre d'essais à réaliser. Une façon efficace de déterminer les facteurs influents est de réaliser un plan de criblage, généralement exécuté sous la forme d'un plan factoriel fractionnaire. C'est un type de plan pour lequel l'effet des facteurs est étudié sur deux niveaux sans considérer l'effet de leurs interactions

ce qui permet d'étudier un nombre important de facteurs en réduisant le nombre d'essais (nombre d'essais =  $2^{n-1}$ ,  $n$  étant le nombre de facteurs).

{{ Encart : Lors de la thèse nous avons un peu modifié la démarche classique en ajoutant deux objectifs à cette étape :

- Qualifier la tendance de variation de l'effet des facteurs (linéaire, quadratique), afin de choisir un type de plan correspondant à un modèle polynomial de degré adapté (modèle polynomial de premier degré si les effets sont linéaires, second degré si au moins un effet est quadratique) ;
- Cibler les bornes de variation sur lesquelles l'effet de ces facteurs était le plus important.

*En effet la réalisation d'un plan factoriel fractionnaire avec deux niveaux ne permet pas de détecter des tendances de variation quadratiques ni d'explorer finement les bornes de variation des facteurs. Pour cela des tests faisant varier un seul facteur à la fois sur minimum trois niveaux sont nécessaires, ce qui revient à une démarche d'essai-erreur. Dans le cadre d'une phase de criblage, cette démarche peut cependant être réalisée sans répétition. Comme dans le cas d'un plan factoriel fractionnaire, l'effet des interactions des facteurs n'est pas étudié. }}*

Peu d'études parmi celles référencées réalisent une phase de criblage des facteurs X (Tableau 66). Seule l'étude de Lee & Hosoney (1982) mentionne la réalisation d'une série de tests préliminaires pour le choix des facteurs. Bien sûr cela peut être lié à une bonne connaissance du phénomène étudié ou au besoin d'étudier spécifiquement l'effet de certains facteurs dans le cadre d'une problématique précise. En dehors de ces cas, l'étape de recherche de criblage des facteurs est cruciale car elle permet de maximiser les chances de trouver une solution optimale en limitant le risque de passer à côté d'un facteur influent, de négliger un effet quadratique, ou de mal cibler les bornes de variation des facteurs (Baş & Boyacı, 2007).

#### 4. Définition du niveau des facteurs X

C'est une étape corollaire à l'étape précédente. Lors de la réalisation du plan d'expériences, chaque facteur étudié variera entre deux bornes extrêmes qui doivent être choisies avec soin. Plusieurs critères de choix sont envisageables :

- choix des bornes les plus larges possibles permises par le facteur, par exemple les vitesses minimale et maximale d'un batteur ;
- choix des bornes les plus réalistes par rapport à un aspect de la problématique, par exemple une pratique connue de l'industrie ;
- choix des bornes sur lesquelles l'effet du facteur a été observé comme plus important lors de la phase de criblage. Un exemple de ce cas est donné dans l'étude de Ferrari, Alamprese, Mariotti, Lucisano & Ross (2013) dans laquelle l'effet de la variation de la teneur en oléine sur une variable intermédiaire (la température du point de fusion) est étudié sur une large gamme, en amont de la réalisation du plan d'expériences, afin de définir les bornes de variation de ce facteur.

Ces critères de choix peuvent être couplés sachant que la précision du modèle issu du plan d'expériences sera la plus grande au centre du domaine d'étude, c'est-à-dire au milieu des bornes de variation choisies pour chaque facteur. On peut ainsi adopter une approche combinée en choisissant par exemple les bornes les plus larges possibles permettant de cibler des valeurs réalistes propres à la problématique au centre.

Parmi les études du Tableau 66, seules les études de Ferrari et al. (2013) et de Turabi et al. (2008) mentionnent une étape de définition des niveaux des facteurs, ainsi que Lee & Hosoney (1982) qui réalisent des tests préliminaires pour le choix des facteurs. Dans l'étude de Ferrari et al. (2013), les niveaux ne sont testés que pour un seul des deux facteurs et pour une variable intermédiaire ne correspondant pas aux variables mesurées finales. L'analyse de l'État de l'art de Baş & Boyacı (2007) note un manque de travail préliminaire pour la définition des bornes des facteurs dans les articles étudiés. Les auteurs insistent sur le fait que c'est une étape sensible qui conditionne la réussite de l'optimisation.

### 5. Design du plan d'expériences

Il existe différents designs de plans d'expériences. Le type de plan choisi dépend premièrement :

- De l'objectif de l'étude : acquisition de connaissances, atteinte d'un but précis, optimisation...
- Du nombre de facteurs à étudier, au regard du nombre d'essais réalisables en termes de temps et/ou d'argent.
- *Si les tendances d'effets des facteurs ont déjà été observées : de leur nature linéaire ou quadratique qui définit si l'on aura besoin d'expliquer ces effets par un modèle polynomial du premier ou second degré.*

Le plan de référence utilisant un modèle polynomial du premier degré est le plan factoriel complet. Il permet d'étudier les effets des facteurs et de leurs interactions. Il nécessite cependant un nombre d'essais qui augmente très rapidement avec le nombre de facteurs (nombre d'essais =  $2^n$ , n étant le nombre de facteurs) et il rare de l'utiliser lorsque le nombre de facteurs dépasse cinq ou six. D'une façon générale, la plupart des études de modélisation et d'optimisation de la réponse préfèrent l'utilisation de plans pour surface de réponse. Ces plans sont basés sur des modèles polynomiaux de second degré avec interactions et permettent généralement de réduire le nombre d'essais. Bien que la tendance de variation des effets des facteurs ne soit pas forcément confirmée, ils sont souvent utilisés par défaut. Il en existe plusieurs types dont les plans composites, les plans de Box-Behnken et les plans optimaux.

Les plans composites sont une succession de plans réalisée à partir d'un plan factoriel complet ou fractionnaire. Ces plans permettent de mener une étude de façon séquentielle en validant le modèle polynomial de premier degré issu du plan factoriel par des répétitions au centre du domaine, puis en complétant éventuellement le plan par d'autres points de mesure pour établir un modèle du second degré si cette validation échoue (réalisation d'un plan en étoile). Les plans de box-Behnken comportent trois niveaux par facteur (-1, 0, +1) et ont la particularité de pouvoir inclure de nouveaux facteurs au fil du temps si nécessaire. Les plans optimaux sont des plans « sur-mesure » qui sont utilisés lorsqu'il existe des contraintes particulières dans la réalisation de l'expérience, par exemple une combinaison de niveaux de facteurs impossible ou un ordre imposé dans la réalisation des essais. Ils peuvent comporter un nombre de niveaux différent pour chaque facteur. Ils permettent par ailleurs de réduire le nombre d'essais par rapport aux autres types de plan grâce à la sélection des meilleurs points d'expérience par un algorithme logiciel.

Ainsi le design du plan est choisi en fonction du modèle souhaité ainsi que des besoins ou contraintes spécifiques : séquentialité, portion du domaine d'étude inaccessible, ordre des essais imposé. Il est également choisi en fonction de statistiques d'efficacité calculées en amont qui sont mises en balance du nombre d'essais nécessaire. Les paramètres d'efficacité calculés sont :

- l'orthogonalité des facteurs : correspond au degré de corrélation entre tous les effets explicatifs du modèle pris deux-à-deux. La corrélation ne se rapporte qu'à une relation de dépendance linéaire entre deux effets (toute relation de dépendance autre que linéaire ou quadratique n'est donc pas mise en évidence de cette façon). L'orthogonalité des facteurs se visualise par un tableau à double entrée listant les effets du modèle en ligne et en colonne dans lequel chaque case est colorée en fonction du degré de corrélation entre les deux effets concernés (Figure 84), du bleu (effets peu corrélés, quasiment indépendants ou orthogonaux) au rouge (effets corrélés, dépendants). La diagonale est rouge car elle correspond à la corrélation de chaque effet avec lui-même. Pour qu'il n'y ait pas de confusion d'effets lors de l'analyse il faut que les effets explicatifs du modèle soient les plus indépendants possibles entre eux, donc que la palette de couleurs soit la plus bleue possible en dehors de la diagonale et si possible sans motifs particuliers.

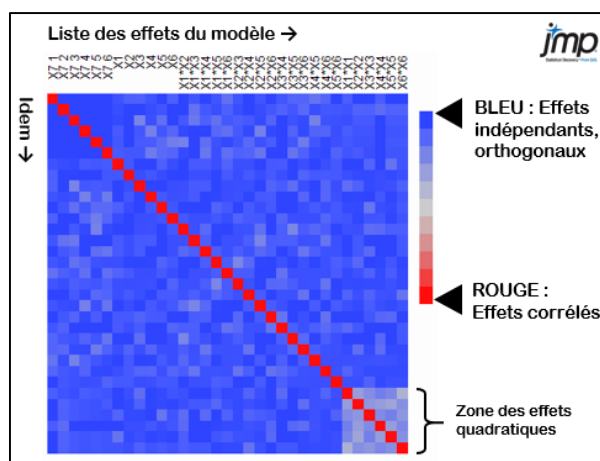


Figure 84 – Palette des couleurs représentant l'orthogonalité des facteurs extraite du diagnostic d'évaluation de la qualité d'un plan. Source : logiciel JMP

La variance moyenne de prévision : la précision avec laquelle le modèle prédit la réponse Y varie au sein du domaine d'étude. La valeur moyenne de la variance sur la totalité du domaine est calculée. Plus celle-ci est basse, mieux c'est.

→ Ce paramètre permet d'évaluer la capacité de **prédiction** du modèle.

Les critères d'efficacité (ou d'optimalité) D, G et A : ils correspondent au nombre relatif d'essais nécessaires (en %) dans un plan orthogonal idéal pour atteindre des critères statistiques d'efficacité équivalents à celui du plan en cours de design. Ces critères concernent l'estimation précise des coefficients  $a_i$  du modèle, calculé de façon différente pour D, G et A. Plus les critères D, G et A sont élevés, mieux c'est.

→ Ces paramètres permettent d'évaluer la capacité d'**explication** du modèle.

Dans le cas des plans optimaux, la sélection des points d'expérience par l'algorithme logiciel permet d'orienter l'efficacité du modèle vers une meilleure capacité d'**explication** (on parle de « D-optimalité », qui correspond à l'optimisation du critère d'efficacité D = variance minimale des estimateurs des paramètres) ou vers une meilleure capacité de **prédiction** (« I-optimalité », correspondant à la minimisation de la variance moyenne de prévision). Un plan D-optimal favorise une estimation précise des coefficients  $a_i$  tandis qu'un plan I-optimal favorise une prédiction précise des réponses  $y$ . Lors du design d'un plan optimal il faut également définir le nombre d'essais répétés, en différenciant ceux qui sont au centre du domaine (points centraux) ou pas. Ces choix ont une influence sur les statistiques d'efficacité du plan. La présence de répétitions est obligatoire pour obtenir une estimation de l'erreur expérimentale qui permet la validation du modèle obtenu lors de l'analyse (point 7). Les points centraux correspondent à l'endroit du domaine d'étude où la variance de prévision est la plus faible, c'est-à-dire là où l'on obtiendra la meilleure estimation des réponses prédites par le modèle. Ce sont également des points qui permettent de valider la nécessité d'un modèle polynomial du second degré. Ce sont donc des points de répétition prioritaires.

Avant que l'étape de design du plan n'aboutisse à la matrice d'expérimentation listant tous les essais à réaliser, il est possible d'opérer une randomisation de l'ordre des essais au sein de cette matrice. Ceci peut être utile pour transformer des petites erreurs systématiques qui modifient les résultats par groupe d'essais en erreurs purement aléatoires. Parmi les études référencées (Tableau 66), Lee & Hosney (1982) et Vaisey-Genser, Ylimaki, & Johnston (1987) mentionnent une randomisation de l'ordre des essais. Si des sources de variation extérieures de la mesure plus importantes sont suspectées, il est préférable d'utiliser des moyens de maîtrise de l'erreur expérimentale en amont tels que le facteur de blocking. Le facteur de blocking permet de prendre en compte la variation du niveau d'un facteur non étudié mais maîtrisé comme le jour, la saison, le lieu, l'opérateur ou le lot de matières premières correspondant aux essais. En incluant ce facteur dans l'analyse, il devient possible d'estimer son effet sur les réponses  $y$  et de l'exclure des sources d'erreur expérimentale. Cependant, le choix

d'utiliser un facteur de blocking impacte le design du plan puisque ce n'est possible que dans le cas des plans optimaux.

### 6. Exécution du plan d'expériences

C'est une étape cruciale car elle correspond à la collecte des données. Elle doit être menée avec soin. Deux points d'attention peuvent être mis en avant : i) la maîtrise d'un maximum de facteurs non étudiés à des niveaux constants afin de limiter au maximum l'erreur expérimentale ; ii) l'attention portée au réglage du niveau de chaque facteur à chaque essai, qui est plus délicate lorsque le nombre de facteurs est important, et qui est pourtant limitante pour l'analyse du modèle si un de ces réglages est faussé (utilisation d'un réglage différent de celui qui était souhaité sans le savoir).

### 7. Analyse : choix du modèle et évaluation de sa qualité

Un présupposé à l'analyse des résultats est que les distributions des réponses pour chaque réponse Y suivent une loi normale. C'est une condition qui peut être vérifiée comme cela est mentionné dans l'étude de Ferrari et al. (2013).

Lorsque plusieurs réponses Y ont été mesurées deux modes d'analyse sont possibles. La première possibilité est de réaliser un modèle expliquant la variation de chaque réponse Y par l'ensemble des facteurs X de façon individuelle. Il y a donc création d'autant de modèles que de variables Y. Ce mode d'analyse est le plus classique, il correspond à celui employé par l'ensemble des études du Tableau 66 (« modèle mono Y »). La seconde possibilité est de réaliser un seul modèle expliquant la variation de toutes les réponses Y par l'ensemble des facteurs X : on parle alors de modèle multicritère (les Y) multi-contraintes (les X). Ce type de modèle est surtout utilisé pour optimiser un ensemble de réponses à la fois lorsqu'elles forment un tout pertinent du point de vue de la problématique. Dans une étude sur l'optimisation du procédé de filtration du vin, Gergely et al. (2003) considèrent que les tâches d'optimisation technologique sont toujours des problématiques multicritère. Un modèle multicritère multi-contraintes correspond à la combinaison d'un groupe de modèles mono Y. Ces modèles combinés sont gérés ensemble au moment du tri des effets et de l'optimisation de la réponse.

La première étape d'analyse correspond au calcul des effets du ou des modèle(s) par la méthode des moindres carrés. Le logiciel de traitement fournit un « résumé des effets » listant tous les effets du modèle dans l'ordre de significativité décroissante. Leur significativité est indiquée par leur p-value ainsi que par leur « LogWorth » qui correspond à une transformation de la p-value pour obtenir une forme qui soit graphiquement représentable sous la forme de bâtons d'histogramme ( $\text{LogWorth} = -\log_{10}(\text{p-value})$ ). Dans le cas d'un modèle multicritère multi-contraintes le tableau de résumé des effets indique pour chaque effet la paire de LogWorth et p-value la plus faible parmi celles de tous les modèles mono Y pour le même effet. Un aperçu d'une liste de résumé des effets avant tri est disponible en Figure 85A.

La seconde étape d'analyse consiste à effectuer un tri parmi les effets de façon à ne conserver que ceux qui sont statistiquement significatifs. On utilise généralement pour cela la procédure « pas-à-pas » (« stepwise » en anglais) en sens descendant c'est-à-dire que l'on débute en supprimant l'effet le moins significatif pour s'arrêter à l'effet dont la p-value sera inférieure ou égale à 5% (« backward elimination procedure »). L'ordre dans lequel cette sélection est effectuée influence les effets retenus et la qualité d'ajustement du modèle. Plusieurs études du Tableau 66 rapportent ainsi une sélection des effets par « backward elimination procedure » (Lee & Hosney, 1982; Vaisey-Genser, Ylimaki, & Johnston, 1987). Il s'agit d'une étape réellement discriminante entre une approche basée sur l'utilisation de modèles à une réponse et une approche de modèle multicritère multi-contraintes. En effet dans le cas d'un modèle multicritère multi-contraintes le tri des effets a lieu sur la liste des LogWorth générale et s'applique donc de façon identique sur chaque modèle composant. Dans le cas de modèles à une réponse, le tri est réalisé de façon spécifique pour chaque modèle. Une différence supplémentaire entre ces deux approches est le nombre d'effets retenus dans le modèle final ; il est généralement plus important dans le cas d'un modèle multicritère multi-contraintes que pour chaque modèle mono Y car l'ensemble des effets significatifs de toutes les réponses est conservé. Un aperçu de la même liste de résumé des effets après tri est disponible en Figure 85B.

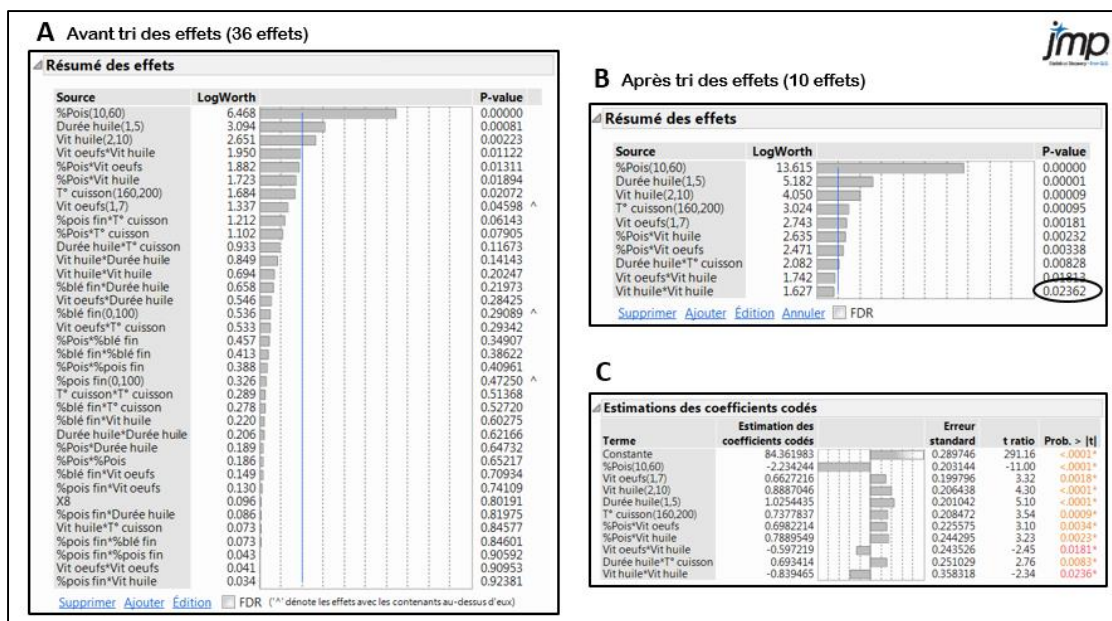


Figure 85 – Captures des résumés des effets avant (A) et après (B) tri et de l'estimation des coefficients codés (C). Source : logiciel JMP

A l'issue du tri des effets on obtient l'estimation des coefficients  $a_i$  correspondants à chaque terme du modèle (effets et constante) avec leurs probabilités associées. Ils sont présentés codés avec leur signe de variation ce qui permet de comparer leurs influences relatives sur la réponse considérée. Un aperçu des coefficients codés correspondants à la même analyse est présenté en Figure 85C.

La qualité du modèle généré peut être ensuite évaluée. Dans le cas d'un modèle multicritère multi-contraintes cette analyse est réalisée sur chaque modèle mono Y constant. Il s'agit de déterminer si le modèle explique suffisamment bien les résultats obtenus, ou en d'autres termes, s'il présente un défaut d'ajustement des réponses modélisées par rapport aux réponses mesurées expérimentalement. Pour cela on réalise une analyse des variances (ANOVA) qui permet de déterminer les parts que prennent la variation des valeurs issues du modèle et la variation des valeurs issues des erreurs (erreur expérimentale, défaut d'ajustement du modèle) dans la variation des valeurs mesurées. La Figure 86 représente les deux types d'erreur auxquelles sont soumises les réponses modélisées.

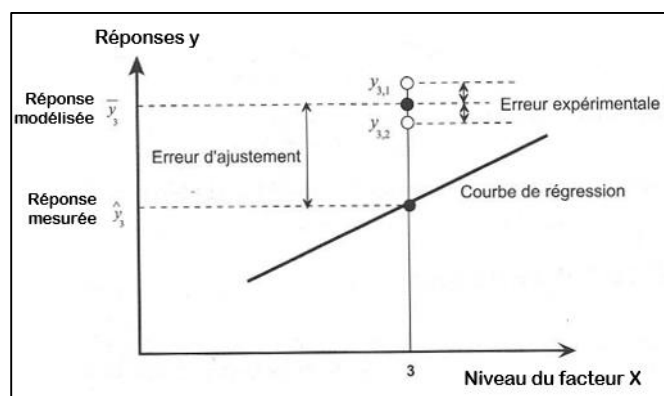


Figure 86 – L'erreur expérimentale et l'erreur d'ajustement comme sources de variation des réponses modélisées par rapport aux réponses mesurées. Source : Goupy (1999)

## ANNEXE 3 – DÉMARCHE DE PLAN D'EXPÉRIENCES

Lors de l'analyse de variance deux tests de Fisher successifs sont réalisés : i) le premier pour vérifier que la part de variation due au défaut d'ajustement du modèle est du même ordre de grandeur que celle due à l'erreur expérimentale et non pas supérieure ; ii) le deuxième pour comparer la part de variation due au modèle et celle due à l'erreur totale (erreur expérimentale et défaut d'ajustement). Ces deux tests sont réalisés grâce au calcul d'un ratio F et d'une probabilité associée à partir du contenu du tableau de l'analyse des variances. Une schématisation du tableau de l'analyse des variances est disponible ci-dessous (Tableau 63). Les deux tests d'hypothèses concernant les ratios F sont présentés en Tableau 64 et Tableau 65.

Tableau 63 – Analyse des variances

Source de variation des réponses mesurées	Somme des carrés des écarts à la moyenne (1)	Degrés de liberté (2)	Carrés moyens = $\frac{(1)}{(2)}$	Ratios F de Fisher
Modèle (corrigé de la moyenne)	$SCE_M$	nombre de termes (effets + constante) - 1	$CM_M$	$F = \frac{CM_M}{CM_R}$ & probabilité associée
Résidus = Erreur totale	$SCE_R = SCE_{AJUST} + SCE_{EXP}$	nombre d'essais - nombre de termes	$CM_R$	
➤ Erreur d'ajustement	$SCE_{AJUST}$	déduit	$CM_{AJUST}$	$F = \frac{CM_{AJUST}}{CM_{EXP}}$ & probabilité associée
➤ Erreur expérimentale	$SCE_{EXP}$	nombre de répétitions - 1	$CM_{EXP}$	
TOTAL = Réponses mesurées (corrigées de la moyenne)	$SCE_{TOT} = SCE_M + SCE_R$	nombre d'essais - 1	-	-

NB : les probabilités associées sont fonction des degrés de liberté des sources de variation considérées, elles diminuent lorsque l'écart entre le degré de liberté de la source au dénominateur et celui de la source au numérateur augmente.

Tableau 64 – Test d'hypothèses sur les sources d'erreur (test de défaut d'ajustement ou « lack-of-fit »)

Hypothèses et critères		Signification
Hypothèse nulle $H_0$	$\frac{CM_{AJUST}}{CM_{EXP}} \leq 1$	<b>Cas souhaité</b> : l'erreur commise sur l'ajustement est du même ordre de grandeur que l'erreur expérimentale.
Hypothèse alternative $H_1$	$\frac{CM_{AJUST}}{CM_{EXP}} > 1$	L'erreur commise sur l'ajustement est supérieure à l'erreur expérimentale.
<b>Probabilité associée : risque de se tromper en rejetant <math>H_0</math> → On souhaite qu'elle soit élevée (&gt; 5%)</b>		

Tableau 65 – Test d'hypothèses sur le modèle général

Hypothèses et critères		Signification
Hypothèse nulle $H_0$	$\frac{CM_M}{CM_R} \leq 1$	La part des variations de Y expliquée par le modèle est du même ordre de grandeur que la part non expliquée par le modèle.
Hypothèse alternative $H_1$	$\frac{CM_M}{CM_R} > 1$	<b>Cas souhaité</b> : la part des variations de Y expliquée par le modèle est supérieure à la part non expliquée par le modèle.
<b>Probabilité associée : risque de se tromper en rejetant <math>H_0</math> → On souhaite qu'elle soit faible (&lt; 5%)</b>		

Il est donc préférable que le ratio F propre aux sources d'erreur soit le plus faible possible avec une probabilité associée élevée (Tableau 64), et que le ratio F général soit le plus élevé possible, avec une probabilité associée faible (Tableau 65). Ainsi le modèle peut être validé pour sa capacité à prévoir suffisamment correctement au regard des erreurs d'ajustement et de mesure expérimentale.

Hormis les ratios F, un indicateur calculé systématiquement est le  $R^2$  qui est le rapport de la partie des résultats expliqués par le modèle sur la variation totale des résultats. Il se calcule en divisant la somme des carrés des écarts à la moyenne des réponses modélisées ( $SCE_M$ ) par la somme des carrés des écarts à la moyenne des réponses mesurées ( $SCE_{TOT}$ ) (Tableau 63). Un rapport  $R^2$  de 0 signifie que le modèle fournit des réponses

calculées égales à la moyenne des réponses mesurées, c'est-à-dire qu'il n'a pas de puissance d'explication des réponses mesurées. Un rapport  $R^2$  de 1 signifie que le modèle permet de retomber exactement sur les réponses mesurées. On souhaite ainsi que ce rapport soit le plus proche possible de 1. Cependant ce n'est pas un indicateur absolu de la qualité d'un modèle car il est fonction du nombre de valeurs mesurées (l'exemple classique étant un  $R^2$  systématique de 1 pour un modèle du premier degré comportant deux valeurs de réponse) et du nombre de termes inclus dans le modèle. L'augmentation du nombre de termes dans le modèle entraîne une augmentation du  $R^2$  même si les coefficients correspondants ne sont pas significatifs. À l'inverse la diminution du nombre de termes dans le modèle lors du tri des effets entraîne une diminution du  $R^2$ .

Enfin, l'évaluation de la qualité du modèle peut être complétée par l'analyse de la répartition des résidus. Les résidus correspondent aux différences entre les valeurs mesurées et les valeurs modélisées, ils représentent l'erreur totale (Tableau 63). La représentation graphique des résidus en fonction des valeurs modélisées permet de vérifier que leur répartition est aléatoire. Si au contraire la répartition des résidus en fonction des valeurs modélisées semble suivre une allure caractéristique (courbure, forme d'entonnoir ouvert) cela signifie qu'il reste une part d'explication des valeurs mesurées qui n'a pas été extraite de l'erreur totale et qui alimente donc le défaut d'ajustement du modèle. La Figure 87 représente trois cas de répartition des résidus : une répartition aléatoire, une répartition en entonnoir indiquant une augmentation des résidus avec les valeurs modélisées, et une répartition courbe indiquant la présence d'effets quadratiques non pris en compte.

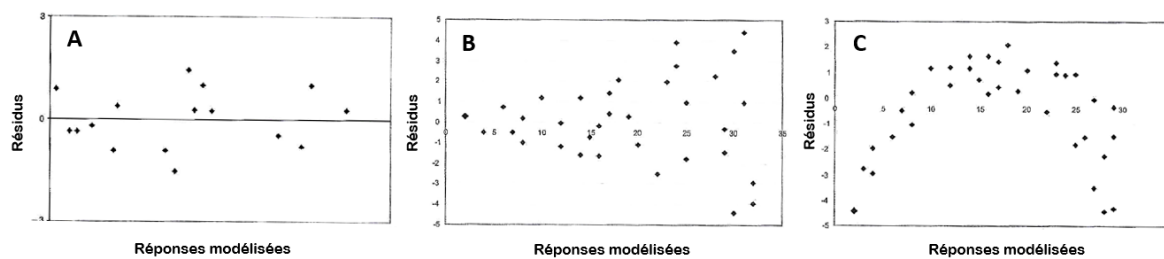


Figure 87 – Différents cas de répartition des résidus : (A) répartition aléatoire ; (B) répartition en entonnoir ; (C) répartition courbe. Source : Goupy & Creighton (2006)

L'évaluation de la qualité du modèle comprend donc l'analyse des variances et les tests de Fisher associés, le calcul du rapport  $R^2$  et éventuellement l'examen de la répartition des résidus. Parmi les études répertoriées (Tableau 66), les statistiques d'efficacité des modèles présentées comprennent systématiquement le rapport  $R^2$ , le test de Fisher de défaut d'ajustement ou celui du modèle général (seule l'étude de Ferrari et al. (2013) comprend les deux) mais pas la répartition des résidus.

Concernant la présentation des résultats, en plus des coefficients codés (Figure 85C) une visualisation des réponses modélisées est généralement ajoutée par le biais des surfaces de réponse et/ou des courbes iso-réponse (Figure 88). Les surfaces de réponse sont des représentations 3D de la variation de la réponse modélisée (en z) sous l'effet de deux facteurs du modèle (en x et y) (Figure 88A). Les courbes iso-réponse sont la projection des surfaces de réponse en 2D. Elles représentent l'effet de deux facteurs du modèle (en x et y) sur la réponse qui est figurée par des lignes de valeurs constantes (Figure 88B).



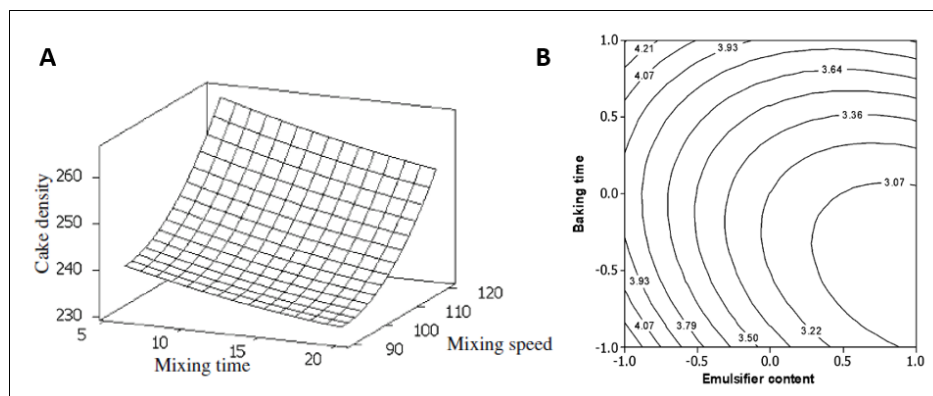


Figure 88 – Représentation d'une surface de réponse (A) et d'une courbe iso-réponse (B) : (A) Surface de réponse de la masse volumique des cakes en fonction du temps et de la vitesse de battage, issue de Tan et al. (2012) (B) Courbe iso-réponse de la fermeté des cakes en fonction de leur teneur en émulsifiant et du temps de cuisson en variables codées, issue de Turabi et al. (2008)

### 8. Validation

Après avoir analysé l'efficacité du modèle et l'avoir validé du point de vue statistique, il est important de le valider du point de vue expérimental en réalisant une ou plusieurs expériences de contrôle, si possible à différents endroits du domaine d'étude. Les valeurs mesurées, assorties d'un intervalle de confiance grâce à la réalisation de plusieurs répétitions (l'ensemble de l'expérience doit être répétée et pas seulement la mesure des réponses instrumentales), sont comparées aux valeurs prédites par le modèle pour un même niveau de réglage des facteurs X, assorties d'un intervalle de confiance équivalent (fourni par le logiciel de traitement). Si les intervalles de confiance se recoupent pour une même réponse, on considère que le modèle mono Y est validé. Dans le cas d'un modèle multicritère multi-contraintes, le modèle est validé lorsque les intervalles de confiance se recoupent pour toutes les réponses considérées ou presque.

L'étape de validation du modèle en tant que telle n'est pas réalisée par les études du Tableau 66 mais elle est souvent combinée avec l'étape de simulation/optimisation.

### 9. Utilisation

Le modèle généré, mono Y ou multicritère multi-contraintes, peut être ensuite utilisé de plusieurs façons :

- simulation simple : prédire des valeurs de réponses Y en fonction de nouveaux réglages des facteurs X.
- optimisation : prédire le niveau de réglage des facteurs X à adopter pour cibler une ou plusieurs réponses Y.

Dans les études les plus récentes, l'optimisation est réalisée grâce à une fonction de désirabilité (Ferrari et al., 2013; Tan et al., 2012; Turabi et al., 2008) (Tableau 66). Cette fonction permet à l'utilisateur de définir pour chaque réponse (pour chaque modèle mono Y ou pour chaque réponse d'un modèle multicritère multi-contraintes) une cible précise à atteindre par la définition d'un profil de désirabilité. Ce profil est défini par la variation du critère de désirabilité, de 0 pour un refus complet à 1 pour une satisfaction maximale, sur l'ensemble de la gamme de variation de la réponse Y. Une illustration d'un profil de désirabilité est donnée dans la Figure 89A.

Il est possible d'utiliser la fonction de désirabilité pour optimiser plusieurs réponses à la fois. Ceci est réalisé de façon directe dans un modèle multicritère multi-contraintes mais il est également possible de le réaliser suite à la modélisation de plusieurs réponses indépendamment comme dans le cas des études de Ferrari et al. (2013) et Turabi et al. (2008) (Tableau 66). La fonction de désirabilité globale est un outil d'optimisation multicritère qui permet de trouver un compromis entre les différents réglages des niveaux de facteurs X nécessaires pour maximiser la désirabilité pour toutes les réponses Y. La fonction de désirabilité globale correspond à la moyenne géométrique des fonctions de désirabilité individuelles. Il est cependant possible de donner un poids différent à chaque variable dans ce calcul.

Dans les études plus anciennes (Lee & Hosney, 1982; Vaisey-Genser et al., 1987) (Tableau 66), l'optimisation de plusieurs réponses à la fois est réalisée par la superposition de courbes iso-réponse qui permettent de définir les régions optimales de réglage des niveaux des facteurs X pour les différentes réponses par recoupement. Cette approche est cependant limitée à l'effet de deux facteurs X. Une illustration de cette approche est disponible en Figure 89B.

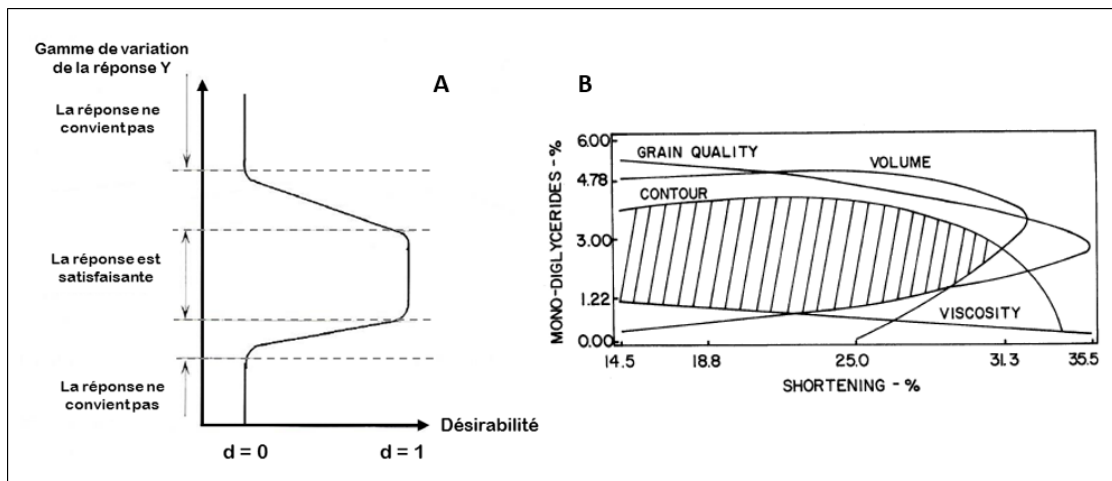


Figure 89 – Illustration d'un profil de désirabilité (A) issu de Goupy & Creighton (2006) et de la définition d'une région optimale par superposition de courbes iso-réponse (B) issu de Lee & Hosney (1982)

En guise de résumé de la démarche de plan d'expériences dans son ensemble, une schématisation générale de tout le déroulé exposé précédemment est disponible en Figure 90

Tableau 66 - Comparaison de l'exécution de démarches de plans d'expériences pour sept études s'intéressant à la seconde transformation céréalière

Référence	Objectif	Criblage des X	Facteurs X (nb niveaux) Variables Y	Type de plan / Nombre d'essais	Logiciel & utilisation	Analyse du modèle et présentation des résultats	Optimisation : outil utilisé / cible visée / objectif / expériences de validation
Ferrari et al. (2013)	Modéliser l'effet du type et de la quantité de matière grasse sur les propriétés de <i>pium</i> cake et trouver une formulation optimale	Non / test des niveaux	2 X (5) : pourcentage de matière grasse, teneur en oléine 8 Y : densité cake, fermeté mie (x2), couleur mie (x3), humidité (x2)	Central Composite Design 13 essais	Design Expert 8 - design - analyse - optimisation	Modèle mono Y : - coefficients codés et probabilités associées - F modèle général - R <sup>2</sup> défaut d'ajustement - R <sup>2</sup>	- Fonction de désirabilité sur 2 Y (poids 1 pour chaque Y) - Cible : fermeté minimale et volume équivalent au contrôle - Simulation des ajustements Y pour viser la cible - Production de l'ajusté (2 répétitions)
Tan et al. (2012)	Trouver une condition optimale de battage pour <i>sponge</i> cake	Non	3 X (3) : durée battage, vitesse battage, remplissage bol 8 Y : densité pâte, densité cake, 6 variables de texture cake par TPA	Box-Behnken 15 essais	Minitab - design - analyse - optimisation	Modèle mono Y : - coefficients codés et probabilités associées - R <sup>2</sup>	- Fonctions de désirabilité mono Y (calcul du score de désirabilité global) - Cibles : valeurs min ou max selon le Y - Simulation des ajustements Y pour viser la cible (ajustement des réglages obtenus pour faisabilité) - Non
Turabi et al. (2008)	Optimiser les conditions de cuisson infrarouge et la formulation de cakes <i>gluten free</i> à la farine de riz	Non / test des niveaux	3 X (3) : teneur en émulsifiant, puissance cuisson, temps de cuisson 4 Y : densité cake, fermeté, perte à la cuisson, couleur de la croûte	Box-Behnken 15 essais	Minitab - design - analyse - optimisation	Modèle mono Y : - coefficients codés et probabilités associées - F défaut d'ajustement - R <sup>2</sup> - courbes iso réponses	- Utilisation d'un outil d'optimisation multiple (non précise) - Cible : max pour volume et couleur, min pour fermeté et perte à la cuisson - Simulation des ajustements Y pour viser la cible - Production de l'ajusté
Sanchez, Osella, & De La Torre (2004)	Définir les teneurs en farine de soja et poudre de lait à ajouter pour optimiser volume et qualité sensorielle de pain sans gluten	Non	2 X (5) : teneurs en farine de soja et poudre de lait 5 Y : consistance pâte, densité cake, score de structure alvéolaire, <i>bread</i> score, teneur en protéines	Central Composite Design 12 essais	Statgraphics - analyse	Modèle mono Y : - coefficients codés et probabilités associées - R <sup>2</sup> - surfaces de réponse - courbes iso réponses	- Superposition de courbes iso réponses. - Cible : augmenter les teneurs en ingrédients en conservant des valeurs proches de Y - Définition de régions optimum pour les réglages Y en fonction des courbes iso réponses - Non
Vaisey-genser et al. (1987)	Optimiser les teneurs en ingrédients remplaçant le shortening dans une formule de cake	Non	3 X (5) : teneurs en huile de colza, eau et émulsifiant 8 Y : densité pâte, volume cake, fermeté mie, couleur mie + 4 attributs sensoriels de qualité mie	Box Central Composite Design 16 essais	Aucun	Modèle mono Y : - coefficients codés et probabilités associées - F modèle général - R <sup>2</sup> - courbes iso réponses	- Superposition de courbes iso réponses. - Cible : max pour densité pâte et fermeté mie, min pour autres Y - Définition de régions optimum pour les réglages Y en fonction des courbes iso réponses - Non
Lee & Hosney (1982)	Optimiser les teneurs en ingrédients d'un mix pour <i>white layer</i> cake en battage une étape	Oui Tests préliminaires	3 X (5) : teneurs en matière grasse et émulsifiants ou teneurs en œufs, eau et gomme xanthane 6 Y : densité pâte, consistance pâte, volume cake, contour, affaissement, score de structure alvéolaire	Box – Wilson 20 essais	Aucun	Modèle mono Y : - coefficients codés et probabilités associées - R <sup>2</sup> - courbes iso réponses	- Superposition de courbes iso réponses. - Cible : propriétés obtenues avec un mix pour cake du commerce. - Définition de régions optimum pour les réglages Y en fonction des courbes iso réponses - Non
Donelson & Wilson (1960)	Déterminer l'effet des proportions relatives des composants de la farine sur le volume de <i>layer</i> cake	Non	3 X (5) : ratio de pourcentage de composants de la farine 1 Y : volume cake	Box – Wilson 22 essais	Aucun	Modèle mono Y : - coefficients codés et probabilités associées - surfaces de réponse	- Pas d'outil d'optimisation utilisé - Expériences de validation : simulation de réglages Y puis vérification par production

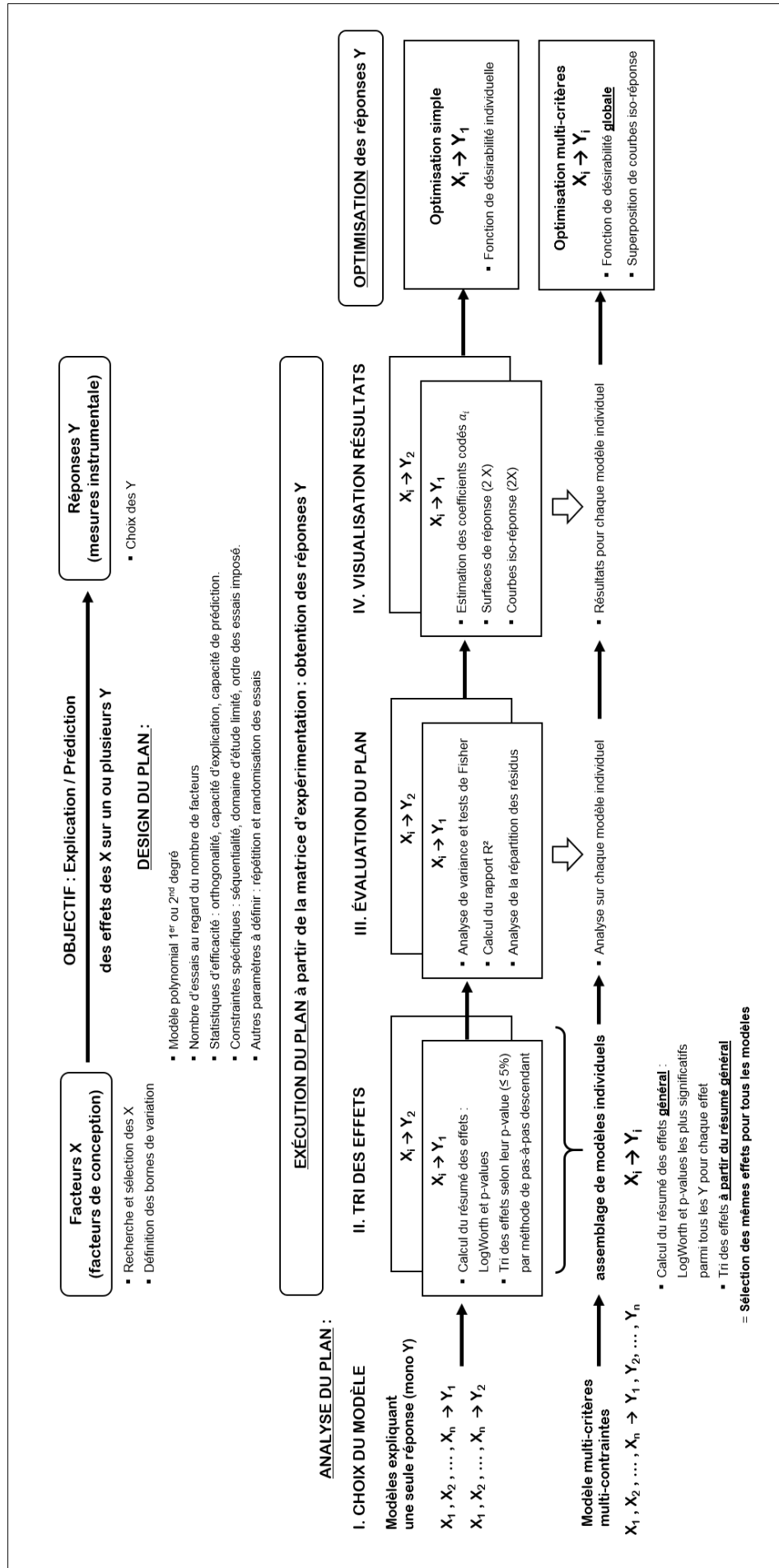
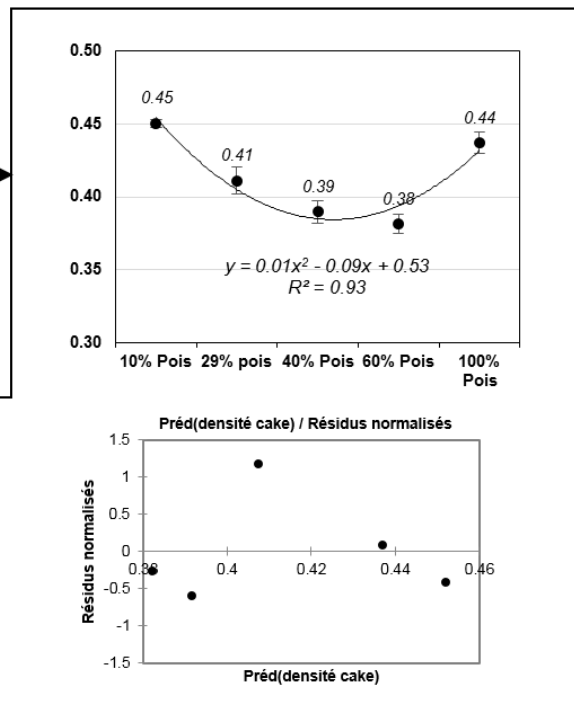
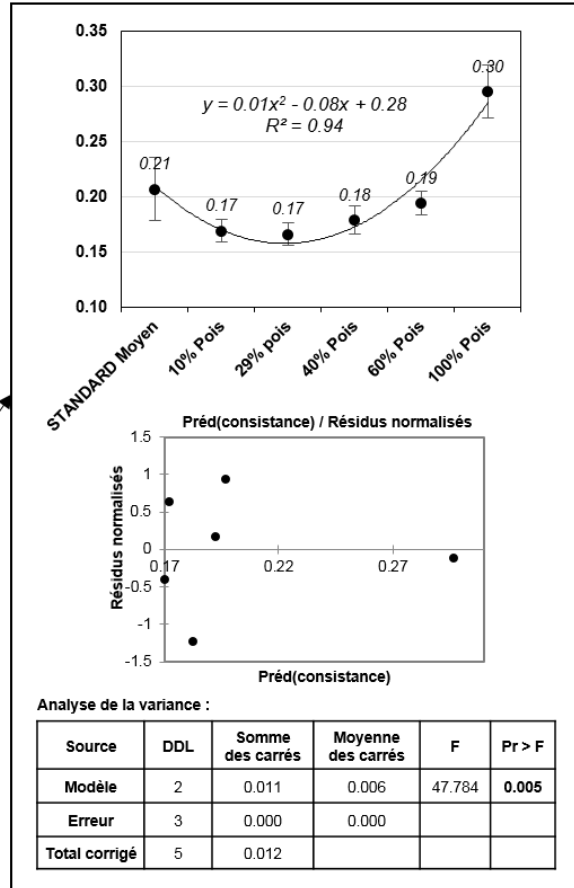
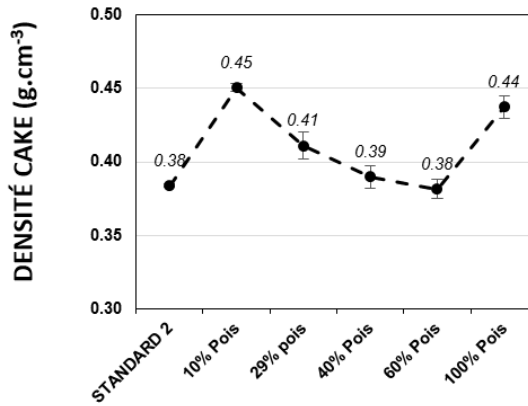
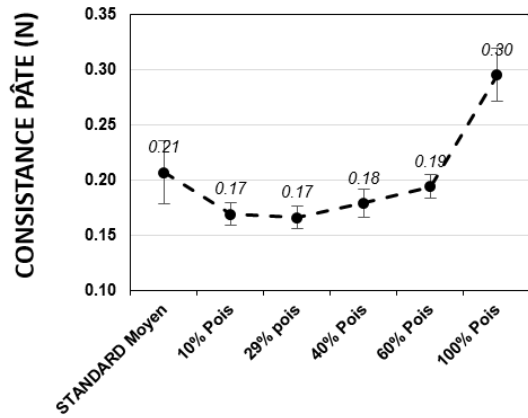
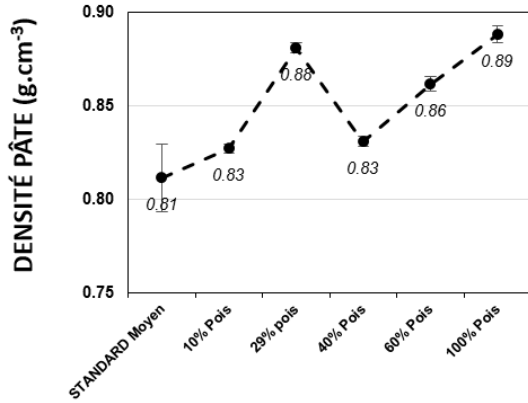


Figure 90 – Schématisation générale du déroulé d'une démarche de plan d'expériences avec distinction entre une approche de modèles mono Y et une approche multicritère multi-contraintes

Annexe 4 : Résultats préliminaires au plan d'expériences

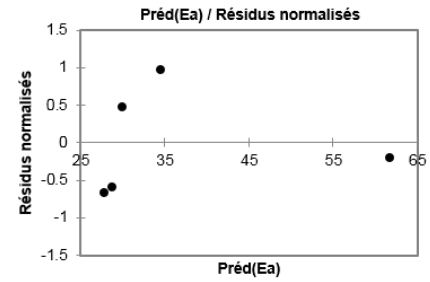
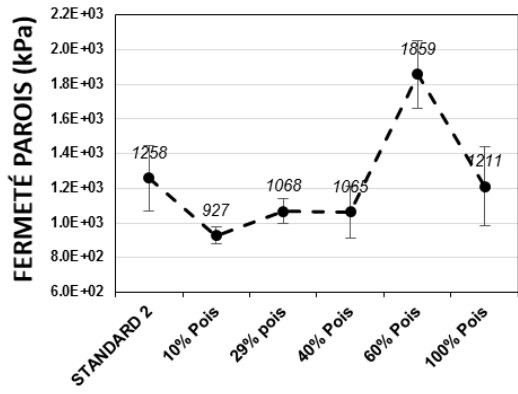
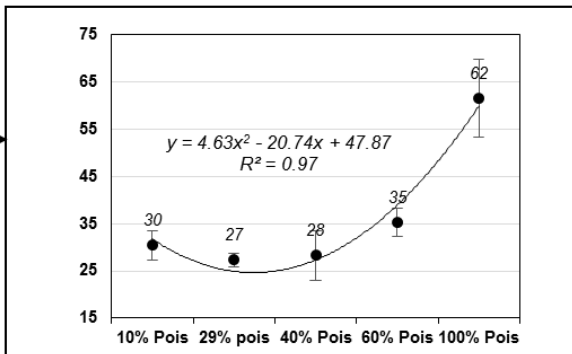
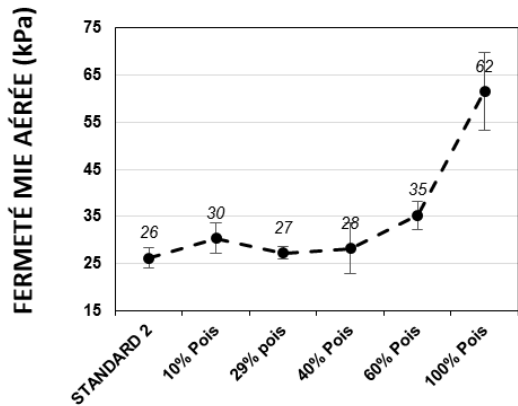
Pourcentage de farine de pois sur masse de farine totale (1/2)



Analyse de la variance :

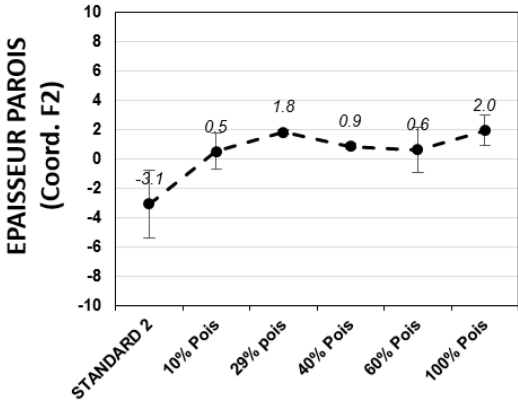
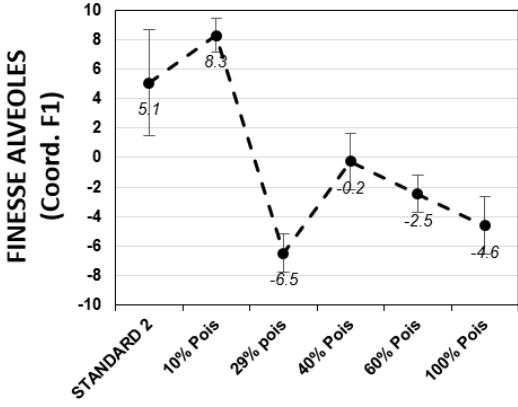
Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr > F
Modèle	2	0.004	0.002	169.312	0.006
Erreur	2	0.000	0.000		
Total corrigé	4	0.004			

Pourcentage de farine de pois sur masse de farine totale (2/2)

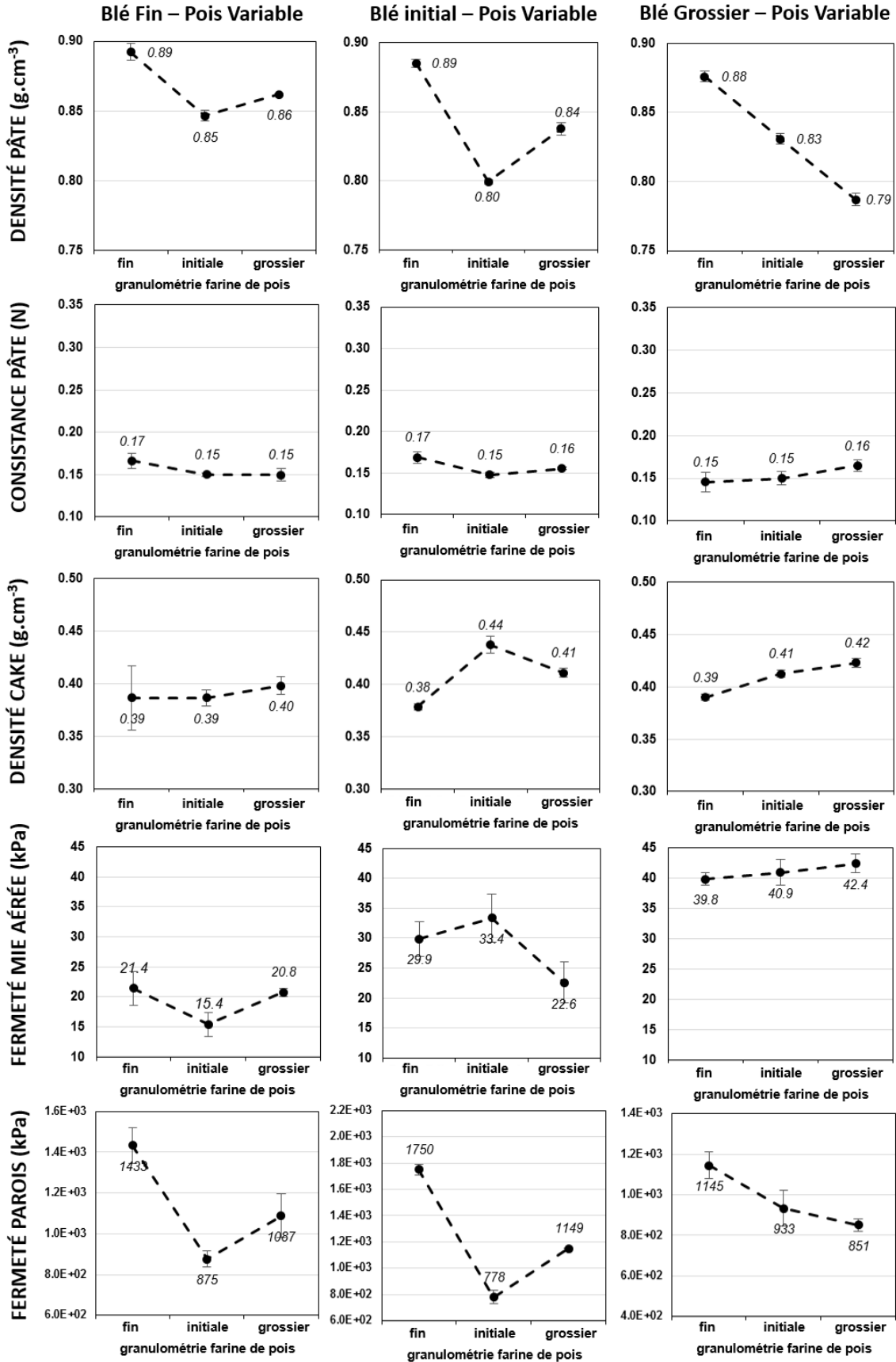


Analyse de la variance :

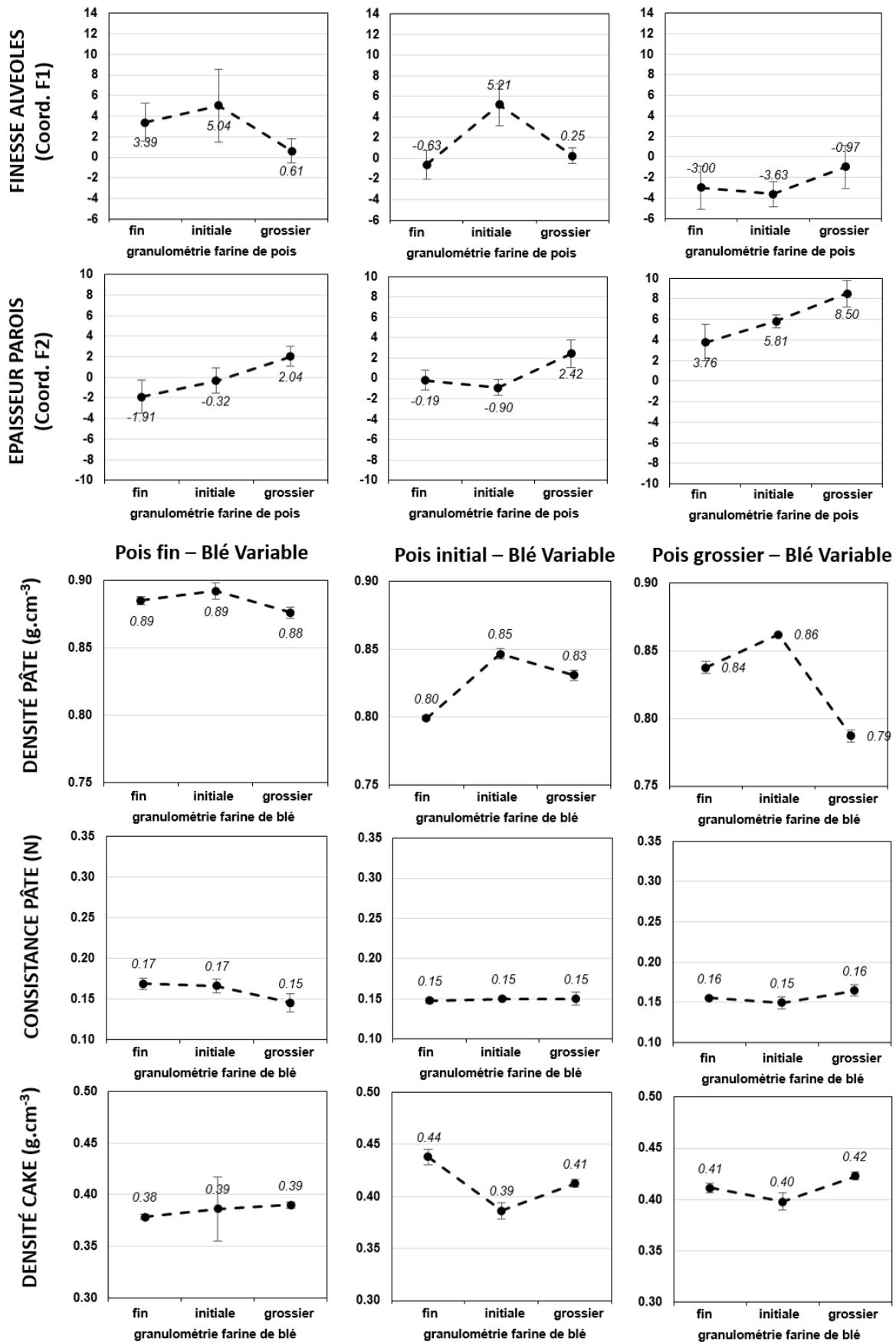
Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr > F
Modèle	2	817.292	408.646	579.764	0.002
Erreur	2	1.410	0.705		
Total corrigé	4	818.701			



ANNEXE 4 – RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU PLAN D'EXPÉRIENCES

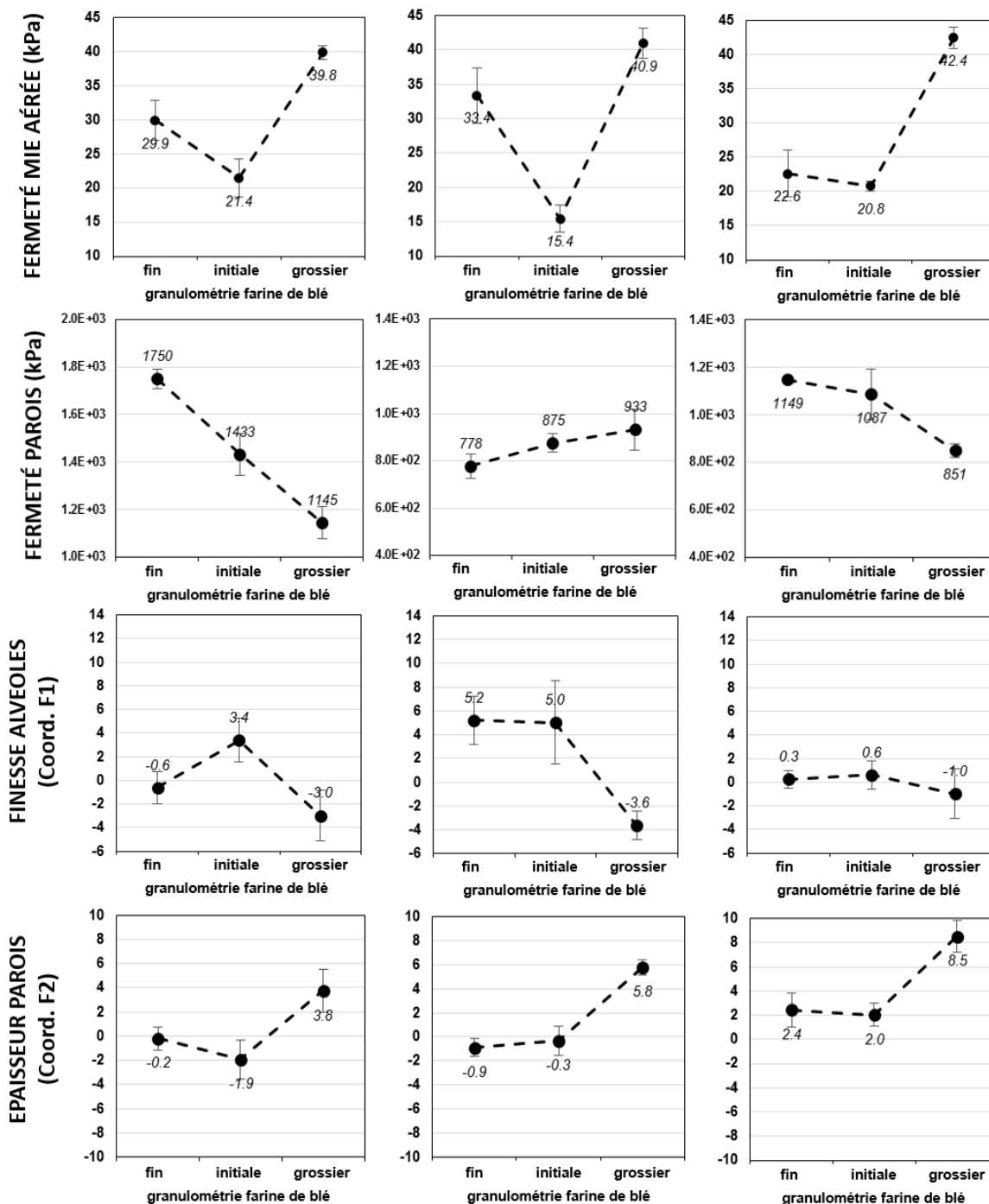


# ANNEXE 4 – RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU PLAN D'EXPÉRIENCES

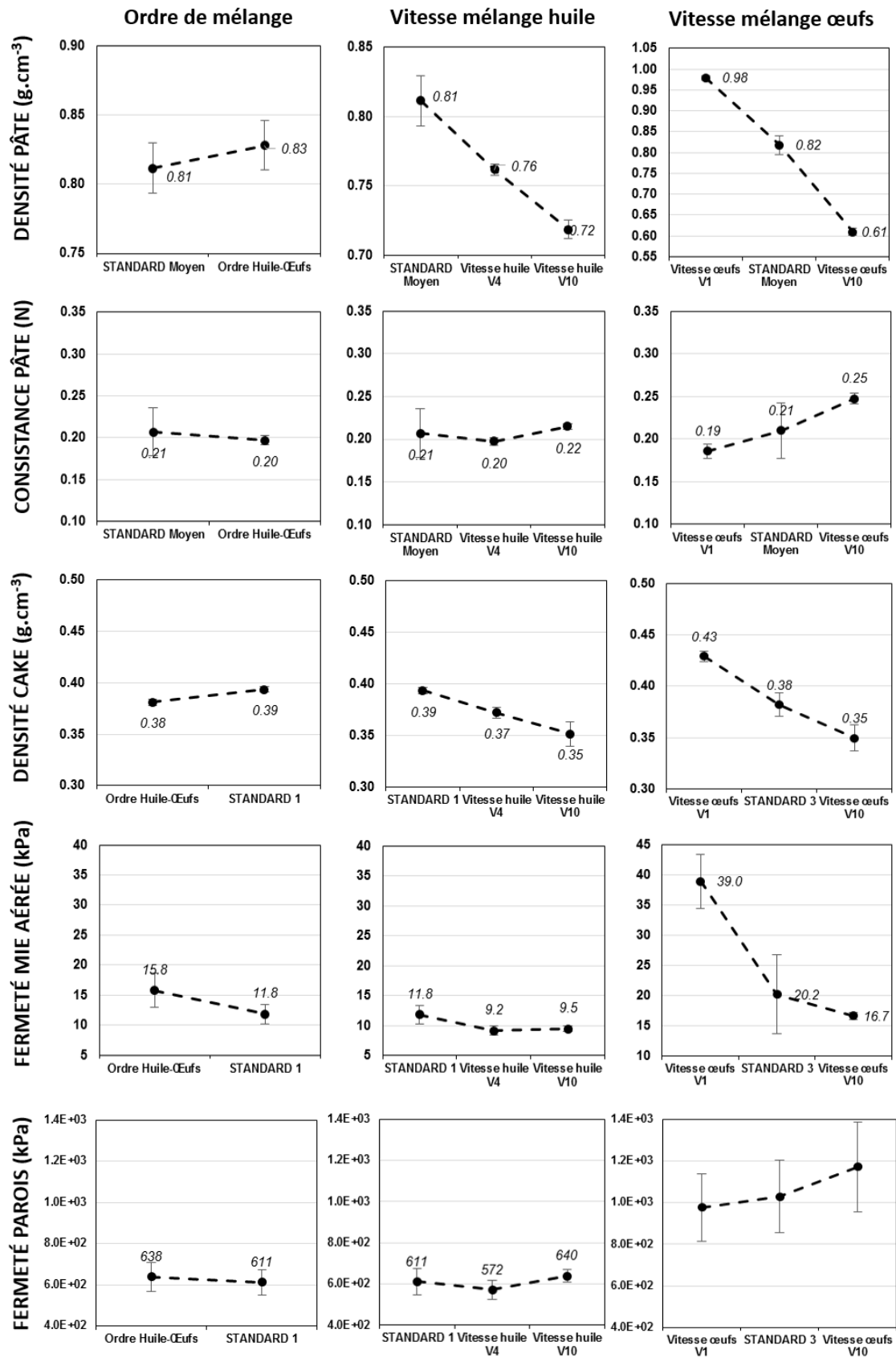




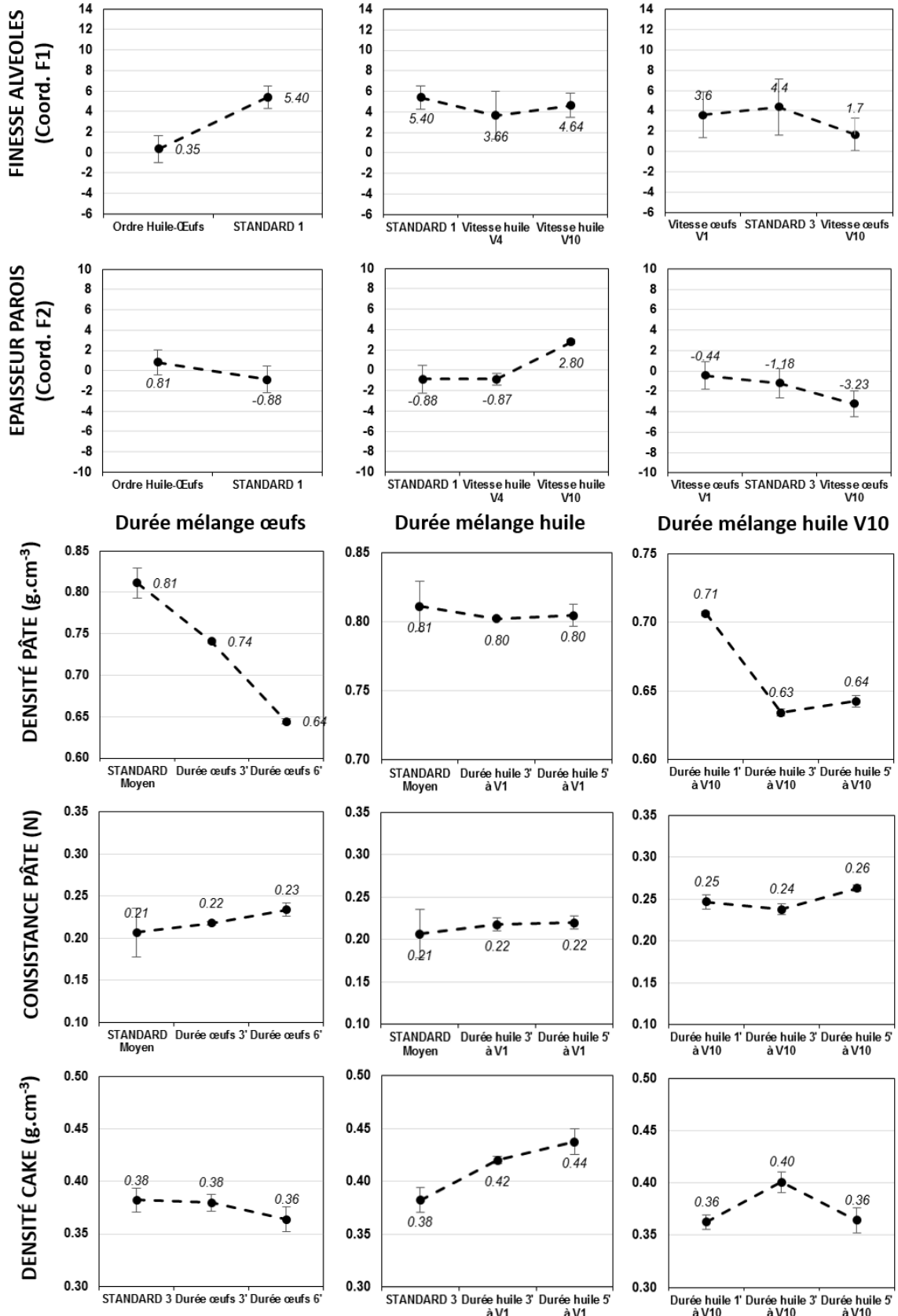
# ANNEXE 4 – RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU PLAN D'EXPÉRIENCES



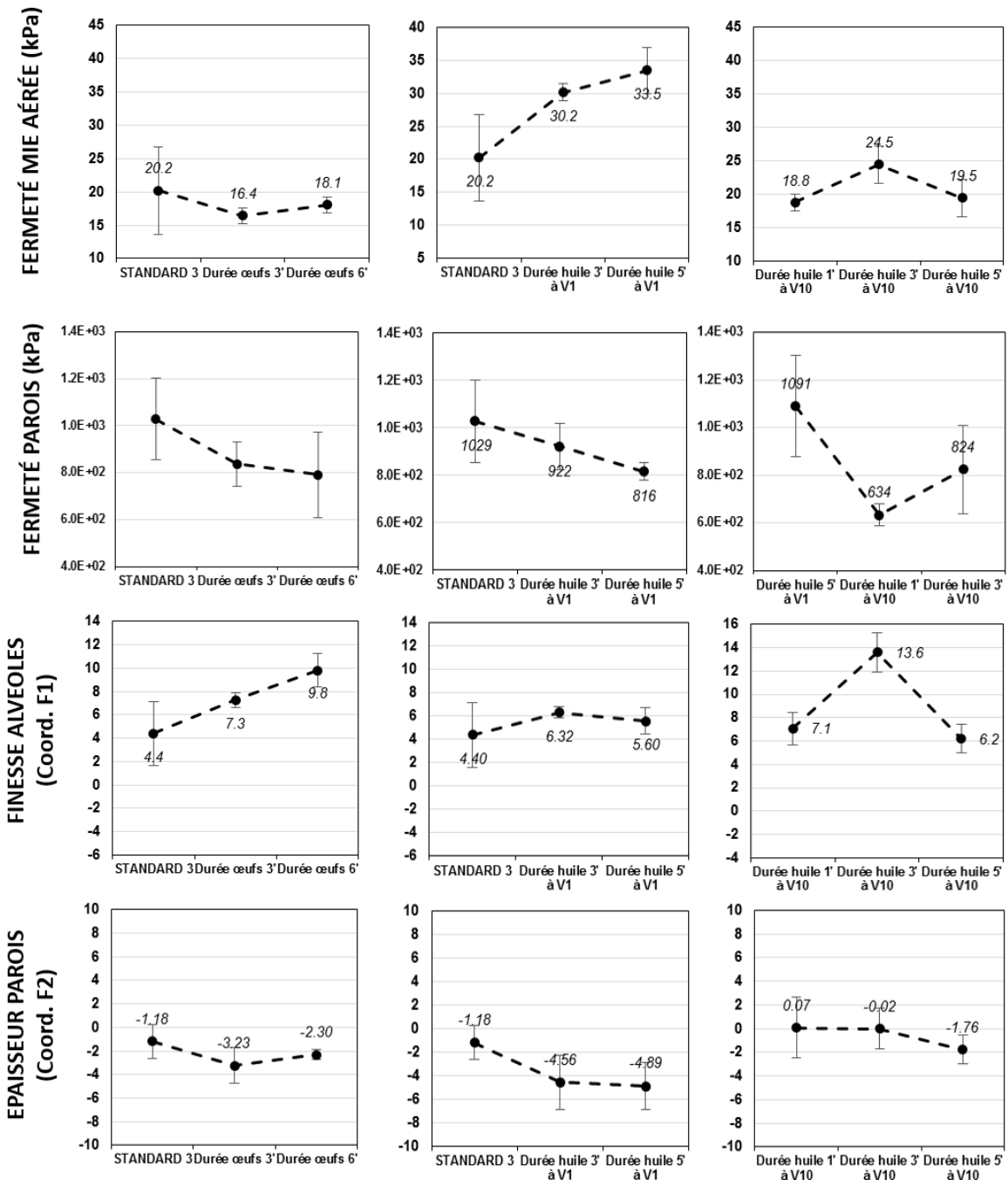
# ANNEXE 4 – RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU PLAN D'EXPÉRIENCES



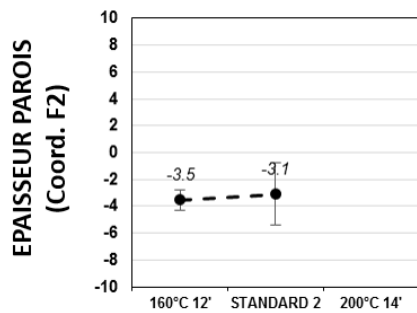
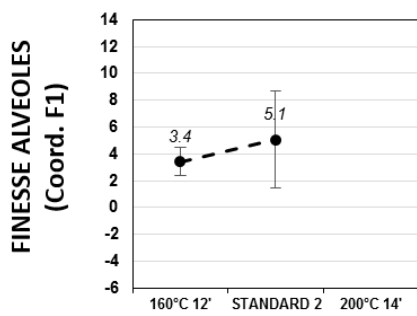
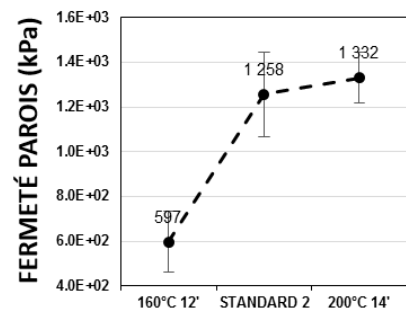
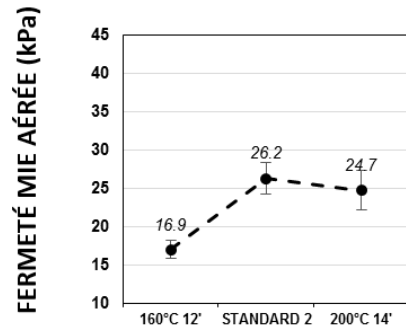
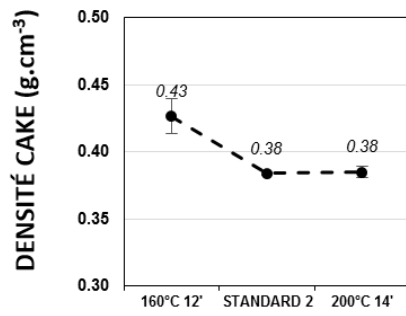
ANNEXE 4 – RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU PLAN D'EXPÉRIENCES



# ANNEXE 4 – RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU PLAN D'EXPÉRIENCES



Barème de cuisson





## Contexte

Les associations céréale-légumineuse au champ présentent des bénéfices agronomiques connus et prometteurs. De plus, le mélange de deux farines permet de fabriquer des produits aux propriétés nutritionnelles optimisées en terme de quantité et de qualité protéique.

**Cependant, une bonne connaissance des matières premières est nécessaire pour formuler des produits de manière raisonnée.**

### Hypothèse :

1. Cultures associées blé-légumineuse
2. Tri partiel ou total
3. Mouture séparée ou en mélange

### Obtention :

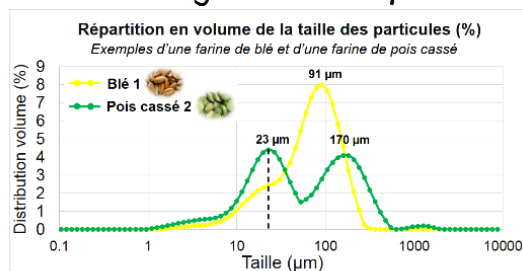
- Farine de blé
- Farine de légumineuse
- ou** - Farine issue du mélange

### Matières premières :

Farines de blé tendre boulangères et biscuitières (7), farines de pois cassé (2), farines de lentille (3), farines de pois chiche (3)

➤ **Peut-on appliquer les méthodes de caractérisation classiques des farines de blé aux farines de légumineuses ?**

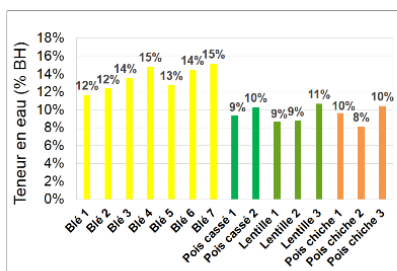
### Profil granulométrique



Profils bi-modaux. Légumineuse : + de fraction fine et taille supérieure + élevée.

✓ **Adaptabilité pour lég.**

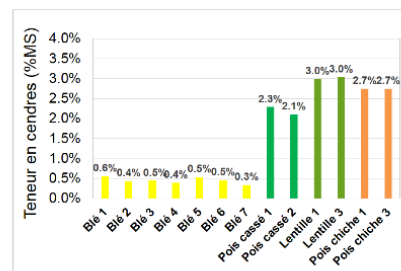
### Teneur en eau



Farines de blé > Farines de légumineuse

✓ **Adaptabilité pour lég.**

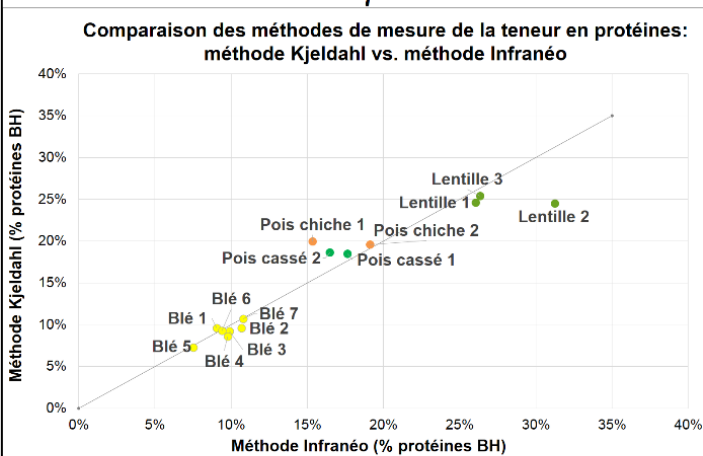
### Teneur en cendres



Farines de légumineuse > Farines de blé

✓ **Adaptabilité pour lég.**

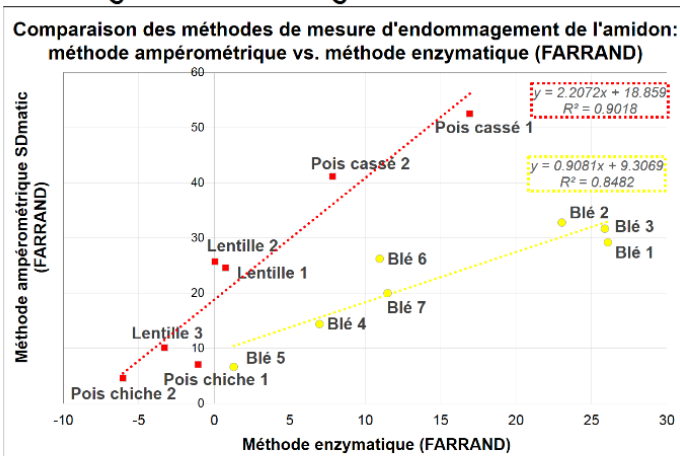
### Teneur en protéines



Très bonne corrélation pour le blé. Bonne corrélation pour les légumineuses. Farines de légumineuse > Farines de blé.

✓ **Adaptabilité pour lég.**

### Degré d'endommagement de l'amidon



Bonne corrélation pour le blé. Corrélation à ajuster pour les légumineuses.

✗ **Adaptabilité pour lég. moyennant calibration**

## Conclusion & perspectives :

- La méthode Infranéo est à tester sur des mélanges comme indicateur du % de chaque espèce en présence.
- Une adaptation est nécessaire pour la méthode ampérométrique. Des travaux réalisés sur l'application technologique indiqueront si cette piste est prioritaire.

Matériel: Granulomètre Malvern Mastersizer 2000, étuves Chopin, four à cendres Bühler, appareil Kjeldahl, Infranéo Chopin, SDmatic Chopin, kit Damaged Starch Megazyme



## Contexte

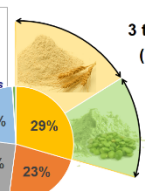
Les associations céréale-légumineuse au champ présentent des bénéfices agronomiques prometteurs. De plus, le mélange des deux farines permet de fabriquer des produits aux propriétés nutritionnelles optimisées en terme de quantité et qualité protéique. **Cependant, une bonne compréhension de la structuration du produit lors du procédé de fabrication est nécessaire pour faire des produits de qualité.**

*Quel est l'effet de la substitution d'une partie de la farine de blé par de la farine de pois sur les propriétés de structure de gâteaux moelleux ?*

## Matériel & méthodes

Recette de cake domestique

- Farine
- Sucre
- Œufs
- Huile de colza
- Poudres levantes
- Sel



**3 taux de substitution (% de farine totale)**

- 100% blé / 0% pois
- 80% blé / 20% pois
- 60% blé / 40% pois

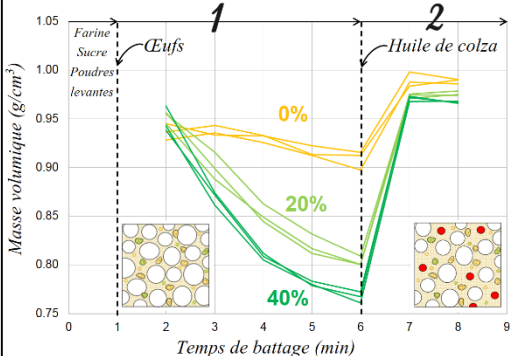


**Propriétés de la pâte**  
Masse volumique à chaque minute  
Consistance (TA.XT+) par rétroextrusion

**Propriétés des cakes**  
**JOUR 2 :** Volume du cake (VolScan)  
Scan pour l'analyse d'image  
**SEMAINE B :** Texture de la mie (TA.XT+)  
Photographies (Scancube)

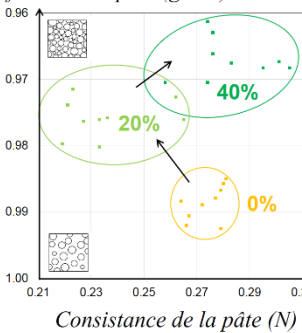
## Propriétés de la pâte

Evolution de la masse volumique de la pâte pendant le battage



- Pois**  $\searrow$  masse volumique lors du foisonnement  
*Hyp: capacité des protéines de pois à s'hydrater, foisonner et apporter de la viscosité à la pâte*
- Ajout d'huile** = perte d'air  $\searrow$  effet de l'ajout de pois  
*Hyp: phénomène de coalescence; pois  $\searrow$  résistance des interfaces air-eau*

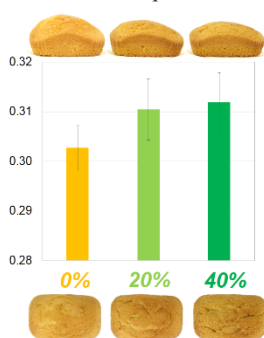
Masse volumique finale de la pâte ( $g/cm^3$ )



**Pas de corrélation directe entre la masse volumique et la consistance**  
*Hyp: autres mécanismes en lien avec les protéines, impactant - Le nombre et la taille des bulles - La consistance de la phase continue*

## Propriétés des cakes

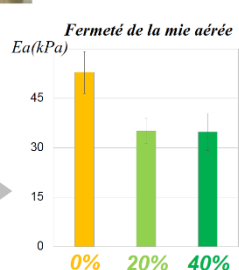
Masse volumique des cakes ( $g/cm^3$ )



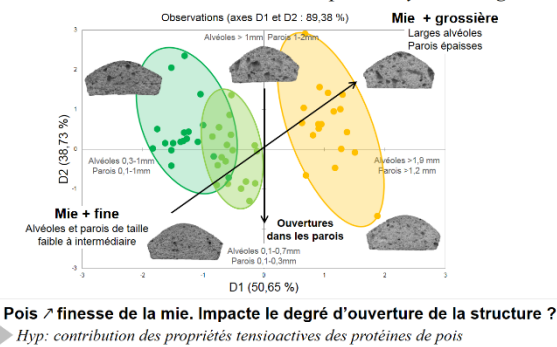
**Pois**  $\nearrow$  masse volumique et  $\nearrow$  fissures à la surface  
*Hyp: levée puis effondrement ou faible levée*

**Pois**  $\searrow$  fermeté de la mie (Ea)  
**Pas d'effet sur la rigidité des parois (Ec)**  
*Hyp: % pois impacte seulement la répartition de l'air*

Propriétés de texture



Etude de la structure alvéolaire par analyse d'image



**Pois**  $\nearrow$  finesse de la mie. Impacte le degré d'ouverture de la structure ?  
*Hyp: contribution des propriétés tensioactives des protéines de pois*

## Conclusion

- Les protéines de pois  $\searrow$  la masse volumique de la pâte = améliorent l'incorporation d'air
- Plusieurs mécanismes contribuent à l'évolution de la consistance de pâte  $\rightarrow$  structuration complexe
- Les cakes contenant du pois sont plus denses mais plus moelleux, probablement à cause de leur mie plus fine

**Ces résultats sont encourageants quant à la possibilité de produire des cakes à partir d'un mélange de farines de blé et de pois.**

**La substitution de farine entraîne plusieurs modifications du produit fini (y compris odeur et couleur) qui doivent être quantifiées sensoriellement.**

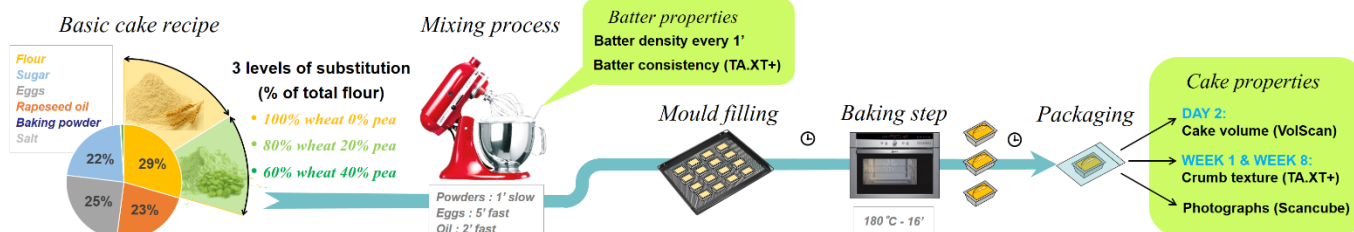
**L'acceptabilité ainsi que la qualité nutritionnelle des produits seront également étudiées.**

### Context

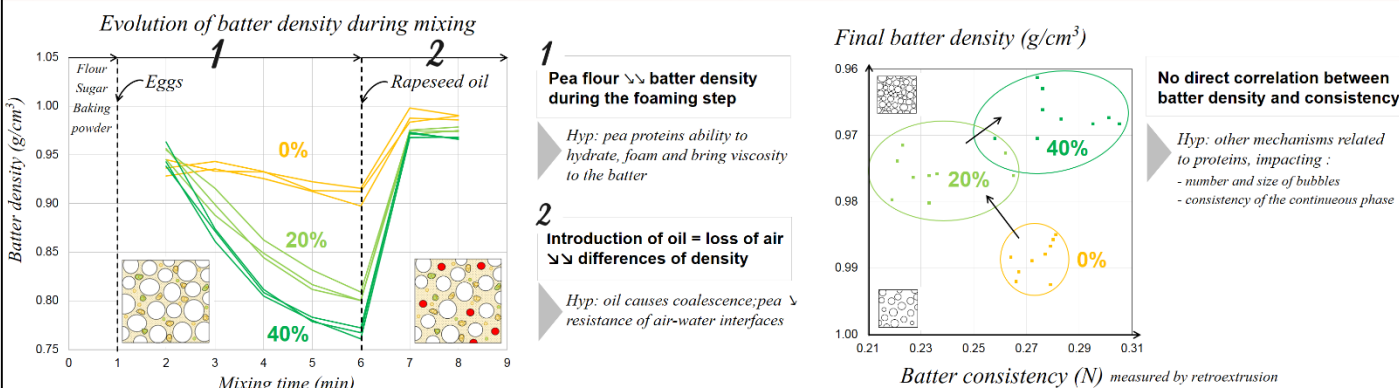
The agronomical benefits of cereal-legume associations have been proven. Moreover, mixing both flours is a way to make more nutritious products in terms of protein quantity and quality. Though, a good understanding of product structuring during processing is necessary to make quality products.

What is the effect of the replacement of wheat flour by pea flour on the structure properties of soft cakes ?

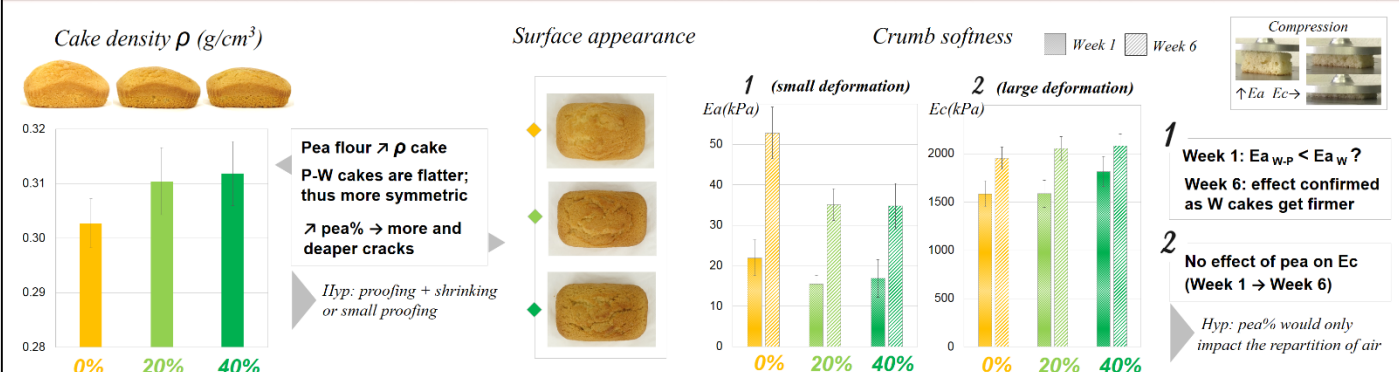
### Material & methods



### Introduction of pea leads to differences of batter properties

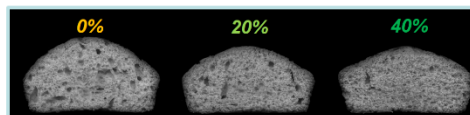


### Baking as a structure-setting step : how do the differences evolve ?



### Conclusion

- Pea proteins  $\searrow$  batter density = promotes air incorporation
  - Several mechanisms contribute to the evolution of batter consistency  $\rightarrow$  complex structuring
  - P-W cakes are denser but softer, probably due to their crumb structure
- $\rightarrow$  Density should not be used as the only structure parameter ; air repartition must be studied



These results show promising perspectives concerning the possibility of producing cereal-legume cakes. Flour substitution leads to several modifications of the final product (including color and flavor) that need to be sensorially quantified.





« Règle 4. Une leçon sera répétée jusqu'à qu'elle soit apprise.  
Une leçon te sera présentée sous diverses formes,  
jusqu'à ce que tu l'apprennes.  
Quand tu l'auras apprise, tu pourras passer à la leçon suivante. »

Règle 6. « Ailleurs » n'est pas meilleur qu'« ici ».  
Quand ton « ailleurs » est devenu « ici »,  
Tu obtiens à nouveau un autre « ailleurs » qui,  
à son tour,  
te semblera meilleur qu'« ici ».

Règles pour être humain  
Auteur inconnu

**Titre :** Optimisation de la transformation de matières premières issues de cultures associées légumineuse-blé tendre par une bonne connaissance de la physico-chimie des ingrédients et du procédé de fabrication.

**Mots clés :** filière, ingénierie reverse, variabilité matières premières, optimisation multicritères, qualité des cakes, protéine, amidon.

**Résumé :** Le mélange blé - légumineuse constitue une option prometteuse pour le développement de pratiques agricoles durables et la fourniture de protéines de bonne qualité nutritionnelle. Des filières de transformation des cultures associées intégrant la gestion d'un mélange jusqu'à la fabrication d'un produit céréalier enrichi en farine de légumineuse pourraient être conçues. Ceci implique de maîtriser la variabilité des matières premières entrantes en seconde transformation. L'objectif de ce travail est de développer un outil permettant de maîtriser la qualité de cakes enrichis en farine de légumineuse quelles que soient les variations de qualité des matières premières, par l'utilisation du procédé de fabrication. La qualité des cakes est définie par

leurs propriétés de structure aux différentes échelles. Après un travail de caractérisation des propriétés de farines variables et d'étude du procédé de fabrication, un modèle multicritère multi-contraintes de maîtrise de la qualité a été mis en place par une démarche de plan d'expériences. La capacité de prévision du modèle a été validée, et son efficacité de correction a été confirmée du point de vue instrumental et sensoriel dans le cas de deux scénarii. Après une discussion de la durabilité de la filière dans son ensemble, les connaissances acquises lors de ce travail ont été rassemblées pour formuler des recommandations vis-à-vis des étapes amont de la filière (sélection, culture, tri, 1<sup>ère</sup> transformation) dans un objectif d'ingénierie reverse.

**Title :** Optimization of the processing of raw materials from soft wheat - legume intercrops by a good knowledge of the physical-chemical behavior of the ingredients and of the manufacturing process.

**Keywords :** food chain, reverse engineering, variability of the raw materials, multicriteria optimization, cake quality, proteins, starch.

**Abstract :** Mixing wheat and legumes is a promising way of developing sustainable agricultural practices in addition to supplying proteins of good nutritional quality. Food chains for the valorization of wheat-legume intercrops could be designed to handle such a mixture right up to the production of cereal products enriched with legume flour. This would involve monitoring the variability of the raw materials used by the secondary processing industry. The aim of this work was to develop a tool to enable the monitoring of the quality of cakes enriched with legume flour regardless of variations in flour quality, by using the processing variables. The quality of soft cakes is defined by their structural properties at different length scales.

After characterization of the variable properties of flour and of the manufacturing process, a multi-objective model for the monitoring of cake quality was built thanks to an optimal experimental design. The prediction capacity of the model was validated, and its correction efficiency was confirmed both instrumentally and sensorially in two case studies involving variations in the proportions and particle sizes of wheat and legume in the flour. Following a discussion of the sustainability of the food chain as a whole, the knowledge acquired during the course of this study was used to make recommendations concerning the upstream stages of the chain (selection, cultivation, sorting, first processing) using a reverse engineering approach.