

## Conception d'un pain sans gluten et de son four ohmique

**Auteur :** Michels, François

**Promoteur(s) :** Blecker, Christophe

**Faculté :** Gembloux Agro-Bio Tech (GxABT)

**Diplôme :** Master en management de l'innovation et de la conception des aliments, à finalité spécialisée

**Année académique :** 2020-2021

**URI/URL :** <http://hdl.handle.net/2268.2/13252>

---

### Avertissement à l'attention des usagers :

*Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative" (BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.*

*Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.*

---

Année 2020 - 2021

# Conception d'un pain sans gluten et de son four ohmique

**Promoteur** : Christophe Blecker (ULg)

Encadrant technique : Nicolas Jacquet

**Co-Promoteur** : Pascal Léonard (HeCh)

**Partenaire industriel** : Emma Ruby – Robbe Heymans (Puratos GB)

Travail de fin d'études en vue de l'obtention du  
diplôme de Master en Management de  
l'Innovation et de la Conception des Aliments

## LISTE DES ABRÉVIATIONS

---

<i>a.C.n.</i>	ante Christum natum
[ <i>-</i> ]	Unités adimensionnelles
°	Degré électrique
°C	Degré Celsius
µm	Micromètre
A	Ampère
ALC	Complexe amylose-lipide
BU	Unités Brabender
C	Coulomb
c.a.	Courant alternatif
c.c.	Courant continu
CD	Maladie coeliaque
C <sub>p</sub>	Chaleur spécifique
Cys	Cystéine
d.b.	Humidité en base sèche
DA	Dalton
DD	Disjoncteur différentiel
DLC	Date limite de consommation
DP	Degré de polymérisation
DR	Degré de rétrogradation
DS	Amidon endommagé
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage
E <sub>c</sub>	Energie cumulée
EU	Unités extensographe
F	Farad
FU	Unités farinographe
GF	Sans gluten
Gln	Glutamine
Glo	Glutathion
GTA	Germes totaux aérobies
H	Henry
HAP	Hydrocarbure aromatique polycyclique
HC	Hydrocolloïde
HDS	Amidon fort endommagé
HPMC	Hypromellose
<i>i.e.</i>	id est
IgA	Immunoglobulines A anti-transglutaminase tissulaire
IO	Indice d'oxygène
J	Joule
k	kilo
LAB	Lactobacilles
LDS	Amidon peu endommagé
LMW	Low molecular Weight
m	mètre

MAP	Emballage à atmosphère modifiée
mN	milliNewton
N	Newton
Nm	Nanomètre
NOAEL	No - Observed - Adverse - Effect - Level
OH	Cuisson ohmique
Pa	Pascal
PC	Polycarbonate
PEEK	Polyétherétheracétone
PM	poids moléculaire
POM	Polyacétal (polyoxyméthylène)
Pr	Proline
PTFE	Polytétrafluoroéthylène
RMN	Résonance magnétique nucléaire
RS	Amidon résistant
RVA	Analyseur de Visco rapide
S	Siemens
SDS-PAGE	Electrophorèse sur gel de polyacrylamide avec du dodécyl sulphate de sodium
sec	Secondes
T <sub>g</sub>	Température de gélatinisation
T <sub>p</sub>	Température de collage
TPA	Texture Profile Analysis
Ttgase	Transglutaminase tissulaire (II)
UHT	Ultra haute température
V	Volt
w.b.	Humidité en base humide
w/w	Teneur en masse
Ω	Ohm
%gel	Taux de gélatinisation

## NOMENCLATURE PHYSIQUE

---

Symbol	Grandeur	Unités
$\vec{V}$	Gradient	/
$C_p$	Chaleur spécifique	J/kg.°C
$E_c$	Energie cumulée	J
$F_e$	Force électrique	N
$q_e$	Charge électrique	C
$\rho_e$	Densité volumique de charge	C/m <sup>3</sup>
$\phi_B$	Flux magnétique	V/sec
$\int$	Intégrale	/
$h$	Enthalpie du système	J/kg
$P$	Puissance	W
$\Delta$	Différence ou variation	/
$\gamma$	Résistivité	W.m
$A$	Surface	m <sup>2</sup>
$E$	Champ électrique	V/m
$H$	Enthalpie de masse sèche	J/kg
$I$	Intensité électrique	A
$J$	Densité de courant	A/m <sup>2</sup>
$L$	Ecart entre électrodes	m
$N$	Nombre de spires	/
$Q$	Chaleur	J
$R$	Résistance	Ω
$T$	Température	°C
$U$	Energie interne d'un système	J
$V$	Potentiel électrique (c.c.) ou Tension (c.a.)	V
$W$	Travail	J
$k$	Conductivité thermique	W/m.°C
$l$	Longueur	m
$m$	Masse	kg
$q_r$	Puissance massique	W/kg
$r$	Distance	M
$t$	Temps	Sec
$\delta$ ou $d$	Dérivée (variation locale ou instantanée)	/
$\eta$	Rendement	%
$\rho$	Masse volumique	kg/m <sup>3</sup>
$\sigma$	Conductivité électrique	S/m
$\omega$	Vitesse angulaire	rad/sec
$\phi$	Déphasage	/

## TABLE DES FIGURES

---

Figure 1. Arborescence des troubles liés au gluten .....	18
Figure 2. Susceptibilité génétique de la cœliaque (Adapté de Lamireau & Clouzeau, 2013). ....	20
Figure 3. Pathogenèse de la maladie cœliaque (Meresse et al., 2009).....	20
Figure 4. Immunopathologie de l'épithélium dans l'intestin grêle supérieur (« Diagnostic de la maladie », 2015). ....	21
Figure 5. Structure du grain de blé. ....	22
Figure 6. Graphe des taux de protéines du blé: protéines de structures et enzymatiques (A) et de stockage (gliadiines (B) et gluténines (C)) (Adapté de Delcour & Hoseney, 2010).....	23
Figure 7. Modèle de gluten Boucle-Train (Adapté de Belton, 1999).....	24
Figure 8. Farinogramme (Adapté de Pomeranz, 1988). ....	25
Figure 9. Extensogramme (Adapté de Pomeranz, 1988). ....	26
Figure 10. Structure groupée de l'amylopectine (Adapté de Gomand et al., 2010). ....	27
Figure 11. Ultrastructure du grain d'amidon .....	27
Figure 12. Représentation des changements qui se produisent dans un mélange amidon-eau pendant le chauffage, le refroidissement et le stockage (Adapté de Goesaert et al., 2005). ..	28
Figure 13. Viscogramme conceptuel (Adapté de Agu et al., 2006). ....	29
Figure 14. Procédé de panification (Adapté de No-Time Dough Process   Baking, s. d.).....	31
Figure 15. Phases continue et discontinue de la pâte à pain avant cuisson.....	32
Figure 16. Courbes DSC typiques de l'amidon (a) en excès d'eau (b) en défaut d'eau (Fukuoka et al., 2002).....	35
Figure 17. Thermogrammes obtenus par analyse DSC de différents ratios eau:amidon (indiqués sur chaque courbe en bleu) (Adapté de (Delcour & Hoseney, 2010b)). ....	35
Figure 18. Résonance et relaxation en RMN : l'état en résonance est dit 'aimanté' .....	37
Figure 19. Texture Profile Analysis.....	41
Figure 20. Mécanismes de rétention des gaz d'une pâte fermentée de blé (gauche) et de riz (droite) (Yano, 2019). ....	43
Figure 21. Profil RVA de tant pour tant riz/X: X étant l'amaranth, l'amidon de pomme de terre, la farine de quinoa et le sarrasin (Adapté de Alvarez-Jubete et al., 2010). ....	44
Figure 22. Tranches de pain GF : a) Riz b) 90% riz/ 10% soja c) 50% riz/ 50% maïs d) 10% riz / 45% maïs / 45% soja e) 40% riz / 40% maïs / 20% soja (Adapté de Sciarini et al., 2010). ....	45
Figure 23. Rétention de gaz dans le pain de blé et de pomme de terre (Nemar et al., 2015). ....	46
Figure 24. Enthalpie de gélatinisation de différents amidons (Adapté de Li et al., 1997; Singh et al., 2003). ....	47
Figure 25. Procédés de cuisson des pains (avec et sans gluten).....	48
Figure 26. Sens conventionnel du courant continu .....	53
Figure 27. Appareils passifs de mesure : à gauche, le voltmètre (V) - à droite, l'ampèremètre (A) .....	55
Figure 28. Evolution de l'amplitude du courant alternatif.....	55
Figure 29. Evolution du courant alternatif en triphasé .....	56
Figure 30. Transformateur d'alimentation électrique de maison (Adapté de Benson, 2015). ..	57
Figure 31. Variations de tensions (U) au sein d'un autotransformateur.....	58
Figure 32. Tensions appliquées lors de la cuisson: à gauche, tensions à impulsions - à droite, tension moyennée. ....	62
Figure 33. Profil de température : à gauche, en début de cuisson (après fermentation) – à droite, en fin de cuisson (après 20 min) .....	62

Figure 34. Représentation 3-D du champ électrique après 20min (fin de cuisson) sous une différence de potentiel instantanée d'environ 100V.....	63
Figure 35. Evolution de l'énergie cumulée délivrée aux électrodes durant la cuisson .....	63
Figure 36. A gauche, température de cœur du pain à différentes puissances – A droite, profil RVA avec une première étape de chauffe à différentes puissances (Bender et al., 2019). ...	64
Figure 37. Couples puissances-tensions employées dans l'étude de Bender et al.(2019), estimés par JMP 15.....	65
Figure 38. De gauche à droite : profils de $\sigma$ et $Cp$ . .....	66
Figure 39. Evolution de l'effet Joule en fonction de la température de cœur de la pâte .....	66
Figure 40. Résolution graphique de l'équation de courbe de chauffe.....	66
Figure 41. Simulation de courbe de chauffe au cœur du pain dans les conditions opératoires de Bender et al.(2019).....	67
Figure 42. Schéma de principe du four à cuisson ohmique .....	68
Figure 43. Conductivité électrique fonction du taux de sel en solution d'amidon (Adapté de Fellows, 2017).....	68
Figure 44. Evolution du chiffre d'affaires dans l'industrie belge (Statbel, 2020).....	71
Figure 45. Cycle de vie des produits sans gluten sur le marché français (Adapté de Aboudou et al., 2018). .....	74
Figure 46. Consommations énergétiques [%] en Boulangerie (Adapté de Gally, 2017). .....	75
Figure 47. Logo officiel « sans gluten » de la AFDIAG (AFDIAG - Association Française Des Intolérants Avec gluten - bien vivre sans gluten, n.d.).....	76
Figure 48. Logo de la marque Schär. .....	78
Figure 49. Logo de la marque Carrefour no gluten .....	80
Figure 50. Logo de la marque Gerblé .....	81
Figure 51. Logo de la marque Delhaize .....	82
Figure 52. Logo de la marque Lightbody .....	83
Figure 53. Logo de la marque Fria.....	86
Figure 54. Graphique du positionnement des concurrents directs dans l'univers concurrentiel .....	87
Figure 55. Evolution du nombre de répondants au cours du temps .....	94
Figure 56. Evolution du nombre de répondants : voir Annexe 2 pour plus de détails. .....	94
Figure 57. Informations générales sur l'âge et le genre .....	95
Figure 58. Répartition des professions .....	95
Figure 59. Répartition par genre des gens avec un trouble lié au gluten et/ou avec un proche avec un trouble.....	95
Figure 60. Habitudes d'achat de produits sans gluten .....	95
Figure 61. Répartition des marques des concurrents directs & Intermédiaires d'achat .....	96
Figure 62. Facteurs d'influence lors de l'achat & Pains les plus susceptibles d'être achetés.96	96
Figure 63. Forme d'achat des pains GF.....	96
Figure 64. Facteurs d'importance dans l'achat.....	97
Figure 65. Fréquence & repas de consommation de pain sans gluten.....	97
Figure 66. Proportion des gens qui consomment du pain GF qu'ils ont fait eux-mêmes .....	97
Figure 67. Indemnisation INAMI .....	98
Figure 68. Satisfaction par double-, triple- et quadruplement de l'indemnisation de l'INAMI..98	98
Figure 69. Prix psychologique .....	98
Figure 70. Facteurs d'appréciation de notre produit.....	99
Figure 71. Comparaison du public le plus enclin à être consommateur de pain GF sans croûte.....	99
Figure 72. Graphique du positionnement des concurrents directs : notre produit est dans le quadrant bordeaux.....	100
Figure 73. Protocole de panification des pains avec gluten. .....	118

Figure 74. Protocole de mélange des pains sans gluten.....	119
Figure 75. Numérotation des tranches.....	121
Figure 76. TPA .....	121
Figure 77. Principe de traitement numérique de l'alvéolage de la tranche 4 de la formulation sans gluten initiale : à gauche, le recadrage effectué pour chaque prise - à droite, le traitement Python de la même image. ....	122
Figure 78. Espace colorimétrique CIELab. ....	124
Figure 79. Graphique de l'analyse du texturomètre de type 'Hold in time' .....	130
Figure 80. Pictogrammes .....	132
Figure 81. Circuit de puissance .....	133
Figure 82. Four ohmique (SketchUp Pro 2020) avec de haut en bas : vue du dessus, du dessous, de face, zoom de face, frontale et iso. Le silicone à l'interface espace de chauffe-support de sécurité n'y est pas représenté. ....	136
Figure 83. Pied de support de sécurité .....	138
Figure 84. Installation du four ohmique.....	139
Figure 85. Enceinte de sécurité: à gauche, en transparent, le polycarbonate (PC) – en noir, le polyétheréthercétone (PEEK) – en gris, les électrodes en inox 316.....	140
Figure 86. Circuit de puissance & systèmes de sécurité et de modulation de la cellule ohmique : le V et A désignent respectivement l'ampère- et le voltmètre. ....	140
Figure 87. Four ohmique : à droite, le pain cuit.....	141
Figure 88. Fonctionnement du four à chaleur pulsée: (a) vue d'ensemble - (b) vue de coupe. ....	147
Figure 89. Moule de cuisson.....	149
Figure 90. Farinogramme de la farine T80.....	152
Figure 91. Volume spécifique du pain en fonction de la masse de pâte dans le moule. ....	153
Figure 92. Formulation avec (gauche) et sans (droite) albumine. ....	154
Figure 93. Essai sans gluten tant/tant.....	154
Figure 94. Perte à la cuisson et volume spécifique en fonction du taux d'eau.....	155
Figure 95. Valeurs L*a*b* du pain sans et avec gluten. ....	156
Figure 96. Amylogramme de l'essai à haut taux d'amidon de pomme de terre (↑P), de formulation moyenne (Moy), à haut taux de sarrasin (↑B) et de la farine de blé (T80). ....	157
Figure 97. Granulométrie des principaux amidons : les échelles sont respectivement pour la ligne supérieure, médiane et inférieure de 100 µm, de 20 µm et 2 µm (Alvarez-Jubete et al., 2010).....	158
Figure 98. Distribution de Chewiness [g] (gauche) et Volume spécifique [cm <sup>3</sup> /g] (droite) simulés.....	160
Figure 99. Zones de compromis du Contour Profiler: les zones rosées et bleutées sont les zones de contraintes respectivement de la Chewiness (230 – 270 g) et Volume spécifique (3.7 – 3.9 cm <sup>3</sup> /g). ....	161
Figure 100. Plan de mélange avec le volume spécifique [cm <sup>3</sup> /g] en courbes de niveau : les essais sont représentés par des chiffres : le 5 reprend les essais 5,6,7 ; le 9 les essais 9 et 10 et le 0 les essais 11 et 12. La formulation optimisée est représentée par le X. ....	161
Figure 101. Plan de mélange de la chewiness [g] en courbes de niveau. Les essais sont représentés par des chiffres : le 5 reprend les essais 5,6,7 ; le 9 les essais 9 et 10 et le 0 les essais 11 et 12. La formulation optimisée est représentée par le X. ....	162
Figure 102. De gauche à droite et de haute en bas : Evolution de la force initiale de compression, du taux de rassissement et de l'activité de l'eau au cours du temps. ....	163
Figure 103. Confrontation des différents essais: alvéolage de mie des tranches 2. ....	164
Figure 104. Alvéolage et porosité mesurées par le traitement numérique.....	165
Figure 105. De gauche à droite : Tranches de gauche de formulation GF moyenne & optimisée et avec gluten.....	165

Figure 106. de haut en bas : Comparaison de la Hardness & Chewiness, Comparaison de la Cohesiveness & Elasticity, Analyse statistique, graphique TPA des produits O-made, Schär, Delhaize.....	166
Figure 107. Notre produit (au centre) et ceux de la concurrence (Au-dessus, Schär – En-dessous, Delhaize).....	167
Figure 108. Paramètres d'alvéolage de mie de notre produit (O-Made) ainsi que de ceux de la concurrence.....	167
Figure 109. Evolution de la composition en gaz des emballages MAP (gauche) et conditionnés sous air ambiant (droite).....	168
Figure 110. Pains emballés après 6 jours: à gauche, à l'air ambiant - à droite, sous MAP..	168
Figure 111. Evolution des microorganismes lors du stockage. ....	170
Figure 112. Température à cœur lors de l'apprêt (bleu) et lors de la cuisson classique (orange).....	171
Figure 113. Conductivité électrique lors de l'apprêt. ....	172
Figure 114. Température à cœur des différentes cuissons ohmiques: le témoin est le profil de cuisson classique. ....	172
Figure 115. Couple température-temps à différentes tensions : le témoin est la cuisson classique. ....	173
Figure 116. Evolution de la température de cœur et de la puissance lors de la cuisson en 3 phases de tension. ....	174
Figure 117. Pain cuit en 3 phases de tension : à droite, alvéolage. ....	174
Figure 118. Evolution de la température de cœur et de la puissance lors de la cuisson en 2 phases de tension. ....	175
Figure 119. . Pain cuit en 2 phases de tension : à droite, alvéolage.. ....	175
Figure 120. Evolution de l'humidité en base sèche lors de la cuisson ohmique : l'humidité (d.b.) de la pâte passe lors de l'apprêt de 1.19 à 1.13 par évaporation.....	176
Figure 121. Intégration d'un pic de gélatinisation d'amidon sur Universal Analysis (TA). ....	176
Figure 122. Taux de gélatinisation lors de la cuisson ohmique: en noir, les points mesurés - en bleu, le modèle. ....	177
Figure 123. A gauche, volume spécifique de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – A droite, quantiles de Student. ....	178
Figure 124. Au-dessus, Alvéolage, porosité et taille moyenne des alvéoles de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – En-dessous, quantiles de Student. ....	178
Figure 125. Visuels des différents pains. ....	178
Figure 126. A gauche, Hardness & Chewiness de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – A droite, quantiles de Student. ....	179
Figure 127. A gauche, Cohesiveness & Elasticity de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – A droite, quantiles de Student. ....	179
Figure 128. Evolution de la force initiale de compression, du taux de rassissement du pain sans gluten par cuisson ohmique. ....	180
Figure 129. Puissance délivrée lors de la cuisson ohmique.....	181
Figure 130. Répartition de l'énergie en cuisson classique et ohmique. ....	182
Figure 131. Procédé industriel de fabrication du pain sans gluten par cuisson ohmique....	187
Figure 132. Diagramme de fabrication du pain sans gluten par cuisson ohmique.....	188
Figure 133. Logo O-Made .....	192
Figure 134. Emballage primaire : les inscriptions sont à titre indicatif. ....	193
Figure 135. Evolution de la composition de la MAP lors du stockage. ....	194
Figure 136. Coupe verticale de la pâte à pain cuite dans le four ohmique. ....	198
Figure 137. Organigramme de l'enquête : les nombres indiqués sont la répartition des différents interviewés.....	232



## TABLE DES TABLEAUX

---

Tableau 1. Différences cliniques entre CD, SBNC et allergie au blé (Adapté de Fasano & Catassi, 2012) .....	19
Tableau 2. Prolamines des céréales : celles en grises ne sont pas impliquées dans les troubles liés au gluten (Adapté de Hernández-Espinosa et al., 2015; Jnawali et al., 2016) .....	23
Tableau 3. Taux d'amylose/amylopectine de différents amidons (Adapté de Food-Info.net : Carbohydrates > Starch, s. d.; Henderson et al., 2012) .....	27
Tableau 4. Techniques d'analyses de la rétrogradation de l'amidon (Adapté de S. Wang et al., 2015) .....	39
Tableau 5. Propriétés mécaniques du TPA : effets à valoriser pour le pain GF (Adapté de Trinh, 2012) .....	41
Tableau 6. Aspects rhéologiques et sensoriels des farines (Adapté de Wang et al., 2017) .....	42
Tableau 7. Discussion des alternatives au four électrique pour la cuisson du pain (Abbas et al., 2010; Bender & Schönlechner, 2020; Chhanwal et al., 2015; Gally, 2017b) .....	49
Tableau 8. Avantages respectifs des cuissons ohmiques et diélectriques (micro-ondes) .....	50
Tableau 9. Propriétés de pain GF cuit par cuisson ohmique ou par convection : l'ensemble des paramètres (excepté la cuisson) sont à maximiser (Adapté de Bender et al., 2019) .....	64
Tableau 10. Equations des grandeurs physiques .....	65
Tableau 11. Calcul du temps de chauffe aux différentes étapes de température .....	67
Tableau 12. Matériel des études passées .....	69
Tableau 13. Additifs alimentaires tolérés susceptibles de contenir du gluten (Adapté de Flossmanuals, n.d.) .....	72
Tableau 14. Brevets des usages de cuisson ohmique alimentaire .....	75
Tableau 15. Composition, prix et taille des produits de la marque Schär® .....	78
Tableau 16. Composition, prix et taille des produits de la marque Carrefour no gluten® .....	80
Tableau 17. Composition, prix et taille des produits de la marque Gerblé® .....	81
Tableau 18. Composition, prix et taille des produits de la marque Delhaize® .....	82
Tableau 19. Composition, prix et taille des produits de la marque Lightbody® .....	83
Tableau 20. Composition, prix et taille des produits de la marque Fria® .....	86
Tableau 21. Seuils de mycotoxines (AFSCA, 2013; Commission Européenne, 2006, 2013a) .....	102
Tableau 22. Seuils de migration des composés métalliques des électrodes (Guidelines - EHEDG, s. d.) .....	102
Tableau 23. Seuils des PCB's et dioxines (Commission Européenne, 2011c, 2013a) .....	103
Tableau 24. Seuils des molécules liées à la cuisson (AFSCA, 2013; Commission Européenne, 2011b, 2013b) .....	103
Tableau 25. Couleur du produit final: les couleurs des ingrédients sont issues d'études (Beitāne et al., 2014; Encina-Zelada et al., 2019; Liu et al., 2016; Trappey et al., 2014; van Rayne et al., 2020). La couleur finale est une moyenne pondérée des L*,a* et b* des différents ingrédients multipliée par leur taux dans la formulation 4 (voir point 6.1.2.2) .....	107
Tableau 26. Tests rhéologiques visés par la cuisson ohmique: les valeurs de Bender reprend les caractéristiques optimisées obtenues de volume spécifique (V), d'élasticité (E) et de porosité (P). OH et C signifient respectivement la cuisson ohmique et classique. ....	107
Tableau 27. Etapes de la démarche expérimentale .....	108
Tableau 28. Indices de qualité (croissante vers le bas) d'une farine pour la panification (Adapté de Roussel & Chiron, 2002) .....	112
Tableau 29. Fonctions des ingrédients: en gris, ceux présents dans le pain conventionnel. ....	114
Tableau 30. Formulations, fournisseurs et prix : la 4 <sup>e</sup> formulation (grisée) est retenue. ....	116

Tableau 31. Valeurs nutritionnelles des formulations (Ciqual). ....	117
Tableau 32. Formulation employée pour la sélection des ingrédients, exprimée sur 200 g de mix (sarrasin – sorgho – riz – pomme de terre). ....	119
Tableau 33. Paramètres déduits du TPA (Adapté de Trinh, 2012) ....	121
Tableau 34. Formulation du plan expérimental. ....	124
Tableau 35. Plan d'expérience D-Optimal à 12 essais, réexprimées par % w/w : en gris, les points centraux répétées, en vert et bleu, les points répétés afin de maximiser l'efficience D (0,19). Le taux riz est fixé à 20%. ....	125
Tableau 36. Dangers pour l'humain/le matériel liés à l'électricité (Fuite électrique : principe et causes   Particuliers, s. d.; Technologie du disjoncteur magnéto-thermique - Dm 3, s. d., p. 3) ....	131
Tableau 37. Alimentations retenues ....	134
Tableau 38. Eléments constitutifs de l'espace de chauffe ....	137
Tableau 39. Budget final du four ohmique. ....	141
Tableau 40. Tensions appliquées. ....	144
Tableau 41. Interprétation du test de Student unilatéral. ....	147
Tableau 42. Caractérisation du gluten de la farine T80 avec gluten et de la formulation moyenne GF : la couleur verte indique que les essais respectent la répétabilité requise par la norme ICC 137. ....	151
Tableau 43. Paramètres mesurés sur une formulation avec et sans albumine. ....	154
Tableau 44. Matière sèche (MS) des essais extrêmes et de la formulation moyenne : les teneurs des constituants des essais sont exprimées en % w/w. ....	156
Tableau 45. Valeurs de l'amylogramme des essais à haut taux d'amidon de pomme de terre ( $\uparrow$ P), de formulation moyenne (Moy), à haut taux de sarrasin ( $\uparrow$ B) et de la farine de blé (T80). ....	157
Tableau 46. Validation des modèles de Chewiness et de volume spécifique. ....	159
Tableau 47. Répartition de l'énergie entre la cuisson et les pertes. ....	180
Tableau 48. Répartition de l'énergie entre la cuisson et les pertes. ....	181
Tableau 49. Données pour le calcul du rendement ohmique. ....	182
Tableau 50. Comparaison des caractéristiques des pâtes cuites en cuisson classique et ohmique. ....	183
Tableau 51. Formulation d'un pain cuit de 350 g. ....	184
Tableau 52. Caractéristiques physiques du produit. ....	184
Tableau 53. Tableau des valeurs nutritionnelles de la formulation optimisée. ....	185
Tableau 54. Pathogènes concernés et seuils microbiologiques (Abdelmassih et al., 2018; AFSCA, 2013, 2020; Commission Européenne, 2005; Sadozai & Khalil, 2009). ....	190
Tableau 55. Seuils de mycotoxines (AFSCA, 2013; Commission Européenne, 2006, 2013a). ....	190
Tableau 56. Seuils des PCB's et dioxines (Commission Européenne, 2011c, 2013a) ....	191
Tableau 57. Caractéristiques rhéologiques et physiques : les indices OH et C signifient respectivement cuisson ohmique et classique. ....	198
Tableau 58. Données du plan d'expérience: R, B, P et S désignent les teneurs en % w/w respectivement du riz, du sarrasin, de l'amidon de pomme de terre et le sorgho. Les données modélisées sont en bleu. ....	233
Tableau 59. Quantiles de Student : hypothèse unilatérale. ....	238
Tableau 60. Analyse statistique des pains. ....	241
Tableau 61. Détails des calculs de la répartition énergétique des cuissons classique et ohmique. ....	242



## TABLE DES MATIÈRES

---

LISTE DES ABRÉVIATIONS .....	1
NOMENCLATURE PHYSIQUE .....	3
TABLE DES FIGURES .....	4
TABLE DES TABLEAUX .....	9
TABLE DES MATIÈRES .....	12
Remerciements .....	16
1. INTRODUCTION .....	17
2. ETAT DE L'ART .....	18
2.1. Etiologie des maladies liées avec gluten .....	18
2.1.1. Cœliaquie .....	19
2.1.2. Allergie au blé .....	21
2.1.3. Sensibilité au blé non-cœliaque .....	22
2.2. Panification .....	22
2.2.1. Gluten .....	23
2.2.2. Amidon .....	26
2.2.3. Principes de panification .....	30
2.2.4. Méthodes analytiques de la cuisson du pain .....	34
2.2.5. Suivi du rassissement du pain .....	38
2.3. Technologies alimentaires de pain sans gluten .....	40
2.3.1. Farines alternatives .....	40
2.3.2. Ingrédients et additifs .....	45
2.3.3. Procédés de cuisson .....	47
2.3.4. Cuisson ohmique .....	51
3. DIMENSIONNEMENT DU FOUR A CUISSON OHMIQUE .....	53
3.1. Notions de courant continu (DC) .....	53
3.1.1. Equations de base .....	53
3.1.2. Appareils de mesure électrique .....	54
3.2. Notions de courant alternatif (AC) .....	55
3.2.1. Equations de base .....	55
3.2.2. Sources d'électricité et modulation .....	57
3.2.3. Importance du courant alternatif en cuisson ohmique .....	58
3.3. Application des notions de base à la cuisson ohmique .....	59
3.3.1. Equation de la chaleur .....	59
3.3.2. Caractérisation de la puissance électrique $Q_{gen}$ .....	59
3.3.3. Distribution de champ électrique dans un corps .....	60

3.3.4. Caractérisation thermique .....	60
3.4. Applications du bilan thermique.....	61
3.4.1. Modélisation de cuisson ohmique de pain avec gluten .....	61
3.4.2. Modélisation de cuisson ohmique de pain sans gluten .....	63
3.4.3. Matériel et conditions opératoires.....	67
4. ÉTUDE DE MARCHÉ.....	70
4.1. Analyse du macro-environnement : PESTEL.....	70
4.1.1. Facteurs politiques .....	70
4.1.2. Facteurs économiques .....	70
4.1.3. Facteurs socio-culturels .....	72
4.1.4. Facteurs technologiques .....	73
4.1.5. Facteurs environnementaux.....	75
4.1.6. Facteurs légaux.....	76
4.2. Etude de la concurrence.....	77
4.2.1. Concurrents directs .....	78
4.2.2. Concurrents indirects .....	87
4.2.3. Vue d'ensemble de la concurrence et différenciation.....	88
4.3. Enquête consommateur .....	88
4.3.1. Questionnaire en ligne .....	88
4.3.2. Taille de l'échantillon et suivi des répondants.....	93
4.3.3. Principaux résultats de l'enquête .....	94
4.4. Conclusions de l'enquête et positionnement.....	100
5. CAHIER DES CHARGES.....	101
5.1. Sécurité .....	101
5.1.1. Sécurité du produit .....	101
5.2. Santé.....	104
5.2.1. Ingrédients & Additifs .....	104
5.2.2. Allergènes .....	104
5.2.3. Allégations de santé .....	104
5.3. Service & Société .....	104
5.3.1. Cahier des charges fonctionnel pour l'emballage .....	104
5.3.2. Etiquetage.....	105
5.3.3. Prix.....	106
5.4. Satisfaction.....	106
5.4.1. Satisfaction sensorielle .....	106
5.4.2. Conservation .....	107
5.5. Démarche expérimentale .....	108

6. DEVELOPPEMENT DU PRODUIT & REALISATION DU FOUR .....	109
6.1. Matériel et méthodes .....	109
6.1.1. Caractérisation des matières premières .....	109
6.1.2. Développement de la formulation .....	113
6.1.3. Caractérisation du produit .....	120
6.1.4. Optimisation de la formulation sans gluten .....	124
6.1.5. Confrontation de la formulation optimisée au marché .....	126
6.1.6. Conservation du produit .....	127
6.1.7. Cuisson ohmique .....	131
6.1.8. Comparaison de la cuisson ohmique à la cuisson classique .....	146
6.2. Résultats et discussions .....	151
6.2.1. Dosage et qualité du gluten des matières premières .....	151
6.2.2. Mise au point de la formulation avec gluten .....	151
6.2.3. Optimisation de la formulation sans gluten .....	153
6.2.4. Optimisation de la formulation GF par plan de mélange .....	156
6.2.5. Confrontation au marché .....	165
6.2.6. Etude de la conservation du produit .....	168
6.2.7. Optimisation du procédé de cuisson ohmique .....	171
6.2.8. Comparaison de la cuisson ohmique à la cuisson classique .....	177
7. DESCRIPTION DES 5S DU PRODUIT .....	184
7.1. Santé .....	184
7.1.1. Formulation .....	184
7.1.2. Caractéristiques physiques du produit .....	184
7.1.3. Valeurs nutritionnelles .....	185
7.1.4. Dosage final du gluten .....	185
7.1.5. Conclusions et perspectives .....	185
7.2. Sécurité .....	186
7.2.1. Sécurité du procédé .....	186
7.2.2. Sécurité du produit .....	190
7.3. Service et société .....	192
7.3.1. Sélection du nom de marque et du logo du produit .....	192
7.3.2. Emballage .....	192
7.3.3. Etiquetage .....	196
7.3.4. Prix de vente et bénéfice .....	197
7.4. Satisfaction .....	197
7.4.1. Caractérisation rhéologique et physique du produit .....	197
7.4.2. Rassiselement du produit .....	199

7.4.3. Intérêt énergétique de la cuisson ohmique .....	199
7.4.4. Analyse sensorielle .....	200
8. CONCLUSION & PERSPECTIVES .....	201
BIBLIOGRAPHIE .....	204
ANNEXES .....	230
Annexe 1 : Détails des valeurs nutritionnelles des formulations proposées .....	230
Annexe 2 : Organigramme de l'enquête .....	232
Annexe 3 : Plan d'expérience de la formulation .....	233
Annexe 4 : Notice d'instruction (d'après le point 1.7.4.2 de la directive 'machine').....	233
Annexe 5 : Méthode complète de cuisson ohmique.....	235
Annexe 6 : Quantiles de Student .....	238
Annexe 7 : Analyse statistique des pains du point 6.2.5 .....	239
Annexe 8 : Analyse statistique de la couleur des différents pains .....	239
Annexe 9: Validation du modèle du taux de gélatinisation .....	240
Annexe 10 : Analyse statistique des différents pains .....	241
Annexe 11 : Détails des calculs de la répartition énergétique .....	242

## Remerciements

---

La concrétisation d'un tel travail mené après plus d'un an ne serait possible sans l'intervention d'acteurs décisifs dans la réussite de ce projet, que nous souhaiterions remercier.

Tout d'abord, nous souhaitons remercier Christophe Blecker, pour son accueil au laboratoire et ses encadrements tout au long cette année. Il a su répondre activement à nos demandes et nous a permis de concrétiser en pratique notre projet de four ohmique, ce qui a pu combler nos attentes et pour cela, nous l'en remercions. Nos remerciements s'adressent ensuite à Pascal Léonard, pour les cours dispensés au cours du premier semestre ainsi que des quelques échanges qui nous ont permis de nous guider au mieux, notamment lors du lancement du travail. Nous sommes grés également de l'aide de Nicolas Jacquet, qui nous a soutenu d'un point de vue technique dès le début. En ce sens, nous souhaitons également témoigner notre profonde reconnaissance pour nos nombreux échanges, instructifs et bienveillants, à Dominique, sans qui la construction du four ohmique n'aurait pas été possible.

Nous tenons ensuite à remercier l'équipe du laboratoire de Mr Blecker : Marjorie, Alain, Sandrino, Lynn et Mathilde pour leurs enseignements, ainsi que les doctorants Gilles, Thais et Lionel, qui nous accueillis et guidés tout au long de notre travail en boulangerie.

Nous exprimons notre gratitude envers Emma Ruby et Robbe Heymans, nos partenaires industriels de Puratos Grand-Bigard, pour leur relecture avisée de notre travail et pour leurs conseils experts dans le domaine des produits de boulangerie.

We wanted to thank our industrial advisors Emma Ruby and Robbe Heymans from Puratos Grand-Bigard for the review of our work and for their advanced advices of the bakery sector.

Arrivés à l'achèvement de notre formation du Master en Management de l'Innovation et de la Conception des Aliments, nous remercions l'ensemble du corps professoral de Gembloux Agro-Bio Tech, UNamur et de la Haute école Charlemagne.

Yves & François

## 1. INTRODUCTION

---

Vers 8500 a.C.n, les chasseurs-cueilleurs du Croissant Fertile ont domestiqué le blé sauvage et l'orge. L'avènement de l'agriculture a permis la sédentarisation des populations locales. Celles-ci ont ainsi produit les premiers pains sans levain, dont la maîtrise de la production s'est ensuite répandue à l'Europe, au Moyen-Orient et à l'Afrique de l'Est (Pasqualone, 2018). Les premières preuves archéologiques des agents levants du pain ont été mises en évidence en Egypte et datent de 2000 a.C.n. Durant tout le Moyen Âge, la production du pain était restreinte au foyer mais à partir du 11-12<sup>e</sup> siècle, les premiers moulins communautaires et boulangeries professionnelles ont émergé (Parapouli *et al.*, 2020). À ce jour, le marché du pain représente plus de 400 milliards de dollars US, pour un taux de croissance annuel moyen de 2.8%. La consommation annuelle mondiale par personne est de 24.5 kg de pain (Statista, 2020). Le pain de blé est le troisième aliment de base le plus consommé après le riz et le maïs : en 2016, la production mondiale de pain a atteint 129 000 tonnes. Les plus grands consommateurs sont les Etats-Unis, la Chine, la Russie, le Royaume-Uni, l'Allemagne, l'Egypte et l'Italie, qui comptent pour près de 41% de la consommation mondiale de pain (Valavanidis, 2018).

Légalement, le pain se définit comme « le produit de la boulangerie obtenu par la cuisson d'une pâte pétrie et fermentée préparée à partir de farine de céréales panifiables, d'eau potable, de levure ou de levain et de sel » (Arrêté royal relatif aux pains et autres produits de la boulangerie., 1985). Une farine est transformable en pain si elle a assez de gluten pour développer un réseau viscoélastique, nécessaire à la texture et le volume d'un pain qualitatif. Cependant, la prévalence des troubles liés au gluten augmente : plus d'1% de la population est cœliaque et doit consommer exclusivement des alternatives sans gluten. Le principal défi de ces alternatives consiste à mimer et substituer le réseau de gluten par un panel d'alternatives afin d'approcher les qualités du pain avec gluten. Cependant, il est reproché que le pain sans gluten contient beaucoup d'additifs, a une haute teneur en sel, graisses, sucres et est réputé moins volumineux, moins moelleux et moins élastique que le pain classique (Gluten-Free Foods Are More Expensive and Less Healthy, Study Says, 2018; Is Gluten-Free Bread Really Bread?, 2019). Par ailleurs, le marché du sans gluten est en pleine expansion avec un taux de croissance annuel en Europe de 9.3% (Europe Gluten Free Food Market Size, n.d.). Ce sont les raisons pour lesquelles le développement d'un pain sans gluten avec de meilleures propriétés sensorielles (volume spécifique, élasticité) désirables pour le consommateur semble nécessaire et porteur.

La cuisson classique d'un pain s'effectue par four électrique, à laquelle s'ajoute trois alternatives *i.e.* infra-rouge, micro-ondes et par chaleur pulsée. Bender *et al.* ont proposé en 2019 une quatrième alternative, pour le pain sans gluten: la cuisson ohmique (OH), qui consiste en la dissipation d'énergie électrique par effet Joule à travers la pâte à pain. Sous des paramètres précis de puissances, le pain sans gluten obtenu par OH serait plus grand de 21% et plus élastique de 15% que le témoin conventionnel, tout en réduisant le temps de cuisson par 6 et le coût en énergie par 3. Cependant, le pain est dépourvu de croûte et la réelle plus-value de cette technologie pour le pain sans gluten reste à confirmer. En ce sens, nous nous sommes penchés sur le développement d'un pain sans gluten à formulation optimisée et à cuisson ohmique, afin de proposer au consommateur un produit plus qualitatif que la concurrence en terme d'élasticité, de volume et avec un nombre réduit d'ingrédients/d'additifs.

## 2. ETAT DE L'ART

L'essence de ce projet est une réponse à une demande des personnes atteintes de troubles liés au gluten, dont l'étiologie est abordée en priorité dans cette revue. En réponse, l'industrie vise à améliorer les procédés de panification sans gluten: la fabrication de produits sans gluten de haute qualité est l'un des défis les plus importants pour les scientifiques spécialisés dans les céréales (Demirkesen *et al.*, 2010b ; Moore *et al.*, 2007). Afin de comprendre l'impact de l'absence de gluten dans les produits GF ainsi que les difficultés à le remplacer, l'Etat de l'Art présente les rôles du gluten et de l'amidon, composant la farine, ainsi que leur importance dans la formation du réseau viscoélastique du pain, caractérisée par des méthodes rhéologiques. Ensuite, les changements que les étapes de panification induisent sur la matrice sont détaillés. Enfin, les méthodes de cuisson du pain puis du pain sans gluten sont présentées avec notamment la cuisson ohmique (OH). L'intérêt de cette cuisson pour le pain classique et sans gluten est mis en perspective des autres technologies de cuisson existantes.

### 2.1. Etiologie des maladies liées avec gluten

Le gluten est défini comme « une fraction protéique du blé, du seigle, de l'orge, de l'avoine ou de leurs variétés croisées et de leurs dérivés, à laquelle certaines personnes sont intolérantes et qui est insoluble dans l'eau et dans le NaCl à 0.5 M » (Codex Stan 118-1979, 1979). La farine de blé contient le plus haut de prolamines, composantes du gluten, de toutes les céréales, ce qui la rend idéale pour la panification (voir point 2.2). Cependant, les prolamines du blé et des céréales *Triticum spp.* (blé dur, épeautre, blé de Khorasan (kamut)), dites gliadines, mais aussi du seigle, de l'orge ou de l'avoine, nommées respectivement sécalines, hordéines et avénines, sont impliquées dans les troubles liés au gluten. Ainsi, elles sont la cause principale de syndromes chez les personnes atteintes de la maladie de cœliaque (CD). Outre la CD, les troubles liés au gluten englobent l'ataxie du gluten, la dermatite herpétiforme, la sensibilité au blé non-coeliaque ainsi que l'allergie au blé (Tableau 1,Figure 1).

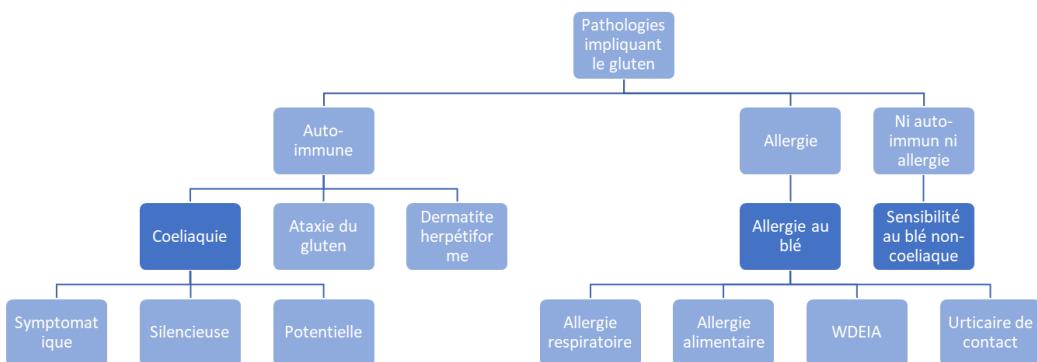


Figure 1. Arborescence des troubles liés au gluten

Le seul traitement efficace pour les maladies consiste en l'exclusion totale de gluten chez les individus concernés, en évitant les aliments à base de gluten dont les prolamines sont toxiques *i.e.* de la classe SABOTEK (seigle, avoine, blé, orge, *Triticum spp.*, Epeautre, Kamut). L'avoine est un cas particulier : il possède une quantité faible de prolamines et son importance dans les troubles est donc relative (Tanner, 2014). En remplacement des SABOTEK, l'industrie propose un panel de produits alternatifs sans gluten (GF). Cependant, ces alternatives ne permettent pas de maintenir facilement l'équilibre nutritionnel à tout âge. Un

traitement alternatif au régime GF consiste en l'ingestion d'enzymes digestives dans le but de « digérer » les peptides gliadiques avec des inhibiteurs d'action des lymphocytes T. Néanmoins, il n'est pas aussi efficace que le régime strict sans gluten (Godat *et al.*, 2013).

*Tableau 1. Différences cliniques entre CD, SBNC et allergie au blé (Adapté de Fasano & Catassi, 2012).*

Paramètre	Cœliaquie	Sensibilité avec gluten	Allergie au blé
Intervalle contact avec gluten: symptômes	Semaines à années	Heures à jours	Minutes à heures
Pathogenèse	Auto-immune (innée et adaptative)	Probablement immunité innée	Réponse allergique immunitaire
Auto-anticorps et entéropathie	Presque toujours présents	Toujours absents	Toujours absents
Symptômes	Symptômes confondus, intestinaux et extraintestinaux		
Complications	Avec comorbidités et à long terme	Aucune	Aucune mais risque d'anaphylaxie

### 2.1.1. Cœliaquie

Le terme cœliaque vient du grec « *koeliakos* » qui signifie « souffrance dans les intestins ». La cœliaquie ou maladie cœliaque (CD), mise en évidence dans les années 40, est la seule maladie auto-immune pour laquelle l'élément déclencheur est connu. Dans les années 80, cette pathologie est considérée comme une « maladie rare ». Depuis les années 90, la CD est devenue une maladie fréquente. À ce jour, on estime qu'environ 1% de la population belge est atteinte de CD (Biagi *et al.*, 2010; Roujon *et al.*, 2013). La maladie cœliaque ou intolérance au gluten est une entéropathie chronique d'origine auto-immune qui peut causer des lésions affectant l'intestin grêle à l'issue d'ingestion de gluten chez les personnes atteintes par cette altération. Cette maladie induit des réactions non désirées dans le système immunitaire inné et adaptatif et l'apparition de symptômes prend plusieurs semaines à années après le contact avec le gluten. Vu le délai de développement des symptômes après contact avec le gluten et qu'il y a présence d'auto-anticorps, elle n'est donc pas considérée comme une allergie mais bien comme une maladie auto-immune. La prédisposition génétique joue dans 65% des cas de CD un rôle majeur : les personnes atteintes de CD expriment des antigènes leucocytaires humains (HLA) de classe II HLA-DQ2/8.

Deux formes de CD existent (Figure 1) (Lamireau & Clouzeau, 2013; McAllister *et al.*, 2019):

- I) CD classique : cela comprend les personnes atteintes de CD présentant des signes et des symptômes de malabsorption. La présence de diarrhées, stéatorrhées, perte de poids ou de croissance staturale est nécessaire pour que le diagnostic soit posé.
- II) CD non-classique : cela comprend les personnes atteintes de CD sans signes ni symptômes de malabsorption typiques. Cela concerne les patients avec des symptômes atypiques tels que la constipation, des douleurs abdominales, etc.

Parmi les sérologies HLA DQ2/DQ8 positives, on peut distinguer différents sujets (Figure 2) :

- I) CD symptomatique : cela comprend les personnes atteintes de CD présentant des symptômes cliniques évidents gastro-intestinaux (e.g. atrophie des microvillosités).
- II) CD latente (ou potentielle) : cela comprend les personnes avec une sérologie CD positive mais sans symptômes cliniques évidents.
- III) CD silencieuse : cela comprend les personnes avec une sérologie positive, la présence de lésions intestinales typiques mais qui sont asymptomatiques.

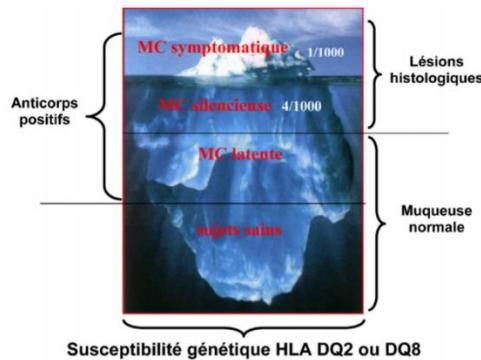


Figure 2. Susceptibilité génétique de la cœliaque (Adapté de Lamireau & Clouzeau, 2013).

D'un point de vue physiopathologique (Figure 3), les peptides de gluten non-digérés, résistants aux enzymes peptidases gastriques, pancréatiques et intraluminales, peuvent pénétrer dans la muqueuse intestinale (Sapone *et al.*, 2012). Une fois les peptides absorbés par les entérocytes, la transglutaminase II (Ttgase) crée des liens covalents entre les molécules de prolamine qui conduisent chez les gens souffrant de CD active à la formation de nouvelles épitopes impliqués dans la réponse immunitaire primaire : ces peptides modifiés ont une grande affinité avec les antigènes des leucocytes HLA DQ2/8, dont les haplotypes homonymes comportent une variation génétique chez les sujets atteints de CD par rapport à la normale. C'est la raison pour laquelle on dose les anticorps associés *i.e.* les immunoglobulines A anti-Ttgase (IgA), par sérologie pour dépister la cœliaque car la sérologie par IgA présente chez les personnes souffrant de CD une spécificité et une sensibilité d'au moins 95% (McAllister *et al.*, 2019).

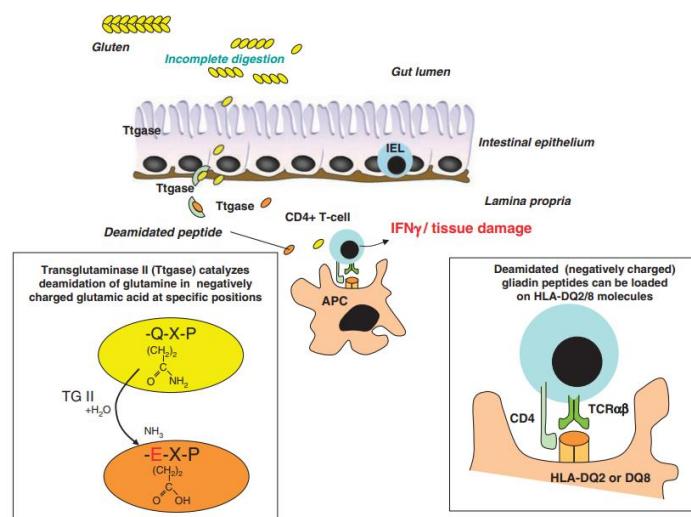


Figure 3. Pathogenèse de la maladie cœliaque (Meresse *et al.*, 2009).

Ce lien présente les peptides aux lymphocytes T, ce qui initie leur action immunitaire, entraînant une réponse maligne immunitaire avec une production de cytokines (Th1 & Th2), déclenchant au niveau de la lamina propria une inflammation et une destruction des tissus (Catassi *et al.*, 2013; Meresse *et al.*, 2009). Cette réponse entraîne une atrophie des villosités de l'intestin grêle (Figure 4), conduisant à un syndrome de malabsorption qui ont comme conséquence des carences en fer, vitamines B12 & B9 et donc parfois des pertes de poids et de l'anémie (Caio *et al.*, 2019; Yano, 2019b).

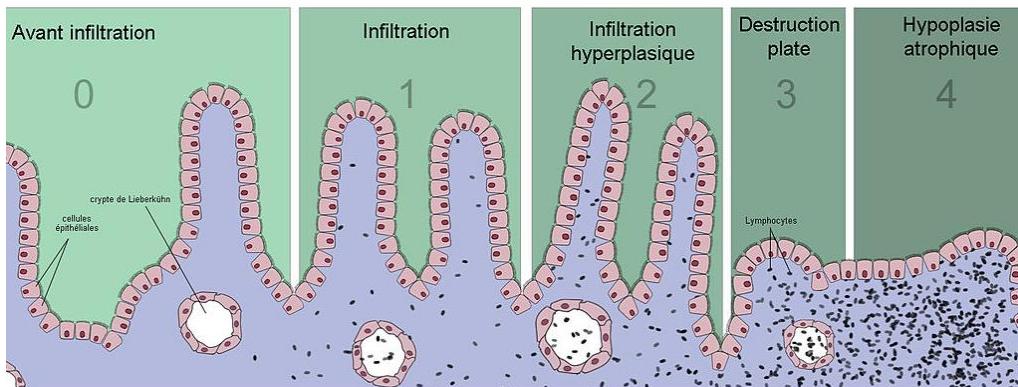


Figure 4. Immunopathologie de l'épithélium dans l'intestin grêle supérieur (« Diagnostic de la maladie », 2015).

La maladie cœliaque touche jusqu'à 1% de la population mondiale. Ce pourcentage, qui ne concerne que les cas diagnostiqués, peut beaucoup varier selon la zone géographique de la population. Or, un grand nombre de personnes peut être atteint d'une forme « silencieuse ». On estime donc que pour chaque CD diagnostiquée, il y a entre 3 et 7 cas non diagnostiqués. L'âge moyen estimé d'apparition de la CD est de 45 ans. On remarque cependant une augmentation de la prévalence de la CD au fil du temps, surtout chez les personnes de plus de 65 ans (Patel *et al.*, 2005; Rewers, 2005). L'augmentation de la prévalence de la CD s'explique par l'augmentation de l'exposition au gluten par la population et grâce à l'amélioration des techniques de dépistage (Godat *et al.*, 2013). La CD est une maladie qui affecte les personnes génétiquement prédisposées. Ainsi, un individu ayant des antécédents familiaux multiplie le risque d'être atteint de la pathologie cœliaque par 5 à 10. Les groupes d'individus les plus prédisposés à la CD sont les patients atteints d'un diabète de type 1, d'une dermatite herpétiforme ou encore d'un syndrome de Down. Chez l'enfant, la prévalence fille-garçon semble être équivalente, alors que chez l'adulte, le ratio des sexes est de 1 homme pour 2 à 3 femmes atteintes (Fasano & Catassi, 2001; Sollid & Lundin, 2014).

### 2.1.2. Allergie au blé

L'allergie au blé (WA) touche jusqu'à 0.5% de la population. Cette allergie entraîne un dysfonctionnement du système immunitaire de l'organisme, médié par des IgE, qui s'attaque à ses propres cellules (Elli *et al.*, 2015). La réaction immunitaire est très rapide après contact avec le gluten (quelques minutes) et n'implique pas d'auto-anticorps (spécifique aux maladies auto-immunes), ce qui définit la WA comme une allergie, contrairement à la CD où l'apparition des symptômes est plus lente avec présence d'auto-anticorps. Les premiers symptômes de l'allergie au blé arrivent plus souvent chez le nouveau-né (17 – 24 mois). Elle peut provoquer des diarrhées, de la constipation, des douleurs abdominales et une perte de poids. Cette maladie a tendance à guérir spontanément avec l'âge. Le traitement est globalement le même que pour la CD, à savoir une exclusion totale du gluten et du blé dans l'alimentation. Une

variante de cette allergie est l'allergie au blé à l'effort (WDEIA), qui entraîne de l'asthme. Dans ce cas, l'exclusion du gluten/blé n'est pas nécessaire et l'individu doit seulement s'abstenir de consommer les produits contenant du gluten quelques heures avant un effort physique. WDEIA apparaît davantage chez les adultes tandis que l'allergie au blé est plus fréquente chez les enfants (« Allergie au blé », 2012; McAllister *et al.*, 2019).

### 2.1.3. Sensibilité au blé non-cœliaque

La sensibilité au blé non-cœliaque (SBNC) est une évolution de la notion « d'entéropathie auto-immune » vers une prise en compte des manifestations systémiques extra-intestinales caractérisées également par une réponse immunologique contre le gluten, mais les symptômes de la SBNC sont difficilement reconnaissables par rapport à ceux de la CD. Ces deux pathologies peuvent également être confondues avec le syndrome du côlon irritable (Catassi *et al.*, 2013; Sapone *et al.*, 2012). Cependant, la SBNC se distingue par des manifestations neurologiques, des encéphalopathies ou parfois même des AVC. Ces symptômes peuvent s'améliorer grâce à un régime sans gluten, bien que les mécanismes de la pathogenèse de la SBNC restent peu connus à ce jour (Verkarre & Brousse, 2013).

## 2.2. Panification

La farine, composant sec majoritaire du pain, est obtenue par mouture du grain de céréale. Le grain a une enveloppe (13% du total), un endosperme (85%) et un germe (2%) (Figure 1) et se compose majoritairement de protéines de gluten ainsi que de réserves énergétiques sous forme d'amidon. Dans une moindre mesure, on y trouve aussi de la cellulose, l'hémicellulose, des lipides, etc. Le gluten et l'amidon confèrent les propriétés de viscoélasticité à la pâte à pain et rendent ainsi la farine 'panifiable' *i.e.* transformable en pain (Delcour & Hoseney, 2010b; Olkku & Rha, 1978).

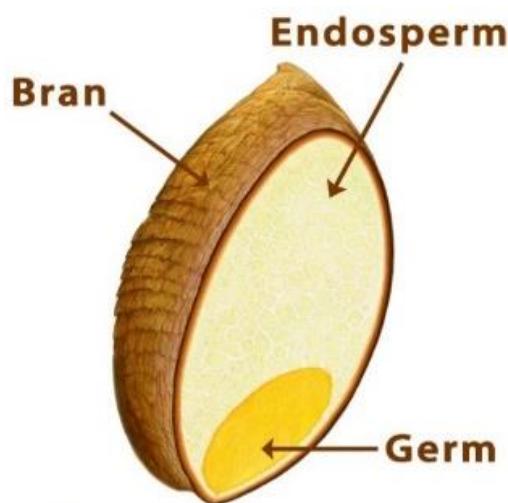


Figure 5. Structure du grain de blé.

Après une description des rôles du gluten dans la formation du réseau viscoélastique et de l'amidon dans les propriétés de gélation du réseau, cette section décrit les différentes étapes de la panification et l'impact de celles-ci sur la matrice finale. Elle présente également en parallèle les méthodes de caractérisation de l'amidon, du gluten ainsi que de leur évolution lors de la cuisson et du stockage, avec notamment le rassissement du pain.

## 2.2.1. Gluten

### 2.2.1.1. Structure et classification

Le blé contient environ 20 % de protéines cytoplasmiques : les albumines sont enzymatiques tandis que les globulines sont structurelles. Outre les protéines cytoplasmiques, les 80% restants sont des protéines de stockage : on distingue les prolamines de faible poids moléculaire (PM) (25-75 kDa) des glutélines de haut PM (> 100 kDa) (Debiton, 2010). T.B. Osborne (1924) a proposé une classification systématique de ces protéines, sur base de leur extraction et de leur solubilité dans divers solvants. Ainsi, les albumines sont hydrosolubles, les globulines sont solubles en solution saline, les prolamines se dissolvent dans l'alcool et les glutélines sont solubles dans l'acide dilué ou en milieu alcalin (P. R. Shewry, 1996). La proportion relative des différentes protéines change avec le contenu total en protéines (Figure 6): au plus il y a de protéines dans un grain de blé, au plus il va contenir de protéines de gluten car la plante aura moins besoin de protéines à activité enzymatique ou à fonction structurelle (Delcour & Hoseney, 2010b; P. Shewry, 2019).

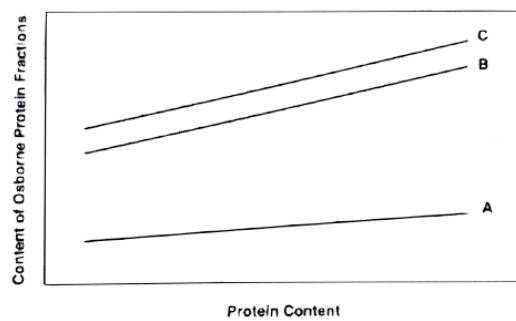


Figure 6. Graphe des taux de protéines du blé: protéines de structures et enzymatiques (A) et de stockage (gliadines (B) et gluténines (C)) (Adapté de Delcour & Hoseney, 2010).

Le gluten est composé de deux types de protéines de stockage propres à certaines céréales : les prolamines et les glutélines. Les prolamines des céréales *Triticum spp.* (blé dur, épeautre, blé de Khorasan (kamut)), seigle, orge, avoine ou de leur variétés croisées (e.g. *Triticale*) sont impliquées dans les troubles liés au gluten et sont donc à exclure des régimes des personnes atteintes d'un tel trouble (Codex Stan 118-1979, 1979). Le Tableau 2 reprend les prolamines et le taux de gluten des céréales.

Tableau 2. Prolamines des céréales : celles en grises ne sont pas impliquées dans les troubles liés au gluten (Adapté de Hernández-Espinosa et al., 2015; Jhawali et al., 2016).

Céréale	Prolamine	Contenu en prolamines et glutélines (% molaire du total protéique)
Blé	Gliadine	31
Seigle	Sécaline	24
Orge	Hordéine	25
Avoine	Avénine	20
Maïs	Zéine	18
Riz	Orzénine	15

Ainsi, seules les farines de blé tendre (froment), d'épeautre, de blé de Khorasan, de seigle (et parfois d'orge et d'avoine) sont considérées comme panifiables car elles contiennent suffisamment de gluten et de bonne qualité, évaluables par la méthode du gluten index (voir point 6.1.1.1). Parmi celles-ci, le blé contient la plus grande proportion de gluten, ce qui en fait la céréale idéale pour la formation d'un réseau viscoélastique recherché dans le procédé de panification. Les prolamines et glutélines du blé se nomment respectivement gliadines et gluténines et elles sont présentes uniquement dans l'endosperme du grain (Figure 1). Les gliadines sont fortement extensibles et confèrent à la pâte sa viscoextensivité tandis que les gluténines le sont moins, donnant davantage de ténacité au pain. Pour caractériser la gluténine, l'électrophorèse classique ne permet pas de distinguer ses polymères, trop gros. On utilise donc un détergent (SDS) pour réduire les ponts disulfures présents au sein du polymère de gluténine et on distingue par électrophorèse sur gel d'acrylamide (SDS-PAGE) les sous-unités à haut poids moléculaires (HMW), de 65 à 90 kDa, de celles à bas poids moléculaire (LMW), de 30 à 60 kDa (P. Shewry, 2019). Les HMW forment des chaînes linéaires de réseau protéique avec une composition centrale très conservatrice en séquences aminées répétées tandis que les LMW forment des agrégats qui se fixent aux chaînes linéaires (Delcour & Hoseney, 2010b; Y. Zhang *et al.*, 2018).

### 2.2.1.2. Réseau

Lors du mélange de la farine à l'eau, les protéines de gluten sont hydratées et forment un réseau viscoélastique. Le modèle boucle-train décrit le développement du réseau de gluten lors du mélange où les HMW sont représentés par des chaînes composées de zones dominées par des interactions polymères-polymères *i.e.* 'train' et des zones dominées par des interactions polymères-solvant *i.e.* 'boucle', qui sont principalement des ponts hydrogènes. L'hydratation du gluten lors du mélange de l'eau à la farine crée davantage de boucles : dans la Figure 7, gauche, on observe de (a) bas niveau d'hydratation à (c) haut niveau d'hydratation une augmentation des boucles même si suffisamment de trains subsistent pour maintenir le contact entre les HMW. La Figure 7, droite, témoigne du comportement du réseau lors d'une déformation : (i) le réseau est à l'équilibre, (ii) par une faible extension, seules les boucles sont déformées et (iii) une extension trop importante rompt les trains et les HMW glissent l'une par rapport à l'autre. L'extension a donc pour effet de diminuer l'entropie, donc lorsque celle-ci se stoppe avant d'être trop importante, les chaînes HMW retournent à l'état d'équilibre (Belton, 1999). L'ajout de sel augmente la stabilité de la pâte et du volume du pain en renforçant la résistance du réseau de gluten : le sel, agrégé de manière ordonnée autour des charges des protéines de gluten, limiterait la répulsion électrostatique entre les polymères de gluten, ce qui leur permettrait de s'associer davantage (McCann & Day, 2013; Ooms & Delcour, 2019).

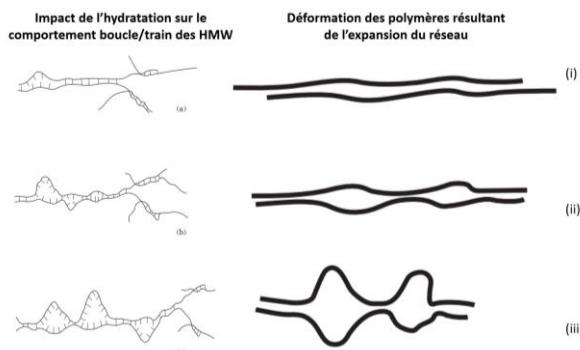


Figure 7. Modèle de gluten Boucle-Train (Adapté de Belton, 1999).

La cystéine, la proline et la glutamine sont les acides aminés majoritaires du gluten (Caio et al., 2019). Ils sont capitaux dans la formation du réseau cohérent de gluten : la cystéine (Cys) forme des ponts disulfures entre les molécules de gluténine par oxydation, la glutamine (Gln) possède un groupe amide chargé qui permet la rétention de l'eau et la proline (Pr) a un radical cyclique qui aurait pour effet de courber la chaîne d'acides aminés et de conférer davantage d'élasticité avec gluten (Delcour & Hoseney, 2010b; Fermin et al., 2005). Les HMW de gluténine ont des extrémités avec des domaines riches en cystéine et sont donc les facteurs principaux de panifiabilité d'une farine. Différentes interactions au sein du réseau de gluten existent. Parmi les liaisons covalentes, on distingue les ponts disulfures entre les molécules de cystéines permettant d'augmenter significativement la masse moléculaire des gluténines, les ponts isopeptidiques dont l'importance dans le réseau semble négligeable et les ponts dityrosines également de faible importance dû à la quasi-absence de tyrosine dans la farine. Parmi les liaisons non covalentes, on peut citer la grande présence de ponts hydrogènes dus aux hauts taux de glutamine dans la pâte, les liens hydrophobes par la présence de prolines et les interactions ioniques (e.g. groupe amide de Gln avec l'eau). La composition particulière en acides aminés du gluten explique donc sa capacité de formation de réseau (Ooms & Delcour, 2019).

### 2.2.1.3. Caractérisation du réseau de gluten

L'hydratation du gluten nécessaire au réseau peut être caractérisée par un farinographe (mixographe élaboré). Ainsi, ce mélangeur haute vitesse permet de mesurer, en temps réel d'ajout d'eau à la farine, la résistance de la pâte à un cisaillement mécanique. Le farinographe est calibré pour que le mélange de pâte optimal soit atteint à 500 BU (unités de viscosité Brabender) sur le farinogramme (Figure 13). La consistance de la pâte passe un pic une fois tout le gluten hydraté et ensuite, la pâte se relâche. Le taux d'ajout de l'eau à la farine se fait de sorte d'obtenir le plus longtemps possible un mélange optimal (Pomeranz, 1988).

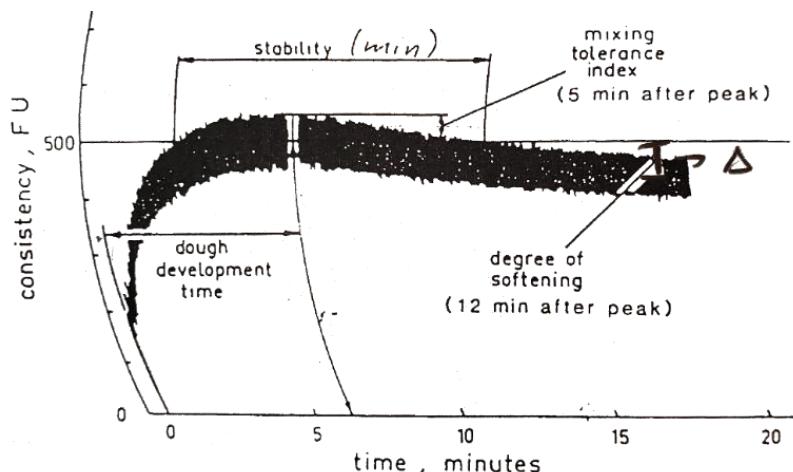


Figure 8. Farinogramme (Adapté de Pomeranz, 1988).

Différents paramètres peuvent se déduire du farinogramme. Ainsi, le taux d'absorption A [%] d'eau par la farine se déduit du volume à ajouter pour atteindre le pic de la zone de stabilité et correspond à la quantité maximale d'eau qu'une farine peut absorber. Ensuite, la stabilité correspond au temps que reste le farinographe sur 500 BU. Elle est d'autant plus longue qu'il y a de gluten à hydrater dans la pâte. Le temps de développement de la pâte correspond au temps nécessaire pour atteindre le pic de BU et pour obtenir une hydratation homogène du

gluten de la pâte. Enfin, les degrés de tolérance et d'affaiblissement sont la différence de FU entre le pic et le niveau du graphe respectivement 5 et 12 min après : ils indiquent la fermeté de la pâte. Une farine panifiable idéale nécessite un faible temps de développement, une longue stabilité lors du mélange et n'a pas tendance à assouplir la pâte si le pétrissage est excessif (Tableau 28) (Cereals & Grains Association, 1999b; CFIA, 2012; Diósi *et al.*, 2015).

Par ailleurs, l'extensographe permet de caractériser l'impact de la quantité de gluten sur les propriétés de résistance et d'extensibilité (Figure 9) de la pâte, qui ont un impact sur la pousse (augmentation du volume du pain) lors de la fermentation, qui mesure l'évolution de la force d'extension de la pâte au cours du temps (méthode AACC 54-10). Les quatre paramètres principaux étudiés sont la résistance à l'extension maximale [EU] (haute de courbe au pic), l'extensibilité [cm] (longueur de courbe ou longueur de l'extension depuis le point initial), l'aire sous la courbe (mesurable par un planimètre) ainsi que le rapport R de la résistance sur l'extensibilité : il traduit l'équilibre entre la force de la pâte (résistance) et la brisure de celle-ci après malaxage (extensibilité). Une pâte avec beaucoup de gluten donne un extensogramme court et haut, avec un grand R: si l'agent levant n'est pas assez efficace, le pain ne pourra pas lever de manière optimale. Par contre, une pâte avec peu de gluten donne un extensogramme relativement plat, avec une grande extensibilité et une faible résistance donc un R faible : le pain résultant ne tiendra pas sa forme de lui-même et aura tendance à coller au récipient de cuisson. La valeur de R de la farine doit donc être intermédiaire pour permettre une bonne tenue et un bon levage au pain (Bangur *et al.*, 1997; Cereals & Grains Association, 1999a; CFIA, 2012).

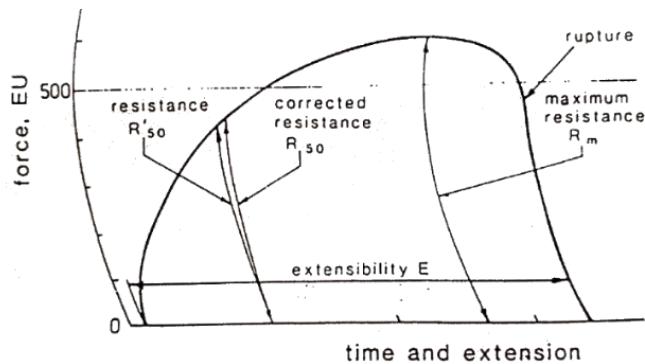


Figure 9. Extensogramme (Adapté de Pomeranz, 1988).

## 2.2.2. Amidon

### 2.2.2.1. Structure & Classifications

L'amidon, l'un des principaux polysaccharides végétaux, est composé d'amylose et d'amylopectine. En technologie alimentaire, les amidons les plus employés proviennent du maïs, du blé, de la pomme de terre, du tapioca et du riz (Fellows, 2017). Les proportions des deux constituants varient selon les sources (Tableau 3). L'amylose est un polymère linéaire de  $\alpha$ -1,4-glucose. La structure de l'amylopectine communément acceptée a été décrite en 1986 par Hizukuri : les chaînes A sont composé de  $\alpha$ -1,4-glucose, les chaînes B de  $\alpha$ -1,4-1,6-glucose et les chaînes C de  $\alpha$ -1,4-1,6-glucose et d'une extrémité réductrice. Les chaînes B se branchent sur une chaîne C et les chaînes A se branchent sur les B (Figure 10). Par une analyse cristallographique par diffraction de rayons X, il est possible de distinguer les trois types d'amidon : le type a est principalement présent chez les céréales tandis que le type b se

retrouve davantage chez les pommes de terre et autres tubercules. Le type c est quant à lui une forme intermédiaire entre le a et b, retrouvé par exemple dans les graines de pois. Le type de cristal formé dépend du branchements : le type a comprend des chaînes A,B,C plus courtes que le type b (Nawaz *et al.*, 2020; Pokhrel, 2015; Tomlinson & Denyer, 2003).

Tableau 3. Taux d'amylose/amylopectine de différents amidons (Adapté de Food-Info.net : Carbohydrates > Starch, s. d.; Henderson *et al.*, 2012).

Source	Taux d'amylose [%]	Taux d'amylopectine [%]
Blé	26	74
Pomme de terre	21	79
Riz	Grain moyen	17
	Waxy (collant)	0
Tapioca (Manioc)	17	83
Maïs	28	72

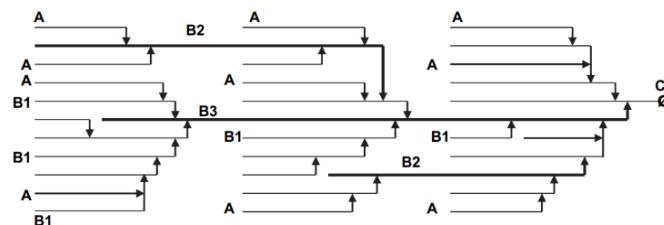


Figure 10. Structure groupée de l'amylopectine (Adapté de Gomand *et al.*, 2010).

L'amylose et l'amylopectine (0.1-10 nm) s'agrègent en lamelles (9-10 nm), qui eux-mêmes forment des blocs (20-500 nm). Les blocs rassemblés donnent des anneaux de croissance (120-400 nm) qui forment à terme les granules d'amidon (2-100 µm), dont le centre est appelé 'hilum'. Les anneaux de croissance sont en alternance semi-cristallins et amorphes (Figure 11). Cette structure avec les macromolécules perpendiculaires à la surface du granule révèle une 'croix Maltese' par observation à la lumière polarisée, phénomène dit de 'biréfringence'. Dans les céréales et d'autres végétaux supérieurs, les granules d'amidon sont formés par les amyloplastes, plastides responsables du stockage de l'amidon. On distingue les granules simples avec un granule par plastide, qu'on retrouve chez le blé, le maïs, le riz, l'orge, le sorgho et le millet, des granules composés, avec plusieurs granules dans un plastide, retrouvés chez le riz et l'avoine (Delcour & Hoseney, 2010b; Gomand *et al.*, 2010). Lors du développement du grain, un peu d'amidon est synthétisé au niveau du péricarpe (enveloppe) et de l'embryon (germe) mais dans le blé, cet amidon est en grande partie dégradé lorsque le grain est à maturité. L'amidon du grain se synthétise et se retrouve donc principalement dans l'endosperme du grain (Goesaert *et al.*, 2005; Tomlinson & Denyer, 2003).

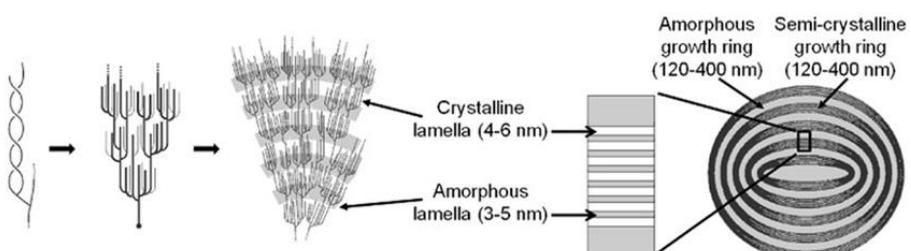


Figure 11. Ultrastructure du grain d'amidon

### 2.2.2.2. Gélatinisation

Divers polysaccharides (e.g. carraghénanes, amidon) peuvent former des gels au contact de l'eau grâce aux ponts hydrogènes et aux interactions de Van der Waals. L'amidon est insoluble dans l'eau froide. La gélatinisation de l'amidon dans l'eau consiste en l'affaiblissement par la chaleur des ponts hydrogènes entre l'amylose et l'amylopectine à l'état solide, permettant l'absorption de l'eau par les granules. La Figure 12 présente l'évolution de la structure des granules lors d'un cycle de cuisson. À une température dite 'de gélatinisation' ( $T_g$ ), les granules perdent leur biréfringence *i.e.* leur structure ordonnée : cette déstructuration progressive part de l'hilum et se répand jusqu'à atteindre la périphérie. La température de gélatinisation varie selon la structure de la matrice : la gélatinisation débute dans les zones intracellulaires où les ponts hydrogènes sont les plus faibles. En outre, les granules ne gélatinisent pas en même temps mais les uns après les autres, la gélatinisation de l'amidon s'effectue sur un intervalle de température. Au plus la température augmente, au plus les ponts rompent et au plus les granules gonflent par absorption de l'eau. Lors du refroidissement, les polymères d'amidon se réagrègent sous forme de gel et relâchent partiellement l'eau absorbée lors de la gélatinisation par synéthèse, formant un réseau continu. La gélatinisation est irréversible car elle entraîne une perte permanente de structure (de biréfringence) (Masakuni *et al.*, 2014; Olkku & Rha, 1978).

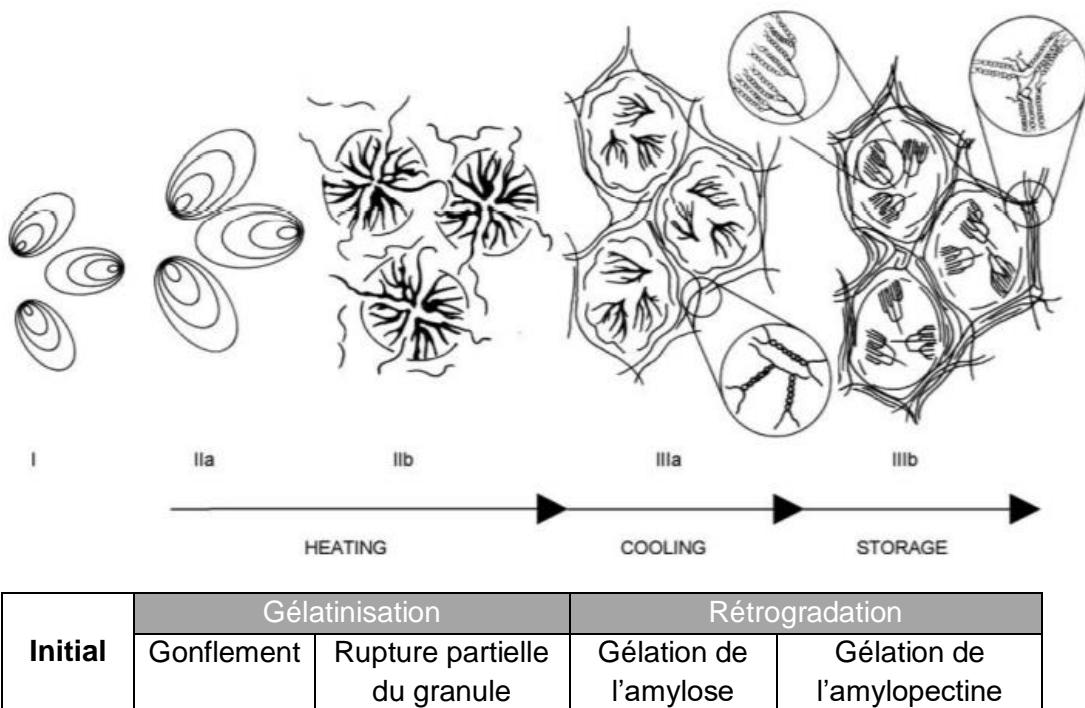


Figure 12. Représentation des changements qui se produisent dans un mélange amidon-eau pendant le chauffage, le refroidissement et le stockage (Adapté de Goesaert *et al.*, 2005).

### 2.2.2.3. Analyseur Visco Rapide

L'appareil le plus fiable, sensible, reproductible et polyvalent pour analyser la gélatinisation de l'amidon dans une pâte est l'Analyseur de Visco rapide (RVA). Le RVA imite le procédé de cuisson d'une suspension céréalière dans l'eau sur un cycle de chauffe et de refroidissement constants et assure un suivi de la viscosité au cours du temps (Figure 13). Les phases suivantes se succèdent (Balet *et al.*, 2019b; Delcour & Hoseney, 2010b):

- I) Suspension sous 50°C et gonflement minime des granules
- II) Phase de chauffe avec début de gélatinisation : obtention d'une phase discontinue de fragments d'amidon et de granules gonflés. Début de la plage de  $T_g$ .
- III) Température de collage ( $T_p$ ) (ang. 'pasting temperature') atteinte : subséquente à la gélatinisation, ce qui explique que  $T_p$  suit supérieur à  $T_g$ . Augmentation de la viscosité.
- IV) Pic de viscosité atteint lorsqu'un maximum de granules d'amidon a gonflé et a été rompu (double effet de 'collage') : indicateur pour la capacité de rétention d'eau de l'amidon étudié.
- V) Phase de chauffe à température constante, dont la durée est le 'temps de maintien' (angl. 'holding time') : diminution de viscosité par rhéofluidification (voir plus bas).
- VI) Refroidissement : rétrogradation de l'amylose et amylopectine en structure cristalline stable, ce qui réaugmente la viscosité jusqu'à un plateau stable.

La rhéofluidification est un phénomène où les molécules d'amidons solubles s'orientent selon la direction d'agitation imposée par le RVA, créant un mouvement d'eau net dans les granules dû à la fonte des structures cristallines et donc davantage de collisions entre les granules d'amidon. Si le pic de viscosité est rapidement atteint, cela permet à davantage de granules d'amidon de gonfler avant rupture et/ou diminution de viscosité.

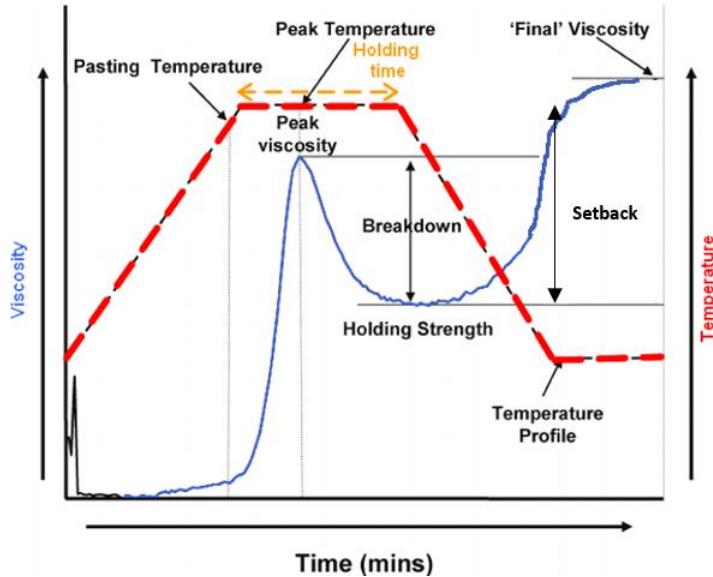


Figure 13. Viscogramme conceptuel (Adapté de Agu et al., 2006).

#### 2.2.2.4. Structures particulières de l'amidon

Lors de la digestion humaine, l'amidon est dégradé par les enzymes  $\alpha$ -amylase, glucoamylase et sucrase-iso-maltase en simples glucoses qui sont ensuite absorbés au niveau de l'intestin grêle. Certains types d'amidon, dits 'amidons résistants' (RS), ne sont pas dégradés au niveau intestinal et sont fermentés en aval dans le colon. Certaines raisons expliquent cette absence de digestion : la structure compacte moléculaire amylose/amylopectine et de certains granules empêchant les enzymes d'atteindre les sites de dégradation, la cristallinité de l'amidon rétrogradé après gélatinisation et certains amidons modifiés chimiquement (e.g. éthérisation, estérification). RS, dû à sa faible capacité de rétention hydrique, est un ingrédient fonctionnel pouvant être employé comme texturant en alimentaire sans altérer les propriétés sensorielles du produit fini (Fuentes-Zaragoza *et al.*, 2010). RS fait partie des fibres digestives *i.e.* un polymère de glucose, dont le degré de polymérisation (DP) est supérieur ou égal à 3, ni digéré ni absorbé par l'intestin grêle et dont l'effet physiologique bénéfique a été démontré (N. Paquot comm. pers.). Les effets physiologiques bénéfiques du RS sont notamment l'augmentation des matières fécales, l'augmentation de la production de cellules cryptiques impliquées dans le renouvellement de l'épithélium intestinal et la diminution du cholestérol dans le sang (Haralampu, 2000). RS a quatre types :

- RS1 est physiquement inaccessible par les enzymes digestives car il forme une inclusion dans une graine partiellement moulue (e.g. muesli)
- RS2 comprend certains types de granules non-gélatinisés (e.g. amidon cru de pomme de terre)
- RS3 est de l'amylose rétrogradée (e.g. pommes de terre cuites froides, corn flakes)
- RS4 est l'amidon modifié chimiquement

Le RS3 est thermostable, ce qui le rend utilisable dans la plupart des opérations de cuisson standard et permet son utilisation dans une large gamme de produits. La résonance magnétique nucléaire (RMN) (voir point 2.2.4) a révélé la présence de complexes amylose-lipide (ALC), présents à l'origine dans l'amidon des céréales mais qui peuvent également être formés lors de la gélatinisation de l'amidon. Les deux facteurs influençant la formation de ces complexes sont le temps de maintien (voir Figure 13) et le type d'amidon (a, b, c). Les ALCs sont des RS3 et RS4 (Fuentes-Zaragoza *et al.*, 2010; Panyoo & Emmambux, 2017). Les lipides présents dans les ALCs peuvent soit provenir du grain initial à partir duquel la farine est moulue ou alors rajoutée lors de la formulation de la pâte : l'ajout de graisse a pour effet d'améliorer la rétention des gaz, la sensation buccale d'humidité et l'arôme (Lau *et al.*, 2016). L'ajout d'émulsifiants, principalement des lipides, permet d'assouplir le pain car ils se complexifient avec l'amylose pour former un ALC, réduisant le gonflement de l'amidon car les lipides, hydrophobes, limitent l'entrée d'eau dans les granules lors de sa gélatinisation à la cuisson et permettent donc moins de rigidité du réseau d'amidon lors de la gélification (Delcour & Hoseney, 2010b).

#### 2.2.3. Principes de panification

Cette section reprend les différentes étapes de panification (Figure 14) : le mélange des ingrédients ou frasage (angl. mix), la première fermentation ou pointage, le boulage (angl. rounding) et mise en moule, la seconde fermentation ou apprêt, la cuisson et le conditionnement et l'emballage.

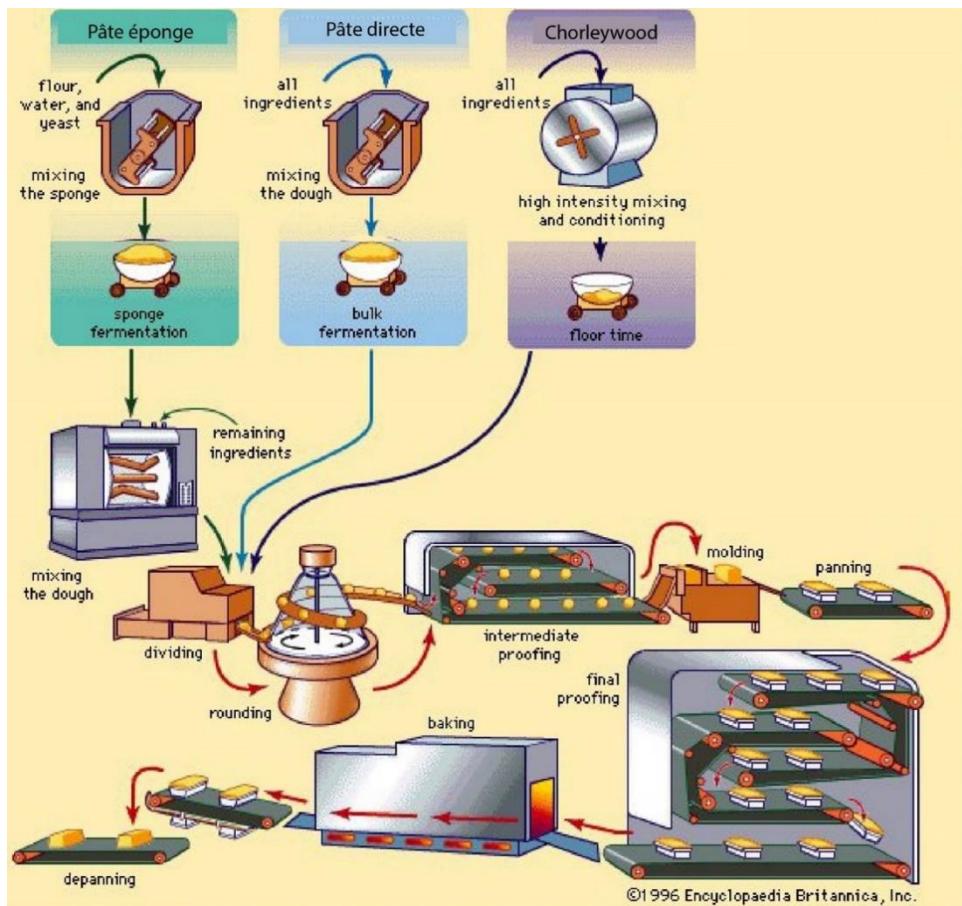


Figure 14. Procédé de panification (Adapté de No-Time Dough Process | Baking, s. d.).

### 2.2.3.1. Agents levants

Outre l'eau et la farine, le pain se compose à environ 2% de levure, 4% de sucre, de 2% de sel et d'environ 3% de matières grasses ajoutées (Mondal & Datta, 2008). Les levures sont des champignons eucaryotes ubiquistes, unicellulaires et asexués, qui sont capables de fermenter des sucres en alcool et CO<sub>2</sub>. La levure la plus employée comme agent levant du pain est *Saccharomyces cerevisiae* mais il existe des alternatives telles que le levain. Celui-ci est défini comme une « pâte composée de farine de blé et de seigle, ou de l'un seulement de ces deux ingrédients, d'eau potable, éventuellement additionnée de sel, et soumise à une fermentation naturelle acidifiante, dont la fonction est d'assurer la levée de la pâte » (Décret n°93-1074 du 13 septembre 1993 pris pour l'application de la loi du 1er août 1905 en ce qui concerne certaines catégories de pains, 1993). Cette fermentation est permise par des levures (e.g. *S. cerevisiae*, *Pichia spp.*) et des bactéries lactiques (LAB) dans une moindre mesure.

Les levures sont employées car elles sont compatibles avec le procédé de production du pain. Ainsi, elles permettent une production de gaz adéquate pour assurer un levage du pain uniforme, sont tolérantes à une large gamme de pH, sont compatibles avec les concentrations de sel/sucre du milieu et donnent des arômes désirables au pain. Certaines alternatives à *Saccharomyces spp.*, telles que *Debaryomyces*, *Kluyveromyces* et *Schizosaccharomyces spp.*, sont actuellement étudiées pour l'agent levant. Une dernière alternative concerne les agents levants chimiques (e.g. bicarbonate de soude ou d'ammonium), moins avantageux car ils créent des arômes indésirables et un surbrûnement du produit (Heitmann *et al.*, 2018; Salim-ur-Rehman *et al.*, 2006).

### 2.2.3.2. Frasage, pointage, boulage et apprêt

Un volume convenable de pain n'est possible que si la pâte permet aux levures de croître et la rétention de gaz par la formation d'un réseau cohérent de gluten, obtenu lors du mélange. Pour cela, diverses méthodes de frasage existent (Mondal & Datta, 2008) (Figure 14):

- Pâte directe : tous les ingrédients sont mélangés en une étape.
- Pâte éponge : la farine, l'eau et la levure sont mélangées, laissées à lever pour quelques heures pour être ensuite mélangées au restant des ingrédients.
- Méthode de Chorleywood : les ingrédients sont mélangés avec un mélangeur ultrarapide pendant quelques minutes.

Le mélange de la pâte permet l'hydratation des protéines et de l'amidon respectivement pour la formation du réseau de gluten et en prévision de la gélatinisation de l'amidon ainsi que l'incorporation d'alvéoles d'air dans la pâte qui vont grossir lors du procédé de fermentation des levures jusqu'à être saturées par du CO<sub>2</sub>. Cette expansion des alvéoles augmente le volume de la pâte et affine la matrice de pâte entre les cavités laissées par le gaz. S'il y a trop de fermentation, les alvéoles peuvent donc rompre, ce qui réduit le volume final du pain. S'il y a davantage de gaz embrigadé dans la pâte, les alvéoles sont plus petites et donc plus résistantes, moins extensibles (Heitmann *et al.*, 2018). L'ajout de matières grasses permet, outre la formation des ALCs (voir point 2.2.2), sous forme cristalline, de former des interfaces matière grasse-eau qui stabilisent un grand nombre d'alvéoles leur permettant de s'étendre davantage sans rompre grâce à ce renforcement de matrice de pâte (Rathnayake *et al.*, 2018).

Une étape de mélange supplémentaire, appelée 'boulage', peut être subséquente à la levée (repos de la pâte) : la majorité du CO<sub>2</sub> est éliminée lors de ce mélange mais celui-ci permet de créer davantage d'alvéoles plus petites par fractionnement de celles préexistantes et d'en rajouter également par incorporation supplémentaire de gaz. Le boulage permet également une redistribution uniforme des ingrédients : lors du pointage, le gradient de sucres fermentables diminue car les levures sont statiques dans la pâte et donc le boulage permet de remettre en contact les levures avec les sucres fermentables. En résumé, le pétrissage suivi du pointage et d'un éventuel boulage et de l'apprêt permet l'obtention d'une pâte (Figure 15) où le réseau de gluten, insoluble mais fortement hydraté, constitue la phase continue tandis que l'amidon et les alvéoles, saturées en CO<sub>2</sub> après apprêt, forment la phase discontinue (Delcour & Hoseney, 2010b).

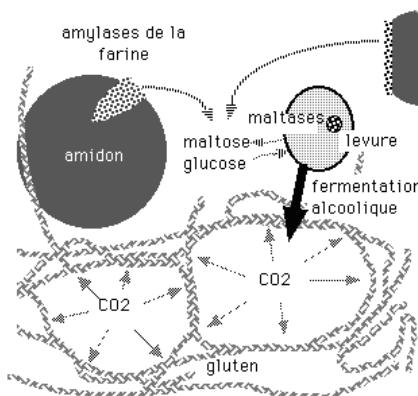


Figure 15. Phases continue et discontinue de la pâte à pain avant cuisson.

### 2.2.3.3. Cuisson

L'étape suivante est la cuisson, où subviennent des transferts de chaleur et de masse causant des changements physiques, chimiques et de structure *i.e.* l'évaporation de l'eau, l'expansion du volume, la gélatinisation de l'amidon et la dénaturation des protéines. La vaporisation de l'eau et l'expansion des gaz (éthanol, CO<sub>2</sub>) issus de la fermentation ont pour effet d'augmenter le volume de miche par surpression durant les 6 à 8 premières minutes. Le CO<sub>2</sub> est aussi relâché lorsque les alvéoles rompent par surpression, créant une structure encore plus continue et poreuse. Après ce gonflement, le temps complémentaire de cuisson permet que le centre de la miche atteigne près de 100°C. À la sortie du four, le pain ne s'effondre pas à cause du refroidissement des gaz par condensation car il est devenu une phase gazeuse continue (Delcour & Hoseney, 2010b; Heitmann *et al.*, 2018; Rathnayake *et al.*, 2018). Le réseau de gluten est renforcé lors de la cuisson grâce à la gélatinisation de l'amidon, qui subvient vers 70°C et qui nécessite plusieurs minutes de cuisson. En gélatinisant et en rétrogradant ensuite, l'amidon reforme une structure cohérente. La structure est également rigidifiée par le fait que la gélatinisation fait baisser la teneur en eau libre de la matrice, qui limite donc ses propriétés plastifiantes. Par ailleurs, la chaleur a pour effet de créer davantage de ponts disulfures entre les molécules de gluténines dans un premier temps mais si le milieu dépasse 90°C, des ponts peuvent aussi se former entre les gluténines et gliadines, renforçant encore la structure du réseau de gluten (Ben Aissa *et al.*, 2010; Delcour & Hoseney, 2010).

À la surface de la miche, l'air chauffant permet une évaporation très importante dont la chaleur latente de vaporisation a pour effet de refroidir localement la pâte : la température ne monte pas assez pour permettre une gélatinisation et une partie des granules d'amidon de surface conserve donc leur biréfringence. Comme la vitesse d'évaporation est supérieure au flux d'eau du cœur vers l'extérieur dû à l'augmentation de chaleur, une zone d'assèchement se crée à la surface qui augmente doucement en épaisseur pour former la croute. La cuisson est complète lorsque tout le pain est bruni : l'initiation des réactions de Maillard, *i.e.* des réactions non enzymatiques entre les sucres réducteurs (*e.g.* glucose, fructose) et un groupement azoté d'une protéine ou d'un acide aminé libre causant un brunissement, est permise lorsque l'activité de l'eau est inférieure à 0.6, signifiant que toute l'eau libre doit être évaporée à la surface du produit, et que la température de surface est supérieure à 120°C (Soleimani Pour-Damanab *et al.*, 2014; Stanisław, 2003).

### 2.2.3.4. Facteurs affectant les propriétés de panification

L'effet de différents facteurs propres à la farine elle-même peut se faire ressentir dans la qualité du pain. Ainsi, le taux d'absorption d'eau par la pâte impacte le temps de développement optimal de la pâte (voir point 2.2.1.3) : au plus l'eau est présente, au plus le temps de développement est long. Il est admis qu'un kg d'eau est absorbé par 1 kg de gluten : les farines avec davantage de protéines absorbent donc plus d'eau (Zheng, 1998). L'eau liée permet la gélatinisation de l'amidon et la formation du réseau de gluten mais si l'humidité dans la pâte atteint *ca.* 23 à 35 % (w.b.), l'eau, davantage libre, participe aux réactions chimiques de fermentation durant la fermentation et capture l'air embrigadé sous forme d'alvéoles lors du mélange, favorisant la fermentation. La présence de cette eau liée et libre est d'autant plus marquée si l'humidité de la pâte dépasse 38% (w.b.) (Meerts *et al.*, 2017). Un haut taux d'amidon endommagé (DS) *i.e.* granule dont la structure a été altérée lors de la mouture favorise l'absorption d'eau, jusqu'à 300% de leur masse contre 40% pour un granule classique.

Une quantité contrôlée de DS comporte les mêmes avantages que l'ajout d'eau à la pâte mais s'il y a trop de DS dans la farine, le pain résultant a un volume plus faible et une texture ainsi qu'une couleur indésirable. Cet effet négatif peut s'expliquer par le fait que l'excès d'eau absorbée par le DS n'est pas disponible pour le développement de gluten. En outre, l'eau dans l'amidon le détériore davantage par une augmentation de l'activité des enzymes amylolytiques, menant à plus de relâchement d'eau et donc une moins bonne consistance de pâte ainsi que de capacité de rétention des gaz (Jukić *et al.*, 2019).

Le mélange permet la formation d'une structure tridimensionnelle rétentrice de gaz : les protéines de gluten forment d'abord des 'amas' puis s'étirent jusqu'à former le réseau continu, embrigadant des grains d'amidon. Si le temps de mélange est trop long, le réseau se désagrège par la rupture des liens non-covalents (voir point 2.2.1). Si le temps est trop excessif, le réseau peut également dépolymériser : les ponts disulfures sont très enclins à la rupture (Meerts *et al.*, 2017). Le temps de fermentation peut également importer : un repos de 30 min permet d'assouplir globalement la pâte et d'avoir une meilleure distribution de l'humidité. Un temps de repos plus long confère au pain une augmentation de sa porosité, une diminution des petites alvéoles et une augmentation de la surface poreuse médiane des alvéoles, ce qui résulte en un pain moins résilient à l'effort élastique, le rendant plus déformable et avec un volume spécifique plus grand. La fermentation qui subvient lors du temps de repos a été démontrée d'avoir pour effets d'augmenter le volume de miche par 4 à 5 fois et de rendre la pâte plus élastique (Jha *et al.*, 2017; Zheng, 1998).

L'emploi de certains ingrédients peut impacter les qualités finales du pain. Le sel, exhausteur de goût, régule la fermentation des levures, renforce le réseau de gluten et donc augmente les besoins de mélange par 10-20% mais permet au final d'obtenir, s'il est bien dosé, une meilleure élasticité de la pâte. Le sucre est employé comme initiateur de fermentation. Les agents oxydants (e.g.  $\text{KIO}_3$ ,  $\text{KBrO}_3$ ) favorisent la formation de ponts disulfures entre les molécules de gluten et donc la teneur de la pâte et donc le volume de miche. De la même manière, l'acide ascorbique augmente le volume de la pâte en acceptant les électrons libérés par l'oxydation du Glo-SH de la pâte en Glo-SS-Glo. Par contre, les agents réducteurs (e.g. L-cystéine, glutathion (Glo), méthabisulfite de sodium) favorisent la rupture de ces ponts et affaiblissent donc la pâte (Delcour & Hoseney, 2010b; Zheng, 1998).

## 2.2.4. Méthodes analytiques de la cuisson du pain

Deux principaux appareils peuvent être employés pour décrire l'évolution des propriétés physico-chimiques d'une pâte à pain lors de la cuisson : la calorimétrie différentielle à balayage et la résonance magnétique nucléaire.

### 2.2.4.1. Calorimétrie différentielle à balayage

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) mesure le débit de chaleur comme une fonction de la température et permet de calculer diverses enthalpies en intégrant les pics. Étant donné que le changement majeur de la cuisson de la pâte survient au niveau de la physicochimie de l'amidon, la DSC est employée pour l'étude de la gélatinisation, de la rétrogradation et de la cristallisation de l'amidon. Ainsi, elle permet aussi de mesurer les enthalpies de fusion de l'amylose et de l'amylopectine *i.e.* respectivement *ca.* 150°C et *ca.* 55°C ainsi que l'enthalpie de dissociation des complexes amyloses-lipide (ALC) (voir point 2.2.2.4). Le nombre de pic

observé dépend de la quantité d'eau par rapport à l'amidon : en excès d'eau, deux pics sont présents tandis que trois pics apparaissent en défaut d'eau, cas du pain (Figure 16).

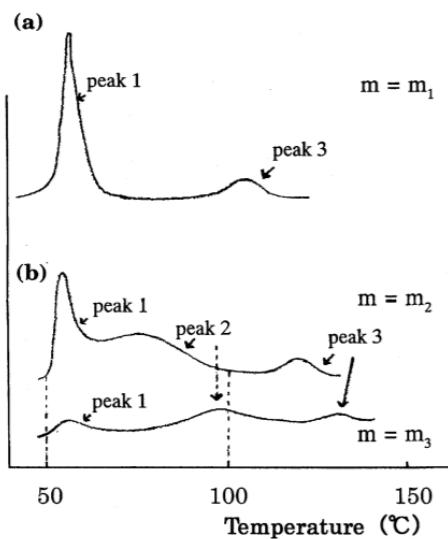


Figure 16. Courbes DSC typiques de l'amidon (a) en excès d'eau (b) en défaut d'eau (Fukuoka et al., 2002).

Dans le cas d'une analyse DSC du pain, le premier pic observé (ca. 65°C) est lié à la perte de biréfringence des granules d'amidon et l'enthalpie déduite dépend de la quantité d'eau par rapport à l'amidon (Figure 17). Au plus la quantité d'eau diminue, au plus le pic s'élargit. Cela serait dû au fait qu'une faible quantité d'eau ne permet pas de totalement de rompre le grain d'amidon et donc de faire une gélatinisation efficace.

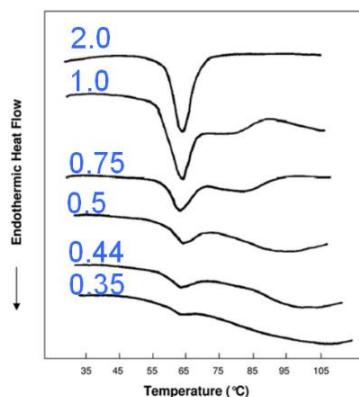


Figure 17. Thermogrammes obtenus par analyse DSC de différents ratios eau:amidon (indiqués sur chaque courbe en bleu) (Adapté de (Delcour & Hoseney, 2010b).

Par ailleurs, le second pic (> 110°C) reflète de la fusion des cristallites restants. Les deux premiers pics peuvent donner une indication de l'avancement de la gélatinisation mais seul le premier pic reste stable en température avec un taux d'humidité décroissant, ce qui subvient lors de la cuisson, tandis que le second pic augmente en température. Le premier pic  $\Delta h$  peut donc être pris comme référence pour suivre l'évolution de la gélatinisation et donc de la cuisson. Un amidon ayant cuit un temps  $t$  décrit une enthalpie  $\Delta h_t$ . Afin de la rendre comparable à l'enthalpie de l'amidon natif  $\Delta h_0$ ,  $\Delta h_t$  est normalisé par la masse sèche

invariante, ce qui donne l'enthalpie de masse sèche  $\Delta H$ . On peut en déduire le taux de gélatinisation  $\%gel$  (Schirmer *et al.*, 2011):

$$\Delta H_{t \text{ ou } 0} = \frac{\Delta h_{t \text{ ou } 0} * 100}{m_{\text{sèche}} [\%]}$$

$$\%gel = \frac{\Delta H_0 - \Delta H_t}{\Delta H_0}$$

Les études s'accordent à dire que la cuisson du pain est totale lors que le point le plus froid du pain a un taux de gélatinisation supérieur à 98%. Dès lors, le taux de gélatinisation peut être pris comme critère pour le suivi de l'avancement d'une cuisson. Notons que l'évolution du taux de gélatinisation selon le temps  $t$  de cuisson peut être décrit par une loi d'Arrhénius de cinétique d'ordre 1, dont la forme générique se présente selon la relation, fonction d'une constante de vitesse  $K$  [1/sec] (Adapté de Purlis, 2010) :

$$\frac{d(100 - \%gel)}{dt} = -K(100 - \%gel)$$

Cette équation a pour solution, où  $A$  et  $b$  sont des constantes :

$$\%gel = 100 - Ae^{-bt}$$

Ensuite, le troisième pic de DSC reflète de la dissociation des ALCs, dont deux types existent: ceux avec une faible enthalpie de fusion (à 98°C) sont dits 'ALC non-cristallins' et ceux avec une haute enthalpie à 110°C sont dits 'ALC cristallins'. Vu que l'intérieur de la pâte s'approche de ces températures (ca. 100°C), il est admis qu'une partie des ALCs se dissocie lors de la cuisson du pain (Delcour & Hoseney, 2010b).

En réalité, la DSC permet le suivi de la transition vitreuse à savoir le passage de structures amorphes d'un état de solide 'vitreux' à un état caoutchouteux, atteint à une température de transition vitreuse ( $T_G$ ) puis suivi d'un état liquide, à une température de fusion ( $T_M$ ). Elle est étudiée pour les structures semi-cristallines semi-amorphes telles que les granules d'amidon (Levine & Slade, 1992). Les protéines sont quant à elle des structures amorphes et ont également une transition vitreuse si elles sont en présence d'eau. L'analyse DSC a démontré que les  $T_G$  du gluten et de l'amidon diminuent si la quantité d'eau augmente. C'est donc pour atteindre plus facilement les transitions vitreuses nécessaires à la formation du réseau que l'on rajoute de l'eau dans la pâte à pain. Par ailleurs, la  $T_G$  du gluten de blé est atteinte à température ambiante à un taux d'humidité de 16% (w.b.), qui développe ainsi ses propriétés viscoélastiques : c'est une des raisons pour laquelle le blé est employé davantage que le maïs qui nécessite lui une chauffe pour transitionner son gluten. Enfin, la DSC permet de caractériser quantitativement les amidons gélatinisés (amorphes) par rapport à ceux semi-cristallins. Le suivi des transitions vitreuses des protéines et de l'amidon par DSC traduit donc de la qualité de formation du réseau du pain après cuisson (Delcour & Hoseney, 2010b; Fessas & Schiraldi, 2000).

#### 2.2.4.4. Résonance magnétique nucléaire

La résonance magnétique nucléaire (RMN) est une méthode d'analyse spectroscopique qui se base sur la résonance des noyaux de protons d'hydrogène présents dans l'échantillon, induite par un champ magnétique. Le noyau est caractérisé par un spin i.e. moment cinétique de précession autour d'un axe central qui le traverse. La valeur de spin est dépendante du

moment magnétique nucléaire, fonction du champ magnétique : en l'absence de champ magnétique, les moments de spins des noyaux d'un échantillon sont distribués de manière homogène. Le spin ne peut avoir que certaines énergies de niveaux discrets. Cet équilibre est perturbé lors du phénomène de résonance (Figure 18) : en présence d'un champ magnétique, tous les spins se mettent à précesser autour de l'axe du champ magnétique et l'effet Zeeman subvient i.e. apparition de sous-niveaux dans les niveaux discrets et donc de spins  $\frac{1}{2}$  occupant deux niveaux d'énergies (un élevé et un bas). À la fin de l'impulsion magnétique, il y a relaxation : retour à l'état d'équilibre. Le temps de relaxation, dépendant des populations de protons avec spins de basse ou haute énergie et donc leur mobilité, obtenu par un récepteur, émet de l'énergie qui est convertie en signal de fréquence. La relaxation est régie par deux phénomènes qui ne sont pas instantanés et qui sont caractérisés par des temps : le retour des spins excités à un niveau plus faible d'énergie i.e. relaxation longitudinale caractérisée par le temps spin-réseau ( $T_1$ ) et la variation de moment d'arrêt de l'aimantation entre les spins, dû à leur déphasage, i.e. relaxation transversale caractérisé par le temps spin-spin ( $T_2$ ). La relaxation transversale étant plus rapide que la relaxation longitudinale,  $T_2$  est donc toujours inférieur ou égal à  $T_1$ . Les niveaux d'énergie, les fréquences, les  $T_1$  et  $T_2$  sont dépendants de l'hétérogénéité d'un échantillon. Les fréquences de la RMN permettent donc de caractériser différentes matrices, et ce, grâce à la relaxation (Blümich, 2016; Denis-Quanquin, 2014;  $T_1$  et  $T_2$  et phase de relaxation du phénomène de résonance magnétique nucléaire en IRM, s. d.).

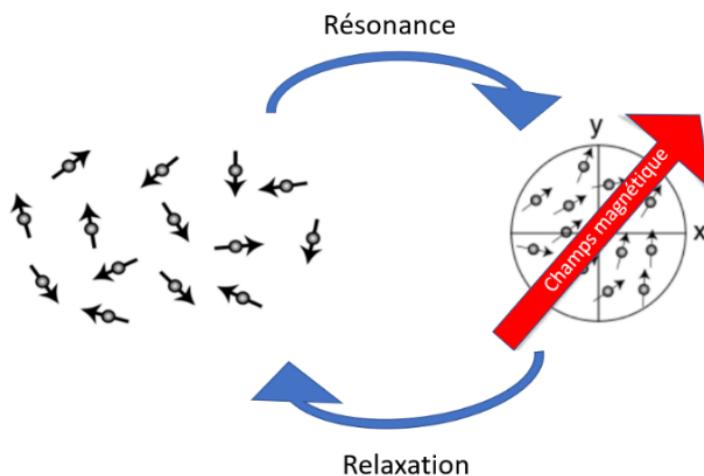


Figure 18. Résonance et relaxation en RMN : l'état en résonance est dit 'aimanté'.

Certaines RMN sont employées pour l'analyse *in situ* des changements physico-chimiques de l'amidon ainsi que de la redistribution de l'eau durant la cuisson du pain. Ainsi, des changements de population de protons sont observés à des étapes distinctes de cuisson : l'initiation de la cuisson avec l'absorption de l'eau par l'amidon et le lessivage de l'amylose (< 60°C), ensuite un nouveau changement de 60 à 90°C à cause de la fonte des cristaux d'amylopectine et du lessivage supplémentaire de l'amylose, entraînant une baisse de la mobilité des protons. Une fois l'ensemble de la mie à 65°C, la mobilité des protons augmente avec la température. Enfin, la cristallisation de l'amylose réduit la mobilité des protons lors du refroidissement. En suivant par RMN l'évolution des populations de protons et donc leur mobilité, il est donc possible de caractériser l'avancement d'une cuisson. Enfin, la RMN peut être employée pour l'évolution du réseau de gluten, par exemple lors du rassissement du pain (voir point 2.2.5) (Curti *et al.*, 2014; Nivelle *et al.*, 2018).

## 2.2.5. Suivi du rassissement du pain

Le rassissement est le principal facteur de changement du pain lors du stockage. Ce point aborde dans un premier temps le phénomène et ensuite les méthodes d'analyse associées.

### 2.2.5.1. Phénomène de rassissement

Le rassissement du pain consiste en sa détérioration physicochimique développée lors du stockage, à l'exception du développement microbien. Le rassissement entraîne une modification de la texture avec une croûte ramollie et une mie raffermie, de l'arôme et du goût du pain. Le changement de texture est lié à deux effets principaux : la migration de l'humidité de la mie (initialement 45% w.b.) vers la croûte (initialement 12% w.b.) et le raffermissement des parois cellulaires associé à la recristallisation de l'amylopectine pendant le stockage. La recristallisation de l'amylopectine est la transition d'un état totalement amorphe d'un pain frais sortant du four à un état partiellement cristallisé d'un pain rassis et est dépendante de la mobilité des branchements externes cristallisables de l'amylopectine. L'eau est également déterminante due à son rôle de plastifiant (Pateras, 1999).

Le modèle de Schoch & French (1947) décrit l'agrégation thermoréversible de l'amylopectine comme principale cause du rassissement du pain : vu qu'il y a peu d'eau dans la pâte, ils font l'hypothèse qu'après cuisson, les granules d'amidon ont relativement conservé leur structure identitaire. Lors de la cuisson, l'amylose, solubilisée par le gonflement des granules, s'agrège et gélifie rapidement, déterminant la fermeté initiale de la mie ainsi que sa structure. Sur le plus long terme, les chaînes d'amylopectine s'agrègent par différents liens intramoléculaires, menant à une augmentation de la rigidité des granules gonflés et donc la mie.

Par ailleurs, il est admis qu'un pain à haut taux de gluten a un rassissement plus faible et il est démontré que l'ajout de gluten à la pâte améliore sa rhéologie (e.g. tendreté, cohésion) durant le stockage. Les résultats d'analyse RMN ont démontré un effet significatif du gluten sur la répartition des populations de protons, dont les interactions avec l'eau et la mobilité sont favorisées en présence de gluten pour un temps de stockage croissant. Cela suggèrerait qu'en présence de gluten, l'eau du pain est davantage disponible pour plastifier la structure de la mie, donnant lieu à un pain plus souple (S. Cauvain, 2015; Curti et al., 2014; Pateras, 1999).

### 2.2.5.2. Méthodes d'analyse du rassissement

Le rassissement entraîne le raffermissement de la mie et est principalement dû à la migration de l'humidité de la mie vers la croûte et le raffermissement des parois cellulaires associé à la recristallisation de l'amylopectine pendant le stockage. Différents appareils permettent de caractériser cette rétrogradation (Tableau 4) : on distingue les analyses rhéologiques, thermiques et spectroscopiques.

Parmi les **analyses rhéologiques**, le texturomètre permet de suivre le taux de rassissement par le suivi du rapport F2/F1, dont la méthode sera décrite au point 6.1.6.4. Outre le texturomètre, le RVA (voir point 2.2.2.3) permettrait d'analyser le taux d'amylose rétrogradé.

Parmi les **analyses thermiques**, la principale utilisée est la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) (voir point 2.2.4.1). Ainsi, il est possible de déduire à partir des thermogrammes le degré de rétrogradation de différents essais, par comparaison des enthalpies de fusion d'un gel rétrogradé et de l'amidon natif. Cependant, certaines études ont observé que l'enthalpie des gels d'amidon rétrogradé à faible teneur en eau (33 à 50%) ne

représente pas entièrement le comportement de rétrogradation de l'amidon car, dans un cas de faible présence d'eau, le changement d'enthalpie de l'amidon rétrogradé par rapport au natif est dû non seulement à la fusion de l'amidon recristallisé pendant le stockage mais aussi à la fusion des cristallites résiduels après gélatinisation par DSC (S. Wang *et al.*, 2016).

Parmi les **analyses spectroscopiques**, la résonnance magnétique nucléaire (RMN) ainsi que la spectroscopie à transformée de Fourier en Moyen-IR à réflectance totale atténuée (FTIR-ATR) peuvent être employées pour caractériser la rétrogradation. La RMN la plus connue pour étudier la rétrogradation est la RMN-<sup>1</sup>H à faible résolution, qui peut analyser la mobilité des polymères d'amidon (voir point 2.2.4.4). Ainsi, il est possible de différencier la mobilité de l'amidon plus liquide (gélatinisé) du moins mobile solide et rétrogradé : le T<sub>2</sub> des protons de phase solide dure moins longtemps que celui en phase liquide (ca. 50 µs contre 1 ms), grâce au réseau moléculaire rigide de la phase solide qui facilite le transfert d'énergie (Teo & Seow, 1992). Donc, les signaux RMN attribués aux protons de la phase solide et liquide respectivement augmentent et diminuent lors de la rétrogradation.

Une alternative à la RMN consiste en la FTIR-ATR, qui permet notamment de caractériser une matrice par son absorption d'infra-rouge à différentes longueurs d'ondes (exprimées en cm), convertie par transformée de Fourier en un spectre de pics d'absorbances quantifiables. Ces pics sont présents à certains nombres d'ondes précis (inverse de la longueur d'onde, exprimé en cm<sup>-1</sup>). La FTIR-ATR permet de caractériser la rétrogradation grâce à certains pics définis. Ainsi, le pic à 995 cm<sup>-1</sup> augmente avec la teneur en eau et les pics à 1047 et 1022 cm<sup>-1</sup> témoignent respectivement du taux de phase structurée et amorphe de l'échantillon. En les combinant, on peut obtenir deux ratios d'absorbance: 1047/1022 et 1022/995 permettent de caractériser respectivement l'importance de la phase structurée et le niveau organisationnel interne aux cristaux d'amidons. Lors de la rétrogradation, la phase structurée augmente et la teneur en eau diminue par synéthèse, ce qui fait augmenter les valeurs des ratios. Ces ratios permettent donc de suivre l'évolution de la rétrogradation d'une matrice (S. Wang *et al.*, 2015).

Tableau 4. Techniques d'analyses de la rétrogradation de l'amidon (Adapté de S. Wang *et al.*, 2015).

Méthode	Effet de la rétrogradation sur le(s) paramètre(s)
<i>Tests rhéologiques</i>	
Texturomètre	Diminution du rapport F2/F1
Rapid Visco Analyzer (RVA)	Augmentation du 'setback' (valable uniquement pour juger de la rétrogradation de l'amylose) (voir Figure 13)
<i>Analyse thermique</i>	
Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	Augmentation du degré de rétrogradation DR [%] : $DR = \frac{\Delta H_{\text{réchauffage d'un gel rétrogradé}}}{\Delta H_{\text{gélatinisation de l'amidon natif}}} \cdot 100$
<i>Analyse spectroscopique</i>	
Résonnance magnétique nucléaire à proton (RMN- <sup>1</sup> H)	Augmentation du signal de phase solide et diminution du signal de phase liquide par mesure du temps de relaxation T <sub>2</sub>
Spectroscopie à transformée de Fourier en Moyen-IR (FTIR) combinée avec une réflectance totale atténuée (ATR)	Augmentation des ratios d'absorbance de bandes définies : $R_{\text{cristallin}} = \frac{\text{phase structurée}}{\text{phase amorphe}} = \frac{A_{1047 \text{ cm}^{-1}}}{A_{1022 \text{ cm}^{-1}}}$ $R_{\text{organisation}} = \frac{\text{phase amorphe}}{\text{teneur en eau}} = \frac{A_{1022 \text{ cm}^{-1}}}{A_{995 \text{ cm}^{-1}}}$

## 2.3. Technologies alimentaires de pain sans gluten

Le gluten crée un réseau viscoélastique qui confère au pain un grand volume et une bonne élasticité. Les pains sans gluten (GF), n'en contenant pas, sont de faible volume, moins élastiques et sont donc moins désirables pour le consommateur qui apprécie le pain moelleux et volumineux. Pour augmenter le volume et l'élasticité du pain sans gluten, les industriels ont mis en place tant au niveau de la formulation que de la cuisson des alternatives à la farine de blé et au four électrique conventionnel afin de mimer le réseau viscoélastique. Cependant, les pains GF, dû notamment à leur formulation modifiée par rapport au plain classique, ne contiennent pas la quantité adéquate de vitamines, de minéraux et de fibres, ce qui détériore le régime alimentaire des personnes consommatrices. Les formulations actuelles peuvent donc encore être améliorées. En parallèle, les technologies de cuisson peuvent être optimisées et innovées (Moore *et al.*, 2006). Cette section aborde dans un premier temps les farines sans gluten employées comme alternatives aux farines à proscrire chez les sujets atteints de troubles liés au gluten (voir point 2.2.1.1). Exempte de gluten, la pâte GF n'a qu'une phase discontinue d'amidon. Pour rendre cette phase continue et obtenir un réseau cohérent permettant une bonne rétention de gaz et donc un plus grand volume de pain, l'industrie agroalimentaire emploie un panel d'ingrédients/additifs, qui sont décrits dans la suite de cette section. Enfin, cette section présente l'intérêt des technologies de cuisson pour le pain classique et GF.

### 2.3.1. Farines alternatives

La combinaison de farines, de gommes ainsi que d'amidon sans gluten peut permettre de concevoir un pain GF ayant un volume, une texture et un gout similaire se rapprochant d'un pain avec gluten. Outre l'étude de la plus-value de certaines farines dans l'amélioration des propriétés des pains GF, les recherches mettent un point d'honneur à développer des aliments sans gluten sûrs pour le consommateur et équilibrés sur le plan nutritionnel (Matos & Rosell, 2013). Les farines incriminées dans la CD sont les SABOTEK (voir point 2.1), où l'avoine présente le taux de prolamines le plus bas : c'est pourquoi sa toxicité effective prête à équivoque. En outre, la complexité structurelle et le polymorphisme des gliadines de l'avoine font qu'il est difficile d'identifier des variétés naturellement dépourvues de toxicité ou de développer de telles variétés par sélection (Wang *et al.*, 2017). Au vu de ces raisons, l'emploi d'avoine n'est pas recommandé comme intrant dans les produits GF (Jnawali *et al.*, 2016). Traditionnellement, la plupart des produits sans gluten sont fabriqués en remplaçant la farine de blé par des farines alternatives de trois sources principales : les céréales non-toxiques (riz, sorgho, millet, teff), les pseudocéréales (amaranth, quinoa, sarrasin) et les légumineuses (soja, pois chiche).

Le pain sans gluten est souvent peu moelleux et peu élastique : le but de combiner les farines alternatives, mais également de certains additifs (voir point 2.3.2) est de notamment d'améliorer ces propriétés mécaniques. L'objectif quantitatif à maximiser est le volume spécifique [ $\text{cm}^3/\text{g}$ ], à savoir la quantité de volume par unité de masse. Outre le volume spécifique, la texture du pain est également à prendre en compte pour avoir un pain le plus moelleux et élastique possible. Afin de caractériser la texture d'une matrice alimentaire, on peut employer un Texture Profile Analyzer (TPA), qui fonctionne selon le principe qu'une propriété mécanique de texture est liée à la force nécessaire pour obtenir une déformation d'un produit ou d'une pénétration (ISO 11036:1994(fr), Analyse sensorielle —

Méthodologie — Profil de la texture, s. d.). Les paramètres du Tableau 5 sont obtenus à partir d'un profil de force appliquée au cours du temps sur l'aliment mesuré par le TPA (Figure 19).

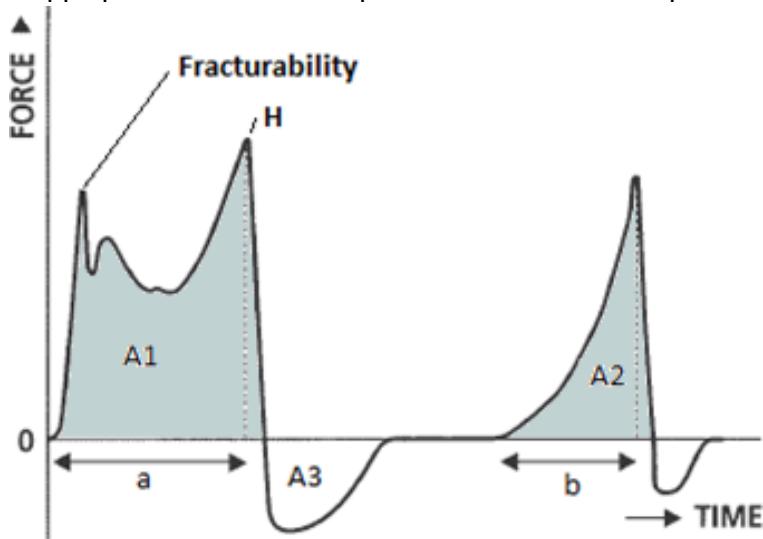


Figure 19. Texture Profile Analysis.

Tableau 5. Propriétés mécaniques du TPA : effets à valoriser pour le pain GF (Adapté de Trinh, 2012).

Propriété mécanique	Définition	Détermination	Unité	Pain GF
Dureté (Hardness)	Force nécessaire pour atteindre une déformation donnée	H	N	↓
Cohésion (Cohesiveness)	Indice de la force des liens internes qui assurent le « corps » du produit	$\frac{A_2}{A_1}$	%	↑
Fracturabilité (Fracturability)	Force à laquelle le matériel casse	F	N	-
Elasticité (Elasticity - Springiness)	Taux auquel un échantillon déformé reprend son état initial après arrêt de la force de déformation	$\frac{b}{a}$	%	↑
Adhésion (Adhesiveness)	Travail nécessaire pour surmonter les forces attractives entre la surface de l'échantillon et la surface de la sonde	$A_3$	J	-
Résistance de désintégration (Gumminess)	Force nécessaire pour désintégrer un échantillon semi-solide	$H * \frac{A_2}{A_1}$	N	↓
Résistance de mastication (Chewiness)	Force nécessaire pour mastiquer un échantillon semi-solide	$H * \frac{A_2}{A_1} * \frac{b}{a}$	N	↓

Afin d'obtenir un ressenti de pain sans gluten le plus moelleux possible, il faut valoriser les formulations de farine permettant de réduire la dureté du pain et la chewiness tout en augmentant sa cohésion et son élasticité, combiné à une miche au volume spécifique le plus haut possible (Wang et al., 2017). L'intérêt rhéologique de ces différentes farines est présenté dans le Tableau 6.

Tableau 6. Aspects rhéologiques et sensoriels des farines (Adapté de Wang *et al.*, 2017).

Source GF	Ajout	Aspects rhéologiques et sensoriels
<b>Farines céréalières</b>		
Riz	/	Augmentation de l'élasticité de la pâte
Sorgho	Amidon de manioc, maïs, pomme de terre ou riz	Diminution de la dureté de la mie, de la chewiness Augmentation de l'élasticité, de la cohésion
Millet	/	Faible volume spécifique
Teff	/	Faible volume spécifique
<b>Pseudocéréales</b>		
Amaranth	Amidon de manioc	Faible volume spécifique
Quinoa	/	Mêmes caractéristiques que le contrôle
Sarrasin	/	Augmentation du volume spécifique, couleur, souplesse de la mie
<b>Légumineuses</b>		
Pois chiche	/	Meilleur volume spécifique, élasticité de la mie
Farine de soja	/	Augmentation du volume spécifique Diminution de la dureté de la mie

**Parmi les farines céréalières non-toxiques**, le riz est la céréale la plus employée comme substitut au blé car il est beaucoup plus faible en prolamines et que celles-ci ne sont pas toxiques pour les personnes atteintes de troubles liés au gluten. La farine de riz est employée car elle a une absorption d'eau satisfaisante d'environ 52% : au plus l'absorption de l'eau est bonne, au plus elle joue le rôle de plastifiant, au plus l'élasticité de la pâte augmente et au plus cela favorise la rétention des gaz. La capacité d'absorption d'eau dépend de la taille du grain de riz. Les variétés de riz à court et à moyens grains montrent de meilleures textures de pain (Cornejo & Rosell, 2015). Un autre intérêt du riz serait la proportion d'amidon endommagé et intact. Yano (2019) a proposé une explication de la structure particulière du 'réseau' obtenu avec une pâte de riz. Ainsi, au lieu d'avoir à l'instar du blé des alvéoles de gaz entourées de gluten/amidon, la structure de la pâte de riz aurait une structure en 'émulsion particulière', où les granules d'amidon de riz stabilisaient l'interface gaz-eau (Figure 20).

Dans le cas du blé, l'amidon intact gélatinise et renforce le réseau de gluten tandis que l'endommagé (15% du total) initie la fermentation. Dans le cas du riz, il a été observé que le plus pertinent était d'utiliser une farine de riz avec un faible taux d'amidon endommagé (LDS) (< 5% du total) : la fermentation est moins brusque et les alvéoles sont plus facilement conservées dans la pâte, en absence de gluten. En outre, LDS prévient la déstabilisation des alvéoles fragiles dû à un haut taux d'amidon endommagé (HDS) qui augmente l'absorption de l'eau et perturbe le ratio hydrophobilité : hydrophilie. Par ailleurs, il a été montré que LDS réduisait davantage la tension de surface de l'eau que HDS : cette propriété est propre aux agents capables de former des émulsions particulières, ce qui rejoint l'hypothèse de Yano. Enfin, il a été observé que LDS était significativement plus efficace pour émulsionner de l'huile que HDS. Toutes ces observations corroborent la théorie d'émulsion particulière par l'amidon du riz (Gallagher, 2009; Yano, 2019a). L'emploi de farine de riz avec LDS semble donc favoriser la rétention des gaz pour la préparation de pains GF.

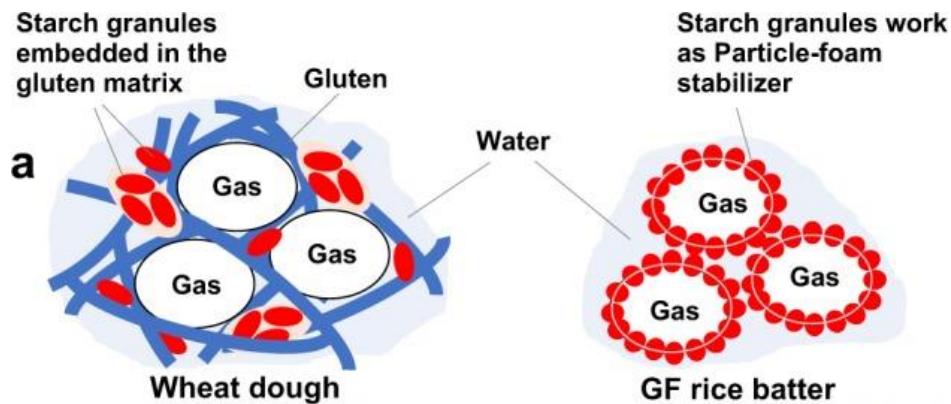


Figure 20. Mécanismes de rétention des gaz d'une pâte fermentée de blé (gauche) et de riz (droite) (Yano, 2019).

Cependant, l'emploi de riz est peu écologique : il consomme 3 fois plus d'énergie que le blé par hectare sans compter le fait qu'il est d'office importé car il n'est pas produit en Europe occidentale, les rizières consomment 1/3 des réserves mondiales en eau de source, mènent à une surexploitation des nappes phréatiques, la riziculture conduit à une pulvérisation excédentaire de fertilisants azotés et phosphorés qui contaminent le sol et l'eau et enfin, les rizières sont une source majeure de méthane anoxique, effet de serre, qui favorise le changement et le réchauffement climatique (AghaAlikhani *et al.*, 2013; Safa *et al.*, 2011; Uphoff & Dazzo, 2016).

Afin de limiter l'empreinte écologique de la formulation, la farine de sorgho peut être employée car c'est une plantation très tolérante à une faible disponibilité en eau : les printemps en Belgique sont de plus en plus secs et permettent la mise en place de ce type de culture venue d'Afrique. Le sorgho est donc une alternative au riz plus économique en eau et qui tend à être produit localement (*Sous l'œil expert du Cipf, le sorgho, un nouveau venu dans nos campagnes!*, 2019). D'un point de vue technologique, les pâtes à base de 5 à 20% de farine de sorgho montrent des volumes spécifiques plus grands que celles qui en sont dépourvues. De plus, cette même farine traitée par haute pression (600 mPa) montre des attributs favorables (Vallons *et al.*, 2010) : le traitement par haute pression déforme et gonfle les granules d'amidon, ce qui a pour effet d'augmenter le volume de la pâte ainsi que l'élasticité de celle-ci par rapport à une farine de sorgho standard non-traitée. Néanmoins, la teneur en amylose de la farine de sorgho est de 21%, ce qui a tendance en trop grande proportion à favoriser un durcissement de la mie après 24h (Monthe *et al.*, 2019).

Outre le sorgho, **les pseudocéréales** telles que le sarrasin peuvent représenter une alternative durable au riz. En effet, la culture du sarrasin est peu demandeuse en phytosanitaires et est produite en Belgique. En outre, le sarrasin est déjà employé en industrie agroalimentaire car il a des effets bénéfiques sur la santé dû à sa haute valeur nutritionnelle en micro-, macroéléments, en fibres digestives et acides gras insaturés et limite les oxydations lors des procédés (Wronkowska *et al.*, 2013). A l'instar du sarrasin, le quinoa et l'amaranth sont deux autres pseudocéréales avec un excellent profil nutritionnel. Lors d'une analyse RVA d'un tant pour tant riz/pseudocéréale (Figure 21), le sarrasin montre un profil proche de celui du riz avec la viscosité finale la plus haute et la diminution de viscosité après pic par rhéofluidification (voir point 2.2.2.3) la plus faible, témoignant d'une bonne résistance du sarrasin à supporter la chauffe et le stress par cisaillement mais aussi une grande capacité de rétention d'eau.

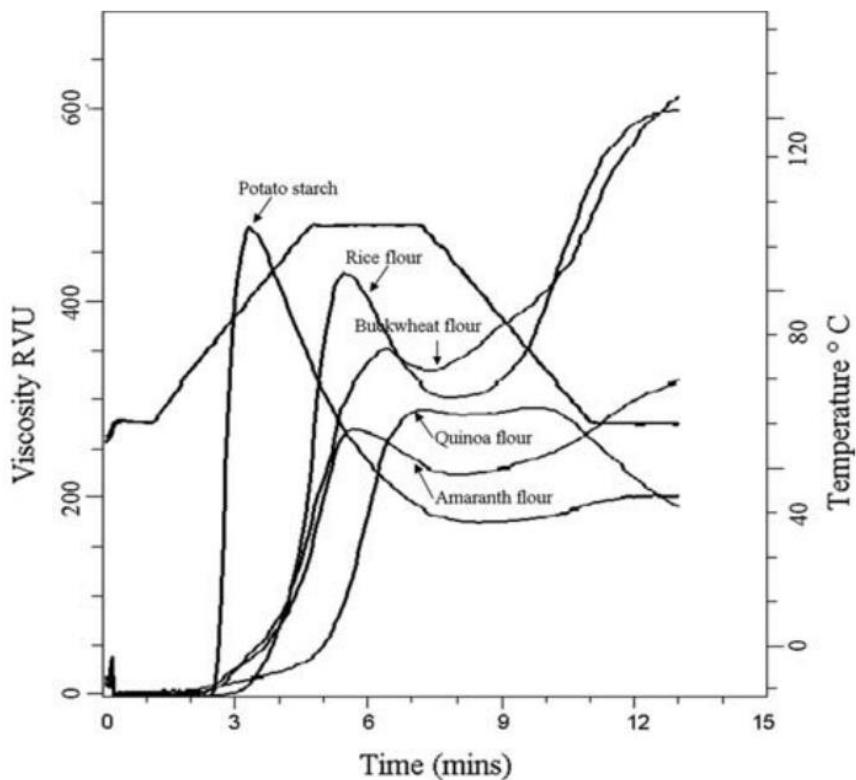


Figure 21. Profil RVA de tant pour tant riz/X: X étant l'amaranth, l'amidon de pomme de terre, la farine de quinoa et le sarrasin (Adapté de Alvarez-Jubete et al., 2010).

Ces deux effets de profil RVA sont corroborés par le fait que le pain de sarrasin et riz en tant pour tant obtient le volume spécifique le plus grand avec le plus d'alvéoles, par rapport aux pains de riz :quinoa ou riz :amaranth. Ces différence s'expliquent par le fait que le sarrasin a un taux d'amylose le plus élevé des trois pseudocéréales (ca. 35% contre 8% pour l'amaranth et ca. 11% pour le quinoa), dont la gélation définit l'élasticité et la structure de la mie en fin de cuisson. En outre, le sarrasin a un haut contenu en lipides polaires (ca. 14%) qui pourraient se comporter comme des agents stabilisants d'alvéoles. Enfin, le taux d'amylopectine y étant plus faible que dans d'autres céréales tels que le riz, cela diminue le taux de rétrogradation d'amylopectine et de synérèse, limitant ainsi le rassissement lors du stockage. Enfin, les pains sans gluten enrichis en sarrasin ont une mie plus pigmentée, plus attrayante pour le consommateur (Alvarez-Jubete et al., 2010). Pour toutes ces raisons, le sarrasin est une farine pertinente pour substituer partiellement le riz afin de réduire l'empreinte écologique des formulations sans gluten tout en améliorant les qualités du pain.

L'utilisation d'une farine unique pour substituer le réseau de gluten de la farine de blé n'est pas optimisée car les alternatives GF ont chacune leurs avantages et inconvénients : une combinaison de farines de différentes sources permet de combiner leurs atouts respectifs et donc d'obtenir une substitution de réseau beaucoup plus performante. Ainsi, l'ajout de **légumineuses** tel que le soja aux farines de riz et de maïs affecte grandement les caractéristiques de la pâte et du pain résultant (Figure 18). L'incorporation de farine de soja améliore le volume du pain par l'augmentation de la consistance de la pâte, provoque un ramollissement de la mie et retardé le rassissement du pain car les protéines de soja ont une grande capacité de rétention d'eau et peuvent interférer dans la rétrogradation de l'amidon. Malgré cela, aucun des pains avec des mixs de farines n'égale le volume du pain de blé. Dans

l'ensemble, les pains fabriqués avec une utilisation mixte des farines de riz, de maïs et de soja présentent les meilleurs attributs de qualité : volume spécifique élevé, bon aspect de la mie, texture souple et faible taux de rassissement (Sciarini *et al.*, 2010).

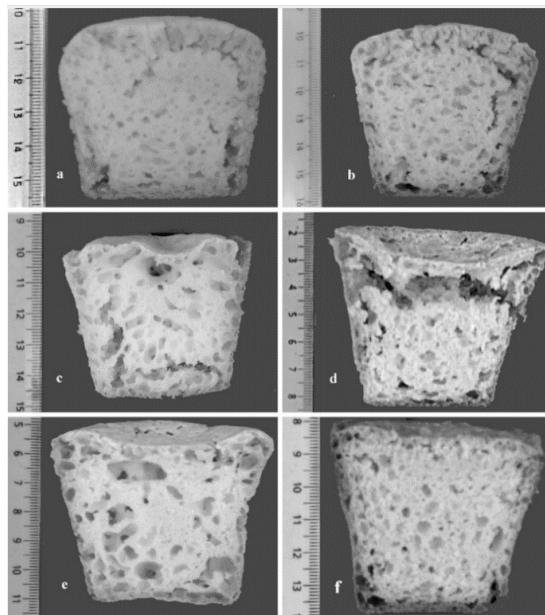


Figure 22. Tranches de pain GF : a) Riz b) 90% riz/ 10% soja c) 50% riz/ 50% maïs d) 10% riz / 45% maïs / 45% soja e) 40% riz / 40% maïs / 20% soja (Adapté de Sciarini *et al.*, 2010).

### 2.3.2. Ingrédients et additifs

La quantité d'eau joue un rôle primordial dans la formation du réseau d'alvéoles du pain: si la pâte n'est pas assez mouillée, elle ne permet pas de dissoudre toutes les particules, ce qui a tendance à former des gros trous indésirables dans la mie. Pour éviter cela, il est recommandé d'ajouter une quantité d'eau de 100% par rapport à la masse des farines/amidons. De cette façon, les alvéoles de gaz formées lors de la fermentation sont correctement enveloppées d'un film liquide qui stabilise l'interphase (Taylor *et al.*, 2006). L'hydratation de la farine de céréales sans gluten, comme le riz, forme une pâte coulante plutôt qu'une pâte viscoélastique car leurs protéines ne possèdent pas les propriétés de formation de réseaux de gluten. Par conséquent, les gaz de fermentation remontent à la surface tandis que les granules d'amidon et la levure se déposent au fond. La pâte devient alors mousseuse : pour corriger cela, les hydrocolloïdes (e.g. xanthane, guar) employés dans les formulations GF sont des additifs épaisseurs qui augmentent la viscosité de la pâte pour une bonne rétention de gaz, maintenant les granules d'amidon, la levure et les alvéoles de gaz en suspension lors de la fermentation. Un autre effet des hydrocolloïdes est d'augmenter l'absorption d'eau, ce qui rend la pâte plus élastique et plus rétentrice de gaz (Gallagher, 2009). Lors de la cuisson, l'amidon gélatinise et rigidifie la membrane d'hydrocolloïdes entourant les alvéoles pour l'obtention d'une structure de mie.

L'hypromellose (HPMC), dérivé de la cellulose, est l'hydrocolloïde le plus employé dans l'industrie des pains sans gluten et pour différentes raisons. Son fonctionnement est un peu différent que les autres hydrocolloïdes : il possède des groupes hydrophobes en plus de ceux hydrophiles de la cellulose, ce qui permet à l'HPMC d'avoir un rôle tensioactif (similaire à la

théorie de l'émulsion particulaire de Yano (2019) : voir point 2.3.1), de rester à l'interface gaz/liquide et d'éviter la coalescence des alvéoles, assurant une pousse homogène. En outre, l'HPMC est le seul hydrocolloïde à former des gels sous effet de la chaleur et permet donc de durcir les membranes des alvéoles lors de la cuisson (Fellows, 2017; Yano, 2019b). De plus, l'additif E464 (HPMC) n'a pas d'effet délétère connu sur la santé et ne possède donc pas de DJA selon le Codex Alimentarius. En outre, une NOAEL, *i.e.* 100 fois la dose réellement ingérée en moyenne par les consommateurs de produits contenant de l'HPMC, a été étudiée chez les rats : aucun risque sur la santé n'a été mis en évidence (Burdock, 2007; Yano, 2019a). Cependant, à l'instar des autres dérivés cellulaires, l'HPMC conserve une mauvaise réputation auprès du consommateur (C. Blecker comm. pers.).

Par ailleurs, certaines enzymes peuvent également être employées dans les pâtes GF. Notamment, la transglutaminase catalyse des liens covalents entre les protéines : il a été observé que son ajout en présence de sources protéiques non-gluténiques (*e.g.* protéine de lait, de soja, d'œuf) à la pâte permettrait de créer un réseau protéique cohérent. Notons également que deux enzymes peuvent aussi être ajoutées pour améliorer la dégradation des saccharides du pain en glucoses fermentables à savoir l' $\alpha$ -amylase, enzyme du malt qui dégrade l'amidon, et l'endoxylanase, qui dégrade l'arabinoxylane (saccharide végétal de structure). Leur effet le plus notable est d'améliorer le volume de mie. Dans le cas du pain GF, l'effet de certaines protéases a également été démontré comme améliorant la tenue du volume à la sortie du four: elles clivent partiellement les protéines et permettent donc davantage de continuité dans la phase d'amidon, résultant en une amélioration du réseau final. Pour combler les lacunes du réseau et donner du goût et de la texture, de la matière grasses et certains oligosaccharides peuvent également être ajoutés à la pâte (Delcour & Hoseney, 2010b; Moore *et al.*, 2006; Sabanis & Tzia, 2011; Yano, 2019b).

Également, l'amidon d'une autre source (*e.g.* maïs, riz, pomme de terre) peut être ajouté à la formulation du pain. Il a été démontré que cet ajout, où la granulométrie est complémentaire à celles des amidons déjà présents dans la matrice, permet de combler les lacunes et en présence d'hydrocolloïdes, de favoriser la formation d'un réseau cohérent amidon-hydrocolloïdes. (Bender & Schönlechner, 2020; Salehi, 2019). L'amidon de pomme de terre comporte l'avantage sur le riz d'être produit en Belgique et d'améliorer la coloration de la mie du pain. En plus, en substitution partielle à la farine de blé (jusqu'à 80% d'amidon de pomme de terre – 20% de farine de blé), la rétention des gaz du pain n'est pas fortement altérée (Figure 23). Néanmoins, ces observations ne sont possibles qu'uniquement dans le cas d'un pain partiellement au blé, grâce à la présence de phase continue (gluten) et discontinue (amidon).

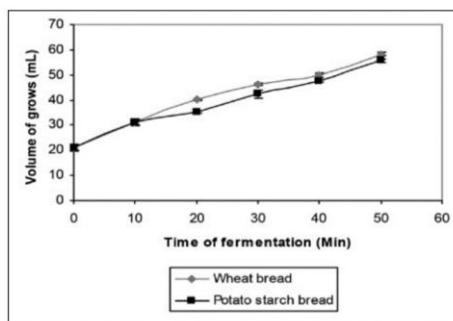


Figure 23. Rétention de gaz dans le pain de blé et de pomme de terre (Nemar *et al.*, 2015).

En effet, en absence totale de gluten, l'amidon seul manque de la phase continue et la rétention de gaz s'effondre et la pousse avec (Nemar *et al.*, 2015). En outre, l'enthalpie de gélatinisation de l'amidon de pomme de terre est nettement plus élevée que celle du riz et du sarrasin (Figure 24) : pour le pain GF, si l'on désire accélérer la gélatinisation à un stade précoce de cuisson pour avoir un réseau cohérent (voir point 2.3.4.2), il pourrait être pertinent de limiter le taux d'amidon de pomme de terre et utiliser davantage de riz ou de sarrasin dont la gélatinisation demande moins d'énergie et peut être plus rapide (Li *et al.*, 1997; Singh *et al.*, 2003). Enfin, la limitation du taux d'amidon de pomme de terre dans la formulation semble pertinente car dans le cas d'un mélange riz : pomme de terre (1 :1), le profil de viscosité diminue après pic beaucoup plus que le riz ou le sarrasin : riz (1 :1), ce qui limite la rétention des gaz et le maintien de la structure en sortie de four (Figure 21).

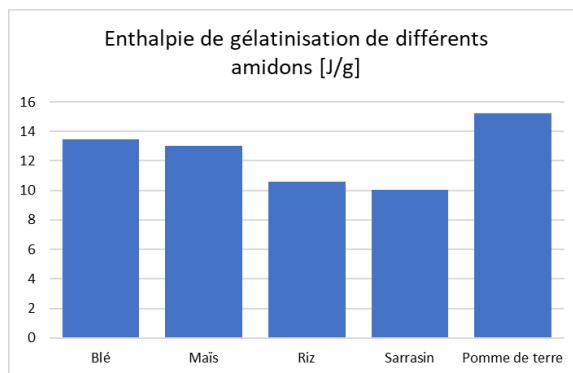


Figure 24. Enthalpie de gélatinisation de différents amidons (Adapté de Li *et al.*, 1997; Singh *et al.*, 2003).

Par ailleurs, l'albumine d'œuf peut être employée pour structurer le gel d'amidon lors de la gélatinisation, notamment par ses propriétés moussantes favorisant la rétention des gaz. Les albumines d'œuf ont un potentiel élevé d'absorption du dioxyde de carbone, en raison de la présence de grandes quantités d'acides aminés principalement acides et de groupes sulfhydryles libres, qui favorisent le moussage, la prise à chaud et l'adhésion, déterminants pour la fixation du CO<sub>2</sub> dans la mie de pain. En plus, l'albumine dénature à basse température, ce qui lui permet de rapidement renforcer la structure du réseau lors de la cuisson. L'emploi d'albumine permet donc de stabiliser la structure de la mie et d'augmenter le volume spécifique du pain (Ziobro *et al.*, 2016).

Enfin, il est généralement reproché par le consommateur que le pain sans gluten, sous une apparence marketing de produit 'sain', contient beaucoup d'additifs, a une haute teneur en sel, graisses et sucres pour des propriétés sensorielles inférieures à celles du pain 'classique' et que les pains GF sont également plus chers à l'achat (*Gluten-Free Foods Are More Expensive and Less Healthy, Study Says*, 2018; *Is Gluten-Free Bread Really Bread?*, 2019). La recherche vise donc à proposer de nouvelles technologies plus économiques qui minimisent le nombre d'intrants (ingrédients/additifs) tout en maximisant les qualités du produit.

### 2.3.3. Procédés de cuisson

Cette section reprend les principales technologies de cuisson du pain (Figure 25). On distingue trois modes de cuisson :

- I) **Cuisson par convection** : cela concerne les cuissons électriques et par chaleur pulsée pour l'obtention d'un pain classique avec croûte.

- II) **Cuisson par chauffe volumique** : cela comprend les cuissons micro-ondes et ohmique pour l'obtention d'un pain de mie sans croûte (Gally, 2017). Ce mode ne permet de formation de croûte car la température de surface n'est pas assez élevée et de la condensation peut s'y former (voir point 2.2.3.3) (Therdthai *et al.*, 2016).
- III) **Cuisson de surface** : cela concerne principalement l'infra-rouge.

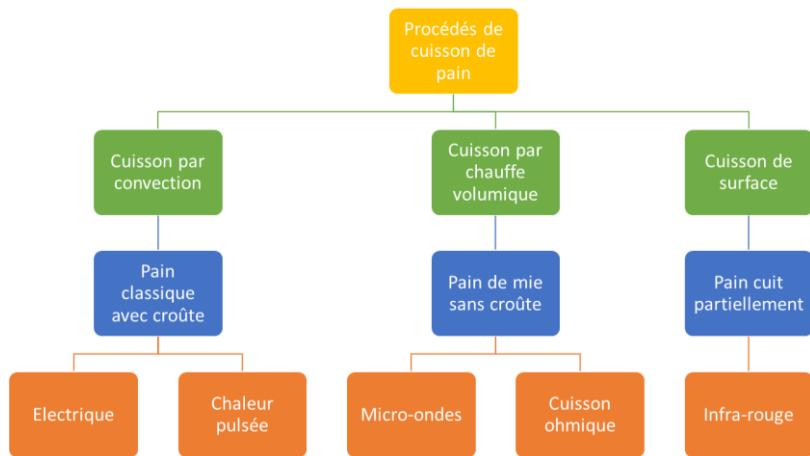


Figure 25. Procédés de cuisson des pains (avec et sans gluten).

L'intérêt de ces technologies, simple ou combinées, est discuté dans cette section dans un premier temps pour les qualités du pain classique avec gluten et ensuite pour le pain sans gluten. Enfin, une attention particulière est portée à l'intérêt de l'emploi de la cuisson ohmique pour les pains classiques et sans gluten.

### 2.3.3.1. Procédés de cuisson du pain classique avec gluten

Traditionnellement, du Néolithique au XIXe siècle, le pain a toujours été cuit dans un four au feu de bois, dont les parois étaient composées d'un matériau réfractaire (e.g. pierre, brique, béton réfractaire) pour permettre une cuisson par conduction (des parois), convection (de l'air chauffé par la flamme) et radiation (par présence de braises à proximité) de la miche de pain (« All About Wood Fired Bread Ovens », 2006). De nos jours, le four électrique par conduction directe ou par chauffage d'air par convection est le plus employé pour la cuisson de pain en batch, dû à sa grande polyvalence de production pour différents produits de boulangerie. En ce sens, l'industrie boulangère vise à trouver des alternatives de cuisson afin d'accélérer les procédés, augmenter la production et améliorer les qualités de produits finis tout en réduisant les coûts. Plusieurs méthodes telles que les cuissons par chaleur pulsée, par infrarouge (IR), diélectriques (MW) et ohmique (OH) sont employées ou à l'étude :

- I) **Cuisson à chaleur pulsée** : des jets d'air chaud impactent perpendiculairement le pain. La haute vitesse de ces jets a pour effet de diminuer drastiquement les temps de cuisson (Bender & Schönlechner, 2020).
- II) **Cuisson infra-rouge** : le spectre IR, présent entre les micro-ondes et le visible, permet une chauffe grâce aux radiations électromagnétiques d'une source IR. Elles sont absorbées par la matrice alimentaire qui fait monter les molécules à un niveau d'énergie supérieur. L'efficacité de la conversion en chaleur de l'énergie absorbée

est haute à des grandes longueurs d'ondes dans l'IR : c'est pourquoi les radiations IR ne pénètrent que de quelques millimètres dans la nourriture avant d'être dissipées totalement en chaleur (Aboud *et al.*, 2019). IR peut induire le changement de couleur de surface, le développement d'arômes et de goût (Fellows, 2017).

- III) **Cuisson diélectrique** (micro-ondes) : MW résulte de la conversion de l'énergie électromagnétique en énergie thermique par l'agitation des molécules d'eau et des ions. Elle est dite 'diélectrique' car son efficience dépend directement de la pénétration des ondes dans la matrice alimentaire et donc à sa capacité de 'rétenzione' des ondes, phénomène dit 'diélectrique' (Tang & Resurreccion, 2009). En industrie agroalimentaire, les cuissons diélectriques sont principalement employées pour préserver la nourriture (e.g. pasteurisation, stérilisation).
- IV) **Cuisson ohmique** : OH suit un mode de chauffe volumique mais est obtenue par dissipation thermique d'une puissance électrique dans le corps qu'elle traverse.

Les avantages/désavantages de ces technologies de cuisson du pain classique par rapport au four électrique sont présentées dans le Tableau 7 (Chhanwal *et al.*, 2015; Nitin, 2009).

*Tableau 7. Discussion des alternatives au four électrique pour la cuisson du pain (Abbas *et al.*, 2010; Bender & Schönlechner, 2020; Chhanwal *et al.*, 2015; Gally, 2017b).*

Alternatives	Avantages	Désavantages
Chaleur pulsée	Cuisson rapide Haut transfert de chaleur	Croûte épaisse Couteux en énergie
Cuisson infra-rouge	Faible temps de chauffe Chauffe uniforme Faible perte de qualité nutritionnelle Source d'énergie peu couteuse	Davantage de brunissement Cuisson partielle du pain Qualités différentes : croûte épaisse, volume plus faible, mie plus dense
Cuisson Micro-ondes (Diélectrique)	Faible temps de chauffe Chauffe uniforme dans près de 40% du produit grâce au carrousel Economie d'énergie	Qualités différentes : produit ferme, texture épaisse, rassissement rapide avec assèchement et perte de couleur et de croûte
Cuisson ohmique	Meilleur rendement énergétique que MW Faible temps de chauffe Absence de chauffe localisée : moins de risque de carbonisation	Conditions opératoires difficilement prévisibles par manque de données Manque de moniteurs de température assez précis pour suivre la OH

Concernant les cuissons par chaleur pulsée, MW et IR, les cuissons hybrides semblent être plus efficientes que les cuissons utilisées séparément (Chhanwal *et al.*, 2015). Notamment, il a été montré qu'une cuisson MW combinée de l'IR permettait d'améliorer les résultats de cuisson, avec un plus grand volume de miche et une plus grande tendreté de la mie (Abbas *et al.*, 2010). L'utilisation combinée de deux cuissons pourrait donc permettre de compenser les défauts de l'une par la sec et obtenir des résultats plus qualitatifs.

### 2.3.3.2. Procédés de cuisson du pain sans gluten

À ce jour, la plupart des recherches sur le pain sans gluten vise à substituer/imiter le réseau de gluten mais beaucoup moins d'entre elles étudient les alternatives technologiques de

cuisson afin de modifier les propriétés de la pâte telles que la consistance. En absence de gluten, seule la gélatinisation de l'amidon permet au pain GF d'obtenir un réseau cohérent, une rétention de gaz suffisante et donc un volume de pain satisfaisant. Ainsi, les pains sans gluten nécessitent deux fois plus d'eau que les pains de blé dû à l'importance de la gélatinisation de l'amidon. Néanmoins, ce surplus d'eau diminue fortement la viscosité de la pâte et donc la rétention des gaz, déjà altérée par l'absence de gluten. Par ailleurs, en cuisson électrique classique, la pâte ne retient pas le gaz également dû à la température fluctuante qui fait éclater les alvéoles de gaz : dans la théorie d'émulsion particulaire de Yano (2019) (voir point 2.3.1) pour la farine de riz, l'amidon entourant les alvéoles doit gélatiniser rapidement afin de renforcer les parois des alvéoles et éviter l'éclatement. Pour ces raisons, afin de favoriser cette rétention de gaz, le gel d'amidon doit être formé le plus tôt possible lors de la cuisson. Vu que la gélatinisation de l'amidon ne débute qu'à partir d'une certaine température, la cuisson électrique classique ne permet pas un transfert de chaleur de surface jusqu'au cœur assez rapide pour avoir une gélatinisation suffisamment précoce et les pains GF sont donc de faible volume. C'est pourquoi en alternative à la cuisson électrique, des techniques de chauffe volumique beaucoup plus rapides telles que le MW sont étudiées. Vu que le MW ne forme pas de croûte, elle est souvent testée avec une cuisson rapide de surface (IR, chaleur sèche) (Bender *et al.*, 2019; Bender & Schönlechner, 2020).

Les pains obtenus par MW ont une mie significativement plus ferme et une perte d'humidité par rapport à la cuisson classique. MW entraîne une faible dégradation des grains d'amidon qui diminue la gélatinisation et également davantage de perte de saveurs, due à la chauffe rapide et l'absence de croûte pour les retenir (Bender & Schönlechner, 2020). Certaines études ont tenté d'améliorer les procédés de cuisson des pains GF en combinant le MW avec la cuisson à chaleur sèche, qui limite la condensation de surface et permet la formation de croûte. La cuisson MW-chaleur sèche résulte en un pain plus ferme et moins digeste mais plus volumineux que ceux cuits par des cuissons simples MW ou chaleur sèche (Therdthai *et al.*, 2016). Malgré son intérêt de chauffe rapide théorique pour accélérer la gélatinisation, MW a des limitations techniques par sa nature d'ondes centimétriques : la chauffe n'est pas uniforme car les ondes MW ont une pénétrabilité limitée. En réponse aux limitations de la MW, la cuisson ohmique (OH) est étudiée comme méthode alternative de chauffage volumique. Leurs avantages respectifs sont présentés dans le Tableau 8.

Tableau 8. Avantages respectifs des cuissons ohmiques et diélectriques (micro-ondes).

Avantages de OH sur MW	Avantages de MW sur OH
Plus grand rendement de conversion thermique (>90%)	Aucun contact nécessaire entre surface de chauffe et aliment pour la cuisson
Chauffe plus rapide et plus uniforme	Davantage de données pratiques et d'études, sur davantage de matrices et surtout sur le pain sans gluten
Absence de limitation de pénétrabilité des ondes	

MW présente deux avantages sur OH : il permet une chauffe sans avoir recours à un contact aliment-surface de chauffe (électrode dans le cas de OH) et bénéficie de davantage de recul, de connaissance et de données sur ce type de cuisson pour le pain GF. Néanmoins, OH permet une chauffe plus rapide et uniforme que MW. La rapidité de OH induit une gélatinisation plus complète et rapide et une réduction drastique du temps de cuisson. L'uniformité du chauffage de OH limite fortement la présence de zones de chauffe locale et donc de

carbonisation. Entre outre, dû au haut rendement de conversion thermique, la rapidité de OH limite la consommation énergétique et réduit le temps de cuison. Pour ces raisons, OH est envisagée comme alternative à la MW pour la cuisson par chauffe volumique des pains GF (Abbas *et al.*, 2010; Bender & Schönlechner, 2020; Fellows, 2017).

### 2.3.4. Cuisson ohmique

Le chauffage ohmique consiste en le passage de courant alternatif par deux électrodes à travers un corps : la dissipation de la puissance électrique par effet Joule résultant en une expansion volumétrique de chaleur à travers la matrice, de manière uniforme et très rapide. Le concept a d'abord été développé dans les années 80-90 pour la pasteurisation ou la stérilisation ultra haute température (UHT) de matrices alimentaires (e.g. ratatouille, jus, lait), principalement celles qui contiennent de larges particules difficiles à chauffer par d'autres méthodes plus classiques. Les avantages de OH sont nombreux : la matrice est chauffée rapidement ( $> 1^{\circ}\text{C/s}$ ), il n'y a pas de chauffe localisée due à la chauffe volumétrique et donc moins de risque que la nourriture carbonise localement, il n'y a pas de problème de cisaillement à cause de la viscosité des matrices, habituellement rencontré lors de leur circulation dans les échangeurs de chaleur et OH représente un plus faible coût que la cuisson diélectrique tout en étant plus adapté aux procédés continus grâce à la possibilité de l'interrompre instantanément (Fellows, 2017; Swarnnka, 2020).

La généralisation de OH à d'autres procédés présente trois freins. Premièrement, les matrices multiphasiques ont des changements de conductivité avec les variations de chaleur, rendant difficilement prédictibles les conditions opératoires (voir point 3.4.2.2 : conductivité électrique lors de la gélatinisation). Il existe également un grand manque de données pratiques sur les facteurs concernés par OH (voir eq. 36), nécessaires aux dimensionnements. Enfin, il manque également des moniteurs de température assez précis pour localiser précisément les points 'froids', non atteints par l'effet Joule, qui permettraient la survie non intentionnelle de pathogènes présents dans des nourritures à pH acide. Pour éviter trop d'hétérogénéité et une cuisson non homogène, les fluides chauffés par OH sont maintenus en flux turbulent sous une haute pression (e.g. jusqu'à 400kPa pour les procédés UHT à  $140^{\circ}\text{C}$ ) (Fellows, 2017).

#### 2.3.4.1. Cuisson ohmique de pain avec gluten

L'utilisation de la cuisson ohmique pour les pains classiques permet l'obtention d'un pain de mie, sans croûte : il est donc pertinent de positionner le OH par rapport aux techniques alternatives pour la cuisson de pain de mie. En France, les deux leaders du pain de mie sont Jacquet (Groupe Limagrain) et Harry's (Groupe Barilla), ayant chacun leur procédé breveté. Ainsi, Harry's procède à une cuisson standard puis ôte la croûte des pains avant de faire chuter la température en sortie de four afin de les rigidifier, dans le but de pouvoir les trancher facilement. L'élimination des croûtes conduit à une quantité de déchets importante. Jacquet a quant à lui opté pour un procédé plus écologique : il emploie une cuisson vapeur et MW ne produisant pas de croûte brune, ce qui diminue le temps de cuisson et évite la perte de matière (Arnaud, 2014). Dans une optique de cuisson moins énergivore et plus courte pour la production de pain de mie, Gally (2017) propose comme alternative au procédé de Jacquet la cuisson ohmique. Ainsi, il a étudié la faisabilité de l'application de la cuisson ohmique aux opérations de cuisson et de fermentation de la pâte à pain et ce, pour la production d'un pain de mie sans croûte. Il a conclu que la cuisson ohmique permettait d'obtenir dans le cas d'un

pain avec gluten une plus grande porosité ainsi qu'une plus grande croissance des pores dans la partie supérieure du pain, par rapport à une cuisson électrique classique. Il a également observé que la cuisson ohmique permettrait de réduire les coûts en énergie par 10. Les résultats de Gally seront davantage abordés dans le chapitre 3.

#### 2.3.4.2. Cuisson ohmique de pain sans gluten

En absence de gluten, seule la gélatinisation de l'amidon permet au pain GF d'obtenir un réseau cohérent, une rétention de gaz suffisante et donc un volume de pain satisfaisant. Comme décrit dans le point 2.3.3.2, l'objectif de l'étude de nouvelles cuissons pour le pain GF est de rendre plus précoce la gélatinisation de l'amidon en chauffant le plus rapide et le plus uniformément possible et ce, afin de favoriser la rétention des gaz et donc le volume du pain. Étant donné que la cuisson ohmique permet la chauffe la plus rapide et uniforme de toutes les technologies connues, elle est étudiée comme alternative. Bender *et al.*(2019) proposent de soumettre la pâte à des étapes de puissances décroissantes afin de cuire la surface de la miche. Cette méthode aboutit à une miche significativement plus volumique et plus élastique, tout en réduisant les coûts en énergie par 3. Afin de conférer une croûte au pain, ils proposent de combiner OH avec une cuisson de surface rapide IR (Bender *et al.*, 2019; Bender & Schönlechner, 2020). Les résultats de Bender seront davantage abordés dans le chapitre 3.

C'est donc dans le but d'améliorer le volume et l'élasticité des pains GF que nous avons choisi de développer notre propre four de cuisson ohmique. Ainsi, nous nous fixons comme objectif que, sur base d'une formulation sans gluten optimisée pour la texture et la rétention de gaz, la technologie de cuisson ohmique, par rapport à une cuisson classique électrique, puisse augmenter d'au moins 15% le volume spécifique de notre pain, de 10% son élasticité, tout en conservant une couleur et une porosité similaire. La justification de ces critères est abordée dans la partie Satisfaction du Cahier des Charges (voir point 5.4).

### 3. DIMENSIONNEMENT DU FOUR A CUISSON OHMIQUE

La cuisson ohmique utilise comme ‘force motrice’ l’électricité. Ce chapitre aborde donc dans un premier temps les principes d’électricité de base, d’abord de courant continu (DC) puis de courant alternatif (AC). La diversité de sources d’électricité et les solutions de modulation sont ensuite présentées. Tous les principes développés sont par après appliqués à la cuisson ohmique afin d’aboutir aux bilans thermiques permettant de simuler l’élévation de température au sein du pain. Enfin, le développement du four ohmique pour la cuisson du pain en pratique est abordé, en confrontant les études passées sur le sujet. Tous les concepts électriques de ce chapitre sont repris de deux références (Benson, 2015; Young & Freedman, 2015).

#### 3.1. Notions de courant continu (DC)

Les équations de courant continu sont habituellement employées pour introduire les concepts de base relatifs à l’électricité, intervenants notamment lors de la cuisson ohmique.

##### 3.1.1. Equations de base

Si l’on approche une charge d’essai  $q_e$  à une distance  $r$  [m] d’une charge source  $Q$ , cela entraîne l’apparition d’une force électrique  $F_e$ , dont l’intensité [N] est régie par la loi de Coulomb, proportionnelle à la constante  $k$  ( $8,99 \cdot 10^9$  N.m $^2$ /C $^2$  dans le vide) :

$$F_e = \frac{k|Qq_e|}{r^2} \quad (1)$$

Entre le rapprochement des charges et l’induction de  $F_e$ , il existe un délai (ca.  $10^{-8}$  sec pour quelques mètres), dû à un intermédiaire appelé le champ électrique  $E$  [N/C ou V/m]. Ce changement local, caractérisé par des lignes de champ vectoriel, suit la relation :

$$E = \frac{F_e}{q_e} = \frac{kQ}{r^2} \quad (2)$$

Le potentiel électrique  $V$  [V] est l’énergie potentielle électrique  $U_e$  [J] par unité de charge [C], qui traduit la propension des électriques à circuler dans un circuit :

$$V = \frac{U_e}{q_e} \quad (3)$$

Dans un circuit électrique, le courant *i.e.* mouvement des électrons se déplace d’un haut potentiel  $\Delta V_+$  (symbolisé par un +) vers un bas potentiel  $\Delta V_-$  (symbolisé par un -) (Figure 26). C’est la raison pour laquelle on fait appel à la notion de différence de potentiel  $\Delta V$  [V] :

$$\Delta V = \Delta V_+ - \Delta V_- \quad (4)$$

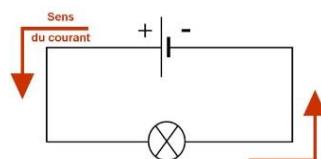


Figure 26. Sens conventionnel du courant continu

En courant continu, le courant électrique  $I$  [A] ne circule que dans un seul sens et est défini comme la quantité de charge  $dQ$  [C] qui parcourt le circuit par unité de temps  $dt$  [s] :

$$I = \frac{dQ}{dt} \quad (5)$$

Pour décrire localement le courant, on emploie la notion de densité de courant  $J$  [A/m<sup>2</sup>]. Cette notion est à prendre en compte car chaque corps a une densité de courant maximale avant la formation d'un arc électrique *i.e.* courant électrique visible dans un diélectrique (Fellows, 2017). On caractérise  $J$  par :

$$I = \int J dA \quad (6)$$

Un milieu diélectrique est l'inverse d'un conducteur : il ne permet pas ou peu le passage des charges en son sein. La perte de différence de potentiel au sein d'un tel milieu dépend de la résistance  $R$  [W], décrite par la loi d'Ohm comme dépendante de l'intensité du courant qui le traverse :

$$R = \frac{\Delta V}{I} \quad (7)$$

Dans le cas du passage de courant entre deux électrodes, matériaux conducteurs de section  $A$  [m<sup>2</sup>], séparées d'une distance  $l$  [m], la résistance est alors fonction des propriétés du matériau, caractérisé par sa résistivité  $\gamma$  [W.m], dont l'inverse est la conductivité électrique  $\sigma$  [S/m]. On peut réécrire l'équation précédente comme :

$$R = \frac{\gamma l}{A} = \frac{l}{\sigma A} \quad (8)$$

La résistivité dépend de la température du matériau  $T$  et de référence  $T_0$  caractérisée par une résistivité de référence  $\gamma_0$  ainsi que d'un coefficient thermique de résistivité  $\alpha$  [°C<sup>-1</sup>]. La relation suivante est valable uniquement en linéaire ( $\gamma = f(T)$ ) et dans une plage de  $T$  restreinte :

$$\gamma = \gamma_0 (1 + \alpha(T - T_0)) \quad (9)$$

On peut redéfinir la densité de courant par rapport au champ électrique et la conductivité par analogie avec la loi d'Ohm (éq. 7) :

$$J = \sigma E \quad (10)$$

La perte de potentiel électrique lors du passage du courant dans un diélectrique entraîne la dissipation d'une puissance électrique  $P$  [W] sous forme de chaleur, que l'on nomme 'Effet Joule'. Cet effet est décrit par la relation suivante :

$$P = RI^2 = \frac{\Delta V^2}{R} = \Delta V \cdot I \quad (11)$$

### 3.1.2. Appareils de mesure électrique

On distingue deux types d'appareils de mesure : les passifs qui bénéficient du courant électrique du circuit dont ils mesurent les constantes et les actifs qui fournissent le courant pour fournir une mesure.

Parmi les appareils passifs (Figure 27), le voltmètre se place en parallèle du circuit et mesure la différence de potentiel entre les deux bornes de la source de courant. L'ampèremètre permet de calculer l'intensité du courant et se place donc dans le circuit, en série.

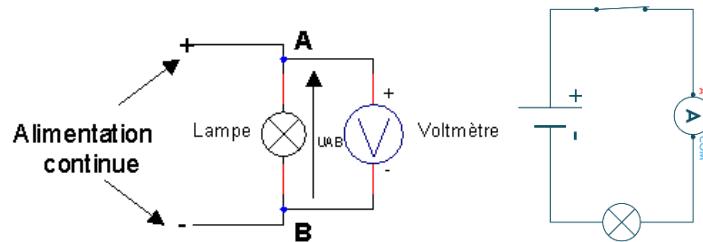


Figure 27. Appareils passifs de mesure : à gauche, le voltmètre (V) - à droite, l'ampèremètre (A)

L'appareil actif le plus communément utilisé est l'ohmmètre : il demande de débrancher le circuit initial de la source pour être branché et ainsi mesurer la résistance d'un diélectrique.

### 3.2. Notions de courant alternatif (AC)

Le courant alternatif est celui qui est réellement employé pour la cuisson ohmique. Ce point aborde donc les notions essentielles à maîtriser avant de commencer le développement du four.

#### 3.2.1. Equations de base

Le courant alternatif change de sens périodiquement dans le circuit caractérisé par une fréquence  $f$  [Hz] (Figure 28). Pour éviter que le courant ne change de sens dans le circuit, on peut utiliser un 'commutateur' pour le redresser. L'intensité de courant alternatif  $i$  [A] est caractérisée par une variation de son amplitude maximale  $i_0$  et la vitesse angulaire  $\omega$  :

$$i = i_0 \sin(\omega t) \quad (12)$$

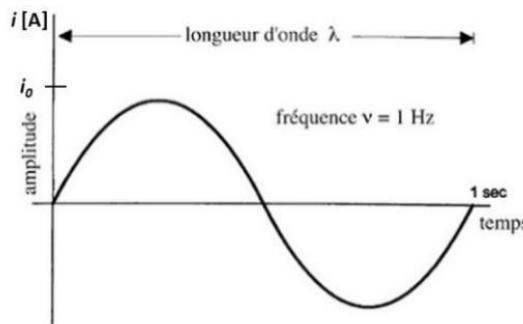


Figure 28. Evolution de l'amplitude du courant alternatif

Étant donné que le courant et la différence de potentiel sont liés par la loi d'Ohm, la tension de courant alternatif  $v$  [V] suit la même évolution que l'équation précédente, où  $v_0$  est la tension maximale. Cependant, la tension n'est pas en phase avec le courant si le circuit comporte un élément autre que le fil et a donc un déphasage  $\phi$  [-] par rapport au courant :

$$\Delta v(t) = v_0 \sin(\omega t + \phi) \quad (13)$$

La tension n'est pas en phase avec le courant si une bobine ( $\phi = \frac{\pi}{2}$ ) ou un condensateur ( $\phi = -\frac{\pi}{2}$ ) sont en série dans le circuit. Avec une résistance, il n'y a pas de décalage ( $\phi = 0$ ).

Vu que l'amplitude du courant et de la tension varient en amplitude, on définit la notion de valeur efficace *i.e.* valeur représentative du comportement moyen à partir de l'éq. 11 :

$$P = \frac{R i_o^2}{2} = RI^2 = I \Delta v_r \quad (14)$$

On en déduit la valeur de courant efficace  $I$  [A] :

$$I = \frac{i_o}{\sqrt{2}} \quad (15)$$

On en déduit la valeur de tension efficace  $\Delta v_r$  [ $\Omega$ ] aux bornes d'une résistance :

$$\Delta v_r = \frac{\Delta v_{r,0}}{\sqrt{2}} \quad (16)$$

Le courant alternatif se délivre soit en monophasé soit en triphasé. Le monophasé voit sa tension évoluer similairement à celle du courant présenté dans la Figure 28 : il délivre une tension suffisante pour la majorité des appareils domestiques et permet une puissance jusqu'à 2500 W. Les applications industrielles demandant davantage de puissance électrique s'alimentent en courant triphasé, l'équivalent de trois courants monophasés décalés de 1/3 de période soit de 120 degrés électriques (Figure 29). Lors d'une période (360°), chaque phase atteint deux fois un pic de tension et donc la puissance n'est jamais nulle. Le triphasé par rapport au monophasé a une plus grande capacité de charge (plus efficace à fournir une puissance électrique), est plus économique et facile à produire et de surcroît a une tension efficace plus élevée (ca. 415V contre ca. 240V) (Electronics Hub, 2019).

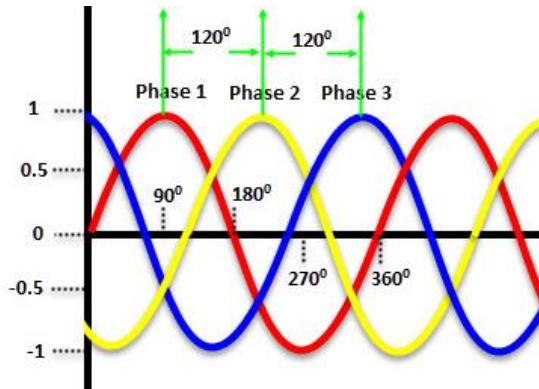


Figure 29. Evolution du courant alternatif en triphasé

On définit deux tensions en triphasé : la tension de phase, qui correspond à l'amplitude de la tension pour une phase et la tension réseau (de ligne), qui correspond au résultat combiné des trois tensions de phase du triphasé. La relation suivante les lie :

$$\Delta v_{ligne} = \sqrt{3} \Delta v_{phase} \quad (17)$$

Par analogie avec l'éq. 11, la puissance électrique résultante est donc :

$$P = I \cdot \sqrt{3} \Delta v_{ligne} = I \cdot 3 \Delta v_{phase} \quad (18)$$

### 3.2.2. Sources d'électricité et modulation

Deux sources de courant peuvent être employées : soit l'électricité de distribution domestique soit un générateur électrique. L'électricité de distribution implique l'emploi d'un transformateur *i.e.* un appareil qui permet de modifier l'amplitude des tensions grâce à une induction de bobine à bobine (enroulement) au nombre de spires  $N$  différent. On peut simplifier le rapport des tensions d'un transformateur par la relation suivante (cas idéal) :

$$\frac{\Delta v_2}{\Delta v_1} = \frac{N_2}{N_1} \quad (19)$$

La transformation de la tension permet le passage du courant sur de longues distances par des lignes à haute tension (valeur efficace de plusieurs centaines de kV), ce qui minimise le courant et donc les pertes par effet Joule. Au niveau des zones résidentielles, la tension est ensuite réduite par un autre transformateur à 120V (valeur efficace) à une fréquence de 50 Hz pour minimiser le danger pour le consommateur. Le système électrique d'une maison (Figure 30) comprend trois fils : deux fils dits 'de phase' à une tension de 120V (A et C) et un (B) neutre, à 0 V. Le 0 V s'appelle par convention la masse et est relié à la terre pour éviter un court-circuit et l'électrocution. Pour la majorité des appareils domotiques, une tension de 120 V est suffisante et est fournie en branchant l'appareil sur un fil de phase et la masse. Lorsqu'il nécessite une tension plus haute, un branchement sur les deux fils 'de phase' permettent d'obtenir du 240 V, obtenu par un déphasage de  $\pi$  radians (opposition de phase) entre les tensions des deux fils dus à la présence de deux bobines. Les disjoncteurs principaux ont quant à eux pour fonction de limiter la valeur de courant efficace dans les fils de phase à 100/150 A pour également des raisons de sécurité. Le tableau de distribution permet enfin de diviser la tension en sous-circuits pour toute la maison, chacun étant contrôlé par un disjoncteur de sensibilité inférieure de quelques dizaines d'ampères (Benson, 2015).

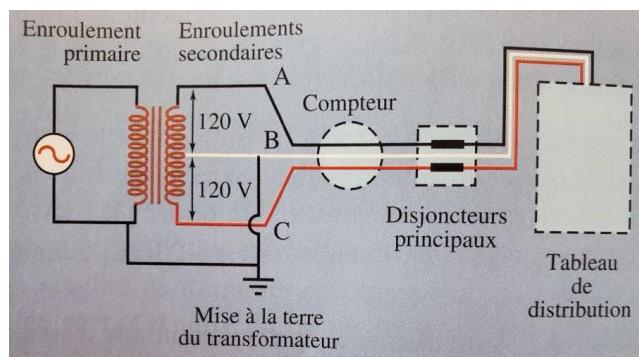


Figure 30. Transformateur d'alimentation électrique de maison (Adapté de Benson, 2015).

Il est possible d'obtenir à partir du courant domestique une tension précise avec un autotransformateur : il ne possède qu'un enroulement, où le secondaire fait partie du primaire (Figure 31). Il a l'avantage d'être plus compact et moins onéreux qu'un transformateur d'isolement, si l'intérêt est seulement de modifier la tension de l'électricité domestique. Les transformateurs d'isolement se branchent comme l'autotransformateur entre l'alimentation et le dispositif mais évitent que les équipements de test et de mesure ne se connectent à la terre et les phénomènes de boucle de masse *i.e.* apparition de tension entre deux prises de terres non-connectées. Étant donné que certains appareils de mesure électrique se basent sur des références de masse-terre (0 V), si celles-ci sont perturbées, la mesure résultante est faussée (Circé Technologies, 2020; Pini, 2020).

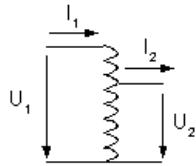


Figure 31. Variations de tensions ( $U$ ) au sein d'un autotransformateur.

L'autre source d'électricité peut être apportée par les générateurs, qui produisent de l'électricité à partir d'énergie mécanique et ne dépendent donc pas de la tension de l'électricité domestique. L'énergie mécanique (e.g. dynamo, hydraulique, vapeur) fait tourner une bobine de  $N$  spires à une vitesse angulaire  $\omega$  introduite dans un champ magnétique extérieur. Cela génère donc une variation de flux magnétique  $d\phi_B$  à l'intérieur de la bobine qui engendre une tension électrique de courant alternatif proportionnelle au nombre de spires et à la variation de flux magnétique (Benson, 2015) :

$$\Delta v = \Delta v_0 \sin(\omega t) = -N \frac{d\phi_B}{dt} \quad (20)$$

### 3.2.3. Importance du courant alternatif en cuisson ohmique

En cuisson ohmique, le courant passe dans le pain au travers de deux électrodes disposées de part et d'autre. À chaque interface électrode-pâte se trouve une double couche d'ions assimilable à une capacité électrique, qui s'orientent, même sans tension extérieure, pour maintenir l'électroneutralité (équilibre des charges  $+/ -$ ). Lorsque le générateur fournit une tension, le courant passe dans les électrodes, charge la double couche jusqu'à ce que le potentiel y soit assez élevé pour permettre une réaction faradique *i.e.* une réaction d'électrode où un ion ou un atome, provenant de l'extérieur de l'électrode, est réduit ou oxydé en une autre espèce qui quitte l'électrode. L'électrode de réduction est appelée cathode et l'électrode d'oxydation est l'anode. Le courant traverse ensuite la pâte grâce aux ions du milieu plutôt qu'aux électrons libres. Les réactions faradiques sont indésirables car elles mènent à des électrolyses indésirées (e.g. électrolyse partielle de l'eau, dont l' $O_2$  relargué forme des alvéoles isolant les électrodes), la dégradation de nutriments (e.g.  $O_2$  provenant de l'électrolyse oxyde les lipides et les vitamines) et corrosion des électrodes entraînant une migration des métaux dans la pâte et limitant la durée de vie des électrodes (Biesheuvel *et al.*, 2018a; Gally, 2017a).

La migration des métaux est un frein car cela pourrait empêcher le produit d'être consommable. En réponse à cela, une étude a évalué que les migrations d'électrodes en inox 316 dans les aliments solide-fluide dû à la cuisson ohmique étaient bien plus faibles que les maxima diététiques tolérés (Mohsen *et al.*, 2015). Cependant, le champ électrique (15 V/cm) testé est bien inférieur à celui dont nous aurions besoin (33 à 67 V/cm: voir point 3.4.2.1) : les migrations risquent donc d'augmenter dans notre cas. Pour pallier à cela, à la place de l'inox 316, nous pourrions utiliser un métal à haute capacité ou inerte (titane/titane platiné) ainsi qu'augmenter la fréquence (12-25 kHz contre 50 Hz normalement), qui auraient pour effet de limiter les migrations mais également l'ensemble des réactions faradiques indésirables (Biesheuvel *et al.*, 2018; Gally, 2017; Pataro *et al.*, 2014). Ainsi, l'emploi de courant alternatif en cuisson ohmique est primordial pour sécuriser la cuisson du four et du produit.

### 3.3. Application des notions de base à la cuisson ohmique

Ce point met en relation les équations des points 3.1 et 3.2 afin d'aboutir aux équations bilan de courbe de chauffe et pour décrire physiquement le phénomène de cuisson ohmique.

#### 3.3.1. Equation de la chaleur

La cuisson ohmique est un procédé de chauffage par dissipation **thermique** d'une puissance **électrique** (Gally *et al.*, 2016). Il est nécessaire de caractériser ces deux formes d'énergie afin de pouvoir les lier dans un bilan final.

#### 3.3.2. Caractérisation de la puissance électrique $Q_{gen}$

On vise d'abord à établir une relation entre le champ électrique et le potentiel électrique. Le premier principe de la thermodynamique lie les variables  $\Delta U, Q$  et  $W$ , respectivement la variation d'énergie interne, l'apport de chaleur et le travail [J] par la relation :

$$\Delta U = Q - W \quad (21)$$

Dans le cas de la cuisson ohmique, il n'y a aucun apport de chaleur extérieur ( $Q = 0$ ) :

$$W = -\Delta U \quad (22)$$

Or, le travail  $W$  effectué par une force  $F$  [N] sur une longueur  $dl$  [m] est défini selon :

$$W = \int \vec{F} \cdot d\vec{l} \quad (23)$$

Par la définition du champ électrique  $E$  de l'éq. 2 :

$$W = \int q_0 \vec{E} \cdot d\vec{l} \quad (24)$$

Par la définition du potentiel électrique  $V$  de l'éq. 3 et par couplage de 20 et 22 :

$$\frac{W}{q_0} = -\frac{\Delta U}{q_0} = \Delta V = \int \vec{E} \cdot d\vec{l} \quad (25)$$

Localement, on obtient :

$$-dV = \vec{E}_{local} \cdot d\vec{l} \quad (\leftrightarrow E_{local} = -\frac{dV}{dl}) \quad (26)$$

En intégrant les formulations vectorielles de champ électrique et de longueur et la définition d'un gradient de fonction  $\vec{\nabla}f$  pour un repère  $(x, y, z)$  de vecteurs unitaires  $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$  :

$$\vec{E} = \vec{i} E_x + \vec{j} E_y + \vec{k} E_z$$

$$d\vec{l} = \vec{i} dx + \vec{j} dy + \vec{k} dz$$

$$\vec{\nabla}f = \vec{i} \frac{df}{dx} + \vec{j} \frac{df}{dy} + \vec{k} \frac{df}{dz}$$

On obtient la relation entre le champ électrique et le potentiel :

$$\vec{E} = -\left( \vec{i} \frac{dV}{dx} + \vec{j} \frac{dV}{dy} + \vec{k} \frac{dV}{dz} \right) = -\vec{\nabla}V \quad (27)$$

Par l'éq. 27, on voit que le champ électrique pointe là où le potentiel électrique diminue le plus vite.

On vise maintenant à définir la puissance électrique  $Q_{gen}$  [W/m<sup>3</sup>] dissipée, puissance volumétrique dans le cas ohmique définie par la relation impliquant soit la densité de courant  $J$  soit la conductivité électrique  $\sigma$ , dont la seconde égalité est obtenue par injection de l'éq. 10 :

$$Q_{gen} = J \cdot E = \sigma \cdot E^2 \quad (28)$$

En y injectant l'éq. 27, on a  $Q_{gen}$  dépendant du module du gradient du potentiel électrique  $|\nabla V|$ , avec un rendement  $\eta$  dû aux pertes du corps par convection et radiation :

$$Q_{gen} = \sigma |\nabla V|^2 \eta \quad (29)$$

### 3.3.3. Distribution de champ électrique dans un corps

On peut également caractériser la distribution de champ électrique dans le corps, en partant de l'équation locale de la conservation de la charge, avec deux hypothèses pour le corps (polarisabilité linéaire du corps et loi d'Ohm) :

$$\nabla \cdot \vec{J} + \frac{d\rho_e}{dt} = 0 \quad (30)$$

Où sont respectivement :

$\nabla \cdot \vec{J}$  le divergent de la densité de courant [A/m<sup>2</sup>] : le divergent est la somme des dérivées partielles par rapport à l'espace :  $\nabla \cdot \vec{J} = \frac{dJ}{dx} + \frac{dJ}{dy} + \frac{dJ}{dz}$   
 $\rho_e$  la densité volumique de charge [C/m<sup>3</sup>]

En régime stationnaire, il n'y a pas de variation de la densité de charge ( $\frac{d\rho_e}{dt} = 0$ ), donc :

$$\nabla \cdot \vec{J} = 0 \quad (31)$$

En injectant l'éq. 10 dans 31 puis en y rajoutant l'éq. 27, on a :

$$\nabla \cdot \sigma \vec{E} = 0 \leftrightarrow \nabla \cdot (\sigma \nabla V) = 0 \quad (32)$$

L'éq. 32 présente un divergent suivi d'un gradient : il peut donc se calculer comme un laplacien, où s'applique d'abord le gradient et ensuite le divergent.

### 3.3.4. Caractérisation thermique

L'équation locale de transfert de chaleur dans un solide est (Vanclooster & Javaux, 2017) :

$$\rho \frac{dh}{dt} = -\nabla \cdot \vec{q} + \rho \cdot \dot{q}_r \quad (33)$$

Où sont respectivement :

$h$  L'enthalpie du système [J/kg]

$\nabla \cdot \vec{q}$  Les pertes de chaleur au sein du système [W/m<sup>3</sup>]

$\dot{q}_r$  La puissance massique reçue par l'effet Joule de dissipation [W/kg]

Le troisième terme de l'éq. 33 correspond en réalité à l'éq. 29 décrivant  $Q_{\text{gen}}$ .

Par la seconde loi de Joule, l'enthalpie, fonction de la chaleur spécifique  $C_p$  [J/kg.°C] et de la température  $T$  [°C], est décrite par la relation (hypothèse : pression constante) :

$$dh = C_p dT \quad (34)$$

L'éq. 29 prend déjà en compte les pertes par radiation et convection. Le 2<sup>nd</sup> terme de l'éq. 33 ne correspond qu'aux pertes par conduction, qui dépend de Fourier (Manzano *et al.*, 2012) :

$$\vec{q} = -k \vec{\nabla} T \quad (35)$$

Où sont respectivement :

$\vec{q}$  le transfert de chaleur local [W/m<sup>2</sup>]

$k$  la conductivité thermique [W/m.°C]

$\vec{\nabla} T$  le gradient de température [°C/m]

En injectant l'éq. 34 et 35 dans 33 avec l'éq. 29, on a l'équation de la courbe de chauffe :

$$\boxed{\rho C_p \frac{dT}{dt} = \vec{\nabla} (k \cdot \vec{\nabla} T) + \sigma |\vec{\nabla} V|^2 \eta} \quad (36)$$

Où sont respectivement :

$\rho$  la masse volumique de la résistance [kg/m<sup>3</sup>]

$C_p$  la chaleur spécifique de la résistance [J/kg.°C]

$\frac{dT}{dt}$  l'élévation de la température au sein de la résistance au cours du temps [°C/s]

$k$  la conductivité thermique de la résistance [W/m.°C]

En négligeant les pertes thermiques ( $\eta = 1$  et absence de perte par conduction), on peut exprimer la courbe de chauffe ainsi :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\sigma |\vec{\nabla} V|^2}{\rho C_p} \quad (37)$$

En courant continu, on démontre facilement la relation pour un corps parallélépipédique et rectangulaire (Fellows, 2017) :

$$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{AL}{m} \frac{\sigma}{C_p} \frac{V^2}{L^2} = \frac{\sigma AV^2}{LmC_p} \quad (38)$$

### 3.4. Applications du bilan thermique

Cette section reprend les simulations de courbe de chauffe obtenues par application du bilan (éq. 36), afin de caractériser l'évolution des constantes physiques avec l'avancement de cuisson et également pour évaluer les consommations énergétiques du procédé ohmique.

#### 3.4.1. Modélisation de cuisson ohmique de pain avec gluten

Gally (2017) a été le premier à simuler la cuisson ohmique pour le pain de blé selon l'éq. 36 pour établir l'évolution de la température par rapport au temps de cuisson et du champ

électrique. Son modèle, basé sur une simulation *Comsol Multiphysics*, suit la cuisson de 850g de pain avec gluten dans un four ohmique dont l'espace de chauffe a pour dimensions 27x11x10cm (dimensions de pain commercial) sous une tension de 215V (50Hz) à impulsion, la distance entre les électrodes étant de 10cm. La tension de 215V est l'amplitude maximale de la tension délivrée par la source (Figure 32, gauche) : cette tension maximale est délivrée par pulsion et la valeur efficace de celle-ci est la moyenne de celle-ci (Figure 32, droite).

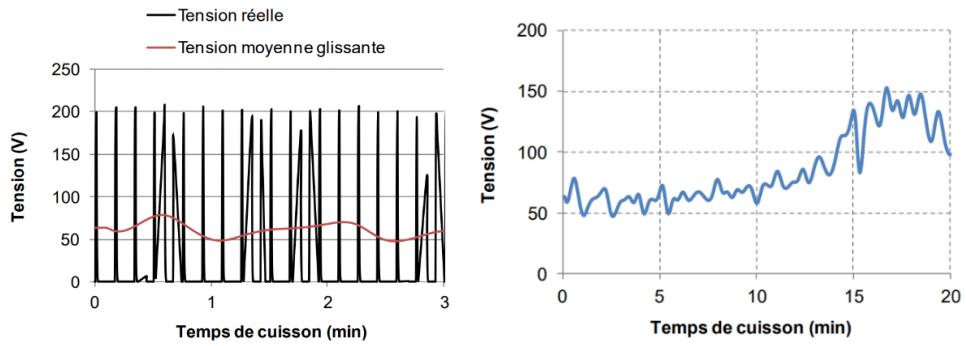


Figure 32. Tensions appliquées lors de la cuisson: à gauche, tensions à impulsions - à droite, tension moyennée.

Plusieurs thermocouples permettent de mesurer les températures initiales de la pâte (Figure 33, gauche) après fermentation : la fermentation est exothermique car elle relâche 66.5 kJ par mole de glucose fermenté (Delcour & Hoseney, 2010b), ce qui cause une élévation de la température de la pâte, plus importante au centre que sur les côtés. Sur la simulation de la température du pain à la fin de la cuisson (Figure 33, droite), on observe la présence de points froids au niveau de l'interface paroi-pain, avec un fort gradient de température proche des électrodes et une température homogène (ca. 100°C) dans le reste du pain.

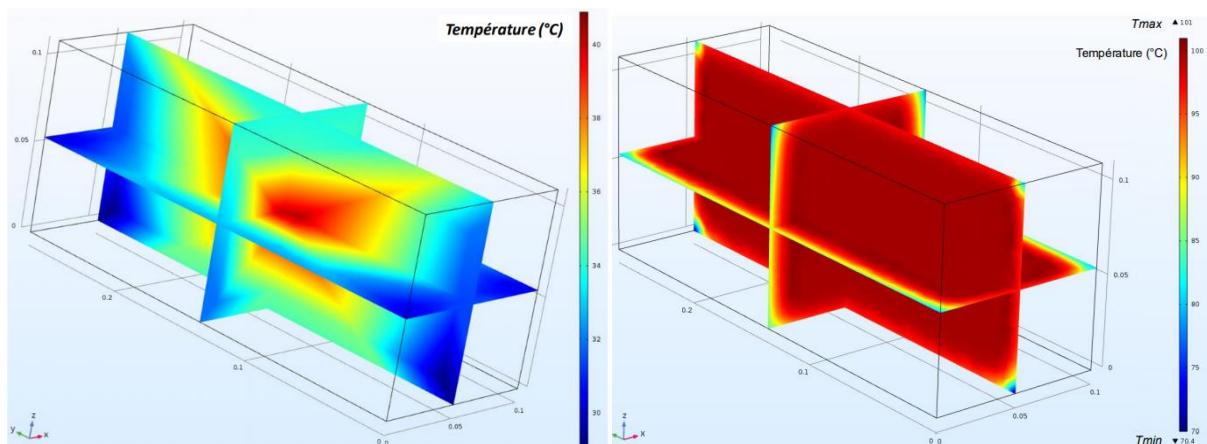


Figure 33. Profil de température : à gauche, en début de cuisson (après fermentation) – à droite, en fin de cuisson (après 20 min)

En prenant en compte de la tension instantanée délivrée en fin de cuisson *i.e.* ca. 100V (voir Figure 32, droite), si l'on calcule le module du champ électrique par la relation de l'éq. 26 pour la dimension x (0.1 m), on obtient un module de 1000 V/m, valeur qu'aurait le champ électrique s'il était reparti homogènement dans le pain et si toutes les lignes de champ étaient perpendiculaires au plan des électrodes. En simulation (Figure 34), on observe que ce module

vaut 866 V/m au niveau des électrodes et 1100 V/m au centre du pain : l'ordre de grandeur est donc bien similaire au cas idéal (homogène).

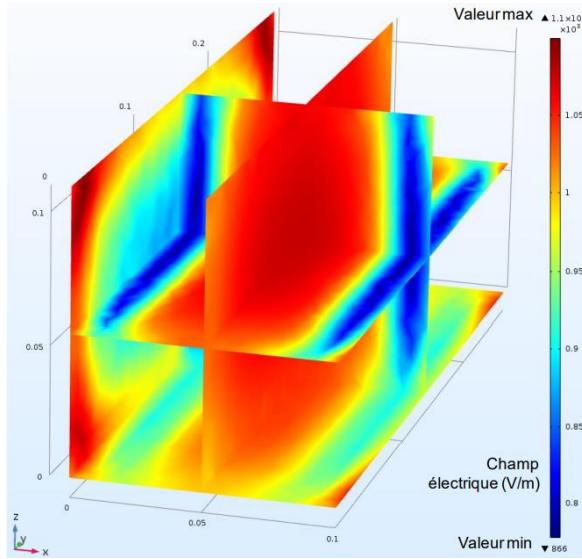


Figure 34. Représentation 3-D du champ électrique après 20min (fin de cuisson) sous une différence de potentiel instantanée d'environ 100V

En intégrant l'éq (11) sur le temps, on peut calculer l'énergie cumulée  $E_c$  délivrée aux électrodes (Gally *et al.*, 2016) :  $E_c(t) = \int_{t-1}^t (\Delta V \cdot I) dt$ . Par les mesures instantanées de tension (par voltmètre) et de courant (par ampèremètre) (Figure 35), il a été déterminé qu'il fallait environ 398kJ pour 0.85kg de pâte pour accomplir la cuisson soit 468 kJ/kg de pâte. La cuisson classique de pain consomme en général 5MJ/kg : elle réduirait donc de 90% la consommation énergétique (Eladly *et al.*, 2016).

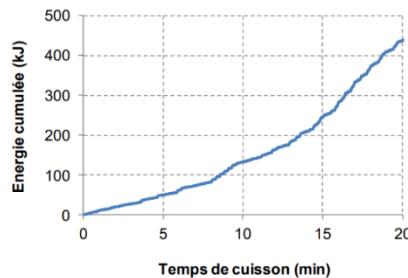


Figure 35. Evolution de l'énergie cumulée délivrée aux électrodes durant la cuisson

### 3.4.2. Modélisation de cuisson ohmique de pain sans gluten

En l'absence de courbe de chauffe ohmique pour le pain GF dans la littérature, une simulation est réalisée au centre du pain en appliquant le bilan thermique ainsi que les équations empiriques de Gally mais avec les conditions opératoires de Bender *i.e.* le premier à avoir envisagé la cuisson ohmique comme méthode améliorant les propriétés du pain GF.

#### 3.4.2.1. Prototype de Bender

Bender *et al.* (2019) ont été les premiers à proposer le chauffage ohmique comme alternative de cuisson pour l'obtention d'un pain sans gluten (350g, 15x7x9 cm), à base de sarrasin et

d'amidon GF, aux propriétés sensorielles et organoleptiques supérieures. La OH ne nécessite pas de préchauffage contrairement aux autres techniques classiques (Gally, 2017) et permet d'atteindre rapidement de hautes températures de manière volumétrique : il est donc attendu que le temps de cuisson soit réduit. Cette rapide montée en température permet également de fixer la structure du réseau de la pâte à un stade précoce de la cuisson. Ils ont obtenu des pains GF avec un temps de cuisson inférieur avec des propriétés fonctionnelles supérieures du pain, *i.e.* un volume spécifique supérieur, une meilleure élasticité relative ainsi qu'une plus grande porosité. Il a également été montré que les propriétés de pâte ainsi que la digestibilité de l'amidon étaient similaires à celles de la cuisson par convection.

Tableau 9. Propriétés de pain GF cuit par cuisson ohmique ou par convection : l'ensemble des paramètres (excepté la cuisson) sont à maximiser (Adapté de Bender *et al.*, 2019).

Paramètre	Cuisson ohmique	Cuisson par convection
Temps de cuisson [min]	< 30	60
Volume spécifique [g/cm <sup>3</sup> ]	3,15	2,6
Elasticité relative [%]	50,94	44,23
Porosité [%]	38,05	37,63

Ainsi, Bender *et al.*(2019) ont appliqué trois étapes de puissance au pain (Figure 36):

- I) 2-8 kW pendant 15 secs
- II) 1 kW pendant 10 secs
- III) 0.3 kW jusqu'à cuisson totale (0 – 30 min)

Les essais à 8 kW n'ont pas été poursuivis car la tension, trop haute (66,7 V/cm, correspondant à 1000 V pour la distance d'électrodes de 15cm), a carbonisé les interfaces pâte-électrodes dû à un arc électrique (Figure 36,gauche), dû une densité de courant trop élevée (eq. 6). Cela confirme le gradient marqué de température entre les électrodes et la pâte, observé dans l'étude de Gally (2017) (voir point 3.4.1). La meilleure combinaison s'est avérée être 6 kW car une augmentation de la tension appliquée dans la première étape s'est avérée augmenter significativement les propriétés de viscosité de la pâte (Figure 36,droite). L'étape intermédiaire (1 kW) limite la descente abrupte qui augmenterait le risque d'arc et donc de carbonisation.

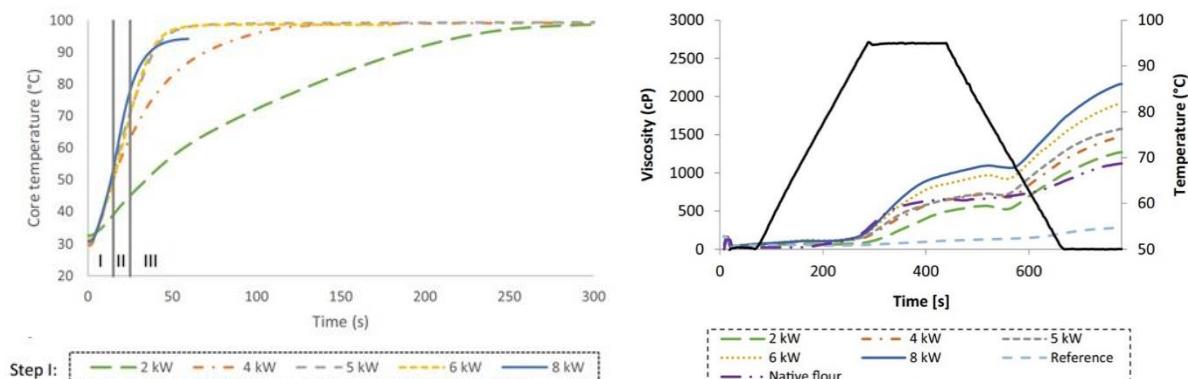


Figure 36. A gauche, température de cœur du pain à différentes puissances – A droite, profil RVA avec une première étape de chauffe à différentes puissances (Bender *et al.*, 2019).

Deux hypothèses permettent d'expliquer l'effet positif de la tension croissante sur l'augmentation de la tenue de la pâte : d'une part, la chauffe rapide et le temps court pour

atteindre 100°C ne permettraient pas une gélatinisation altérée de l'amidon et d'autre part, le champ électrique entraînerait une structure de l'amidon plus perméable à l'eau et donc plus visqueuse. Par ailleurs, on peut estimer le profil de puissance employé pour la première étape par un modèle quadratique (éq. 11) en interpolant les couples tensions-puissance déductibles de l'étude de Bender *et al.*(2019) (Figure 37).

La relation puissance-tension peut être décrite par la relation :  $P = \frac{\Delta V^2}{125}$

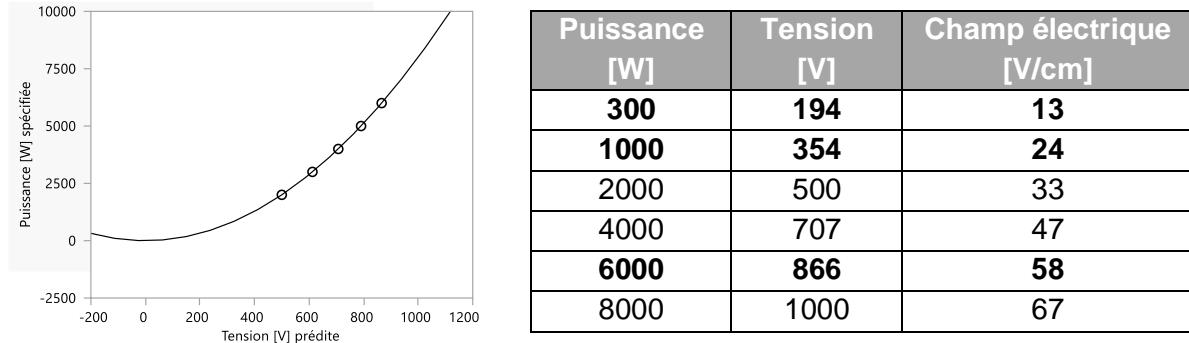


Figure 37. Couples puissances-tensions employées dans l'étude de Bender *et al.*(2019), estimés par JMP 15.

D'un point de vue énergétique, Bender *et al.*(2019) ont constaté par le taux d'évaporation de l'eau que la consommation était réduite par trois en cas de cuisson ohmique. En effet, l'évaporation de l'eau est le facteur de loin le plus énergivore lors d'une cuisson de pain, dû à sa haute enthalpie de vaporisation (ca. 2260 kJ/kg à 100°C) (Eладly *et al.*, 2016).

### 3.4.2.2. Modélisation de l'élévation de température

Cette section a pour but de confronter le modèle théorique et la réalité : elle aborde une résolution incrémentale et graphique de l'éq. de bilan idéale 37, à laquelle on adjoint un rendement de source prenant en compte l'ensemble des pertes (convection, conduction et radiation), issue des conclusions de la thèse de Gally (2017) :  $\frac{dt}{dT} = \frac{\rho C_p(T)}{\sigma(T) |\vec{V}|^2 \eta}$

Les constantes physiques sont obtenues par les équations empiriques de Gally (2017) (Tableau 10) mais avec les conditions expérimentales de OH de pain sans gluten de Bender *et al.*(2019). On obtient ainsi un premier aperçu du comportement des constantes physiques par rapport à la température de cœur du pain en cuisson ohmique. La conductivité électrique et la chaleur spécifique décrivent les profils présentés dans la Figure 38. On y considère une pâte de 15x9x7cm de densité  $\rho$  de 1195 kg/m<sup>3</sup> et un taux de sel S de 2% d.b (taux maximal légal : voir point 4.1.6).

Tableau 10. Equations des grandeurs physiques.

Grandeur physique	Equation(s)
Conductivité électrique	De 25 à 60°C (S = 2%) : $\sigma(T) = (0.1583S + 0.0881)(1 + 0.0262(T - 25))$ De 61 à 76°C : gélatinisation donc conductivité électrique stable de 0.765 S/m De 76°C à 100°C : $\sigma(T) = \sigma(60°C) + 0.0071(T - 76)$
Chaleur spécifique	$C_p(T) = 5T + 1850$

Par la Figure 38, on se rend compte que la gélatinisation de l'amidon a pour effet de stabiliser la conductivité électrique mais n'a aucun impact sur la chaleur spécifique.

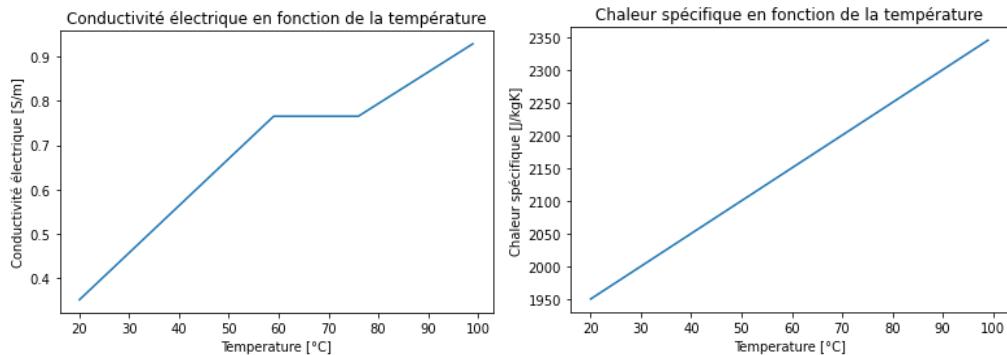


Figure 38. De gauche à droite : profils de  $\sigma$  et  $C_p$ .

Le terme  $\sigma |\vec{V}V|^2$  est le terme d'effet Joule (puissance électrique dissipée dans la pâte) dont le profil est présenté dans la Figure 39. La tension appliquée dans les figures est de 866V (donc de 5774 V/m pour 15 cm d'écart entre les électrodes), afin d'approcher les valeurs de Bender pour 6 kW (voir point 3.4.2.). On ajoute un rendement de source (40%) pour les pertes.

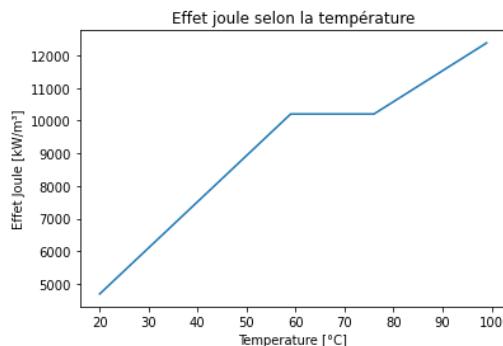


Figure 39. Evolution de l'effet Joule en fonction de la température de cœur de la pâte

On résout ensuite l'équation 37 graphiquement par Excel :

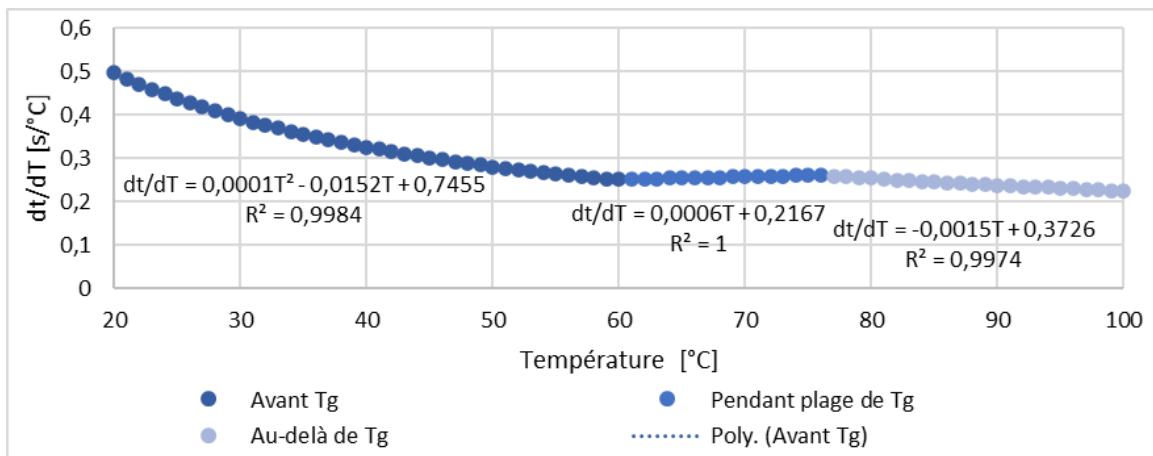


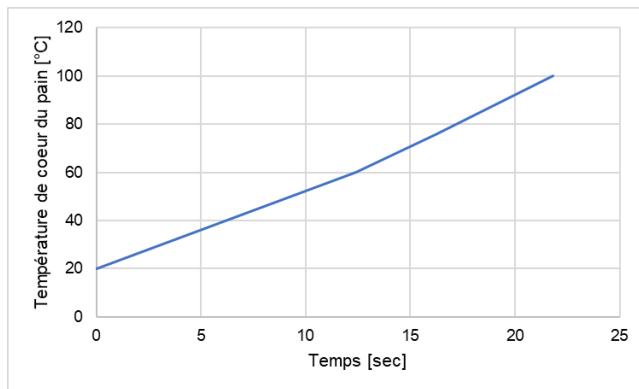
Figure 40. Résolution graphique de l'équation de courbe de chauffe.

En sommant les temps des différentes étapes de température (*Tableau 11*), on obtient un temps théorique de chauffe de 20 à 100°C de 21.8 sec (Figure 41).

*Tableau 11. Calcul du temps de chauffe aux différentes étapes de température.*

20 – 60°C	$\int dt_1 = 0.0001 \frac{T^3}{3} \Big _{20}^{60} - 0.0152 \frac{T^2}{2} \Big _{20}^{60} + 0.745T \Big _{20}^{60} = 12.41 \text{ sec}$
61 – 76°C	$\int dt_2 = 0.0006 \frac{T^2}{2} \Big _{61}^{76} + 0.2167T \Big _{61}^{76} = 3.87 \text{ sec}$
77 – 100°C	$\int dt_3 = -0.0015 \frac{T^2}{2} \Big _{77}^{100} + 0.3726 \Big _{77}^{100} = 5.52 \text{ sec}$

Ainsi, on peut comparer la courbe de chauffe de Bender sous un champ électrique identique: le couple température-temps s'élève à 1.62°C/sec en pratique (37 sec pour passer de 30 à 90°C), contre près de 4.6°C/sec dans notre simulation, toutes deux présentes dans les gammes de couples propres à la cuisson ohmique (> 1°C/sec) (Fellows, 2017). Ces différences sont probablement dues aux hypothèses et aux approximations réalisées. Toutefois, cette courbe simulée témoigne de la rapidité de montée en température, qui arrive très rapidement aux températures de gélatinisation (ca. 60 – 80°C : variable en fonction de la formulation), effet recherché qui permettrait de fixer le réseau par gélatinisation anticipée, de favoriser la rétention de gaz et d'avoir un plus grand volume spécifique. La littérature présentant peu de courbe de chauffe de cuisson classique et les formulations divergeant, il serait pertinent de suivre la température à cœur d'une formulation cuite par OH et classiquement afin de confirmer la rapidité de chauffe de OH par rapport au conventionnel.



*Figure 41. Simulation de courbe de chauffe au cœur du pain dans les conditions opératoires de Bender et al. (2019).*

### 3.4.3. Matériel et conditions opératoires

Pour le développement du four à pain à OH, le schéma de principe (Figure 42) s'inspire des appareillages des études décrites aux deux points précédents (Bender et al., 2019; Gally et al., 2017). L'appareillage se compose ainsi d'un générateur de tension relié à une paire d'électrodes délimitant un espace de chauffe. Un ampèremètre est branché en série pour mesurer l'amplitude du courant tandis qu'un voltmètre est placé en parallèle de l'espace de chauffe pour mesurer la tension : la mesure combinée de ces appareils permet de déduire la puissance électrique délivrée en temps réel dans l'espace de chauffe (voir éq. 11) et ainsi de

contrôler la consommation énergétique du procédé. Cette section vise à caractériser les différents éléments de ce schéma de principe.

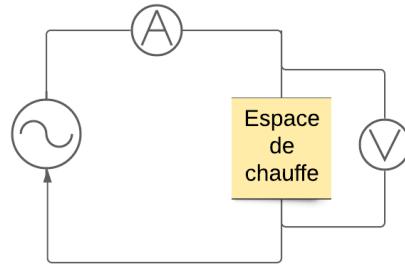


Figure 42. Schéma de principe du four à cuisson ohmique

### 3.4.3.1. Conditions opératoires des études précédentes

Si l'on souhaite reproduire un pain similaire à celui de Bender *et al.* (2019), à savoir un pain de 350g à base de farine de sarrasin supplémentée d'amidon de blé GF (15x7x9cm), il est nécessaire que le générateur fournit une gamme similaire de tensions (puissances) similaire de 194-866 V (0.3 – 6 kW) (voir Figure 37), ce qui correspond à un champ variant de ca. 1291 V/m à ca. 5774 V/m. Ce module de champ est plus élevé que celui employé par Gally (2017) pour son pain de blé : entre ca. 500 V/m et ca. 1500 V/m (voir Figure 32), d'où l'application de puissances électriques supérieures.

Tel que décrit par le terme de génération (éq. 29), la puissance électrique dépend de la tension appliquée mais également de la conductivité électrique de la pâte. En ce sens, la conductivité de la pâte croît avec la concentration en ions, avec l'humidité et la température. C'est pourquoi les matrices avec davantage d'eau et de sels ioniques (Figure 43) sont plus conductrices (Kumar *et al.*, 2014). Cependant, comme précisé précédemment, un excès d'eau augmente significativement la consommation énergétique tandis qu'un excès de sel n'est pas désirable d'un point de vue consommateur (sanitaire, sensoriel). La formulation du pain définit donc les conditions opératoires et non pas l'inverse.

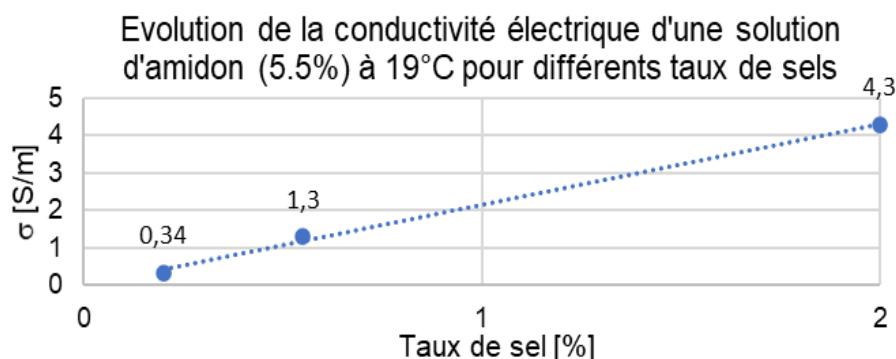


Figure 43. Conductivité électrique fonction du taux de sel en solution d'amidon (Adapté de Fellows, 2017).

Ci-dessous sont présentés les matériels employés dans des études antérieures (Tableau 12):

Tableau 12. Matériel des études passées

Etude	Gally (2017)	Bender et al.(2019)
Générateur	<a href="#">Autotransformateur de tension domestique (220 V) RS-Pro 890-2777</a>	<a href="#">Appareil similaire: EA-PSI 910000-30 3U (10 kW, 0-1000V en 30A)</a>
Tension [V]	0 – 240	0 – 1000 (866 effectif)
Fréquence [Hz]	50	12000
Signal	Sinus	Pulsé carré bipolaire (largeur d'impulsion : 10 – 40 $\mu$ s)
Puissance [W]	720	0 - 8000 (6000 effectif)
Prix TTC [€]	223	9662
Fournisseur	RS	RS
Caractéristiques du pain obtenu		
Type [dimensions]	Avec gluten [27x11x10cm]	Sans gluten [15x7x9cm]
Temps de cuisson [min]	20	5
Masse [g]	850	350
Electrodes		
Espacement [cm]	10	15
Matériaux	Acier inoxydable	Acier inoxydable
Epaisseur [mm]	2	3

### 3.4.3.2. Conditions opératoires effectives

Le source à employer est un transformateur générateur de tensions qui délivre un courant alternatif, à un module de champ allant de 1291 V/m à ca. 5774 V/m. Les électrodes à prévoir doivent être en titane. Le courant alternatif et le titane permettent d'éviter les effets indésirables décrits au point 3.2.3. Pour limiter encore davantage les effets néfastes, une élévation de la fréquence, passant de 50 Hz à ca. 12-25 kHz, par un appareil (e.g. onduleur, variateur de fréquence) serait pertinente pour permettre la consommation des produits. Le choix des matériaux du four dépendant de la sécurité, celui-ci sera développé dans la section 'Sécurité' du Cahier des charges (voir point 6.1.7.2).

## 4. ÉTUDE DE MARCHÉ

---

Afin de positionner notre pain sans gluten dans l'univers concurrentiel, nous réalisons une étude de marché. Son objectif est de définir et de valider le marché d'un produit pour définir son positionnement par rapport à la concurrence (P. Parmentier comm. pers.).

### 4.1. Analyse du macro-environnement : PESTEL

Le modèle PESTEL est une analyse externe à l'entreprise qui porte sur les grandes tendances du macro-environnement qui pourraient influencer la structure d'une industrie sur le moyen à long terme (Vas, 2019). L'environnement dans cette étude se limite à la Belgique.

#### 4.1.1. Facteurs politiques

L'Etat fédéral de Belgique gère la plus grande majorité de la fiscalité (ca. 90%) et a donc un impact financier majeur sur les industries car il fixe l'imposition de tout le secteur (*Droit Fiscal - Avocats Hirsch & Vanhaelst*, s. d.). Le commerce extérieur est également de responsabilité fédérale : l'exportation des produits d'une industrie est donc du ressort de l'Etat. La sixième réforme de l'Etat, finalisée en 2014, a mené la Belgique à transférer une partie des compétences fédérales aux Communautés et aux Régions. Parmi celles-ci, on retrouve certaines compétences concernées par le secteur commercial et industriel telle que la politique d'autorisation concernant les implantations commerciales, le contrôle des prix ou encore l'apprentissage industriel (*La sixième réforme de l'Etat | Belgium.be*, s. d.). La Wallonie a mis en place six pôles de compétitivité industrielle dans le cadre du plan Marshall, à savoir la Mobilité et les Transports, le Secteur Aéronautique et Spatial, les Technologies Environnementales, la Nutrition et Santé et les Technologies Transversales. Parmi le pôle Nutrition et Santé, on retrouve pour les industries agroalimentaires l'asbl Wagralim qui vise à soutenir l'activité économique et l'emploi dans ce domaine (*Pôles et Clusters wallons*, s. d.). Les industries agroalimentaires dépendent donc partiellement de la Région, bien que certaines compétences restent attribuées au fédéral (e.g. finances, sécurité sociale) (*La Belgique, un Etat fédéral | Belgium.be*, s. d.). La présence de pôles d'actions telles que Wagralim favorise le développement et l'implantation de nouvelles industries agroalimentaires en Wallonie.

#### 4.1.2. Facteurs économiques

Le 11 mars 2020, l'Organisation mondiale de la Santé (OMS) a reconnu officiellement la COVID-19 en tant que pandémie et son impact a été majeur non seulement sur les systèmes de santé mais également sur les chaînes d'approvisionnement mondiales, ce qui a affaibli les marchés, menacé l'emploi des personnes, leurs revenus et l'activité de leurs entreprises. Pour contrer cela, la Commission Européenne a mis en place deux actions : d'une part, l'autorisation aux Etats membres de mobiliser toutes les ressources non-utilisées des Fonds européens pour contrer les effets néfastes de la pandémie et d'autre part, de bénéficier d'un taux de cofinancement de 100% à partir du budget de l'Union Européenne. Les perspectives macroéconomiques de l'Etat belge prévoient que le ratio de la dette publique au Produit intérieur Brut (PIB) devrait augmenter de 98,6% en 2019 à 115% en 2020. Dû notamment à la pandémie : après avoir connu un taux d'emploi record en 2019, la crise sanitaire a fait chuter

lourdemment ce résultat pour porter le taux de chômage de 5,4% en 2019 à 7% en 2020 (Commission Européenne, 2020; *Indicators.Be - Taux de Chômage*, s. d.).

Le secteur majoritaire économique en Belgique est le secteur tertiaire du service qui a contribué à ca. 80% du PIB national de l'année 2016, suivi par le commerce de gros et de détail (ca. 17% du PIB). L'Etat Fédéral est attendu pour investir d'ici 2022 dans d'autres secteurs tels que la Santé ou l'Education. Cela passerait par une réforme des taxes, encourageant l'achat par le consommateur ainsi que la durabilité des industries (Lucintel, 2017). Du point de vue consommateur, l'inflation, ou diminution du pouvoir d'achat d'une monnaie entraînant une hausse des prix, est également en recul. En effet, elle est quantifiée par l'indice des prix à la consommation (IPC), qui est passé de 2,05% en 2018 à 1,44% en 2019 pour avoisiner ca. 1% en octobre 2020. Cette baisse d'inflation indique donc une baisse des prix et favorise les épargnants, les commerces extérieurs et l'achat des produits par le consommateur dû à une baisse des prix. Cependant, cela induit aussi une baisse du chiffre d'affaires des entreprises, qui s'est notamment ressentie à cause de la crise sanitaire en 2020 (Figure 44). Pour la période d'octobre 2020, le groupe 'Alimentation et boissons' est le groupe à la plus forte contribution de l'inflation qui baisse encore actuellement : cela signifie que ce secteur est à l'avantage du consommateur en affichant des prix relativement bas par rapport au passé (Bank, s. d.; *Causes et conséquences de l'inflation*, 2012; Statbel, 2019). Ainsi, le secteur alimentaire est florissant dans une stratégie de marketing mixte, où la stratégie de vente du produit est dirigée dans l'intérêt du consommateur.

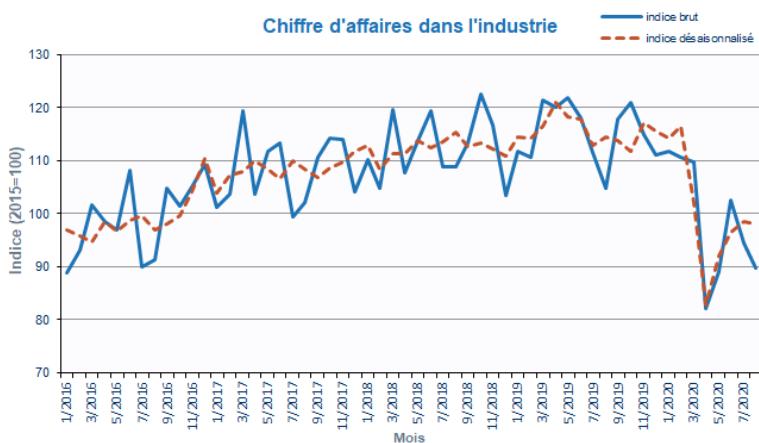


Figure 44. Evolution du chiffre d'affaires dans l'industrie belge (Statbel, 2020).

En Europe, le marché du sans gluten s'élevait à 7 millions de dollars américains en 2018 et atteindra 13 millions \$ à l'horizon 2025, pour un taux de croissance annuel moyen de 9,3%. Malgré cette croissance, c'est bien l'Amérique du Nord qui domine le marché mondial du sans gluten, à cause de l'augmentation aux USA des maladies non-transmissibles (e.g. maladies cardiovasculaires, diabète). Le marché européen du sans gluten se segmente selon le type d'aliment (Boulangerie, Confiserie, Aliments préparés et Aliments pour Bébés) et selon la distribution (Supermarchés, Hypermarchés, magasins de proximités et autres) (*Europe Gluten Free Food Market Size, Overview, Increasing Demand With Leading Player, Comprehensive Analysis, Forecast 2025*, s. d.). Ainsi, la présence de grands acteurs sur le marché du B2B boulangerie (e.g. Puratos) ou la distribution grandissante de pain sans gluten en grande surface (e.g. Delhaize) devront être prise en compte dans le positionnement et la distribution de notre produit.

#### 4.1.3. Facteurs socio-culturels

Au 1<sup>er</sup> janvier 2020, la population belge comptait plus de 11 millions d'habitants, pour une croissance annuelle d'environ 0.5% depuis 2011. On retrouve 49% de femmes et 51% d'hommes. La maladie liée au gluten la plus prévalente est la cœliaque : en Belgique, on estime qu'1 à 2% de la population est atteinte, quand seulement 1 patient sur 6 est diagnostiqué. Elle touche toutes les tranches d'âge car 20% des diagnostics CD sont posés pour des sujets âgés de plus de 60 ans. On estime également que les femmes sont deux à trois fois plus touchées que les hommes (« Maladie cœliaque de l'adulte », s. d.; *Statbel*, 2019). Si l'on s'en tient aux consommateurs obligatoires *i.e.* ceux qui souffrent d'une pathologie, le marché du sans gluten concerne donc toute la population et tous les âges.

Depuis les années 80, le nombre de personnes atteintes de maladies liées avec gluten ne fait que croître et certaines études l'expliquent par le remplacement global de céréales telles que le riz par le blé en Asie, en Afrique et au Moyen-Orient, le développement et la mise sur le marché de nouvelles cultures de blé dont la teneur en peptides toxiques de gluten est plus élevée et enfin, la présence de gluten dans certains additifs alimentaires (Tableau 13) (Belderok, 2000; Guandalini & Polanco, 2015; Sapone *et al.*, 2012; Volta *et al.*, 2013). Cependant, certains estiment que la prévalence de CD est surestimée : cela serait dû à l'usage préférentiel du dosage d'anticorps à la transglutaminase tissulaire plutôt que le diagnostic histologique, plus fiable (Biagi *et al.*, 2010). Il est donc difficile de se baser sur la prévalence des maladies pour définir l'importance du marché sans gluten, vu les conclusions divergentes et l'augmentation des maladies liées avec gluten dans la société.

*Tableau 13. Additifs alimentaires tolérés susceptibles de contenir du gluten (Adapté de Flossmanuals, n.d.).*

Référence	Type
E411	Gomme d'avoine
E1400	Dextrine et amidon torréfié
E1401à5,E1411,E1420à23,E1440.E1411,E1413,E1442-43	Amidon de blé
E306	Vitamine E (> huile de blé)

42% des 30-34 ans en Belgique en 2019 sont pourvus d'un diplôme de l'enseignement supérieur, au-dessus de la moyenne européenne (41%), pour une grande majorité de femmes (55% des femmes concernées). Si l'on considère la population globale, 33% des Belges sont diplômés d'études supérieures. Aucun lien n'est mis en évidence entre le niveau d'études et la consommation sans gluten (*Statbel*, 2019). Dans le passé, seuls les patients atteints et diagnostiqués de CD excluaient le gluten de leur alimentation. Depuis le début des années 2010, les médias populaires prétendent souvent à tort que les aliments sans gluten comme un choix plus sain car ils pensent que le gluten est un élément nocif du régime alimentaire. Cependant, lors d'un test double aveugle censé éliminer la subjectivité des testés, de nombreux sujets déclarent être sensibles avec gluten mais ne ressentent pas les manifestations liées à la sensibilité avec gluten non-cœliaque, moins connue que la CD. Les études scientifiques montrent que l'absence de gluten impacte la qualité de nutrition par notamment la perte de fibres alimentaires, l'augmentation de carences en minéraux et vitamines alimentaires et une exposition potentielle aux métaux lourds. Il est donc nécessaire d'informer le patient en cas d'adoption du sans gluten sans raison médicale (Diez-Sampedro

et al., 2019). Ces personnes non-diagnostiquées mais bien demandeuses, dites 'sensibles' peuvent être considérées comme de potentiels demandeurs mais dans une démarche éthique, il n'est pas à valoriser que de se baser sur un marché qui ne va pas dans l'intérêt de la santé du consommateur. La cible principale doit donc rester les personnes diagnostiquées.

Selon une enquête menée en 2018 sur plus de 1000 personnes, 77% des consommateurs belges interviewés ne font pas attention aux allergènes et aux additifs potentiellement présents dans les produits de boulangerie. Seuls 8% se disent être attentifs au sel et au lactose. Enfin, à peine 6% d'entre eux se soucient de la présence de gluten. Ce dernier chiffre s'explique partiellement par la faible prévalence de la maladie (*Pain sans gluten à la boulangerie artisanale*, 2019). Selon le Soir, la proportion de Belges consommant sans gluten est inconnue mais en assimilant le marché du sans gluten belge au français (8% de la population), on peut estimer qu'au moins la proportion (6%) de ceux concernés consiste en la majorité des consommateurs belges potentiels de sans-gluten, ce qui inclurait donc les gens contraints par une pathologie mais également des personnes 'sensibles', non-diagnostiquées mais bien demandeuses (*Le «sans gluten», une vague déraisonnable*, 2016). Outre l'effet de mode dont l'impact est difficilement quantifiable, la demande des consommateurs obligatoires mais également de gens 'sensibles' est donc à prendre en compte.

Les produits sans gluten sont en général plus chers que leur équivalent banalisé (Stevens & Rashid, 2008) car ils sont souvent estampillés d'un label de certification payant garantissant un taux de gluten résiduel minime ainsi qu'une prévention accrue des contaminations croisée et sont souvent élaborés à partir de matières premières biologiques plus onéreuses ('Quel surcoût de manger sans gluten ?', 2019). Pour contrer le surcoût d'une telle alimentation, les patients diagnostiqués peuvent bénéficier d'une rétribution mensuelle de 38 euros de la part de l'INAMI. Les produits GF sont également moins disponibles dans les commerces : c'est la raison pour laquelle la Société Belge de la Cœliaquie (SBC) propose un recensement des commerces proposant du sans gluten en Belgique. En 2014, la SBC déclare également que les aides de l'INAMI sont insuffisantes et devraient être portées à 50 euros par mois (*Alimentation particulière utilisée à domicile en cas d'allergie - INAMI*, s. d.; *Etre coeliaque*, 2014). Pour le choix du prix de vente, il faut donc prendre en compte que les gens diagnostiqués n'ont donc pas toujours assez de moyens pour acheter du sans gluten.

#### 4.1.4. Facteurs technologiques

Plusieurs dizaines d'entreprises agroalimentaires proposent des produits sans gluten sur le marché belge (*Produits sans gluten Belgique | Europages*, s. d.). La recherche et développement (R&D) pour ce type de produit est fort présente : d'une part les entreprises et d'autre part, les universités disposant d'un département du pôle Nutrition et Santé (voir point 4.1.2). Parmi les entreprises, on peut citer Puratos spécialisé notamment dans le développement, la production et la vente de mix de farines/amidons GF pour le B to B (E. Ruby comm. pers.). Concernant les universités, on retrouve par exemple de Katholieke Universiteit te Leuven qui travaille sur des technologies innovantes de cuisson pour les pains sans gluten ou encore le département TERRA de la Faculté Gembloux Agro Bio-tech qui procède également à des essais de panification sans gluten. En règle générale, les études menées en innovation alimentaire dans les institutions sont co-financées par les industries agroalimentaires (Masure et al., 2019, Ch. Blecker comm. pers.). Le financement d'un produit alimentaire est donc souvent lié aux fonds d'investissement d'une entreprise.

Le prix plus élevé du pain sans gluten provient également du nombre d'ingrédients qui le composent. Ainsi, aux ingrédients habituels du pain (eau, farine, sel, levure, sucre), dans le cas d'un pain sans gluten, il est d'habitude de rajouter des ingrédients et additifs (voir point 2.3.2) à la formulation (e.g. émulsifiants, albumen d'œuf, graisse végétale, hydrocolloïdes, amidon) sans compter que les pains sans gluten contiennent souvent un mix de farines différentes afin d'améliorer les qualités du produit (voir point 2.3.1) (Bender *et al.*, 2019). Cette pluralité d'ingrédients, dont certains proviennent du cracking *i.e.* décomposition d'un aliment brut en différents ingrédients (e.g. œuf) et donc demandent une transformation supplémentaire, entraîne donc davantage d'intrants, d'intermédiaires, de vigilance du personnel de production et donc de coût pour le développement et la mise sur le marché du produit final (Qu'est-ce que le « cracking » ?, 2019). La maturité du marché du sans gluten peu avancée a aussi un impact sur son coût. Par exemple, le marché du pain industriel classique au Royaume-Uni, lancé dans les années 1970 et se basant sur la méthode de Chorleywood, est aujourd'hui à maturité alors que le pain sans gluten a lui été lancé en 2009, est donc plus difficile à optimiser et ainsi un peu plus couteux car il nécessite davantage de R&D (Bruce-Gardyne, 2015).

Cependant, en Belgique et en France, parmi l'ensemble des produits sans gluten, le pain a été le premier à être lancé et bénéficie donc de la plus grande expérience de marché de tous les produits GF du marché (e.g. chips, biscuits) car il est aujourd'hui à maturité (Figure 45) (Aboudou *et al.*, 2018). L'innovation dans les formulations semble déjà fort poussée : il paraît donc porteur d'innover davantage dans les technologies de procédé et notamment de cuisson, moins aboutis, d'autant plus que les additifs et les aliments ultra transformés n'ont pas bonne presse auprès du consommateur (Bender & Schönlechner, 2020; *Gluten-Free Foods Are More Expensive and Less Healthy, Study Says*, 2018; *Is Gluten-Free Bread Really Bread?*, 2019).

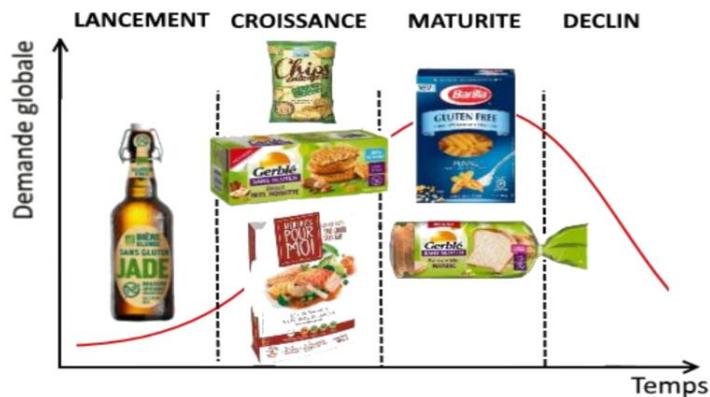


Figure 45. Cycle de vie des produits sans gluten sur le marché français (Adapté de Aboudou *et al.*, 2018).

De nombreuses innovations en matière de cuisson de pain ont déjà été proposées, à savoir la cuisson par chaleur pulsée, l'infrarouge et la cuisson micro-ondes mais celles-ci ne sont pas satisfaisantes d'un point de vue consommateur et/ou énergétique (voir Tableau 7). Bender *et al.* (2019) proposent la cuisson ohmique comme alternative économique et méliorative pour la qualité finale du pain GF. Cependant, certains se sont déjà penchés sur le développement de prototypes de four ohmique et ont déposé des brevets (Tableau 14). En particulier, le brevet CN203691647U est fort proche du projet développé dans la section 3.4. Il faut donc porter attention au plagiat et à respecter les propriétés détenues par ce brevet.

Tableau 14. Brevets des usages de cuisson ohmique alimentaire

Type de brevets	Référence (date)	Site du brevet	Description
Cuisson mixte convection-OH d'aliments	US7368685B2 (2008)	Google Pattent	Four convection classique supplémenté d'électrodes chauffant par le fond du récipient
Chauffe d'aliments par OH en horizontal	CN203691647U (2014)	Google Pattent	Espace de chauffe entre deux plaques d'électrodes en titane avec thermocouple
Cuisson d'aliments par OH en vertical	CN209661424 (2019)	Espacenet	Electrode sous l'aliment lui-même recouvert d'une électrode assurant la chauffe

#### 4.1.5. Facteurs environnementaux

Le règlement européen prévoit que le logo communautaire biologique ne peut être employé que si 95% du produit est composé de matières premières issues de l'agriculture biologique, à l'exclusion de l'eau (pas considéré comme un produit agricole), du sel et du sucre. Ils ne peuvent contenir qu'un nombre restreint d'auxiliaires technologiques et d'additifs (e.g. exhausteurs de goût, édulcorants). Les matières premières doivent remplir un certain nombre de règles, contraignantes en général et qui font augmenter le coût de production (*Label européen de l'agriculture biologique*, 2015; Règlement (CE) n° 834/2007 du Conseil du 28 juin 2007 relatif à la production biologique et à l'étiquetage des produits biologiques et abrogeant le règlement (CEE) n° 2092/91, 2007). Étant donné que les pains sans gluten requièrent certains additifs pour assurer une qualité satisfaisante de produit (voir point 2.3.2) et que les matières premières coûtent cher, il n'est donc pas dans un premier temps conseillé de positionner le produit sur le marché de l'agriculture biologique.

En industrie boulangère, l'élément le plus énergivore est le procédé de cuisson (Figure 46), qui représente près de la moitié des consommations totales de l'industrie (Gally, 2017). C'est la raison il est intéressant d'optimiser la technologie de cuisson afin de limiter les coûts en énergie. Des études récentes révèlent que les cuissons alternatives (IR, MW, chaleur pulsée) sont beaucoup plus énergivores ou ne permettent pas une qualité de produit fini aussi satisfaisante que la cuisson classique au four électrique (voir Tableau 7). L'avènement des cuissons mixtes a permis de proposer une solution moins énergivore et délivrant un produit de qualité supérieur par rapport à l'usage isolé d'une seule cuisson (Bender & Schönlechner, 2020). Le développement d'un four à cuisson ohmique, consommant en théorie 3 à 10 fois moins qu'une cuisson classique (voir points 3.4.1 & 3.4.2), semble donc être prometteur pour s'inscrire dans les alternatives durables de la cuisson du pain. Si la OH est combinée avec la IR pour l'obtention d'un produit à croute, cela ne devrait pas augmenter significativement les coûts en énergie car la source IR est peu énergivore (Abbas et al., 2010).

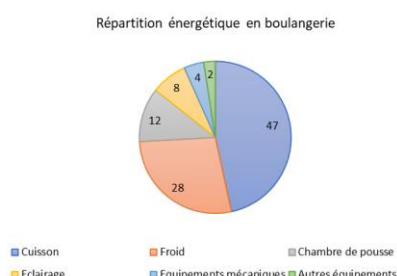


Figure 46. Consommations énergétiques [%] en Boulangerie (Adapté de Gally, 2017).

Les déchets principaux de l'industrie boulangère consistent essentiellement en des déchets de pâtes et de produits finis non conformes à la mise en vente, qui se destinent à l'alimentation animale. Cela peut se faire par voie directe directement dans les élevages ou alors de manière indirecte en passant par un fabricant d'aliments pour bétail. Les alternatives de valorisation des déchets peuvent également consister en le compostage ou la biométhanisation mais la tendance actuelle vise davantage à valoriser les coproduits en nourriture fonctionnelle, connus pour être des sources riches en nutriments. Leur valorisation en nourriture fonctionnelle à valeur ajoutée est aujourd'hui considérée comme un marché d'avenir. On peut notamment citer la valorisation des produits de boulangerie en acide succinique, base de synthèse de produits médicaux. Enfin, certains appareils tels que le mixeur de croûtes rassies développé par la société Crumbler permettent de valoriser les déchets en chapelure (Crumbler, *la solution anti-gaspillage de pain pour les boulangers*, s. d.; *Valorisations des coproduits*, 2016; Grumezescu & Holban, 2018; A. Zhang *et al.*, 2013). Différentes voies peuvent donc être exploitées pour valoriser le traitement des déchets liés à la production de pain industrielle.

#### 4.1.6. Facteurs légaux

Le gluten apparaît dans la liste des 14 allergènes et est mentionné suivant le terme : « Céréales contenant du gluten, à savoir blé, seigle, orge, avoine, épeautre, kamut ou leurs variétés croisées et les produits à base de ces céréales ». L'Union Européenne a adopté le règlement (CE) n°41/2009 relatif aux allégations sur le gluten pouvant être présent sur les emballages des produits impliquant la présence de gluten. Le règlement d'exécution de la commission a été revu le 30 juillet 2014 et indique les mentions suivantes concernant l'absence ou la présence en quantité limitée de gluten dans les denrées alimentaires. Pour les produits avec la mention « *Très faible en gluten* », le journal de l'Union européenne indique : « *Les aliments ne peuvent constituer d'un ou plusieurs ingrédients fabriqués à base de blé, seigle, orge et avoine ainsi que leurs variétés croisées et posséder une teneur en gluten qui ne dépasse pas 100PPM (100mg de gluten/kg d'aliment vendu au consommateur final)* ». Les aliments « sans gluten » eux ont les indications suivantes : « *Ne peut être apposée que si l'aliment vendu au consommateur final ne contient pas plus de 20 ppm (20mg de gluten/kg d'aliment)* ». Le Codex Alimentarius de la FAO amendée en 2015 indique également les normes similaires à la Commission Européenne (Décret n° 2015-447 du 17 avril 2015 relatif à l'information des consommateurs sur les allergènes et les denrées alimentaires non préemballées, 2015; Règlement d'exécution (UE) n ° 828/2014 de la Commission du 30 juillet 2014 relatif aux exigences applicables à la fourniture d'informations aux consommateurs concernant l'absence ou la présence réduite de gluten dans les denrées alimentaires Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE, 2014).

En 1995, l'Association Cœliaque du Royaume-Uni a créé un logo (Figure 47) et en a partagé les droits avec les associations européennes. Ce logo peut être utilisé par les industriels selon certaines conditions : les fabricants s'engagent à respecter le seuil prévu par la Commission Européenne et à soumettre leurs produits à des analyses laboratoires indépendants pour quantifier le gluten. L'acquisition du logo est longue, complexe et coûte 1000 € (Gus, 2016).



Figure 47. Logo officiel « sans gluten » de la AFDIAG (AFDIAG - Association Française Des Intolérants Avec gluten - bien vivre sans gluten, n.d.).

Tous les ingrédients, les matières qui sont ajoutées avant ou pendant la préparation et qui sont encore présentes dans le produit final, doivent être mentionnés. Ils doivent être énumérés par ordre décroissant de leur importance pondérale et nommés par leurs noms spécifiques, à l'exception de certains écarts en matière d'additifs et d'arômes. L'énumération de tous les ingrédients du produit alimentaire est précédée par le terme "ingrédients". L'eau ne doit pas être mentionnée, si la quantité est inférieure à 5 % du poids du produit final ou si elle est utilisée comme liquide de reconstitution. Les ingrédients sous formes concentrées ou déshydratées, qui sont reconstitués dans leur forme originale pendant la préparation, sont mentionnés selon leur poids avant concentration ou déshydratation. En ce qui concerne les ingrédients qui sont inférieurs à 2%, ils doivent être mentionnés après les autres ingrédients dans la liste excepté pour les additifs et les allergènes à l'exception des produits de la boulangerie-pâtisserie destinés à la consommation dans les 24h de la préparation. Des mentions complémentaires sont obligatoires en cas d'utilisation d'édulcorants, édulcorants et sucre, aspartame, polyols supérieurs à 10% et de réglisse. Selon l'Arrêté Royal du 02/09/1985, le pain ne peut contenir un taux de sel supérieur à 2% et de sucre à maximum 1%, une valeur maximale de 0.5% de matière grasse. Le détail des mentions obligatoires de l'étiquetage est décrit dans le point 5.3.2 (AFDIAG - Association Française Des Intolérants Avec gluten - *bien vivre sans gluten*, s. d.; Association Française pour la Prévention des Allergies - AFPRAL, s. d.; AFSCA, 2013; Schmitz, 2013).

## 4.2. Etude de la concurrence

Suite à l'analyse PESTEL, il a été conclu que la cible principale du produit se restreignait aux bénéficiaires obligatoires, diagnostiqués d'un trouble lié au gluten. Les gens intéressés par le sans gluten mais non-diagnostiqués ne sont donc pas ciblés, peuvent être des consommateurs tiers mais ne sont pas concernés par cette étude de la concurrence. Etudier la concurrence est une dynamique indispensable pour l'étude du marché, afin de mieux choisir le positionnement marketing de notre produit. On sépare alors la concurrence en 2 types : directe et indirecte. On distingue donc les producteurs de pains sans gluten (avec et sans croûte) des producteurs d'alternatives GF (e.g biscuits, crackers) (Figure 46).

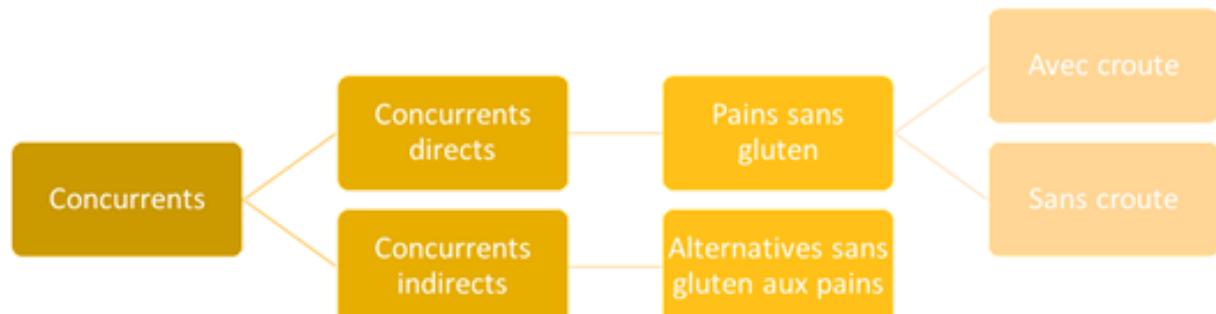


Figure 46. Concurrents directs et indirects du produits

On peut citer des exemples de marques concurrentes directs :

- Carrefour no gluten® : Propose des Biscuits, préparation gâteau, muesli, pain, baguettes, pates sans gluten
- Schär® : Confectionne des Pates, snacks, biscuits, baguettes, pain et mini pain, viennoiseries sans gluten
- Lightbody Europe®: Appartient a Finsbury Food Group® propose principalement des pains sans gluten
- Gerblé® : Propose toute une gamme de biscuits sans gluten ainsi que des pains moelleux et de mie également sans gluten
- Delhaize® : Propose des pains et baguettes, pain à burger sans gluten
- Fria® : Propose des pains riches, à base d'avoine grillé en fibres sans gluten

Nous avons cité ces 6 marques ici présentes, car elles représentent assez bien l'univers concurrentiel en Belgique. Nous allons les développer plus en détail dans la section suivante.

#### 4.2.1. Concurrents directs

Un concurrent direct est une entreprise qui propose sur le marché un produit ou un service similaire à l'organisation concernée. On considère donc les entreprises qui produisent du pain sans gluten avec ou sans croûte comme des concurrents directs.

**Schär®** (Figure 48) est une entreprise qui propose des produits sans gluten depuis plus de 40ans et qui se veut de qualité supérieure qui est basé en Italie. Elle propose une large de gamme de pains tranchés, mais également des biscuits, snacks et bien d'autres produits sans gluten (Tableau 15).



Figure 48. Logo de la marque Schär.

Le groupe Schär appartient au groupe *Dr.Schär* et qui possède différentes autres marques spécifiques dans d'autres pathologies. Schär est un groupe avec un réseau mondial influant car leurs produits sont disponibles dans plus de 80 pays dans le monde. Ils possèdent également un centre d'expertises relatives à la CD ainsi qu'un groupe de recherche interne.

Tableau 15. Composition, prix et taille des produits de la marque Schär®

Nom	Farines et amidons	Autres ingrédients	Prix/ Kg	Format matériau d'emballage
Pain campagnard aux graines	Amidon de maïs, farine de riz, farine de sarrasin, amidon de riz, farine de millet,	Eau, levain, graines de lin, fibre végétale (psyllium), sirop de sucre, graines de tournesol, hydroxylpropylméthylcellulose, cellulose, protéine de soja,	11.80 €	250g Plastique cartonné ?

	farine de riz intégral	levure, sel de mer, huile de tournesol, graines de chia, extrait de pomme		
Pain aux céréales	Amidon de maïs, farine de riz, farine de quinoa, farine de sorgho, amidon de riz, farine de châtaigne, farine de millet	Eau, levain, fibre végétale (psyllium, pomme), sirop de sucre, huile de tournesol, flocon de soja, son de soja, flocons de mil, hydroxylpropylméthylcellulose, cellulose, protéine de soja, levure, sel, citrate de calcium, acide folique, arôme naturel	??	400g
Pain de mie	Amidon de maïs, farine de riz, farine de millet, amidon de riz, farine de quinoa	Eau, levain, fibre végétale (psyllium), huile de graine de tournesol, sirop de riz, protéines de soja, hydroxylpropylméthylcellulose, citrate de calcium, miel, acide folique	11.71 €	400g
Pain aux graines	Amidon de maïs, farine de riz, farine de millet, amidon de riz, farine de quinoa	Eau, levain, fibre végétale (psyllium), huile de tournesol, sirop de riz, graines de chia, graines de lin, graines de tournesol, graines de millet, protéines de soja, hydroxylpropylméthylcellulose, citrate de calcium, miel acide folique	16.76 €	250g
Pain campagnard	Amidon de maïs, farine de sarrasin, farine de riz, amidon de riz, farine de sorgho	Eau, levain, sirop de riz, fibre végétale (psyllium), huile de tournesol, protéine de soja, hydroxylpropylméthylcellulose, levure, sel, sucre	14.17 €	240g
Pain brioché	Amidon de maïs, farine de riz	Eau, sucre, œufs, graisse de palme, huile de colza, mono- et diglycérides d'acides gras, acide citrique, sirop de glucose, hydroxylpropylméthylcellulose, Gomme de guar, lait en poudre, fibre végétale (psyllium), levure, acide tartrique, arôme naturel	10.78 €	370g
Maestro céréale	Amidon de maïs, farine de riz, amidon de riz, farine de millet, farine de quinoa,	Eau, levain, fibre végétale (psyllium), sirop de sucre, sirop de riz, huile de tournesol, flocon de soja, graines de tournesol, son de soja, graines de lin,	10.93 €	300g Plastique

		hydroxylpropylméthylcellulose, flocon de mil, protéines de soja, levure, sel, iodure de potassium, miel		
Maestro vital	Amidon de maïs, farine de riz, farine de quinoa, farine de sorgho, farine de châtaigne	Eau, levain, graines de tournesol, graines de lin, fibre végétale (psyllium), extrait de pomme, levure, huile de tournesol, hydroxylpropylméthylcellulose, sel, iodure de potassium, arôme naturel	10.26 €	350g Plastique
Maestro classic	Amidon de maïs, farine de riz, amidon de riz, farine de millet, farine de quinoa	Eau, levain, fibre végétale (psyllium), huile de graine de tournesol, sirop de riz, protéines de soja, hydroxylpropylméthylcellulose, miel	11.77 €	300g Plastique

**Carrefour no gluten®** (Figure 49) propose également une gamme de produits sans gluten à leurs consommateurs (Tableau 16). Ils proposent un pain de mie et un pain au riz complet. La marque carrefour est partenaire de l'Association Des Intolérants Avec gluten (l'AFDIAG).



Figure 49. Logo de la marque Carrefour no gluten

Tableau 16. Composition, prix et taille des produits de la marque Carrefour no gluten®

Nom	Farines et amidons	Autres ingrédients	Prix/ Kg	Format et matériau d'emballage
Pain de mie s/ gluten nature	Amidon de maïs 57%	Sucre, eau, graisses végétales (palme, coprah), huile de tournesol, mono & diglycérides d'AC gras, acide citrique, sorbate de potassium, arômes, caroténoïdes, gomme xanthane, esters mono & diacétyltartriques, sel, propionate de sodium, acide ascorbique, diphosphates, carbonates de sodium	10.26€	310g Plastique (dur)

Pain de mie s/ gluten au riz complet	Amidon de maïs 30%, amidon de manioc 10.5%, farine complète de riz 8.5%, farine de caroube	Eau, graisses végétales (palme, coprah), huile de tournesol, mono & diglycérides d'AC gras, acide citrique, sorbate de potassium, arômes, caroténoïdes, gomme xanthane, esters mono & diacétyltartriques, sel, propionate de sodium, acide ascorbique, diphosphates, carbonates de sodium	8.90€	480g Plastique (dur)
--	--	--	-------	-------------------------

**Gerblé** (Figure 50) s'engage à proposer des produits avec un intérêt notionnel ou spécialisé, ils sont présents sur le marché depuis presque 90 ans. Cette marque, qui propose des pains sans gluten, est dans la même gamme de prix et de qualité que *Carrefour no gluten*.



Figure 50. Logo de la marque Gerblé

Parmi les 8 produits de leur gamme citée (Tableau 17), seulement 3 produits sont retrouvés dans le commerce, notamment chez les distributeurs comme Carrefour et Colruyt.

Tableau 17. Composition, prix et taille des produits de la marque Gerblé®

Nom	Farines et amidons	Autres ingrédients	Prix/ Kg	Format et matériau d'emballage
Pain moelleux s/ gluten (maxi tranche)	Amidon de maïs, amidon modifié de pomme de terre, farine de soja 8,5%, amidon modifié de tapioca	Eau, graisse de palme non hydrogénée, levure de boulanger, hydroxyéthylcellulose, gomme xanthane & guar, sirop de glucose, sucre, sel, propionate de calcium, arôme naturel, stéaroyl-2-lactylate de sodium	10€	350g
Pain de mie s/ gluten	Amidon de maïs, amidon modifié de pomme de terre, farine de soja 9,2%,	Huile de tournesol oléique, levure de boulanger, sirop de glucose, hydroxyéthylcellulose, gomme xanthane & guar,	10.20 €	350g

	amidon modifié de tapioca	sucré, sel, propionate de calcium, arôme naturel, stéaroyl-2-lactylate de sodium		
Pain brioché s/ gluten	Amidon de blé s/ gluten, amidon de riz, farine de riz	Œuf entier, beurre, sucre, lait écrémé en poudre, mono- et diglycérides d'acides gras, hydroxyéthylcellulose, fibre végétale (psyllium), gomme xanthane, arôme, levure de boulanger, acide tartrique, fibre d'agrumé, set de mer	10.68 €	2x200g
Le grand nature				
Pain de mie céréales				
Tartines sarrasin				
Pain campagnard				
Pain aux graines				

**Delhaize®** (Figure 51), à l'instar de Carrefour, propose une gamme de pains sans gluten qui est plus grande, car celle-ci comprend 4 produits (Tableau 18) et moins chers. En effet, la marque a élargi sa gamme de produit car le marché est en augmentation.



Figure 51. Logo de la marque Delhaize

Tableau 18. Composition, prix et taille des produits de la marque Delhaize®

Nom	Farines et amidons	Autres ingrédients	Prix/ Kg	Format et matériau d'emballage
Pain multigrain s/ gluten	Farine de riz, amidon de tapioca non modifié, féculé de pomme de terre non	Eau, graines de tournesol, huile de tournesol non hydrogénée, graines de lin, psyllium, sel	7.38€	400g

	modifié, farine de maïs			
Pain blanc s/ gluten	Farine de riz, amidon de tapioca non modifié, féculé de pomme de terre non modifié, farine de maïs	Eau, huile de tournesol non hydrogénée, levure, psyllium, sirop de sucre inverti, glycérol, poudre blanche d'œuf, sel	6.38€	400g
Pain gris s/ gluten	Farine de riz, féculé de pomme de terre non modifié, amidon de tapioca, farine de maïs	Eau, huile de tournesol non hydrogénée, psyllium, sirop de sucre inverti, poudre de blanc d'œuf, glycérol, levure, fibre	7.38€	400g
Pain equiform multicéréales /s gluten	Amidon de maïs, farine de riz 2%, millet	Graines de lin, graines de tournesol, concentré de soja, gomme de guar & xanthane, hydroxylpropylméthylcellulose, sucre, huile de maïs non hydrogénée, levure, levain, fibres	9.48€	400g

**Lightbody®** (Figure 52) est une entreprise britannique basée à Hamilton qui existe depuis plus de 100 ans. En 2007, l'entreprise Lightbody a rejoint le groupe *Finsbury food Group*, qui possède également d'autres enseignes comme : *Fletchers*, *Nicholas & Harris*, *Ultrapharm*, etc... Chaque enseigne possède leur propre savoir-faire de boulangerie de spécialité. Cette entreprise se caractérise par une éthique "familiale" qui propose des produits de qualités (Tableau 19).

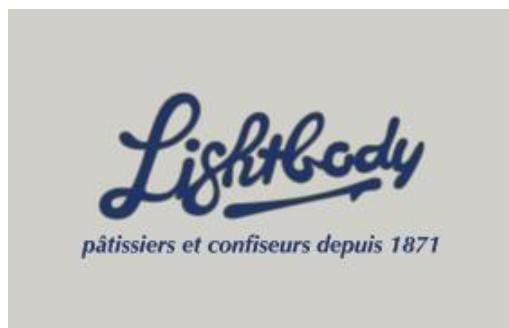


Figure 52. Logo de la marque Lightbody

Tableau 19. Composition, prix et taille des produits de la marque Lightbody®

Nom	Farines et amidons	Autres ingrédients	Prix/ Kg	Format et matériau d'emballage
Pain boule tranchée s/ gluten	Farine de riz, farine de tapioca, féculé de pomme de terre, féculé de riz, farine de maïs, féculé de maïs, farine de riz fermenté	Eau, huile de tournesol, psyllium, fibre de pomme de terre, levure enrichie en vit.D, sirop de sucre inverti, glycérol, poudre de blanc d'œuf, sel, hydroxylpropylméthylcel lulose, gomme de xanthane, carbonate de calcium, huile de palme, huile de colza	11.00€	400g Sachet plastique.
Pain campagnard s/ gluten tranché	Farine de riz, farine de tapioca, féculé de pomme de terre, féculé de riz, farine de maïs, féculé de maïs, farine de riz fermenté, flocon de millet	Eau, huile de tournesol, levure, psyllium, sirop de sucre inverti, poudre de blanc d'œuf, glycérol, fibre de betteraves, flocons de millet, sel, hydroxylpropylméthylcel lulose, gomme de xanthane, fibre de pomme de terre carbonate de calcium, caramel, huile de palme, huile de colza	10.56€	360g //
Pain boule aux graines s/ gluten 1tranché	Farine de riz, féculé de tapioca, féculé de pomme de terre, féculé de riz, féculé de maïs, farine de maïs, féculé de maïs fermenté	Eau, graines de lin brun, tournesol et pavot, huile de tournesol, psyllium, levure, sirop de sucre inverti, poudre de blanc d'œufs, glycérol, levain, fibre de bambou, hydroxylpropylméthylcel lulose, gomme de xanthane, sel, poudre de sucre caramélisé	11.50€	400g
Pain aux céréales s/ gluten tranché	Farine de riz, farine de tapioca, féculé de pomme de terre, féculé de riz, farine de	Eau, graines de tournesol, millet, lin brun, lin doré & pavot, huile de tournesol, levure enrichie en vit.D, psyllium, poudre de	10.86€	350g //

	maïs, féculé de riz fermenté,	blanc d'œuf, glycérol, sucre roux, sel, hydroxylpropylméthylcel lulose, gomme de xanthane, fibres de pomme de terre, carbonate de calcium, caramel, huile de palme, huile de colza, mono- et diglycérides d'AC.		
Pain brun s/ gluten tranché	Farine de riz, farine de tapioca, féculé de pomme de terre, féculé de riz, farine de maïs, féculé de maïs, farine de riz fermenté	Eau, huile de tournesol, levure, psyllium, sirop de sucre inverti, poudre de blanc d'œuf, glycérol, fibre de betteraves, flocons de millet, sel, Hydroxypropylméthylcel lulose, gomme de xanthane, fibre de pomme de terre carbonate de calcium, caramel, huile de palme, huile de colza	10.29€	350g
Pain aux fruits raisins s/ gluten tranché	Farine de riz, féculé de tapioca, féculé de pomme de terre, farine de maïs, féculé de riz, féculé de maïs	Eau, raisins macérés, levure, huile de tournesol, zestes d'orange, psyllium, poudre de blanc d'œuf, sirop de sucre inverti, glycérol, mélasse noire, hydroxylpropylméthylcel lulose, sel, jus de fruits concentré, cannelle, gingembre	11.14€	350g //
Pain de mie tranché s/ gluten	Farine de riz, farine de tapioca, féculé de pomme de terre, farine de maïs, féculé de riz, féculé de maïs	Eau, huile de tournesol, levure, psyllium, fibres de pomme de terre, sirop de sucre inverti, poudre de blanc d'œuf, glycérol, sel, hydroxylpropylméthylcel lulose, gomme de xanthane, carbonate de calcium, fibres	10.86€	350g //

		d'agrumes, fibres de pois, huile de palme, huile de colza, fibres de plantain, fibres d'algues, mono & diglycérides d'AC		
--	--	--	--	--

Le fabricant **Fria®** (Figure 53) n'est disponible, du moins en Belgique qu'au distributeur Delhaize et propose un pain riche en fibre surgelé, la marque propose également d'autres produit de la même gamme (Tableau 20), mais ceux-ci ne sont pas disponibles ou difficilement trouvables sur le marché belge.



Figure 53. Logo de la marque Fria

Tableau 20. Composition, prix et taille des produits de la marque Fria®

Nom	Farines et amidons	Autres ingrédients	Prix/ Kg	Format et matériau d'emballage
Pain riche en fibre s/ gluten	Amidon de blé s/ gluten, flocons de farine complète de sarrasin, féculé de maïs	Eau, graines de tournesol, graines de lin, sirop, levure, huile de colza, gomme de cellulose, gomme de guar, gomme de xanthane, maltodextrine, fibre de betterave, sel, lécithine, mono & diglycérides d'AC, psyllium, arômes	12.18 €	500g
Pain noir s/ gluten				
Pain à l'avoine s/ gluten				
Pain fermier s/ gluten				
Pain suédois s/ gluten				
Pain aux airelles s/ gluten				
Pain au levain s/ gluten				

La Figure 54 représente un 'mapping' des concurrents directs selon deux axes: le prix au kg du produit et le nombre d'ingrédients.

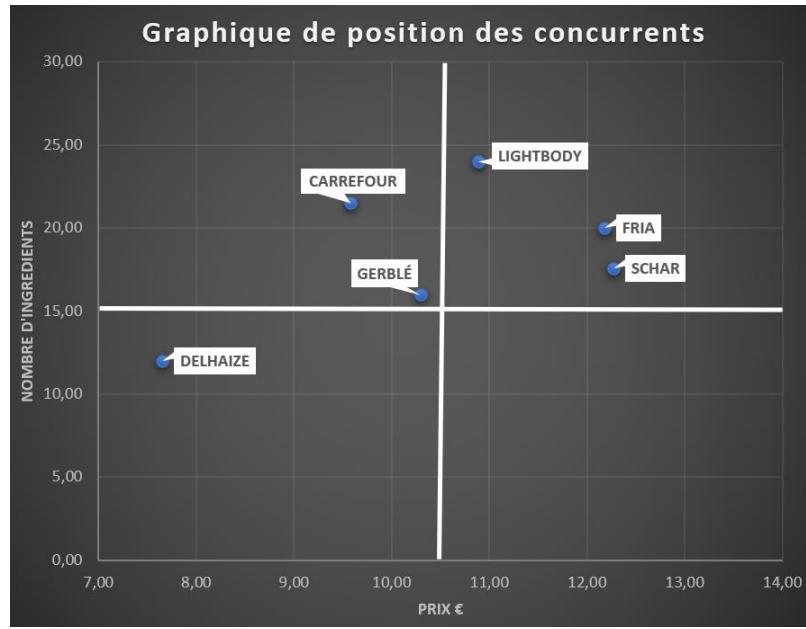


Figure 54. Graphique du positionnement des concurrents directs dans l'univers concurrentiel

Pour ce faire, nous avons réalisé une moyenne sur les produits qu'ils proposent. Ce graphique est divisé en 4 quadrants. Les marques du même quadrant que notre produit seront les concurrents auxquels il faut prêter le plus attention. On remarque que les marques *Carrefour*, *Gerblé* et *Delhaize* sont des marques qui se veulent "discount". Alors que les marques *Lightbody*, *Fria* et *Schär* sont dans la tranche supérieure à droite et sont donc plus onéreuses, ce qui induit une volonté de "qualité supérieure". Cependant, on constate que la marque *Delhaize* se différencie de ses concurrents par son nombre d'ingrédients réduit par rapport aux autres marques. La marque *Delhaize* partage donc un point commun avec notre produit, car nous souhaitons également se différencier par le nombre d'ingrédients, en le réduisant.

#### 4.2.2. Concurrents indirects

Un concurrent indirect, est une entreprise qui propose sur le marché un produit ou un service différent, mais susceptible de répondre au même besoin du consommateur que l'organisme concerné. On considère donc les entreprises qui produisent d'autres produits sans gluten (baguette, gaufre, cookies, craquer, biscuits, wraps, pain burger, pâtes, couscous ...) comme des concurrents indirects.

- Craquer : Sigdal, céréal, Schär
- Wraps: Schär, Old El Paso
- Baguette : Delhaize
- Pain burger : Delhaize
- Biscuit petit-déjeuner: Céréal, Schär, Mamita's bakeries, Little pleasures, Boni
- Pates sans gluten : Barilla, Sam Mills, schär, Delhaize, Boni
- Couscous : Carrefour

### 4.2.3. Vue d'ensemble de la concurrence et différenciation

Par rapport à nos concurrents directs (Figure 54), notre produit se différencie en trois points :

- I) Notre produit se veut écologique par sa conception : la cuisson ohmique permet une économie d'énergie car elle consomme en théorie 3 à 10 fois moins d'énergie qu'une cuisson classique.
- II) La cuisson ohmique permet des qualités organoleptiques et sensorielles supérieures à celles obtenues par des cuissons classiques.
- III) L'impact positif de cette technique de cuisson sur les qualités du produit permettent de limiter la quantité d'additifs structurants et d'ingrédients d'habitude employés chez la concurrence pour une clientèle qui désire de plus en plus avoir une formulation au nombre d'ingrédients réduits, limitant ainsi les aliments transformés décriés de nos jours.

## 4.3. Enquête consommateur

### 4.3.1. Questionnaire en ligne

Nous avons privilégié l'outil "Google form" pour réaliser une enquête envers les consommateurs. Les avantages sont nombreux : le cout est plus faible que par téléphone, la transmission est plus rapide, le dépouillement est facilité par la présentation automatique des résultats fournie par l'outil de Google et l'enquêteur n'influence pas l'interviewé, tant que le questionnaire est neutre et ne présente d'avis ni de jugement. Le désavantage principal est que mis à part les questions 'filtres' ou redondantes, on a peu de moyens pour vérifier la véracité des dires de l'interviewé et la méthode demande une démarche du répondant car c'est à lui de se connecter sur le formulaire en ligne (Etudes de Marché, P. Parmentier 2020).

Notre questionnaire se divise en six points, qui écarte de lui-même les personnes non-cibles par l'emploi de trois filtres (Annexe 4):

#### I) Informations générales

- Age ?
  - > 65 ans : personnes âgées
  - 26-65 ans : adultes
  - 18-25ans : étudiants
  - <18 ans : mineurs
- Genre ?
  - Homme
  - Femme
  - Autre
- Situation familiale :
  - Marié(e)
  - Célibataire
  - Vie martiale (union libre)
  - Divorcé(e), séparé(e), veuf(ve)
  - Autre
- Nombre d'enfants ?
  - Aucun

- Famille à enfant unique (1 seul enfant)
- Famille classique (2 enfants)
- Famille nombreuse (3 enfants ou plus)
- Province de domicile ? 10 provinces de Belgique + Bruxelles
- Profession : Précisez (question non obligatoire)
- Question d'introduction : Que pensez-vous de l'affirmation suivante: 'La population belge est en général bien sensibilisée aux troubles liés au gluten (maladie de cœliaque/intolérance au gluten, ataxie du gluten, dermatite herpétiforme, allergie au blé, sensibilité au blé non-cœliaque, etc)' ?
  - D'accord
  - Moyennement d'accord
  - Neutre
  - Pas tout à fait d'accord
  - Pas d'accord du tout

⇒ Pour ceux qui répondent 'D'accord' à 'Neutre' : Quelle est la raison pour laquelle vous pensez que la population belge y est (relativement) bien sensibilisée ? Précisez (question non-obligatoire)

⇒ Pour ceux qui répondent 'Pas tout à fait d'accord' ou 'Pas d'accord du tout' : Quelle est la raison pour laquelle vous pensez que la population belge n'y est (relativement) pas bien sensibilisé(e) ?

⇒ Les deux voies aboutissent à la même question suivante (commune)

## II) Public cible : Filtre 1

Dans cette section, on filtre les gens pour s'adresser uniquement à notre public cible. Les personnes n'ayant pas de trouble lié au gluten ou un proche avec un tel trouble sont directement envoyé à l'étape de soumission finale du questionnaire.

- Trouble lié au gluten : Êtes-vous diagnostiquée d'un trouble lié au gluten (maladie de cœliaque/intolérance au gluten, ataxie du gluten, dermatite herpétiforme, allergie au blé, sensibilité au blé non-cœliaque, etc) ? Merci de répondre 'non' si vous n'êtes pas diagnostiqués d'un tel trouble.
  - Oui
 

⇒ passage à la question sur les proches en ayant soi-même un trouble
  - Non
 

⇒ passage à la question sur les proches en n'ayant pas soi-même de trouble
- Proche ayant un trouble en ayant soi-même un trouble : Avez-vous un membre de votre famille qui a un trouble ?
  - Oui
  - Non
 

⇒ Quelle que soit la réponse, ils passent à la question 'Précision concernant vos achats de produits sans gluten'
- Proche ayant un trouble en n'en ayant pas soi-même : Avez-vous un membre de votre famille qui a un trouble ?
  - Oui
 

⇒ passage à la question 'Précision concernant vos achats de produits sans gluten'

- Non
  - ⇒ fin du questionnaire

### III) Habitudes d'achat

Cette section vise à écarter les personnes lié à un trouble mais qui n'achète pas ni ne consomme de pain/produit sans gluten (**Filtre 2 & 3**). Dans un second temps, celle-ci vise également à cibler les habitudes d'achat des potentiels consommateurs.

- Précision concernant vos achats de produits sans gluten : Achetez-vous des produits sans gluten (pâtes, biscuits, pain, biscuits, etc) pour vous/ votre proche ?
  - Oui (Je le fais ou je ne le fais pas habituellement mais cela peut m'arriver)
    - ⇒ Quel(s) produit(s) sans gluten achetez-vous pour vous ou pour l'un de vos proches ? (À sélectionner à volonté parmi une liste de choix + Autres). Ils passent ensuite aux habitudes d'achat de pain sans gluten.
  - Non mais j'en consomme
    - ⇒ passage aux habitudes de consommation
  - Jamais
    - ⇒ fin du questionnaire (**Filtre 2**)
- Habitudes d'achat de pain sans gluten : Achetez-vous ou avez-vous déjà acheté du pain sans gluten ?
  - Oui
    - ⇒ passage à la question suivante
  - Non mais j'en consomme
    - ⇒ passage aux habitudes de consommation
  - Jamais
    - ⇒ fin du questionnaire (**Filtre 3**)
- Sous quelle(s) marque(s) sont commercialisés les pains sans gluten que vous avez acheté ces dernières semaines ? (Question non-obligatoire)
- Par quel(s) intermédiaire(s) achetez-vous les pains sans gluten ?
  - Commerces de proximité (boulangerie & épicerie de quartier)
  - Grandes surfaces
  - Autres
- Par quel(s) facteur(s) êtes-vous le plus influencé(e) lors de votre achat de pain sans gluten ?
  - le prix
  - l'emballage/le packaging
  - le nombre d'ingrédients
  - les valeurs nutritionnelles
  - la quantité de pain (ex. 300.400.800g)
  - le type de pain (blanc, complet, etc)
  - la présence d'un logo attestant d'un produit 'Sans gluten'
  - la présence d'un logo attestant d'un produit provenant de l'Agriculture Biologique'
  - Autre
- Sous quelle(s) forme(s) achetez-vous les pains sans gluten ?
  - Frais

- Surgelé
  - En sachet
  - Autre
- Quels sont les facteurs qui interviennent dans votre achat de pain sans gluten et à quelle importance ?
  - Prix : choisir une importance de 1: Prix élevé à 5 : Bon marché
  - Texture : choisir une importance de 1 : moelleuse à 5 : peu moelleuse
  - Goût : choisir une importance de 1 : appréciable à 5 : peu appréciable
  - Composition générale : choisir une importance de 1 : beaucoup d'ingrédients/additifs à 5 : peu d'ingrédients/additifs
- Quel type de pain êtes-vous le plus susceptible d'acheter ? À sélectionner à volonté parmi une liste de choix + Autres. Ils passent ensuite à la section suivante.

#### IV) Habitudes de consommation

- Combien de jours par semaine consommez-vous/consomme votre proche du pain sans gluten ?
  - Choisir un nombre de jour de 1 à 7
- À quel(s) repas mangez-vous/votre proche mange-t-il du pain sans gluten ?
  - Petit-déjeuner (matin)
  - Diner (midi)
  - Souper (soir)
  - Aucun
- Avez-vous l'habitude de faire votre pain sans gluten vous-même pour vous ou pour un proche ou qu'un proche le fasse pour vous ?
  - À chaque fois
  - De temps en temps
  - Jamais
- L'INAMI indemnise à hauteur de 38 euros par mois les personnes atteintes des troubles suivants: maladie de cœliaque, dermatite herpétiforme et allergie au blé (avec gluten/gliadine/farine de céréales). Selon vous, ces aides sont-elles suffisantes pour combler le surcoût entraîné par une alimentation sans gluten, produits souvent plus chers ?
  - Suffisantes
    - ⇒ passage à la question
  - Pas suffisantes
    - ⇒ Quelle est la compensation financière (en euros/mois) que vous estimez nécessaire, en plus de celle prévue par l'INAMI (38 €/mois), pour compenser le surcoût d'un régime sans gluten ? Merci d'indiquer uniquement un nombre d'euros (sans texte, uniquement en chiffre(s)) (Question non-obligatoire). Ils passent ensuite à la question suivante.
  - Sans opinion
    - ⇒ passage à la question suivante

## V) Dernières questions avant notre projet...

- Selon vous, par rapport au prix d'un pain 'conventionnel' (au blé avec gluten), il est acceptable qu'un pain sans gluten soit:
  - Plus cher
  - Au même prix
  - Moins cher
- Selon vous, quel est le prix maximal que vous êtes prêts à acheter votre pain sans gluten (400 g) ?
  - 1,5-2,5€
  - 2,5-3,5€
  - 3,5-4,5€
  - 4,5-5,5€
  - 5,5-6,5€
- Selon vous, quel est le prix minimal pour lequel vous pourriez acheter votre pain sans gluten (400 g) ?
  - 1,5-2,5€
  - 2,5-3,5€
  - 3,5-4,5€
  - 4,5-5,5€
  - 5,5-6,5€
- Êtes-vous intéressés par l'achat de pain sans gluten sans croûte (type pain de mie 'mou') ?
  - Oui/Non
- Selon vous, à quel type de public le pain sans croûte sans gluten s'adresse-t-il le mieux ?
  - Personnes âgées (> 65 ans)
  - Adultes (entre 12 et 65 ans)
  - Enfants (< 12 ans)

## VI) Intérêt pour notre projet de pain sans gluten

Texte introductif de la section : 'On estime que la moitié de la consommation énergétique d'une boulangerie provient de la cuisson. De plus, les pains sans gluten sont souvent décriés pour contenir une longue liste d'ingrédients et de ne pas avoir les mêmes qualités gustatives et sensorielles du pain 'classique' avec gluten. Notre technologie vise à produire un pain sans gluten avec moins d'ingrédients et d'additifs que la concurrence, plus tendre, plus aéré et dont la cuisson pourrait consommer jusqu'à 70% d'énergie en moins.'

- À quel point un tel produit vous intéresse ?
  - Choisir de 1 : pas du tout à 5 : énormément
- Pour quelle raison ce produit pourrait vous intéresser et à quelle importance ?
  - Notre produit a peu d'ingrédients : choisir de Pas d'accord du tout à Tout à fait d'accord
  - Notre produit a une meilleure texture et plus de moelleux : idem
  - La production de notre produit consomme peu d'énergie : idem

#### 4.3.2. Taille de l'échantillon et suivi des répondants

Notre cible vise les personnes ayant un trouble lié au gluten ou ayant un membre de leur famille avec un trouble lié au gluten. La maladie coeliaque touche un belge sur 100 mais l'on estime que le nombre de diagnostiqués est bien inférieur à la réalité : on estime donc que notre taille de population sera supérieure à 20.000 personnes, au-delà duquel les tailles d'échantillons sont peu variables dans des marges d'erreur limitée. Pour un niveau de confiance de 95%, une marge d'erreur de 5%, notre taille d'échantillon doit comprendre au moins 377 personnes pour un minimum défini à 254 personnes, si on accepte une plus grande marge d'erreur de 6%. On estime le taux de réponse du questionnaire à 10% vu que le public cible est restreint. On aura donc besoin d'interviewer entre 2500 et 4000 personnes pour obtenir un résultat statistiquement exploitable (« Calculateur de taille d'échantillon », s. d.; *Calculer La Taille de Votre Échantillon Avec SurveyMonkey*, s. d.).

$$n = \frac{\frac{z^2 p(1-p)}{e^2}}{1 + \frac{z^2 p(1-p)}{e^2 N}} \quad (39)$$

n = taille de l'échantillon

z = niveau de confiance selon la Loi Normale centrée réduite (1,96 pour un niveau de confiance de 95%)

p = proportion estimée de la population qui présente la caractéristique (0.5 lorsqu'elle est inconnue)

e = marge d'erreur tolérée (ici, 5% idéalement et 6% tolérée)

N = taille de la population (ici, 20.000)

Nous avons donc contacté notre public cible par différentes voies :

1. Groupe Facebook : Groupe de Maladie Coeliaque (23/11/20)
2. Groupe Facebook : Maladie coeliaque, intolérance au gluten (23/11/2020)
3. Groupe Facebook : Glutenvrij/sans gluten BE (23/11/2020)
4. Groupe Facebook: Vivre sans gluten ! – SBC a.s.b.l (23/11/2020)
5. Groupe Facebook : Poly Allergie Alimentaire SEVERE (23/11/2020)
6. Groupe Facebook : les infos de l'AG (Gembloix Agro-Biotech) (23/11/2020)
7. Groupe Facebook : Forum Allergies Alimentaires (23/11/2020)
8. Carnet d'Adresse personnel (23/11/2020)
9. Groupe Facebook : allergie alimentaire chez l'enfant (24/11/2020)
10. Groupe Facebook : Vive sans gluten en Belgique (24/11/2020)
11. Gembloix Agro-Biotech : Petites annonces (MyULiège) (24/11/2020)
12. Groupe Facebook : Student@UCLouvain (24/11/2020)
13. Groupe Facebook : Aplv (immediate&retardé) / Into lactose / poly-allergie (œuf, gluten, FAC) (24/11/2020)
14. Groupe Facebook: Maladie coeliaque - Intolérance au gluten (24/11/2020)
15. Réseau de pédiatres (24/11/2020)
16. Réseau de généralistes (24/11/2020)
17. Réseau de gastro-entérologues (29/11/2020)
18. Groupe Facebook : la Belgique sans gluten (25/11/2020)

Toutes les publications Facebook ont été relancées le 25/11/20, le 30/11/20 et le 3/12/20. Au total, au moins 5000 personnes ont été touchées par notre enquête mais vu que le lien de

l'enquête a été partagé plus de 100 fois par Facebook, le public atteint est probablement supérieur. Le taux de réponse théorique n'est donc pas vérifiable en pratique.

À l'arrêt de l'enquête (6/12/2020), le nombre total de répondants est de 482 pour 276 cibles à savoir le public qui a pu passer les trois filtres (voir Figure 56). En effet, les trois filtres ont permis d'écartier 206 personnes qui ne correspondaient pas au public cible : le premier filtre a écarté les personnes sans trouble lié au gluten sans proche avec un tel trouble, le second filtre les personnes qui n'achètent jamais de produits sans gluten et le troisième filtre les personnes qui n'achètent jamais de pain sans gluten. Le taux de réponses du public cible sur les répondants totaux est au final de 57% et a été strictement croissant au cours de l'avancement de l'enquête (Figure 55). Le public cible de 276 répondants est supérieur à la marge de tolérance fixée à 254 (margeur d'erreur de 6%), ce qui permet de représenter les avis de 95% de la population cible ( $> 20.000$  personnes) pour une marge d'erreur de 5,86% (« Calculateur de taille d'échantillon », s. d.).

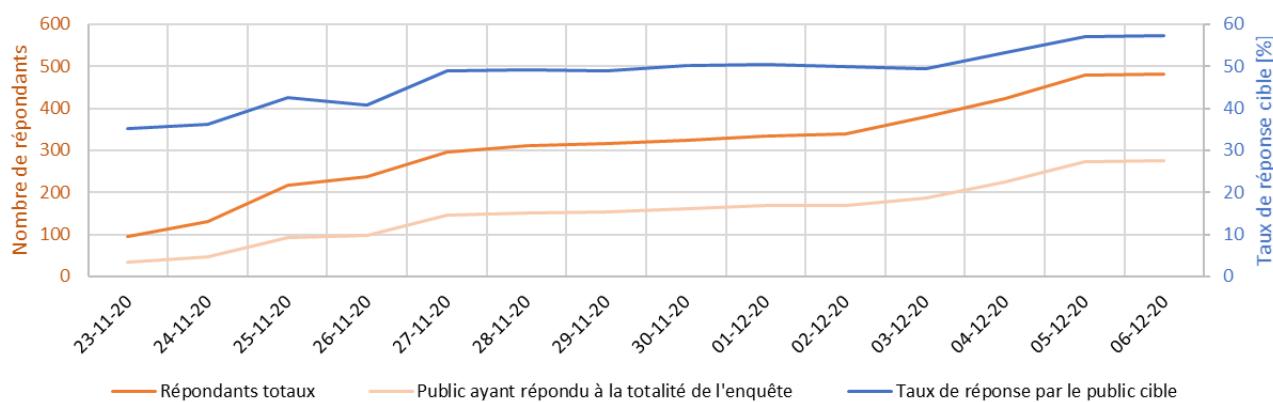


Figure 55. Evolution du nombre de répondants au cours du temps

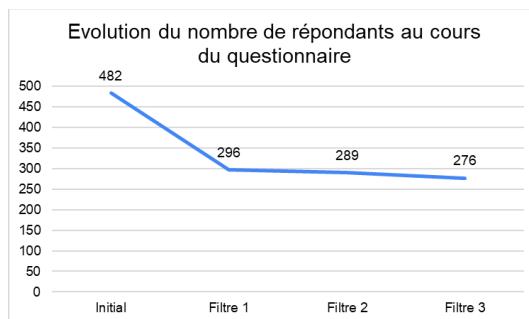


Figure 56. Evolution du nombre de répondants : voir Annexe 2 pour plus de détails.

#### 4.3.3. Principaux résultats de l'enquête

##### 4.3.3.1. Informations générales sur le public interviewé

Si l'on compare la répartition des âges et des gens (Figure 57) avec ceux de la population touchée, les étudiants sont surreprésentés et les enfants/personnes âgées sont sous représentés : cela est dû au média employé pour l'interview, en ligne. La répartition des genres n'est pas non plus respectée avec une majorité dominante de femmes ayant répondu au sondage. Cette surreprésentation des étudiants est confirmée par le taux de professions précisées (25,2% d'étudiants de 18-25 contre ca. 11% de 15-24 ans en réalité) (Pyramide des âges -Belgique -, s. d.) (Figure 58). Par la Figure 59, davantage de femmes interviewées sont

atteintes d'un trouble lié au gluten (plus de 50% contre moins de 30% pour les hommes), ce qui rejoint le fait que la maladie cœliaque à toucher davantage de femmes que d'hommes à l'âge adulte.

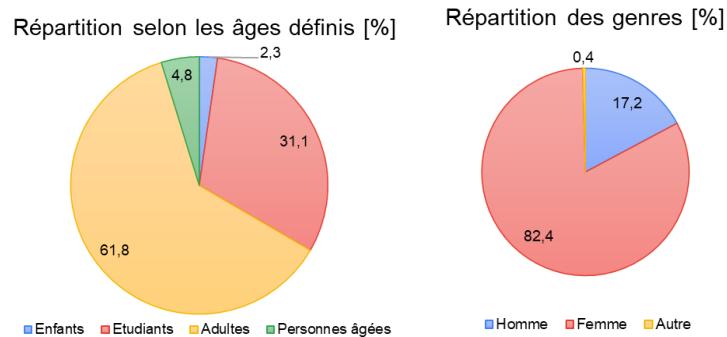


Figure 57. Informations générales sur l'âge et le genre

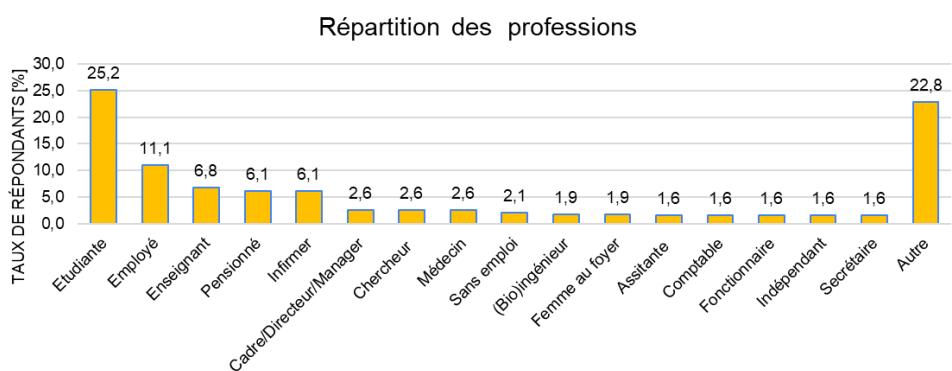


Figure 58. Répartition des professions

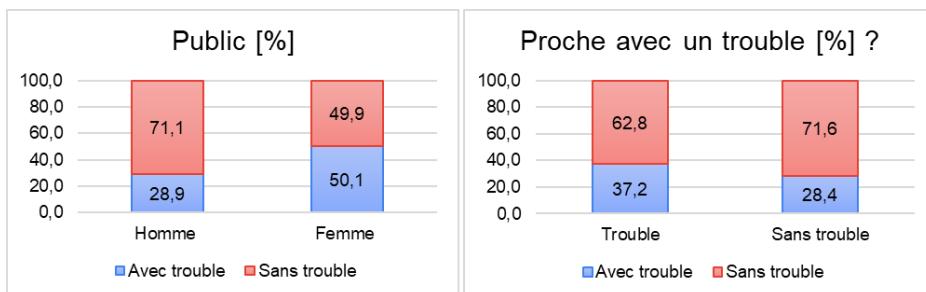


Figure 59. Répartition par genre des gens avec un trouble lié au gluten et/ou avec un proche avec un trouble.

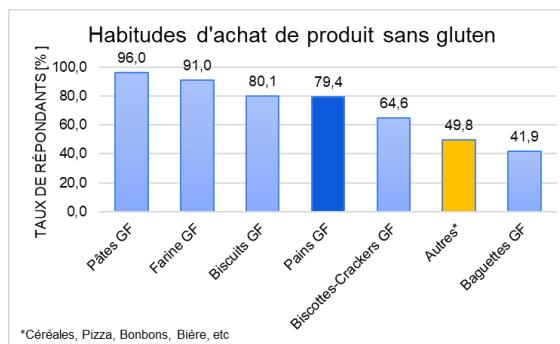


Figure 60. Habitudes d'achat de produits sans gluten

#### 4.3.3.2. Habitudes d'achat de pain sans gluten

Passé le second filtre qui écarte les personnes qui n'achètent jamais de produits sans gluten et le troisième filtre qui écarte ceux qui n'achètent jamais de pain sans gluten, la question sur les marques les plus achetées (Figure 61) révèle que Schär et Delhaize arrivent en tête, à savoir les marques respectivement les plus chères et les moins chères des concurrents directs (voir Figure 54). Notons aussi que la boulangerie reste dans près de 18% des cas une solution d'achat envisagée et que Boni ne commercialise pas de pain GF mais que les interviewés ont probablement acheté d'autres produits GF chez Boni. Les achats sont réalisés dans près de 73% des cas en grande surface et/ou dans 47% des cas en commerce de proximité.

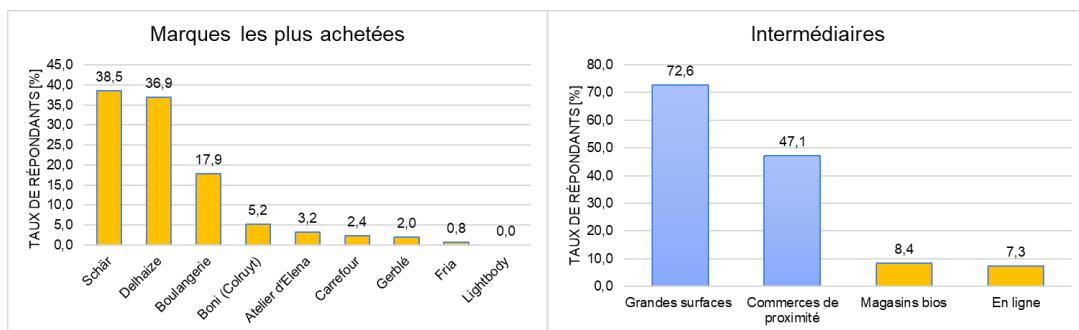


Figure 61. Répartition des marques des concurrents directs & Intermédiaires d'achat

Le client estime être le plus influencé par la présence d'un logo 'Sans gluten' dans près de 70% des cas. Le type de pain intervient ensuite : le pain aux graines est le plus susceptible d'être acheté dans plus de 30% des cas, suivi par le pain blanc et complet (Figure 62). Il l'achète de préférence frais (70% des cas) et/ou en sachet (64% des cas) (Figure 63).

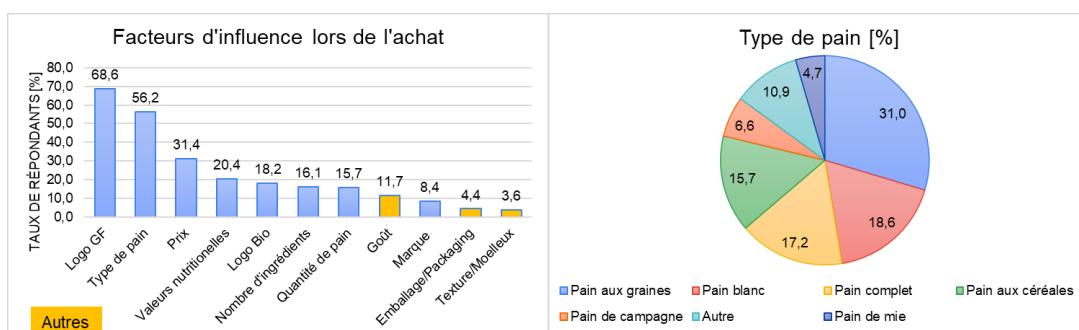


Figure 62. Facteurs d'influence lors de l'achat & Pains les plus susceptibles d'être achetés

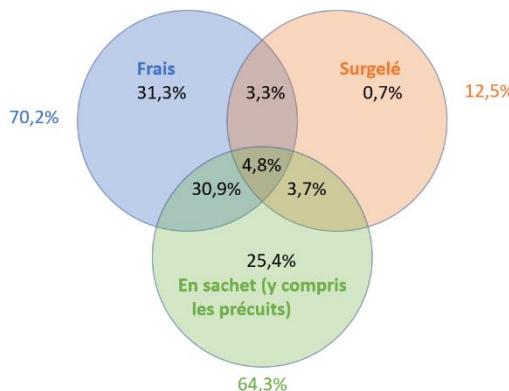


Figure 63. Forme d'achat des pains GF

Concernant les facteurs influençant l'achat (Figure 64), comme attendu, le gout et la texture moelleuse sont les plus importants. Par contre, notons que la composition générale avec peu d'ingrédients ne marque pas spécialement une tendance positive, d'autant plus que c'est un facteur suggéré au lecteur et non pas supposé de son plein gré. Le prix est réparti de manière gaussienne autour du neutre : on comprend que le consommateur connaisseur du marché sait que la qualité n'est pas toujours présente dans les pains GF et c'est la raison pour laquelle il peut payer un peu plus que le mininum si le produit concerné comporte une certaine pluvalue.

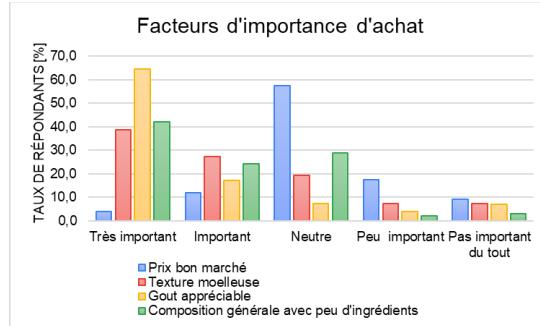


Figure 64. Facteurs d'importance dans l'achat.

#### 4.3.3.3. Habitudes de consommation

La Figure 65 montre que les acheteurs du pain sans gluten en consomment/ont un proche qui en consomme en majorité toute la semaine (56% des cas) et ce, principalement le matin (74% des cas) et le midi (65% des cas).

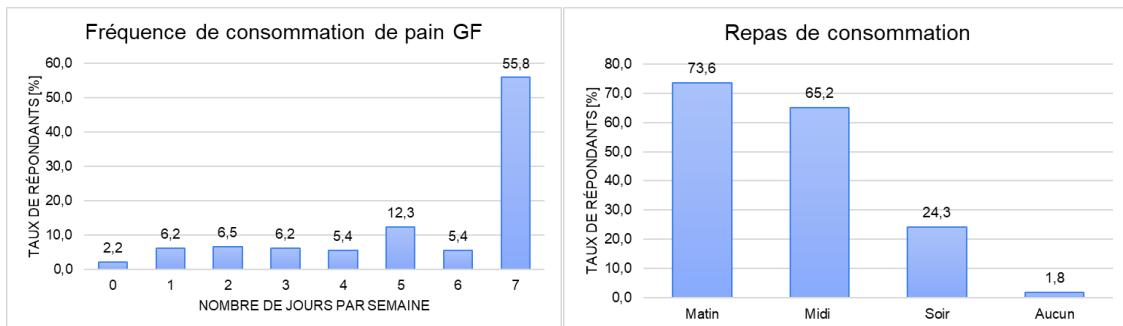


Figure 65. Fréquence & repas de consommation de pain sans gluten

2/3 des personnes interviewées consomment du pain de leur propre de production (Figure 66) : parmi ceux-ci, près de 20% consomment exclusivement du pain «maison».

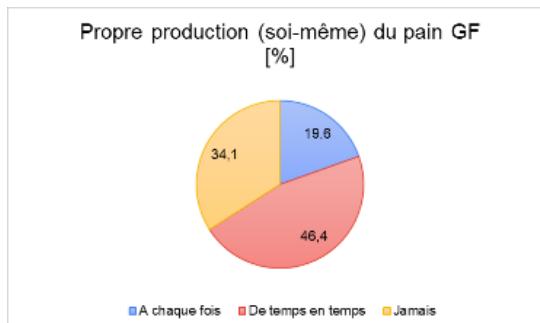


Figure 66. Proportion des gens qui consomment du pain GF qu'ils ont fait eux-mêmes

#### 4.3.3.4. Détermination du prix psychologique

Le prix psychologique dépend principalement de l'appréciation du produit mais aussi de l'aide que peuvent apporter des structures comme l'INAMI, qui indemnise à hauteur de 38€/mois les personnes diagnostiquées par un médecin des troubles suivants : maladie cœliaque, dermatite herpétiforme et allergie au blé (avec gluten/gliadine/farine de céréales). À la question de savoir si ces aides sont suffisantes pour compenser le surcout d'une alimentation sans gluten, près de 73% des gens pensent que cela n'est pas suffisant (Figure 67).

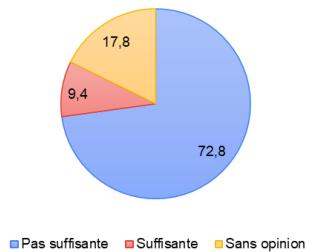


Figure 67. Indemnisation INAMI

D'après la Figure 68, les personnes non-satisfaites le seraient pour près de 90% d'entre elles si l'indemnisation était quadruplée, soit de 152€/mois, par l'INAMI.

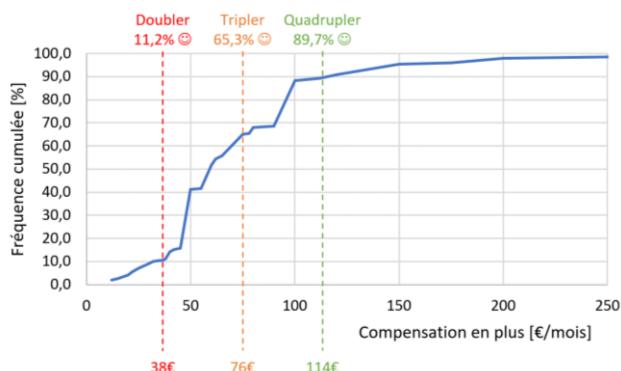


Figure 68. Satisfaction par double-, triple- et quadruplement de l'indemnisation de l'INAMI.

Le prix psychologique retenu est de 3€ par 400g de pain, ce qui représente plus de 40% de l'avis des consommateurs cibles (Figure 69). Ce prix est similaire à celui que pratique Delhaize pour son pain sans gluten (ca. 7,5€/kg).

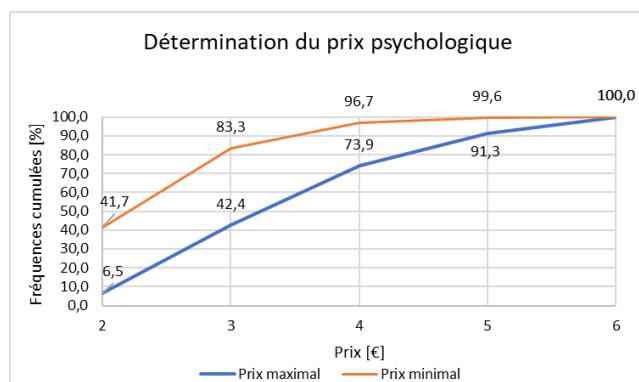


Figure 69. Prix psychologique

#### 4.3.3.5. Appréciation de notre projet

De manière générale, l'intérêt pour le projet de four et notre produit est positif : l'attrait pour la texture et le goût semblent être les facteurs majeurs d'intérêt, tandis que l'argument de l'énergie semble moins persuasif.

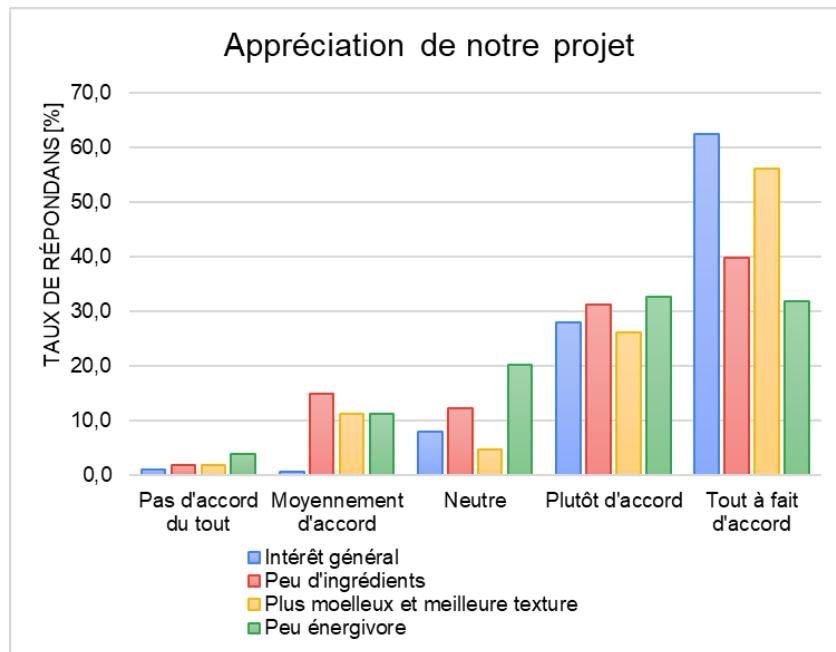


Figure 70. Facteurs d'appréciation de notre produit

Étant donné que la cuisson ohmique ne permet pas de former de croûte, l'intérêt pour un pain sans croûte sans gluten est pour le consommateur limité. En effet, seulement 30% du public interviewé a monté un intérêt pour le pain sans croûte sans gluten. Lorsqu'on leur a demandé à quel type de public ce pain s'adressait le mieux, il en est ressorti que cela convenait mieux aux enfants (<12 ans) selon 59% des gens et aux personnes âgées (>65 ans) dans 29% des cas. Le fait d'avoir au moins un enfant ne modifiait pas de manière significative le fait que la majorité des gens pensaient que le pain sans croûte convenait mieux aux enfants (Figure 71).

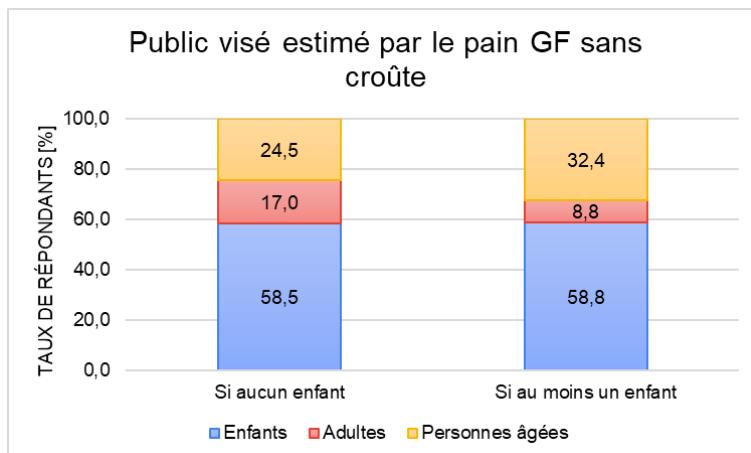


Figure 71. Comparaison du public le plus enclin à être consommateur de pain GF sans croûte.

#### 4.4. Conclusions de l'enquête et positionnement

80% du public cible achète du pain sans gluten : c'est donc un produit dont le marché est à maturité. Notre pain, vu la technologie, ne peut être vendu frais mais bien pré-emballé. La solution de sachet permettra donc de convenir à plus de 64% des consommateurs. L'intérêt de le commercialiser surgelé ne semble pas être nécessaire dans un premier temps, vu que moins d'1% des consommateurs le consomme sous cette forme au quotidien. La présence d'un logo GF sur l'emballage est inévitable. Notre produit doit être distribuable à la fois via les commerces de proximité ainsi que via les grandes surfaces. Le type de pain le plus désiré semble être 'gris' dans 64% des cas (pain complet + pain aux graines + pain aux céréales) : l'utilisation de sarrasin dans notre formulation pourrait donc contribuer à la désirabilité de notre produit sur le marché. Par contre, le pain de mie ne séduit que 5% des consommateurs et de surcroit, 70% du public cible n'est pas intéressé par le pain sans croute. L'ajout d'une croute après la cuisson ohmique par cuisson IR semble donc nécessaire afin de contenter un maximum de consommateurs, tout en sachant que le pain pourra être décliné en 'sans croute' pour les enfants, qui semblent être le public cible estimé le plus propice dans près de 60% des cas.

Concernant le positionnement par rapport aux concurrents directs (Figure 72), outre le prix, le choix du nombre d'ingrédients comme facteur de différenciation (voir Figure 54) semble relatif vu que l'on n'observe pas de tendance absolue pour l'intérêt d'une formulation avec peu d'ingrédients. Cependant, la texture et le goût étant à ce stade des facteurs subjectifs, le positionnement du produit sera tout de même réalisé par rapport au nombre d'ingrédients/additifs. Nos deux concurrents principaux sont Delhaize et Schär : Delhaize, marque distributeur, est moins chère que Schär, marque haute gamme. En augmentant notre prix à plus de 10.5€/kg, soit 3,7€ pour un pain de 350g, nous nous positionnons comme une marque milieu à haut de gamme, mais avec l'avantage de comporter une formulation réduite à l'instar de Delhaize. Ce prix pourra se justifier par la pluvalue apportée par la technologie ohmique en termes de qualité de pain. Cela nous permettra de se positionner dans un quadrant exempt de concurrents.

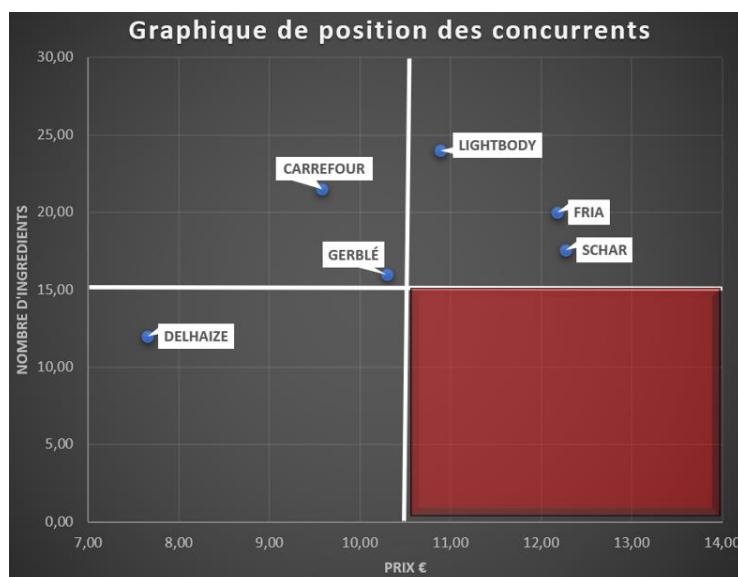


Figure 72. Graphique du positionnement des concurrents directs : notre produit est dans le quadrant bordeaux.

## 5. CAHIER DES CHARGES

---

Le cahier des charges reprend l'ensemble des critères et contraintes auquel notre produit doit répondre.

### 5.1. Sécurité

Dans ce module, on distingue la sécurité du produit de la sécurité de l'appareillage de four.

#### 5.1.1. Sécurité du produit

Le pain, y compris sans gluten, a une activité de l'eau qui avoisine 0.9 et un pH de 5, ce qui est propice au développement des levures et moisissures mais également des bactéries (Cappa *et al.*, 2016; Fellows, 2017). Outre la qualité microbiologique, les dangers chimiques du produit sont également à surveiller, et principalement la présence de gluten, dont le produit final doit respecter les contraintes légales édictées. Enfin, le dernier danger concerne la présence de corps étrangers qui peuvent se retrouver dans les produits via les matières premières ou dans le processus de transformation : les produits résultants sont alors impropre à la consommation (AFSCA, 2013).

##### 5.1.1.1. Dangers microbiologiques

Les pathogènes concernés par le pain sont les germes totaux aérobies, les levures/moisissures, *Shigella spp.*, les staphylocoques à coagulase positive, *Bacillus cereus*, *Listeria monocytogenes* et *Salomonella spp.* (AFSCA, 2013). La cuisson d'un pain avoisine les 95°C pendant plusieurs minutes à cœur : les valeurs pasteurisatrices sont donc largement dépassées. Cependant, une contamination post-cuisson est possible par l'environnement ou la manipulation du produit (AFSCA, 2013). La prévention du développement de ces pathogènes est facilement contrôlable par le contrôle des matières premières par le fournisseur et par le respect des points critiques de contrôle (CCP), tels que le couple temps-température de la cuisson (voir point 7.2.1.3). Au vu de ces considérations, seuls les pathogènes liés à l'environnement et à la manipulation par les opérateurs sont pris en compte, à savoir les germes totaux aérobies et les levures & moisissures :

- I) **Germes totaux aérobies (GTA)** : il s'agit d'un ensemble des microorganismes (bactéries, levures et moisissures) capables de croître à 30°C dans l'air sur un milieu nutritif. Une faible présence indique de manière générale une bonne pratique de production (e.g. qualité des matières premières, respect de la chaîne du froid) (Abdelmassih *et al.*, 2018). Notre pain ne devra pas en contenir plus de 10<sup>6</sup> CFU/g (AFSCA, 2020).
- II) **Levures et moisissures** : ces microorganismes peuvent se développer dans tout type de matrice alimentaire (e.g. graines, fruits) et également sur des aliments transformés. Certaines moisissures peuvent être pathogènes car elles produisent des mycotoxines, dont la plupart résistent aux traitements thermiques des procédés alimentaires (Tournas, 2005). Notre pain ne devra pas en contenir plus de 10<sup>4</sup> CFU/g (AFSCA, 2020).

### 5.1.1.2. Dangers chimiques

Le règlement (CE) n°1881/2006 de la Commission du 19 décembre 2006 fixe les teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires. La sélection des valeurs sensibles pour notre projet de pain est réalisée à partir du Guide d'Autocontrôle de l'AFSCA (AFSCA, 2013).

#### I. Mycotoxines

Des mycotoxines peuvent être produites par certaines moisissures. Les seuils à ne pas dépasser sont présentés en Tableau 21. Les valeurs retenues sont relatives aux préparations à base de céréales/pains.

Tableau 21. *Seuils de mycotoxines (AFSCA, 2013; Commission Européenne, 2006, 2013a).*

Mycotoxine	Danger	Moisissure	Source	Seuil
Aflatoxine	Cancérogène	<i>Aspergillus spp.</i>	Grains : riz, maïs	B1 : 2,0 µg/kg Autres : 4,0 µg/kg
Ochratoxine A	Troubles rénaux	<i>Penicillium &amp; Aspergillus spp.</i>	Céréales	3,0 µg/kg
Zéaralénone	Troubles hormonaux	<i>Fusarium spp.</i>	Céréales	50 µg/kg
Déoxynivalénol	Immunitaire, digestif	<i>Fusarium spp.</i>	Céréales	500 µg/kg
Fumonisine	Cancérogène	<i>Fusarium spp.</i>	Maïs	400 µg/kg
T2 & HT2	Emétique, diarrhéique	<i>Fusarium spp.</i>	Céréales	25 µg/kg

#### II. Métaux

Les risques liés aux métaux peuvent provenir de deux sources : des matières premières et des électrodes suites à des migrations dans le pain. Le taux de plomb et de cadmium est prévenu par le contrôle du fournisseur (Commission Européenne, 2006). Le procédé étant de notre ressort, il nous revient de contrôler les quantités de métal ayant pu migré dans notre pain lors de la cuisson ohmique. En ce sens, les électrodes en acier inoxydable de grade 316 employées pour la cuisson ohmique sont composées d'un alliage de 17 % de Chrome, 12 % de nickel et 2 % de molybdène, dû au passage d'un courant ces composés métalliques peuvent migrer au sein du produit (Food Protection, 2012). Les seuils de migration à ne pas dépasser sont repris dans le Tableau 22.

Tableau 22. *Seuils de migration des composés métalliques des électrodes (Guidelines - EHEDG, s. d.).*

Métal	Seuil
Chrome Cr <sub>3</sub> <sup>+</sup>	0.1 mg/kg
Nickel	0.1 mg/kg
Molybdène	0.1 mg/kg

### III. Contaminants environnementaux

Parmi ceux-ci, on retrouve principalement les PCB's et dioxines. La valeur critique est prise pour celle des graisses végétales (MG) . Si elle est exclue de la formulation, il faudra alors prendre en compte celle des ovoproducts (O). Les seuils sont présentés dans le Tableau 23.

Tableau 23. Seuils des PCB's et dioxines (Commission Européenne, 2011c, 2013a)

Contaminant environnemental	Danger	Seuil (MG)	Seuil (O)
Somme des dioxines (OMS-PCDD/F-TEQ)	Anomalie fœtale, perturbateurs endocriniens, cancérogènes	0.75 pg/g de graisse	3,0 pg/g de graisse
Somme des dioxines et PCB de type dioxine (OMS-PCDD/F-PCBTEQ)		1,5 pg/g de graisse	6,0 pg/g de graisse
Somme des PCB28, PCB52, PCB101, PCB138, PCB153 ET PCB180 (ICES — 6)			40 g/g de graisse

### IV. Molécules liées à la cuisson

La cuisson peut mener à la formation d'acrylamide, issu de la réaction de sucre avec de l'asparagine, ainsi que d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) (AFSCA, 2013). Dans le cas de l'acrylamide, la valeur est prise pour « Pain (panification humide) autre que le pain à base de blé » (Commission Européenne, 2013b). Concernant les HAP, les valeurs pour les huiles et graisses destinées à l'alimentation humaine sont prises en compte (Commission Européenne, 2011b) (Tableau 24).

Tableau 24. Seuils des molécules liées à la cuisson (AFSCA, 2013; Commission Européenne, 2011b, 2013b).

Molécule de cuisson	Danger	Seuil
Acrylamide	Probablement cancérogène	100 µg/kg
HAP	Benzo(a)pyrène	2,0 µg/kg
	Somme de benzo(a)pyrène, benz(a)anthracène, benzo(b)fluoranthène et chrysène	10.0 µg/kg

#### 5.1.1.3. Dangers physiques

Conformément au Règlement CE n°852/2004 et au guide d'autocontrôle de boulangerie (AFSCA, 2013), notre pain doit être exempt de corps étrangers :

- Liés au produits alimentaires : pollution par les matières premières animales (e.g. restes de coquilles d'œufs).
- Non liés aux produits alimentaires : provenant des machines (e.g. boulons, écrous, matières synthétiques), du matériel d'emballage (e.g. plastique), du personnel de production (e.g. bijoux, mégots de cigarettes, verre, pinces à cheveux, monnaie et matériel d'écriture) et de l'entretien (technique) (e.g. limaille, poils de brosse, écrous, boulons, étoffes, morceaux de câble et d'isolation).

## 5.2. Santé

### 5.2.1. Ingrédients & Additifs

Notre produit doit :

- Avoir une composition avec strictement moins de 15 ingrédients et additifs
- Comporter max. 4 farines et amidons : sarrasin, sorgho, riz, pomme de terre
- Limiter les ingrédients exogènes à la recette 'classique' du pain : l'emploi d'albumine et/ou d'HPMC mais doivent être évités si jugés dispensable.
- Ne contenir aucune matière grasse ajoutée, la seule tolérée étant l'huile végétale comme agent démouleur (auxiliaire technologique)

### 5.2.2. Allergènes

Concernant les 14 allergènes repris dans la législation européenne (Commission Européenne, 2011a), notre produit doit respecter les conditions suivantes :

- Doit avoir un taux de gluten inférieur à 20 ppm
- Ne pas contenir de matière grasse contenant du lactose
- Peut contenir de l'œuf, sous forme d'albumine en poudre

### 5.2.3. Allégations de santé

Notre produit prétend selon le règlement (CE) n° 1924/2006 du Parlement Européen et du Conseil du 20 décembre 2006 aux allégations :

- Faible teneur en matière grasse en contenant moins de 3g/100g de solide
- Faible teneur en sucre en contenant moins de 5 g/100 g de solide
- Sans lactose en contenant moins de 2,5 mg/100 kJ (10 mg/ 100 kcal) (AR 18 février 1991 relatif aux denrées alimentaires destinées à une alimentation particulière, 2016)

En fonction de la formulation finale choisie, il pourra prétendre éventuellement aux allégations 'Source de (Riche en) fibres » si il contient au moins 3 (6) g/100g ou 1,5 (3) g/100kcal.

## 5.3. Service & Société

Les aspects sociétaux généraux sont davantage abordés pour le pain en général au point 1 et pour le pain sans gluten dans le point 4.1.3. Dans cette section, nous abordons davantage les aspects emballage, conditionnement et packaging du produit.

### 5.3.1. Cahier des charges fonctionnel pour l'emballage

Le cahier des charges fonctionnel a pour but de définir les fonctions *i.e.* contraintes que notre emballage devra satisfaire. On distingue les fonctions primaires, qui sont des fonctions qui en tous les cas être remplies des fonctions secondaires, à remplir au maximum.

#### 5.3.1.1. Fonctions primaires

Les fonctions primaires sont listées ci-dessous :

- Contenir 350 g de pain
- Volume suffisant pour permettre le passage d'une main et entrée assez large pour le passage d'une main

- Permettre la DLC d'au moins 10 jours et la conservation des qualités après au moins 3 jours après ouverture en termes de sécurité microbiologique
- Satisfaire aux normes légales d'emballage et d'étiquetage (voir point 5.3.2)
- Intégrer les principes d'écoconception et de développement durable.

### 5.3.1.2. Fonctions secondaires

Les fonctions secondaires sont listées ci-dessous :

- Préserver les qualités sensorielles et organoleptiques du produit en termes de fermeté, de texture et de goût pour une DLC annoncée (au moins 10 jours pour produit emballé inviolable et au moins 3 jours après ouverture)
- Optimiser le volume sur palettes
- Maximiser l'identité de la marque sur le 'facing'
- Utiliser des matériaux qui permettent de détecter facilement les impuretés métalliques et les corps étrangers
- Être refermable à volonté sans devoir requérir à un élément qui peut se perdre (attache métallique, boucle en plastique) et tout en étant inviolable, par exemple avec un système de fermeture par curseur à pression avec scellage du curseur
- Limiter la perte de volume et de poids dans l'emballage secondaire
- Faciliter la prise des tranches dans le fond du sac
- Adapter l'emballage secondaire pour faciliter la mise en rayon de l'emballage primaire et que lorsqu'il est ouvert, puisse servir de présentoir du produit
- Pouvoir se ranger dans une boîte à pain standard (35 x 20 x 20 cm)
- Résister au transport depuis l'usine jusqu'au distributeur et puis jusqu'au client
- Emballage primaire transparent

### 5.3.2. Etiquetage

Les mentions obligatoires de l'étiquette du produit sont (AFSCA, 2013):

- La dénomination de la denrée alimentaire
- la liste des ingrédients par ordre décroissant de présence
- la quantité de certains ingrédients ou catégories d'ingrédients
- la quantité nette de denrées alimentaires
- la date limite de consommation (JJMMAA)
- les conditions particulières de conservation ou d'utilisation
- le nom et l'adresse de l'exploitant du secteur alimentaire
- les allergènes (à mettre en gras dans les ingrédients) : albumine de l'œuf
- les valeurs nutritionnelles
- le numéro de lot : XXXXX – JJMMAA
- le code article
- la date de fabrication : JJMMAA

Le règlement (UE) n° 1169/2011 du Parlement Européen et du Conseil du 25 décembre 2011 impose que ces mentions soient clairement lisibles, dont la hauteur de x, *i.e.* espace entre les 2 lignes de lectures formant la hauteur de la lettre hors dépassement des rondes, hampes et capitales, fait au moins 1,2 mm et dans le cas d'emballage dont la face la plus grande a une surface inférieure à 80 cm<sup>2</sup>, la hauteur de caractère visé fait au moins 0.9 mm.

La quantité nette du pain est exprimée en gramme et sera comprise entre 350 et 450 g, pour s'aligner sur l'offre de la concurrence. La date limite de consommation devra être indiquée avec « à consommer avant le... », sachant qu'elle sera comprise entre trois et quatre semaines au minimum. Les conditions de conservation mentionnées sur l'emballage seront les suivantes : « Après ouverture, conserver à température ambiante et dans un endroit sec et sombre et consommer de préférence dans les 3 jours ». Le nombre de jours consommable après ouverture sera réévalué en fonction des tests de conservation.

Les valeurs nutritionnelles seront exprimées par 100 g pour les éléments suivants :

- Valeur énergétique [kj ou kcal]
- Matières grasses [g] dont acides gras saturés [g]
- Glucides [g] dont sucres [g]
- Fibres [g]
- Protéines [g]
- Sel [g]

Le règlement (UE) n° 1169/2011 viendra combler tous les manquements des prévisions de ce point concernant l'étiquetage.

### 5.3.3. Prix

Par sa plus-value (voir point 4.2.3), il peut être judicieux de positionner notre prix à 10.5€ /kg (3,7€ par pain de 350 g).

## 5.4. Satisfaction

La satisfaction comprend deux points : l'aspect sensoriel du produit et la conservation.

### 5.4.1. Satisfaction sensorielle

Notre pain doit satisfaire un certain nombre de paramètres sensoriels, à savoir la couleur, la texture, l'humidité, l'alvéolage et le volume spécifique. Ainsi, notre pain doit avoir :

- une couleur  $L^*a^*b^*$  proche de la valeur attendue 66.4\*0.8\*13.1 (queue de vache) (voir Tableau 25), correspondant à un rapport  $L^*/b^*$  de 5.1 (méthode de Alvarez-Jubete et al., 2010, p)
- une humidité d'environ 32%
- des valeurs de texture optimisées par rapport à celles de Matos & Rosell (2013) :
  - ➔ Elasticité  $\geq 42\%$
  - ➔ Dureté  $\leq 13.16$  N
  - ➔ Chewiness  $\leq 9.22$  N

L'intérêt de la cuisson ohmique réside en deux points : l'intérêt énergétique (abordé dans le point 6.1.8.4) et sensoriel. D'un point de vue sensoriel, la volonté est que notre pain ohmiquement présente par rapport au même pain cuit classiquement (Tableau 26) :

- Un volume spécifique 15% supérieur
- Un alvéolage égal ou supérieur de 5%
- Une elasticité supérieur de 10%

Notre produit doit également rentrer dans les valeurs sensorielles des standards du marché : Schär avec notamment le pain GF 'Vital', vendu 3.99€ chez Carrefour Express et Delhaize, avec notamment le 'pain gris sans gluten' vendu 2.76€ chez Delhaize.

Tableau 25. Couleur du produit final: les couleurs des ingrédients sont issues d'études (Beitāne et al., 2014; Encina-Zelada et al., 2019; Liu et al., 2016; Trappey et al., 2014; van Rayne et al., 2020). La couleur finale est une moyenne pondérée des  $L^*, a^*$  et  $b^*$  des différents ingrédients multipliée par leur taux dans la formulation 4 (voir point 6.1.2.2).

Paramètre	Riz blanc	Sarrasin (80% - 20% pois)	Amidon de pomme de terre (25% - 75% blé)	Sorgho	Blé (farine blanche)
$L^*$	93.6	54.2	59	84	87
$a^*$	0.1	2.3	-0.6	0.5	0.6
$b^*$	7.4	14.7	14.3	14.5	10.7
RVB					
Couleur similaire	Blanc crème	Gris de Maure	Châtaigne	Bulle	Bulle
Taux dans la F4 (% db)	17	34	25	8	/
Produit final	$L^*a^*b^*$	66.4*0.8*13.1			
	RVB				
	Couleur	Queue de vache			

Tableau 26. Tests rhéologiques visés par la cuisson ohmique: les valeurs de Bender reprend les caractéristiques optimisées obtenues de volume spécifique ( $V$ ), d'élasticité ( $E$ ) et de porosité ( $P$ ). OH et C signifient respectivement la cuisson ohmique et classique.

Test	Appareil	Valeurs de Bender et al. (2019)	Critère visé pour notre pain par OH	Référence (Matos & Rosell, 2013)	Objectif OH
Volume spécifique [cm <sup>3</sup> /g]	Balance, graines de colza	$V_{OH} = 121\%V_c$	$V_{OH} \geq 115\%V_c$	3.39	3.89
Alvéolage de mie (porosité) [%]	Traitement numérique	$P_{OH} = 108\%P_c$	$P_{OH} \geq 105\%P_c$	25.96	28.03
Elasticité relative [%]	Texture profile Analyzer	$E_{OH} = 115\%E_c$	$E_{OH} \geq 110\%E_c$	44.2	48.6

#### 5.4.2. Conservation

Notre produit cuit classiquement doit :

- Se conserver trois jours après ouverture sans avoir une différence de couleur ou de texture significative
- Se conserver 10 jours emballé sans dépasser les seuils microbiologiques fixés au point 5.1.1.1
- Avoir un taux de rassiselement similaire après ouverture similaire au pain avec gluten et au pain cuit ohmiquement

## 5.5. Démarche expérimentale

La démarche expérimentale comprend 5 étapes : Formulation > Conservation du produit > Construction du four ohmique > Optimisation du procédé de cuisson ohmique > Comparaison de la cuisson ohmique à la cuisson classique (Tableau 27).

Tableau 27. Etapes de la démarche expérimentale

1	<b>Formulation</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>1.1. Caractérisation des matières premières           <ul style="list-style-type: none"> <li>1.1.1. Détermination de la qualité et du taux de gluten des essais</li> <li>1.1.2. Détermination de la quantité d'eau optimisée pour le pain avec gluten</li> <li>1.1.3. Suivi des propriétés de gélatinisation</li> </ul> </li> <li>1.2. Développement de la formulation           <ul style="list-style-type: none"> <li>1.2.1. Mise au point de la formulation avec gluten</li> <li>1.2.2. Optimisation de la formulation sans gluten :               <ul style="list-style-type: none"> <li>- réduction des ingrédients</li> <li>- optimisation des proportions de farines</li> </ul> </li> <li>1.2.3. Caractérisation de la formulation optimisée pour validation</li> </ul> </li> <li>1.3. Confrontation au marché (Schär &amp; Delhaize)</li> </ul>
2	<b>Conservation du produit</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>2.1. Efficacité de l'emballage et/ou de la MAP</li> <li>2.2. Suivi des paramètres sensoriels</li> <li>2.3. Suivi des paramètres de conservation</li> </ul>
3	<b>Construction du four ohmique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>3.1. Prototype revu</li> <li>3.2. Budget revu</li> </ul>
4	<b>Optimisation de la cuisson ohmique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>4.1. Paramètres de la cuisson classique</li> <li>4.2. Paramètres de la cuisson ohmique</li> </ul>
5	<b>Comparaison de la cuisson ohmique à la cuisson classique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>5.1. Intérêt sensoriel de la cuisson ohmique</li> <li>5.2. Comparaison de l'évolution après ouverture</li> <li>5.3. Répartition énergétique des cuissons classique et ohmique</li> <li>5.4. Efficience énergétique de la cuisson ohmique</li> </ul>

D'abord, les matières premières seront caractérisées : le dosage du gluten et un profil de gélatinisation sur les matières premières ainsi qu'un farinogramme sur la farine avec gluten (T80) seront réalisés afin de respectivement s'assurer de l'absence de gluten, de prédire les comportements de cuisson et de déduire la quantité optimisée d'eau à ajouter à la farine pour le pain avec gluten. Ensuite, les formulations avec gluten et sans gluten seront développées et caractérisées. La formulation sans gluten sera ensuite confrontée aux produits du marché. Par après, le produit sans gluten retenu sera emballé : la conservation du produit sera évaluée sur plusieurs jours afin de vérifier la conservation du produit, d'un point de vue sensoriel et de sécurité. Les pains de ces deux premières étapes seront uniquement cuits par cuisson classique.

Dans un second temps, un four ohmique sera construit et les paramètres de tension seront optimisés afin de cuire au mieux la formulation précédemment développée. Ensuite, la cuisson ohmique sera comparée à la cuisson classique, afin de vérifier qu'elle remplit ses objectifs en terme d'amélioration de texture et de réduction de consommation énergétique. Enfin, l'évolution après ouverture sera comparée.

## 6. DEVELOPPEMENT DU PRODUIT & REALISATION DU FOUR

---

### 6.1. Matériel et méthodes

Cette section présente les méthodes ainsi que les ressources matérielles nécessaires pour la réalisation de la démarche expérimentale (voir point 5.5).

#### 6.1.1. Caractérisation des matières premières

##### 6.1.1.1. Dosage du gluten et de sa qualité

###### I) Objectif :

Confirmer que la farine T80 contient une quantité et une qualité de gluten satisfaisante pour réaliser un pain par la méthode du gluten index. Cette méthode permet aussi de vérifier que le gluten est absent de nos matières premières sans gluten de manière macroscopique mais ne certifie pas d'un taux de gluten inférieur à 20 ppm. Pour ce faire, une méthode moléculaire (e.g. R5 Mendez ELISA) serait nécessaire (*FACTS\_Gluten\_Methods.pdf*, s. d.)

###### II) Matériel :

Les masses précisées désignent le conditionnement des matières premières.

*Matières premières avec gluten :*

- Farine de froment T80 (Moulin Artisanal – Ferme Bare, B 5910 Balatre 131 rue de la Place) – 5 kg

*Matières premières sans gluten :*

- Farine de riz blanche (Vajra) – 500g
- Farine de sorgho (Ma vie sans gluten) – 500 g
- Amidon de pomme de terre (Bruyerre) – 5 kg
- Farine de sarrasin (Ferme de l'Escaille ) – 5 kg

*Appareils:*

- Glutomatic 2100
- Centrifugeuse 2015
- Four Glutork
- Balance analytique

###### III) Méthode :

Selon la méthode ICC 137 St (1987), on emploie le Glutomatic pour laver et extraire le gluten des matières premières, la centrifugeuse 2015 pour distinguer le gluten fort du gluten faible et le four Glutork, pour sécher le gluten. On réalise deux répétitions des étapes suivantes sur la farine T80 et un mix sans gluten riz-sorgho-sarrasin-pomme de terre 2 :1 :4 :3 (w/w):

- 1) Préparation de l'échantillon : Humidification de 10g d'un échantillon de farine avec 4,8mL d'une solution saline (2%) puis application de cycles de pétrissage et de nettoyage avec la même solution saline à l'aide du Glutomatic.

- 2) Détermination du gluten index et de la teneur en gluten humide : Centrifugation, à l'aide de la centrifugeuse 2015, de la totalité du gluten récupéré pendant 1 minute à 6000rpm. Puis détermination par gravimétrie du gluten résiduel et du gluten humide.
- 3) Détermination de la teneur en gluten sec : Cuisson, à l'aide du four Glutork, de la totalité du gluten récupéré lors de la centrifugation pendant 4 minutes à 150°C. Puis détermination de la teneur en gluten sec par gravimétrie.

Les paramètres déduits sont les suivants :

- **Gluten Index (GI)** : rapport qu'il y a entre le gluten résiduel et la quantité totale de gluten récupéré en suivant la présente procédure. Il est adimensionnel :

$$GI = \frac{m_{tot.} - m_{tr.}}{m_{tot.}} * 100$$

- **Gluten humide (ou total) (GH)** : pourcentage de gluten récupéré après la centrifugation. Il est exprimé en g de gluten humide pour 100g d'échantillon :

$$GH = \frac{m_{tot.}}{PE} * 100$$

- **Gluten sec (GS)** : pourcentage de gluten de l'échantillon récupéré après cuisson au four en suivant la présente procédure. Il est exprimé en g de gluten sec pour 100g d'échantillon :

$$GS = \frac{m_{sec}}{PE} * 100$$

Où sont respectivement :

- $m_{tr}$  Masse de gluten ayant traversé la grille perforée lors de la centrifugation [g]
- $m_{tot}$  Masse de gluten ayant traversé la grille perforée lors de la centrifugation additionnée de celle qui n'a pas traversé [g]
- $m_{sec}$  Masse de la galette de gluten récupérée après la cuisson au four [g]
- PE Masse de la prise d'essai [g]

### 6.1.1.2. Dosage de la matière sèche

#### I) Objectif :

Mesurer la quantité d'eau présente dans une matrice et en déduire la proportion de matière sèche.

#### II) Matériel :

- Conserves (ou pèse-filtre)
- Etuve (130°C) + dessicateur
- Balance analytique ou Trébuchet

#### III) Méthode :

D'après la norme ISO 712:2009, les étapes sont les suivantes, à effectuer en double:

- 1) Placer les pèses-filtres munis de leur couvercles ouverts dans l'étuve à 130°C et les y laisser au moins 45 minutes.

- 2) Refermer les couvercles et placer les pèses-filtres au dessiccateur et les laisser revenir à température ambiante.
- 3) Peser le pèse-filtre à vide sur la balance et le remplir avec ca. 5g de matrice.
- 4) Remettre le couvercle et le rouvrir une fois dans l'étuve. Laisser sécher 2h45.
- 5) Laisser le pèse-filtre revenir à température ambiante au dessiccateur afin d'éviter tout reprise d'humidité.
- 6) Peser le pèse-filtre rempli

Les paramètres déduits sont les suivantes :

**Humidité (X)** : elle se calcule par différence entre la masse humide  $m_{humide}$  (produit initial) et la masse sèche  $m_{sèche}$  (produit en sortie d'étuve). Elle peut s'exprimer en base humide ( $X_{wb}$ ) ou en base sèche ( $X_{db}$ ) :

$$X_{wb} = \frac{m_{humide}}{m_{humide} + m_{sèche}} \quad X_{db} = \frac{m_{humide}}{m_{sèche}}$$

Notons que  $X_{wb}$  est utile pour comparer les produits initialement et que  $X_{db}$  permet de suivre l'évolution de la teneur en eau lors d'un procédé de chauffe car la masse sèche est un invariant.

**Matière sèche (MS)** : elle s'obtient par différence avec  $X_{wb}$  et s'exprime en [%] :

$$MS = 100(1 - X_{wb})$$

#### 6.1.1.3. Quantité d'eau optimisée pour le pain avec gluten

##### I) Objectif :

Déterminer la quantité d'eau optimisée à rajouter à notre farine T80 pour la panifier

##### II) Matériel

*Matières premières avec gluten* :

- Farine de froment T80 (Moulin Artisanal – Ferme Bare, B 5910 Balatre 131 rue de la Place) – 5 kg

*Appareil* :

- Farinographe (Brabender)
- Trébuchet
- Matériel pour dosage de matière sèche (voir point 6.1.1.2)

##### III) Méthode :

Le farinographe est un mélangeur qui mesure en temps réel la consistance de la pâte, témoin du développement du réseau de gluten, fonction d'une quantité précise d'eau ajoutée permettant l'hydratation des protéines. La méthode AACC 54-21 recommande une consistance de 500 BU (valeur de stabilité) mesurée pour une hydratation idéale du gluten, correspondante à une puissance de mélange de 68W par kg de pâte dans le mélangeur pour 300 g de farine. Cette méthode se base sur une farine de 14% (w.b.). La masse à introduire dans le farinographe dépend de la masse employée dans la méthode (300g) et de la masse sèche de la méthode (86%) ainsi que la masse sèche réelle [%] :

$$m_{introduite} = m_{méthode} \cdot \frac{86}{MS}$$

Les étapes sont les suivantes, à effectuer au moins en double :

- 1) À l'aide d'un trébuchet précis à deux décimales, prélever la quantité de farine nécessaire au test.
- 2) Placer la prise d'essai dans le pétrin du farinographe.
- 3) Positionner le feutre sur la ligne de 0 BU au niveau d'un chiffre 9 sur le papier d'impression et mettre le sélecteur de défilement du papier sur ON.
- 4) Placer un récipient en dessous de la burette et ouvrir le robinet d'admission de l'eau distillée.
- 5) À l'aide de la poire, envoyer l'eau distillée à l'intérieur de la burette.
- 6) Lorsque le volume à l'intérieur de la burette est suffisant (tout en continuant d'envoyer de l'eau dans la burette), ouvrir le robinet de la burette et laisser couler l'eau jusqu'au moment où elle devient « chaude » (vérifier en laissant le doigt).
- 7) Lorsque l'eau coule chaude, fermer le robinet de la burette (toujours en continuant d'envoyer de l'eau de la burette à l'aide de la poire) et laisser le volume de l'eau augmenter dans la burette.
- 8) Lorsque l'eau commence à couler dans le trop-plein, fermer le robinet d'admission de l'eau.
- 9) Appuyer simultanément sur les deux boutons de lancement du pétrissage.
- 10) 1 minute après, lorsque le feutre arrive en face de la courbe 0, ouvrir le robinet de la burette et ajouter la quantité d'eau désirée pour le test. Obtention d'un farinographe.

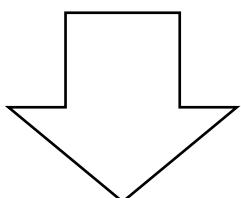
Notons que la quantité d'eau optimisée à ajouter pour panifier une farine 'grise' telle que la T80 correspond théorique à ca. 60% de la masse de la prise d'essai.

Les paramètres déduits du farinographe sont les suivants (voir Figure 8) :

- Taux d'absorption A [%] d'eau par la farine : il se déduit du volume à ajouter pour atteindre le pic de la zone de stabilité et correspond à la quantité maximale d'eau qu'une farine peut absorber.
- Stabilité [min] : il correspond au temps que reste le farinographe sur 500 BU et témoigne de la quantité de gluten à hydrater.
- Degré d'affaiblissement [BU] : il s'agit est la différence de BU entre le pic et le niveau du graph 12 min après et indique la fermeté de la pâte.

Ces valeurs peuvent ensuite être comparées à des références (Tableau 28) pour en déduire la qualité de panification que l'on peut atteindre d'une farine.

*Tableau 28. Indices de qualité (croissante vers le bas) d'une farine pour la panification  
(Adapté de Roussel & Chiron, 2002)*



<b>Taux d'absorption [%]</b>	<b>Stabilité [min]</b>	<b>Degré d'affaiblissement [BU]</b>
< 50	< 2	> 100
50-55	2-4	50-100
55-60	4-10	20-50
> 60	> 10	<20

#### 6.1.1.4. Suivi des propriétés de gélatinisation

##### I) Objectif :

Étudier la gélatinisation de l'amidon de nos essais pour prévoir le comportement de la pâte lors de la cuisson et savoir quelle température est nécessaire pour gélatiniser et donc cuire.

##### II) Matériel :

- Micro-Visco-Amylographe (Brabender)
- Matériel pour dosage de matière sèche (voir point 6.1.1.2)
- Trébuchet

##### III) Méthode :

La gélatinisation de l'amidon, par chauffe, modifie la viscosité du milieu. Hors, cette viscosité peut être mesurée par l'effort de cisaillement nécessaire pour se mouvoir dans le milieu. Ainsi, le Micro-Visco-Amylographe mesure l'évolution de la viscosité sur un cycle de température prédéfini et permet le suivi des propriétés de gélatinisation.

Les étapes sont les suivantes, à effectuer au moins en double :

- 1) Dosage de la matière sèche des essais
- 2) Introduction d'une masse d'échantillon supérieure à 10 g et complétée par de l'eau déminéralisée à 100 g afin d'atteindre les 10% de MS demandés par la méthode. La quantité d'eau à ajouter est donnée par le logiciel du MVA lorsque on lui référence la MS des essais.
- 3) Mesure l'évolution de la viscosité sur un cycle de température de référence: + 6.5°C/min de 30 à 97°C puis stabilisation pendant 10 min ensuite -4.5°C/min jusqu'à 50°C et stabilisation, sur un échantillon de 100 g à 10% de MS. Obtention d'un amylographe.

Les paramètres déduits de l'amylographe sont les suivants (Balet *et al.*, 2019a) (voir Figure 13) :

- Pic de viscosité : équilibre entre le gonflement et la rupture des grains d'amidon. Un bas pic témoigne d'un faible taux d'amidon et de gonflement. Il témoigne de la capacité de rétention d'eau d'une farine.
- Breakdown : rupture des grains d'amidon. Un breakdown bas montre un faible taux de rupture des grains d'amidon.
- Setback : processus de gélation de l'amylose. Un setback bas indique un faible taux de rétrogradation de l'amidon.
- Viscosité finale : une haut viscosité indique la capacité de la farine à former une matrice visqueuse après cuisson et refroidissement.

#### 6.1.2. Développement de la formulation

Ce point aborde dans un premier temps la techno-fonctionnalité des ingrédients, ensuite les formulations de départ pour notre produit ainsi que des précisions sur les méthodes et enfin le matériel & méthode réellement mis en place pour la réalisation de nos essais.

### 6.1.2.1. Techno-fonctionnalité des ingrédients

Les ingrédients du pain sans gluten comprennent celles du pain conventionnel et sont souvent supplémentés d'amidon, additifs et de matière grasse (Tableau 29).

*Tableau 29. Fonctions des ingrédients: en gris, ceux présents dans le pain conventionnel.*

Ingrédients & additifs	Type	Molécules/entités actives	Fonction(s)
Levure	Microorganisme	Saccharomyces cerevisiae	- Levée de la pâte par fermentation
Eau	Ingrediant liquide	H <sub>2</sub> O	- Apport pour la gélatinisation - Plastifiant - Dissolution efficace si présente en tant/tant par rapport aux ingrédients secs
Sel	Ingrediant solide	NaCl (commercialisé : iodé)	- Exhauteur de gout
Sucre ou Sirop de glucose	Glucide	Glucose	- 'Starter' des microorganismes
Farine de riz	Ingrediant sec	Amylose/Amylepectine Taux d'amidon endommagé	- Farine la moins chère : limite le coût des matières premières - Formation du réseau alvéolé - Elasticité de pâte - Si peu d'amidon endommagé (LDS : < 5%) : émulsion particulière favorisant la rétention de gaz et le volume spécifique
Farine de sorgho	Ingrediant sec	Amylose/Amylepectine	- Alternative plus durable au riz - Présence de 5-25% augmente le volume - Traitement HP du sorgho augmente le volume du pain et son élasticité - Eviter d'en avoir trop sinon rassissement accéléré
Farine de sarrasin	Ingrediant sec	Amylose/Amylepectine Composition nutritionnelle	- Alternative plus durable au riz - Haute valeur nutritionnelle - Grande capacité de rétention d'eau et bon support de chauffe menant à une gélatinisation structurante qui augmente le volume et les alvéoles du pain - Taux d'amylose élevé et amylepectine faible: augmente l'élasticité du pain frais et limite le taux de rassissement - Présence de lipides polaires : stabilisants des alvéoles qui augmente le volume du pain - Coloration de la mie

Additifs	Agent de texture (hydrocolloïde)	E464 - Hypromellose (HPMC)	<p>Pour les hydrocolloïdes (HC) :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Augmentation de la viscosité de la pâte pour une bonne rétention de gaz</li> <li>- Augmentation de l'absorption d'eau, augmentant l'élasticité de la pâte et la rétention des gaz</li> </ul> <p>Pour l'HPMC uniquement :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Tensioactif : éviter la coalescence des alvéoles pour une pousse homogène</li> <li>- Seul HC à former des gels par chaleur, durcissement des alvéoles</li> </ul>
		Xanthane	
Fécule de pomme de terre	Amidon	Amylose/Amylectine	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Granulométrie complémentaire aux autres amidons : augmente la continuité du réseau amidon-HC et donc la rétention de gaz</li> <li>- Alternative durable au riz</li> <li>- Importance intermédiaire dans la formulation par rapport au riz-sarrasin car gélatinisation énergivore et viscosité finale faible</li> </ul>
Albumine d'œuf	Protéine	Albumine	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Propriété moussante : structuration du réseau et augmentation de la rétention de gaz</li> <li>- Dénaturation à faible température : renforcement rapide de la structure de mie et augmentation du volume spécifique du pain</li> </ul>
Huile végétale	Lipide	AGPI / AGMI	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rétention des gaz par augmentation de la continuité du réseau d'amidon</li> <li>- Sensation buccale d'humidité</li> <li>- Arôme</li> <li>- Limitation du rassissement par formation de complexes amylose-lipide</li> <li>- Antiadhésif de cuisson (auxiliaire)</li> </ul>

### 6.1.2.2. Formulations initiales

En prenant en compte les informations du Tableau 29, on peut discuter de la présence en masse des farines/amidons dans la formulation. Le riz, moins cher, limite le coût mais n'est pas durable. Le sorgho a un impact positif optimal sur le volume spécifique lorsqu'il est présent de 5 à 25%. Le sarrasin, à haute valeur nutritionnelle et avec une bonne capacité de gélatinisation, est à favoriser et enfin, l'amidon de pomme de terre, dont la gélatinisation est plus énergivore et permet une viscosité finale faible que le sarrasin et le riz, est à introduire dans la formulation de manière intermédiaire. L'importance en masse des farines/amidons dans la formulation peut donc être la suivante : sarrasin > pomme de terre > riz LDS > sorgho.

Au vu de ces considérations, quatre formulations, déterminées à partir de la littérature (Tableau 30), sont discutées dans ce point.

Tableau 30. Formulations, fournisseurs et prix : la 4<sup>e</sup> formulation (grisée) est retenue.

Ingrédients & Additifs	Fournisseur (prix au kg TTC)	Formulation 1 Matos & Rosell, 2013 <b>9 ingrédients</b>	Formulation 2 Alvarez <i>et al.</i> , 2009 <b>8 ingrédients</b>	Formulation 3 Hager <i>et al.</i> , 2012 <b>9 ingrédients</b>	Formulation 4 Vallons <i>et al.</i> , 2010 <b>9 ingrédients</b>
Farine (crème de) de riz (g)	Kazidomi (7.36€)	500	500	400	200
Farine de sorgho (g)	Kazidomi (6.18€)	//	//	//	100
Farine de sarrasin (g)	L'Escaille (3.18€)	//	500	300	400
Amidon pomme de terre (g)	Bruyerre (1.73 €)	500	//	300	300
Levure sèche (g)	Colruyt (7.98€)	50	30	50	50
Sel (g)	Colruyt (0.28€)	20	20	20	20
Sucre (g)	Colruyt (0.53€)	50	30	50	50
Huile végétale (g) (tournesol)	/	60	60	//	//
Lait écrémé en poudre (g)	/	100	//	//	//
Blanc d'œuf en poudre (g)	Pulviver (7.5€)	//		20	20
E464 (HPMC) (g)		22	//	22	22
Xanthane gum (g)	//	//	5	//	//
Eau (ml)	Eau de distribution	790	870	790	1000
<b>Total poids sec (g)</b>	//	1302	1145	1162	1162
<b>Total poids humide (g)</b>	//	2092	2015	1952	2162

La première formulation provient l'étude de Matos & Rosell (2013) avec l'utilisation de riz couplée à l'amidon de pomme de terre. La deuxième formulation se réfère à l'étude de Alvarez *et al.*(2009) qui met en évidence l'utilisation de farine de riz et de sarrasin. D'autres formulations avec de la farine d'avoine ont été envisagées car celui-ci permet un bon volume de pâte et est économique, moins cher que le maïs (Hager *et al.*, 2012). Cependant, le choix s'est porté sur l'utilisation d'un mélange de farine de riz, sarrasin et d'amidon de pomme de terre car les études ne sont pas concordantes sur la toxicité de l'avoine dans la CD. Le mélange de farine de sarrasin et de riz quant à lui n'a pas encore été développé par la concurrence, ce qui peut être une distinction pour notre produit dans le marché. Dans le but de réduire l'empreinte écologique du riz, nous l'avons partiellement substitué par du sorgho, qui tend à être produit localement. La 4<sup>e</sup> formulation, comprenant de manière décroissante du sarrasin, de l'amidon de pomme de terre, du riz LDS (< 5%) et du sorgho, est donc retenue

pour nos essais. Notons que l'élaboration de ces formulations pour notre produit sont à priori et d'ajuster la formulation afin d'approcher une qualité de produit optimal (voir point 5.4).

Les valeurs nutritionnelles des quatre formulations sont reprises dans le Tableau 31.

*Tableau 31. Valeurs nutritionnelles des formulations (Ciqual).*

Par 100 g	Formulation 1	Formulation 2	Formulation 3	Formulation 4
Energie [Kj ]	1078,0	1000,9	951,1	869,6
Energie [Kcal]	255,9	238,4	225,4	205,9
Graisses [g]	4,1	4,7	1,1	1,0
Graisses saturées [g]	0,6	0,7	0,2	0,2
Glucides [g]	49,1	41,6	47,0	42,4
Dont de sucre [g]	2,7	1,7	3,0	2,7
Fibre alimentaire [g]	1,6	2,5	2,2	2,2
Protéines [g]	5,1	6,1	5,9	5,7
Sel [g]	1,1	1,1	1,1	1,0

#### 6.1.2.3. Indications de fabrication du pain sans gluten

Les pâtes qui ne contiennent pas de matières auxiliaires telles que le gluten et les épaississants sont molles et facilement écrasées pendant la fermentation et la cuisson. Lors de la fabrication du pain GF, bien que notre formulation contienne de l'épaississant, il est pertinent de porter attention à certaines 'bonnes pratiques' afin de favoriser l'émulsion particulière de l'amidon, notamment de riz LDS (voir point 2.3.1) et donc la stabilisation des alvéoles (Yano, 2017):

- 1) Eviter autant que possible d'entraîner de l'air lors de l'agitation de la pâte afin de ne pas déstabiliser l'interface amidon entre le gaz et la phase liquide.
- 2) Pointage : ajouter la levure par petite quantité et progressivement pour que la levure soit uniformément dispersée et que de petites bulles soit uniformément générées, sans éclater.
- 3) Apprêt : contrôler précisément la température afin que la taille des bulles devienne uniforme pendant le processus de fermentation et qu'elles n'éclatent pas.
- 4) Cuire et gélatiniser rapidement l'amidon avant la rupture des bulles instables pour cuire la pâte en une seule fois, d'où l'intérêt de la cuisson ohmique pour chauffer rapidement.

#### 6.1.2.4. Indications de fabrication du pain avec gluten

La composition de la pâte à pain avec gluten se base sur la méthode AACC 1995 (AACC, 1995) : 500g de farine de blé, 10g de sel, 5g de sucre, 10g de levure et 300ml d'eau. Afin d'approcher la couleur du pain GF, de la farine T80 (bise ou semi-complète) sera employée. Les couples de temps et température de la cuisson OH ainsi que la cuisson 'témoin' sont les mêmes que pour le pain GF.

### 6.1.2.5. Matériel employé pour la formulation

Le matériel employé ainsi que les matières premières sont identiques pour l'ensemble des méthodes présentées dans cette section. Les masses précisées désignent le conditionnement des matières premières.

*Matières premières avec gluten :*

- Farine de froment T80 (Moulin Artisanal – Ferme Bare, B 5910 Balatre 131 rue de la Place) – 5 kg

*Matières premières sans gluten :*

- Farine de riz blanche (Vajra) – 500g
- Farine de sorgho (Ma vie sans gluten) – 500 g
- Amidon de pomme de terre (Bruyerre) – 5 kg
- Farine de sarrasin (Ferme de l'Escaille ) – 5 kg
- Albumine d'œuf – Haut gel (Pulviver) – 5 kg
- Sel (Everyday) – 1 kg
- Sucre cristal (Everyday) – 1 kg
- Levure déshydratée (Bruggeman) – sachets de 11g
- Eau de distribution

*Matériel :*

- Four de boulangerie modulaire ST-86 à double étages à chauffe réfractaire (Salva)
- Armoire de pousse (Salva)
- Trébuchet
- Mélangeur Kenwood Chef avec pétrin
- Moules de cuisson pour micropanification (7.8 x 4.5 x 4.5 cm)

### 6.1.2.6. Protocole de fabrication de pain avec gluten

Le protocole de panification est présenté en Figure 73.

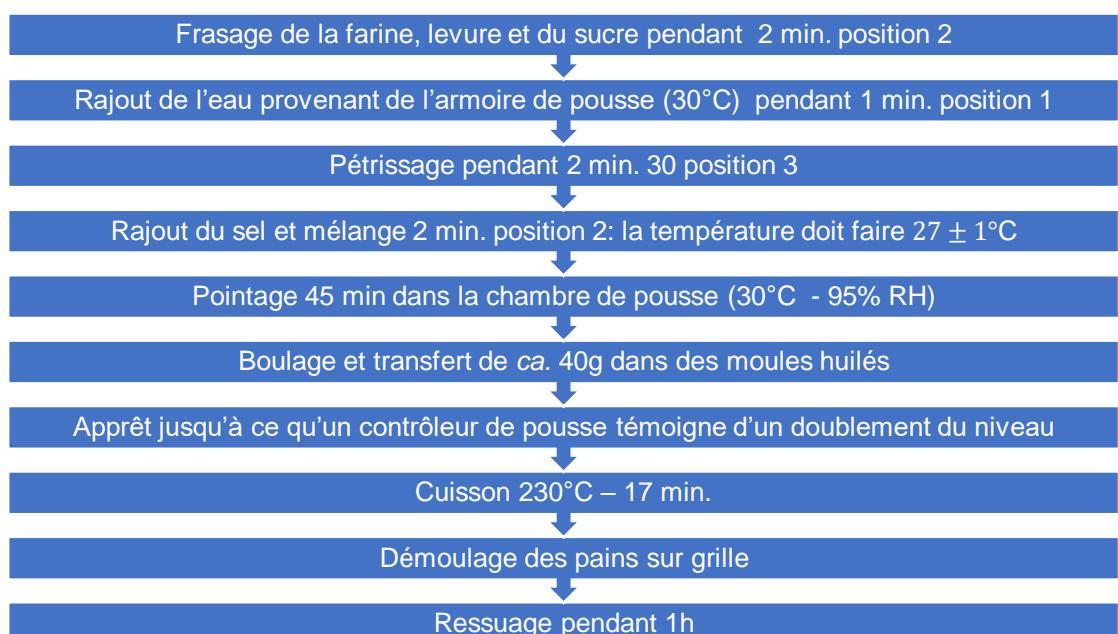


Figure 73. Protocole de panification des pains avec gluten.

La méthode AACC 1995 est prise comme formulation avec gluten de départ : 500 g de farine T80, 300 ml d'eau, 11 g de levure, 10 g de sel et 5 g de sucre. La quantité d'eau sera adaptée par rapport aux résultats du farinographe. La masse introduite des moules sera également adaptée afin de remplir le moule de manière optimisée, en prévision de la comparaison de la comparaison avec la cuisson ohmique et avec le pain sans gluten.

#### 6.1.2.7. Protocole de fabrication de pain sans gluten

Tous les essais de ce point se basent sur la formulation moyenne (Tableau 32).

Tableau 32. Formulation employée pour la sélection des ingrédients, exprimée sur 200 g de mix (sarrasin – sorgho – riz – pomme de terre).

Ingrédient	Masse [g]
Farine de riz	40
Farine de sarrasin	80
Amidon de pomme de terre	60
Farine de sorgho	20
HPMC	4.4
Albumine	4
Sel	2
Sucre	2.4
Levure	4.4
Eau	200

Le protocole de panification est présenté en Figure 74.

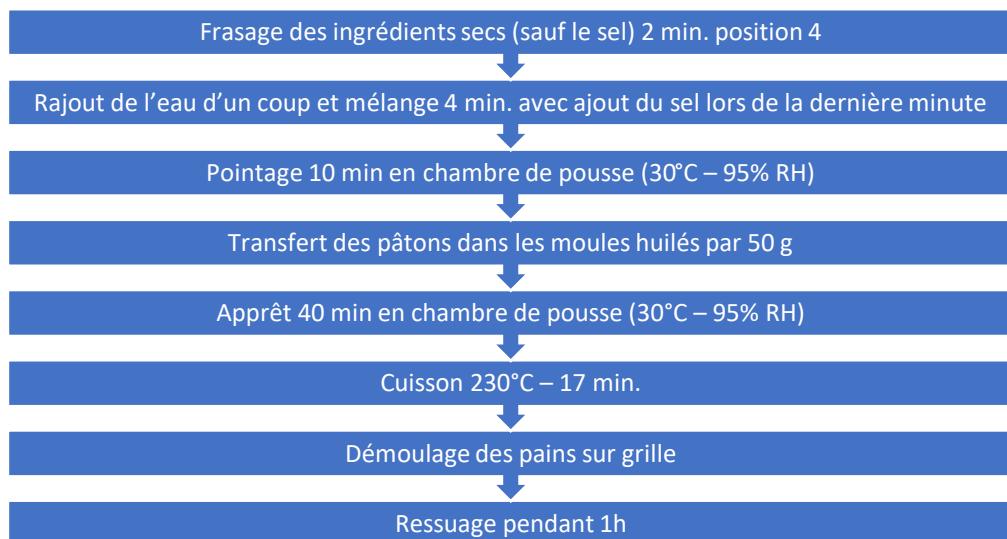


Figure 74. Protocole de mélange des pains sans gluten.

### 6.1.3. Caractérisation du produit

#### 6.1.3.1. Volume spécifique

Le volume spécifique  $V_{spécifique}$  [cm<sup>3</sup>/g] se calcule par le ratio du volume V sur la masse m :

$$V_{spécifique} = \frac{V}{m}$$

I) Objectif :

Comparer le volume développé lors de la panification de différents pains entre eux.

II) Matériel :

- 2 contenants de capacité égale, assez grande pour contenir un micropain
- Graines de colza séchées
- Racle
- Une structure verticale composée de haut en bas : un entonnoir d'introduction des graines, une chambre de réception des graines dont le fond est composé d'un tamis et d'une plateforme pour le contenant, d'un second entonnoir sous le tamis pour réceptionner l'excédent de graines et d'un pied gradué pour mesurer l'excédent.
- Trébuchet

III) Méthode :

Le volume spécifique du pain s'établit par les étapes suivantes, à effectuer en double :

- 1) Le pain est pesé sur le trébuchet
- 2) Le pain est introduit dans un contenant, placé sur la plateforme centrale de la structure
- 3) L'autre contenant est rempli à ras-bord de graines : l'excédent est raclé
- 4) Les graines de colza sont déversées en amont de la structure et remplissent l'autre contenant avec le pain jusqu'à déborder
- 5) Le volume de débordement de graines correspond au volume du pain présent dans la structure et est lu au niveau du pied gradué

#### 6.1.3.2. Analyse du profil de texture

I) Objectif :

Comparer le profil de texture des pains entre eux.

II) Matériel :

- Trancheuse à pain
- Texturomètre SMS TAXT2 équipé d'une sonde sphérique de 1 pouce

III) Méthode :

L'analyse du profil de texture (TPA) est permise par la mesure de l'évolution de la force nécessaire pour comprimer le pain par le texturomètre, au cours du temps. Les étapes de mesures sont les suivantes :

- 1) Tranchage du pain : les tranches sont numérotées selon leur ordre de coupe, comme présenté dans la

2) Figure 75. L'épaisseur de coupe est fixée à 13 mm.

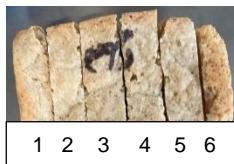


Figure 75. Numérotation des tranches.

3) TPA : les mesures sont effectuées sur les tranches 2 et 4. Le texturomètre enfonce la sonde à 6.5 mm dans la tranche (50% de l'épaisseur), puis remonte et réeffectue la compression 5 sec après. Les paramètres de test sont les suivants :

- Measure type : Measure force in compression
- Test type : Texture Profile Analyzer
- Test speed : 2,0 mm/s
- Pré-test speed : 2,0 mm/s
- Post-test speed : 2,0 mm/s
- Time : 5 s
- Trigger Force : 0.001 N
- Distance : 6,5 mm

4) Obtention d'un profil de texture : les paramètres déduits du TPA (Figure 76) sont présentés dans le Tableau 33.

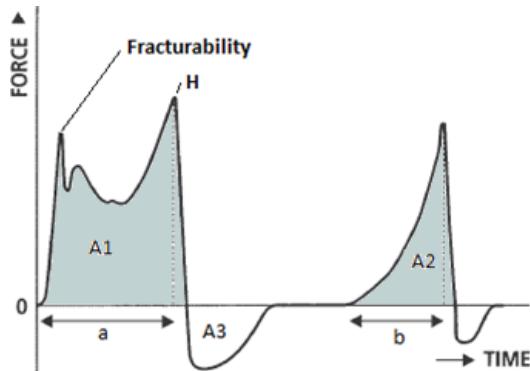


Figure 76. TPA

Tableau 33. Paramètres déduits du TPA (Adapté de Trinh, 2012).

Propriété mécanique	Définition	Détermination	Unité
Dureté (Hardness)	Force nécessaire pour atteindre une déformation donnée	H	g
Cohésion (Cohesiveness)	Indice de la force des liens internes qui assurent le « corps » du produit	$\frac{A_2}{A_1}$	%
Elasticité (Elasticity)	Taux auquel un échantillon déformé reprend son état initial après arrêt de la force de déformation	$\frac{b}{a}$	%
Résistance de mastication (Chewiness)	Force nécessaire pour mastiquer un échantillon semi-solide	$H * \frac{A_2}{A_1} * \frac{b}{a}$	g

### 6.1.3.3. Alvéolage de mie

#### I) Objectif :

Comparer la proportion, la taille et la surface des alvéoles de mie des différents pains.

#### II) Matériel :

- Appareil photo : Iphone 12 Mpx f/1,8
- Portoir de laboratoire
- Latte
- Feuille blanche
- Hotte ou lieu avec éclairage neutre et uniforme
- Jupyterlab (Python 3.0) pour le traitement d'image

#### III) Méthode :

Afin de caractériser l'alvéolage, différents paramètres tels que la porosité et le nombre d'alvéoles par unité de surface sont évalués par traitement informatique d'une prise des tranches 2 et 4 fraîches des pains de formulation moyenne, optimisée et avec gluten. Ils sont obtenus à partir d'un code Python 3.0, dont la démarche est présentée en Figure 77.

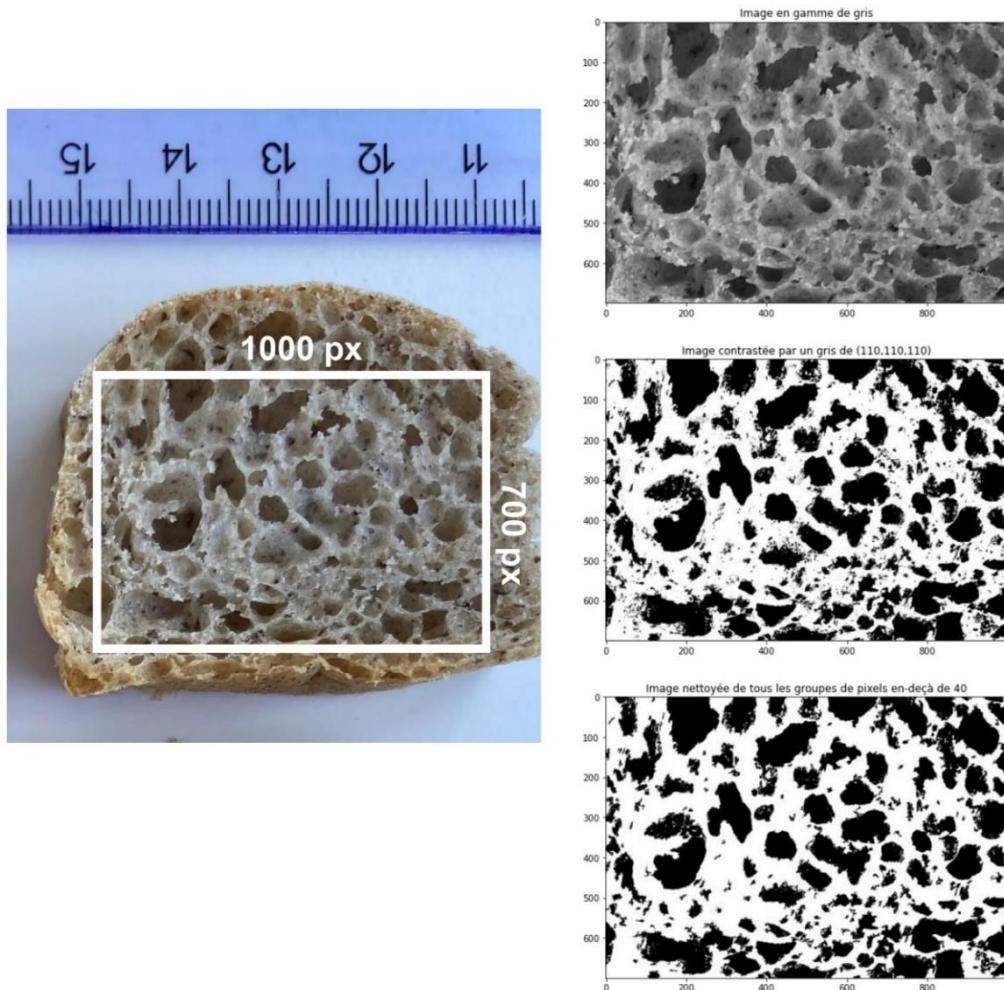


Figure 77. Principe de traitement numérique de l'alvéolage de la tranche 4 de la formulation sans gluten initiale : à gauche, le recadrage effectué pour chaque prise - à droite, le traitement Python de la même image.

Le téléphone est placé sur un portoir de laboratoire dans une hotte afin de garantir une balance des blancs et une luminosité stable et que le focus soit le plus homogène possible entre les différentes prises. Une règle est placée dans le champ du capteur afin de permettre lors du traitement une conversion pixel – cm. Chaque image est ensuite recadrée en 700 par 1000 pixels afin d'uniformiser le traitement et est ensuite chargé dans le shell d'Anaconda (JupyterLab) afin d'évaluer la porosité et le nombre d'alvéoles par cm<sup>2</sup>. Le code traite chaque image de la manière suivante :

- 1) Conversion de l'image en échelle de gris : le code RVB (x,y,z) passe en (d,d,d)
- 2) Détection des trous : on déclare par essai/erreur que la différence d'une alvéole et d'une 'non-alvéole' est à un niveau de gris de (110,110,110) et on transforme toutes les alvéoles en noir et les 'non-alvéoles' en blanc.
- 3) Elimination du bruit : on enlève les groupes de pixels inférieurs à 40 (choix judicieux décidé par appréciation), afin de ne conserver que les alvéoles réelles.
- 4) Comptage des alvéoles : le code retourne le nombre d'alvéoles par cm<sup>2</sup>.

Afin d'évaluer la 'porosité', étant donné que la figure nettoyée (voir en bas à droite, Figure 77) ne comporte que du blanc (valeur de 0) ou du noir (valeur de 1), il convient de faire la moyenne sur toute la figure et on obtient la porosité de la tranche. Afin d'évaluer la surface moyenne des alvéoles, étant donné que la taille de l'image et la proportion d'alvéoles sont connues et donc la surface totale d'alvéoles également, on peut en déduire la surface moyenne par alvéole en divisant la surface totale d'alvéoles par le nombre totale d'alvéoles. Enfin, les paramètres sont moyennés sur deux tranches par formulation.

#### 6.1.3.4. Couleur de mie

##### I) Objectif :

Comparer la couleur de mie des pains entre eux.

##### II) Matériel :

- Spectrocolorimètre (Hunter Lab®, ColorFlex EZ).
- Tranches 2 & 4 des pains (voir point 6.1.3.2).

##### III) Méthode :

L'échelle de couleurs Hunter Lab/CIELab est une méthode de référence pour évaluer la couleur d'un produit alimentaire (Fellows, 2017). L'espace CIELab (Figure 78) forme un espace colorimétrique uniforme, organisé sous forme de cube, dans lequel les points tracés correspondent aux différences visuelles entre les couleurs. L'axe L s'étend de haut en bas. Le maximum pour cette valeur est 100, correspondant au blanc, et son minimum est 0, correspondant au noir. Les axes « a » et « b » n'ont aucune limite numérique spécifique. L'axe « a » positif est rouge et le négatif est vert tandis que l'axe « b » positif est jaune et le négatif est bleu.

L'appareil est calibré avant chaque mesure à l'aide d'un disque noir et un disque blanc. La tranche de pain est placée dans le cylindre de mesure (64 mm de diamètre). Celui-ci est ensuite placé sur le spectrocolorimètre pour effectuer la mesure. Les mesures donnent des valeurs pour les paramètres L, a, b et ces résultats sont à interpréter à l'aide d'une échelle de couleurs.

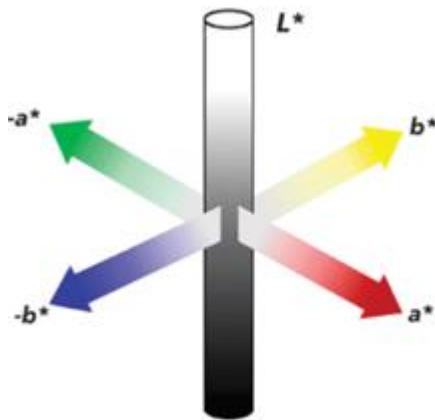


Figure 78. Espace colorimétrique CIELab.

#### 6.1.4. Optimisation de la formulation sans gluten

##### I) Objectif :

Optimiser la formulation pour l'obtention d'un pain sans gluten qui a un volume spécifique maximal avec une chewiness minimale.

##### II) Matériel :

Le matériel et les matières premières sont identiques à ce qui est décrit au point 6.1.2. Le matériel (ainsi que les méthodes) de mesure de volume spécifique et de texture sont identiques à ce qui est respectivement décrit aux points 6.1.3.1 et 6.1.3.2.

##### III) Méthode :

Le Tableau 34 présente la démarche expérimentale pour l'optimisation de notre formulation.

Tableau 34. Formulation du plan expérimental.

<b>Objectifs</b>	Détermination des effets de la teneur [w/w] de différentes ingrédients (sarrasin B, amidon de pomme de terre P, sorgho S) sur le volume spécifique et chewiness (Y)				
<b>Contrainte</b>	Présence dans tous les essais de 20% [w/w] en riz				
<b>Facteurs quantitatifs</b>	Nom	Description : teneur en...	Unité	Valeurs visées $\nu$	Domaine de $\nu \pm 0.6\nu$
	B	Sarrasin	%	40%	16 à 64%
	P	Amidon de pomme de terre	%	30%	12 à 48%
	S	Sorgho	%	10%	4 à 16%
<b>Modèle proposé</b>	Modèle canonique d'ordre 2 pour problème de mélange: $Y = \delta_B B + \delta_P P + \delta_S S + \delta_{BP} BP + \delta_{PS} PS + \delta_{SB} SB + \epsilon$				
<b>Contraintes du test</b>	Contraintes expérimentales du type $L_i \leq X_i \leq U_i$ : mélange de type III $\Rightarrow B + P + S = 0,8$ : Utilisation d'un plan D-Optimal (constant : 20% de riz)				
<b>Nombre d'essais minimal</b>	Le nombre d'essais minimal est le nombre de paramètres à estimer plus 3 répétitions au centre (B. Govaerts comm. pers.), donc 9 essais dans notre cas au minimum. Par JMP Pro 15, le plan D-Optimal recommande dans notre cas 12 essais, avec 3 répétitions supplémentaires que le plan minimal de 9 essais.				

Le but est d'obtenir des qualités de pain optimisées, par l'unique variation de proportion relative des différentes farines (riz-sorgho-sarrasin-pomme de terre). Pour ce faire, on suit une méthode statistique dont les étapes sont les suivantes :

1) *Prévision d'un plan de mélange grâce au logiciel JMP Pro 15 (SAS) :*

Il s'agit d'un choix statistique judicieux de différentes proportions de farine, appelés 'essais', qui remplacent le mélange initial du Tableau 32 (Sarrasin-Sorgho-Riz-Pomme de terre). Notons que le reste des ingrédients est inchangé, à l'exception de l'HPMC qui est retirée, dont le retrait sera justifié par après. Le plan de mélange généré est présenté dans le Tableau 35.

Tableau 35. Plan d'expérience D-Optimal à 12 essais, réexprimées par % w/w : en gris, les points centraux répétées, en vert et bleu, les points répétés afin de maximiser l'efficience D (0,19). Le taux riz est fixé à 20%.

	Rice	Buckwheat	Potato	Sorgho	Total
#1	20.0	16.0	48.0	16.0	100.0
#2	20.0	22.7	47.9	9.4	100.0
#3	20.0	28.0	48.0	4.0	100.0
#4	20.0	30.4	33.6	16.0	100.0
#5	20.0	40.0	30.0	10.0	100.0
#6	20.0	40.0	30.0	10.0	100.0
#7	20.0	40.0	30.0	10.0	100.0
#8	20.0	42.4	33.6	4.0	100.0
#9	20.0	52.0	12.0	16.0	100.0
#10	20.0	52.0	12.0	16.0	100.0
#11	20.0	64.0	12.0	4.0	100.0
#12	20.0	64.0	12.0	4.0	100.0

2) *Réalisation de trois pains par essai selon le protocole classique (voir Figure 74)*

3) *Mesure pour chaque essai en triple de la texture et du volume spécifique*

4) *Modélisation des données de texture et de volume spécifique par JMP Pro 15 :*

Un modèle est appliqué aux données mesurées afin de les estimer par une relation qui exprime le volume spécifique et la chewiness en fonction des taux en masse en sarrasin (B), amidon de pomme de terre (P) et sorgho (S). Le modèle maximal estimé est le modèle canonique d'ordre 2 (MC2) :

$$MC2 = \delta_B B + \delta_P P + \delta_S S + \delta_{BP} BP + \delta_{PS} PS + \delta_{SB} SB$$

Où  $\delta_x$  est le coefficient du paramètre x.

Les paramètres non significatifs (p-valeur > 5%) sont rejettés et le modèle est estimé à nouveau. L'opération est répétée ensuite jusqu'à ce que tous les paramètres restants soient significatifs.

5) *Validation du modèle par différents critères par JMP Pro 15 :*

Enfin, le modèle est validé par différents critères (B. Govaerts comm. pers.) :

- Coefficient de détermination ajusté  $R_{ajd}^2$  : il mesure la qualité de l'ajustement du modèle et est à maximiser. Il est compris entre 0 et 1.

- Analyse de la variance (Test global F) : il prend en compte la variance résiduelle et teste la significativité du modèle. Sa p-valeur doit être inférieure à 5%.
- Lack of Fit : il détecte un éventuel problème de choix de modèle en comparant l'erreur pure et l'erreur résiduelle. Sa p-valeur doit être supérieure à 5%.

Si ces trois points sont vérifiés, le modèle ne présente pas de défaut d'ajustement.

- Variance homogène : les résidus doivent être répartis homogènement autour de la moyenne.
- Normalité des résidus : les résidus doivent être compris dans les écarts-types à 95% de significativité.

Si ces deux points sont vérifiés, le modèle est significatif pour décrire le paramètre étudié.

#### 6) *Déduction d'une formulation optimisée par recherche de compromis :*

L'outil 'Contour Profiler' de JMP permet de projeter sur un diagramme de mélange les courbes de niveau des modèles validés de Chewiness et de volume spécifique. En faisant varier les taux des différents constituants, on obtient les valeurs modélisées de volume spécifique et chewiness théorique. Ainsi, on vise à être dans le quartile inférieur (25%) de la distribution de données modélisées par les essais pour la Chewiness et dans le quartile supérieur pour le volume spécifique (75%). La proportion relative des différentes farines vérifiant ces deux points par Contour Profiler est retenue comme formulation optimisée.

#### 7) *Validation de la formulation optimisée :*

Trois pains de la formulation optimisée déduite des modèles sont réalisés et on mesure le volume spécifique et la texture pour s'assurer que les prédictions des modèles sont concluantes. En outre, l'alvéolage de la mie des pains à formulation optimisée est comparée à la formulation initiale et à la formulation avec gluten. Enfin, l'évolution du taux de rassissement est suivie sur 4 jours après ouverture afin de confirmer que la formulation optimisée ne rassit pas plus vite que celle initiale. La méthode de mesure du taux de rassissement sera décrite au point 6.1.6.4.

### 6.1.5. Confrontation de la formulation optimisée au marché

#### I) Objectif :

Comparer deux produits de la concurrence directe (voir point 4.2.1) à notre produit afin d'en déduire la valeur de celui-ci sur le marché. Les deux produits comparés sont le pain GF 'Vital' (Schär) et le pain gris sans gluten (Delhaize).

#### II) Matériel :

- Pour le volume spécifique : voir point 6.1.3.1
- Pour l'alvéolage : voir point 6.1.3.3
- Pour l'humidité : voir point 6.1.1.2
- Pour le TPA : voir point 6.1.3.2

### III) Méthode :

Dans un premier temps, le volume spécifique est évalué. Deux tranches du milieu du paquet sont découpées en carré de 4x4cm afin de correspondre à la taille de la mie des tranches de micropains de notre formulation. Successivement, l'alvéolage, le TPA et l'humidité sont évalués. Toutes les mesures sont effectuées en double.

#### 6.1.6. Conservation du produit

Notre choix de matériau d'emballage s'est porté sur l'emploi du PA/LLDPE (voir point 7.3.2.1), composant les sacs sous vide à 90  $\mu$  (20  $\mu$  de polyamide et 70  $\mu$  de polyéthylène). Le taux de transmission d'oxygène (OTR) exprime la quantité d'oxygène en volume qui passe à travers l'emballage par unité de temps, de surface d'emballage et de pression. Les équivalents pour le CO<sub>2</sub> et le N<sub>2</sub> sont respectivement le CO<sub>2</sub>TR et de N<sub>2</sub>TR. Dans le cas du PA/PE 90  $\mu$ , le fournisseur (LP Horeca) référence par la méthode DIN 53380 (23°C/75% RH) un OTR, un CO<sub>2</sub>TR et un N<sub>2</sub>TR respectivement de 60, de 190 et de 12 cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>jbar: il est une bonne barrière à l'azote et donc en théorie efficace pour contenir une atmosphère modifiée (MAP) d'azote (N<sub>2</sub>) en remplacement de l'oxygène, ce qui permettrait de limiter le développement des microorganismes aérobies dans notre pain à formulation optimisée.

##### I) Objectif :

Réaliser le suivi des pains à formulation optimisée emballés en sacs sous vide sur 10 jours et vérifier l'intérêt de l'emploi d'un emballage à atmosphère modifiée (MAP) N<sub>2</sub> pour améliorer la conservation du produit en éliminant un maximum d'oxygène en contact avec le produit et donc le développement de microorganismes aérobies, notamment des levures/moisissures et de germes totaux.

##### II) Matériel :

- Sacs PA/PE 90  $\mu$  - 15 x 20 cm
- Sous-videuse Multivac soudeuse à chaud
- Pains sans gluten à formulation optimisée
- Sonde map-pak de mesure du taux de O<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> (Combi)

##### III) Méthode :

Une emballeuse sous videuse soudeuse à chaud MULTIVAC est raccordée à une bomonne de gaz dont le détendeur délivre du N<sub>2</sub> à environ 1.5 bar. Les micropains sont introduits en double dans chaque sac et la buse de réinjection de gaz est disposée à l'entrée du sac. Ensuite, les sacs sont soutirés à vide puis remplis par l'azote à 750 mbar (valeur maximale d'introduction de gaz possible avec la MULTIVAC) : cette valeur est prise car l'atmosphère ambiante étant en surpression (1013 mbar), on désire limiter l'entrée d'oxygène dans notre emballage. En parallèle, une série équivalente témoin est réalisée mais l'azote est remplacé par une injection à 750 mbar d'air ambiant. Les produits emballés sont conservés à l'abri de la lumière à température ambiante (ca. 23°C) pour approcher des conditions de vente en magasin.

Des mesures d'activité de l'eau, de pH, de germes totaux aérobies et levures/moisissures osmophiles et de taux de rassissement sont ensuite mesurées le jour de production, après 3, 7 et 10 jours. Les méthodes de ces différentes analyses seront décrites par après dans cette section. En parallèle, l'évolution de la MAP est suivie au moyen d'une sonde map-pak combi O<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub>, qui reflète du taux de gaz présent au sein de l'emballage.

### 6.1.6.1. Activité de l'eau

L'activité de l'eau  $a_w$  est définie comme le rapport entre la pression de vapeur mesurée sur un aliment ( $p_a$ ) par rapport à la pression de vapeur saturante de l'eau à 25°C ( $p_0$ ) (Fellows, 2017):

$$a_w = \frac{p_a}{p_0}$$

Elle détermine la proportion d'eau libre d'un aliment, mobilisable notamment par les microorganismes : pratiquement aucun microorganisme ne se développe en dessous de 0.6, la plupart des levures sont inhibées en dessous de 0.8 et la plupart des bactéries ne se développent pas sous 0.9. L'activité de l'eau est donc un indicateur de conservation.

#### I) Objectif :

Comparer l'activité de l'eau des pains entre eux.

#### II) Matériel :

- Cupule de mesure 10 ml (Aqualab)
- Chambre de mesure (Aqualab® Decagon CX3, chambre Zanotti)

#### III) Méthode :

Les cupules de mesure (réf. Aqualab, 10 ml) préalablement remplie à moitié des échantillons sont mis à température de 20 °C avec leur couvercle pendant 1 heure minimum. La cupule est introduite dans l'appareil de mesure, préalablement contrôlé, sans son couvercle pendant la mesure.

### 6.1.6.2. Potentiel hydrogène

Le potentiel hydrogène (pH) est directement proportionnel de la concentration en protons  $H^+$  acides d'une solution et témoigne donc de l'acidité d'un milieu:

$$pH = -\log H^+$$

La plupart des bactéries ont une croissance optimisée à 5.5-5.8 et les levures à 4.5-5.5 : il convient donc de viser un pH le plus bas possible sans perturber les qualités sensorielles du produit car une matrice acide se conservera plus longtemps (Fellows, 2017).

#### I) Objectif :

Comparer le pH des pains entre eux.

#### II) Matériel :

- pH-mètre (TWT® 315i).
- sonde de pénétration (réf. Blueline 21 pH)
- berlin de rinçage
- pissette d'eau déminéralisée

#### III) Méthode

Après étalonnage du pH-mètre, la sonde de pénétration est enfoncée à une profondeur d'environ 1,5 cm dans l'échantillon. La mesure est effectuée en double et la sonde est rincée à l'eau déminéralisée entre les essais.

### 6.1.6.3. Microorganismes

Le suivi des microorganismes est un paramètre fondamental de la conservation du pain. Toutefois, la cuisson permet une pasteurisation longue permettant en théorie d'éliminer la grande majorité des pathogènes. Pour cette raison, le suivi des microorganismes n'est réalisé que sur les germes totaux aérobies (GTA) et sur les levures/moisissures osmophiles (LM) (par hypothèse que l'activité de l'eau de notre pain est inférieure à 0.95).

#### I) Objectif :

Comparer le développement de microorganismes entre les différents pains.

#### II) Matériel :

- Pipettes sérologiques jetables – 2 ml (VWR)
- Boites de Pétri (VWR)
- Autoclave
- Sac stomacher à filtre
- Eau peptonée
- Agitateur à pédales
- Bec bunsen
- Incubateur

#### III) Méthode :

Les valeurs seuils à ne pas franchir sont pour les GTA et LM respectivement de  $10^6$  CFU/g et de  $10^4$  CFU/g. Le nombre de colonies de microorganismes par g [CFU/g] s'obtient par la méthode suivante, réalisée dans un environnement rendu stérile, grâce à la flamme du bec Bunsen et sous la hotte à flux laminaire, afin d'éviter une contamination extérieure au produit :

- 1) 10 g de pain, pesés à l'aide d'une balance, sont placés dans la partie droite dans sac d'homogénéisation et dilué au dixième dans de l'eau peptonée (solution mère).
- 2) L'échantillon est homogénéisé dans un stomacher pendant 3 min dans l'agitateur à pédales.
- 3) L'échantillon dilué et homogénéisé est prélevé dans la partie gauche du sac d'homogénéisation qui contient un filtre afin d'éviter le prélèvement simultané de particules alimentaires. Il est ensuite dilué successivement dans des tubes à essai contenant 18 ml d'eau peptonée, jusqu'à diluer la solution mère par  $10^7$  fois.
- 4) L'échantillon dilué est ensuite réparti dans les boites de Pétri, deux par dilution, l'un pour les GTA et l'autre pour les LM, à raison d'1 ml d'inoculum par boîte.
- 5) Le milieu de gélose, précédemment autoclavé et ramené au bain-marie à 48°C, est ensuite coulé par-dessus l'inoculum, à raison de ca. 15 ml par boîte. Le milieu gélosé employé pour les GTA est le PCA et pour les LM le DG18.
- 6) Les boîtes sont laissées à sécher sous le flux laminaire et ensuite incubées respectivement à 25°C pour les LM et à 30°C pour les GTA.
- 7) Les boîtes sont comptées après 72h d'incubation.

On en déduit un nombre de colonies par échantillon #Colonies [CFU/g], avec la formule :

$$\#colonies = \frac{n_c d_c + n_{c-1} d_{c-1}}{1.1}$$

Où n et d sont respectivement le nombre de colonie dans une boîte et d le facteur de dilution. L'indice c indique quant à lui la plus faible dilution où au moins une colonie est comptable.

#### 6.1.6.4. Taux de rassissement

##### I) Objectif :

Comparer le taux de rassissement des pains entre eux.

##### II) Matériel :

- Texturomètre SMS TAXT2 équipé d'une sonde sphérique de  $\frac{1}{2}$  pouce en inox
- Tranches 2 & 4 des pains (voir point 6.1.3.2).

##### III) Méthode :

Le taux de rassissement est réalisé sur 4 temps : Frais – 24h – 48h – 74h et est réalisé sur les tranches 2 et 4. Le test '*'Hold in time'*' (Figure 79) enfonce la sonde à 10 mm dans la tranche, puis maintient sa position pendant 1 min. Les paramètres sont les suivants :

- Measure type : Measure force in compression
- Test type : Hold until time
- Test speed : 2,0 mm/s
- Pré-test speed : 2,0 mm/s
- Post-test speed : 2,0 mm/s
- Time : 60 s
- Distance : 10,0 mm

Entre les différentes mesures, les pains sont stockés à 15°C dans des sacs en PA/PE, matériau de notre emballage retenu (voir point 7.3.2).

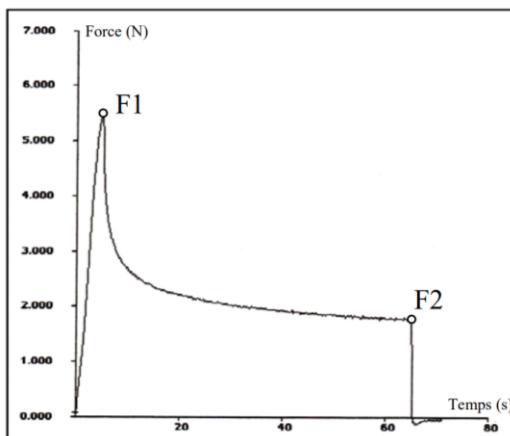


Figure 79. Graphique de l'analyse du texturomètre de type '*'Hold in time'*'

Grace à ce graphique, nous obtenons 2 forces (F1 & F2). La première (F1) est la force nécessaire à la sonde pour pénétrer dans la mie. La deuxième (F2) est la force résiduelle que la mie exerce sur la sonde après 1 min. Le rapport entre la F2 et la F1 (F2/F1) est égale au taux de rassissement du pain. Plus la valeur de ce rapport est haute, plus le pain est frais inversement, plus la valeur est basse, plus le pain sera rassis (Dubrowski, 2010).

## 6.1.7. Cuisson ohmique

Tous les essais sont réalisés avec la formulation sans gluten optimisée au point 6.1.4. Cette section aborde dans un premier temps la sécurisation du four ohmique, suivi de la conception et enfin de la réalisation du prototype de four à cuisson ohmique.

### 6.1.7.1. Sécurisation du four

Au-dessus de 25 V, un court-circuit déclenché par un humain au contact d'un circuit/composant électrique peut mener à des lésions (électrisation). Au-dessus de 60 V, la tension est assez élevée pour être létale (électrocution). De plus, un appareil non sécurisé peut endommager le matériel auquel il est connecté. C'est la raison pour laquelle il est indispensable de sécuriser l'appareillage du four ohmique. Les risques pour l'humain et le matériel sont décrits dans le Tableau 36.

*Tableau 36. Dangers pour l'humain/le matériel liés à l'électricité (Fuite électrique : principe et causes | Particuliers, s. d.; Technologie du disjoncteur magnéto-thermique - Dm 3, s. d., p. 3)*

Incident	Description de l'incident	Danger	
		Humain	Matériel
Courant de fuite	Perte de courant vers la terre ou vers un autre élément conducteur	Electrisation Electrocution	Plus énergivore
Surcharge de courant	Surintensité faible mais longue, causée par trop de composants connectés à la source	Electrisation Electrocution	Détérioration Incendie
Court-circuit	Surintensité forte de courte durée, causée par ex. par contact électrode - environnement	Electrisation Electrocution	Détérioration Incendie

Le disjoncteur divisionnaire (fusible réarmable) protège le matériel des surcharges et des courts-circuits. Le plus commun est le disjoncteur magnétothermique. La partie thermique est composée d'un bilame qui se déforme par effet Joule en cas de surcharge de courant, provoquant l'ouverture du circuit par dilatation du déclencheur. La partie magnétique se compose d'une bobine : elle transforme l'augmentation brutale de courant en énergie magnétique dû au court-circuit qui ouvre le circuit (*Technologie du disjoncteur magnéto-thermique - Dm 3, s. d.*). L'appareil employé pour détecter les courants de fuite est appelé 'interrupteur différentiel' : il mesure la différence de courant [A] qui rentre et qui sort du circuit. Si la différence excède un certain seuil *i.e.* 30 mA pour les circuits à risque (*e.g.* machines à laver en milieu humide) ou 300 mA pour les circuits conventionnels, le circuit s'ouvre. Le disjoncteur différentiel combine les effets du disjoncteur divisionnaire et de l'interrupteur différentiel : il protège donc tant bien le matériel que l'être humain. Il est caractérisé par deux paramètres : le seuil de déclenchement (*e.g.* 30, 300 mA) et la protection magnétothermique (*e.g.* 20 A). Trois types existent : AC (circuits électriques simples), A (circuits spécialisés pour plaque de cuisson par ex.) et F (circuits qui ne doivent pas être coupés pour un congélateur par ex.) (*Electricite Guide, n.d., A. Lambert comm. pers.*). Pour la sécurité de notre dispositif, un disjoncteur différentiel de type A est branché entre la source et l'alimentation. À celui-ci sont branchés un bouton d'arrêt d'urgence ainsi qu'un commutateur de verrouillage (type bouton-poussoir) empêchant la fermeture du circuit si le four est ouvert.

Outre l'électrisation/électrocution, l'inflammation du dispositif peut également être un danger dont il faut également minimiser le risque, sachant qu'il est attendu que la matrice atteigne des

températures plafonnant à 100°C lors de la cuisson. Les matériaux du four doivent donc être faiblement inflammables mais également de bons isolants électriques : le choix s'est donc porté sur l'emploi de plastiques extrudés. La source de puissance à savoir l'autotransformateur variable possède d'usine des paramètres et des systèmes de sécurité internes mais ceux-ci doivent être renforcés par les systèmes décrits dans cette section. Un dernier point consiste en la prévision des check-lists *i.e.* un ensemble de vérification à opérer avant le démarrage. Cela a pour but de sécuriser la cuisson pour l'utilisateur et le matériel mais également de la systématiser afin de la rendre plus facilement reproductible. Les étapes de la check-list doivent prendre notamment en compte la vérification des connexions et du fonctionnement des dispositifs de sécurité, le chargement de l'échantillon et enfin, la mise en marche du circuit de puissance.

#### 6.1.7.2. Exigences légales pour la sécurisation

D'après 'Directive 2006/42/CE du Parlement européen et du Conseil du 17 mai 2006 relative aux machines et modifiant la directive 95/16/CE (refonte) (Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE), 2006' : les organes de services correspondent aux commandes (boutons, interrupteurs, etc). La liste des exigences est reprise ci-dessous :

- S'assurer d'un éclairage suffisant
- Rajouter des pictogrammes sur les organes de service ainsi que sur le boîtier pour la prévention (électrisation, tension de 1000V, inflammable)



Figure 80. Pictogrammes

- Trois arrêts à prévoir :
  - 1) Arrêt normal
  - 2) Arrêt pour raisons de maintenance : débranché de la source
  - 3) Arrêt d'urgence : arrêt total, doit être mis en évidence et une fois enclenché, doit être désactivé manuellement
    - ⇒ Solution : interrupteur 'coup de poing' rouge sans retour automatique
- Arrondir les arêtes de l'appareil pour limiter le risque de blessures
- Porter attention à l'élimination/le contrôle de potentielles charges électrostatiques
- Mettre en place des protecteurs mobiles avec le dispositif de verrouillage
  - ⇒ Solution : interrupteur de position XCK-J au niveau de l'ouverture du four, il faut donc prévoir des charnières pour fermer le toit (en polycarbonate).
- Préciser sur la machine la puissance nominale (kW) ainsi que la masse (kg)
- Prévoir une mise en marche suite à une action continue
- Prévoir la notice d'instruction (voir Annexe 2):
  - 1) Usage normal de la machine : prévision d'une notice avec les étapes séquentielles d'opérations à effectuer (mise sous tension, activation de la source, activation du four, vérifications, etc) pour s'assurer de la sécurité de l'opérateur et de l'environnement direct lors de la mise en route de l'appareil.

- 2) Usage raisonnablement prévisible : présence d'un opérateur spécialisé en maintenance et d'un responsable référent en cas de comportement anormal de l'appareil.

On peut également caractériser l'installation (*Règlement général sur les installations électriques (RGIE) - Livres 1, 2 et 3 / SPF Economie, s. d.*) par:

- Circuit électrique de type TNS :
  - 1) T : alimentation directement liée à la terre
  - 2) N : masses reliées à l'alimentation mise à la terre
  - 3) S : conducteurs neutre et de protection séparés
- Four ohmique : installation électrique alternatif de basse tension de 1<sup>ère</sup> catégorie (si tension de 50 à 500 V) ou de 2<sup>nde</sup> catégorie (si tension de 500 à 1000 V)

#### 6.1.7.3. Mise en place des solutions et description des coûts

Le **circuit de puissance** (Figure 81) a pour source le courant alternatif 'domestique' 220 V (50 Hz).

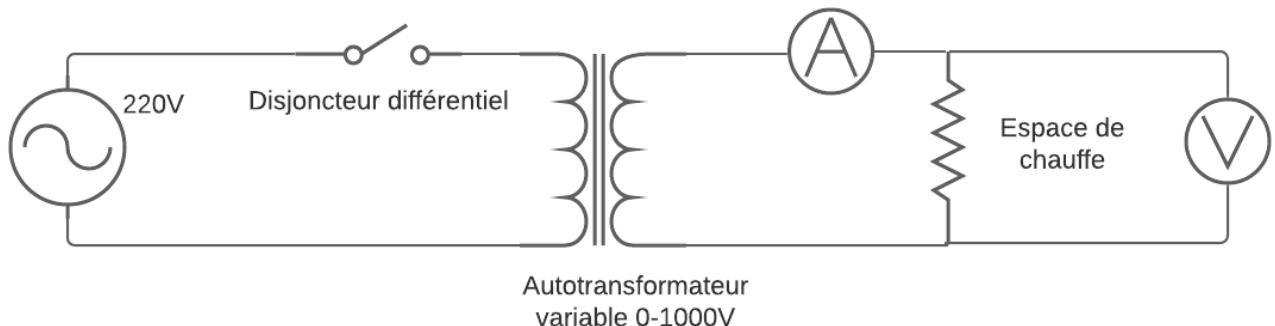


Figure 81. Circuit de puissance

**La sécurité entre source et circuit de puissance** est en trois points :

- I) Disjoncteur différentiel (DD) de type A : protège le matériel des courts-circuits et des surcharges de courant et protège les personnes par détection des courants de fuite. Il est placé avant la source.
- II) Bouton d'arrêt d'urgence (type 'Interrupteur par poussoir coup de poing'), relié au DD.
- III) Interrupteur de position XCK-J, relié au DD.

**L'autotransformateur variable** (Tableau 37) permet de fournir la puissance électrique effective à l'espace de chauffe (voir plus bas). Les références reprises ci-dessous sont des alimentations de table *i.e.* autotransformateurs intégrant également un système de sécurité contre les surcharges et les courts-circuits pour protéger le matériel et aussi une sécurité pour protéger l'humain des courants de fuite.

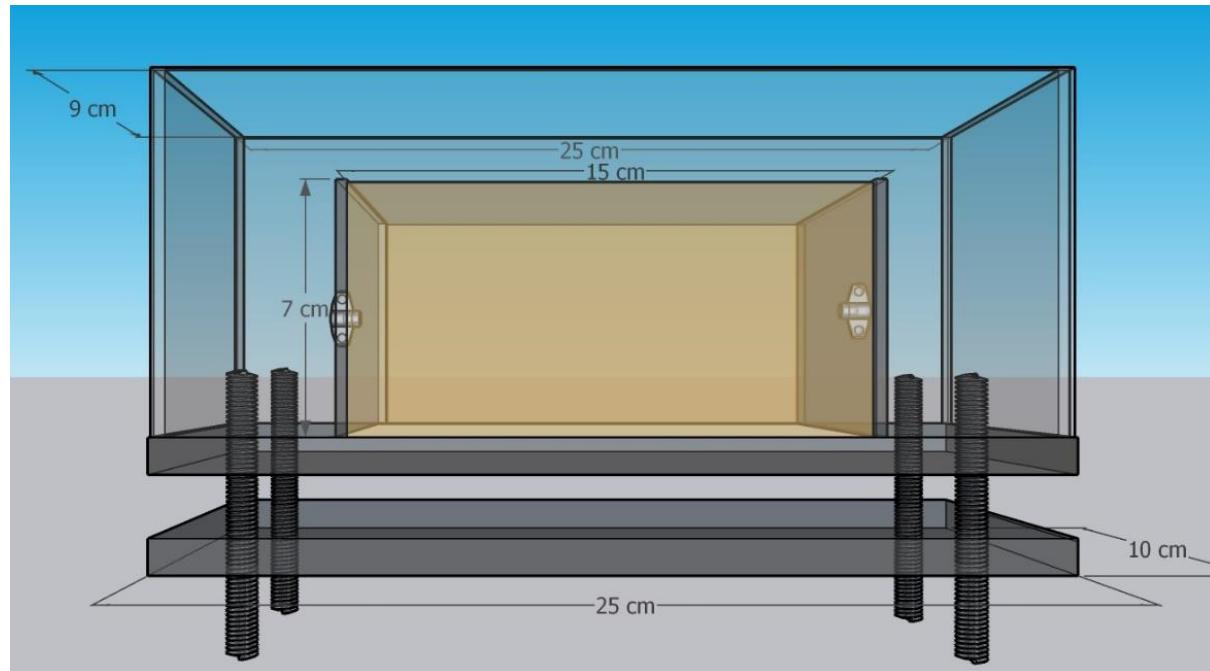
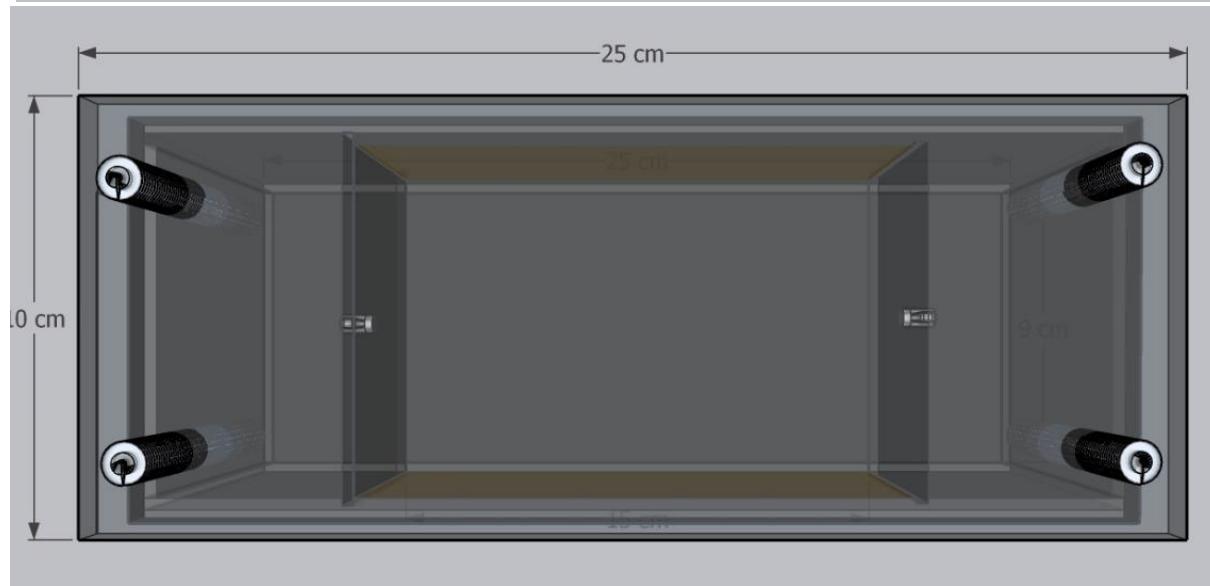
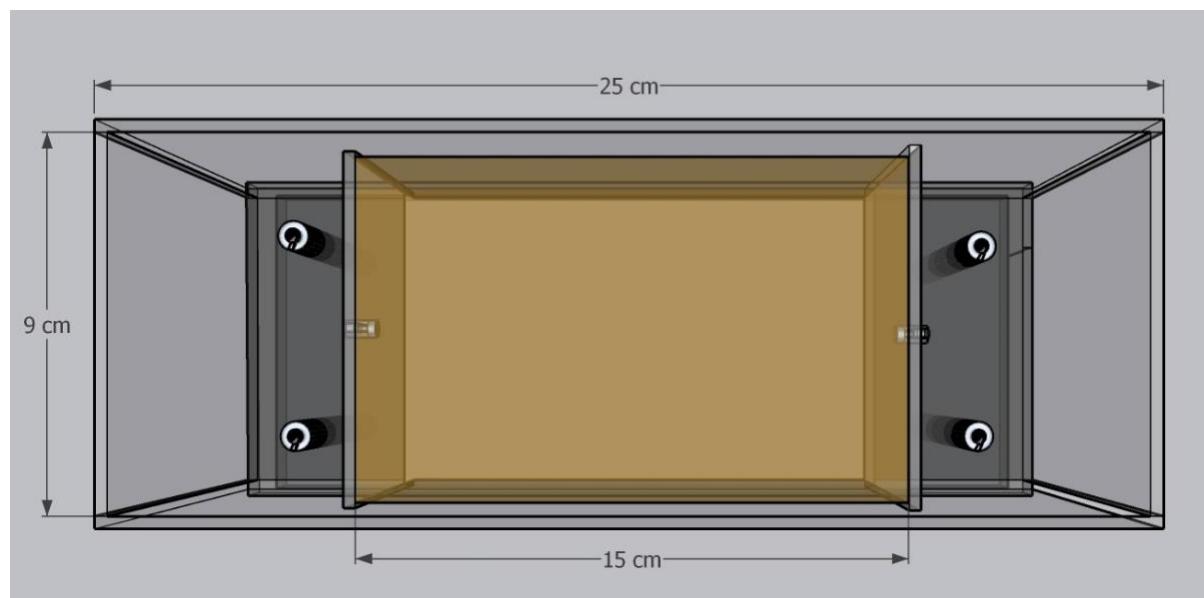
Tableau 37. Alimentations retenues

Référence	Tension (Intensité)	Puissance	Sécurité intégrée		Prix TTC
			Matériel	Humain	
EA-PSI 91000-30 3U	0 – 1000 V 3U (30 A)	10 kW	Choix d'un seuil de protection de surtension, de surcharge, de court-circuit, de hausse de température	Circuit de décharge s'assure que le courant de sortie soit en dessous de 60 V DC après interruption de celui-ci afin d'éviter tout risque	<a href="#">9662,40 €</a>
PVS10005	0 – 1000 V 2U (5 A)	5 kW		Détecteur d'anomalie & arrêt d'urgence automatique	<a href="#">5796,61 €</a>
EA-PS 9360-10 2U	1 – 360 V 2U (10 A)	1 kW		Circuit de décharge s'assure que le courant de sortie soit en dessous de 60 V DC après interruption de celui-ci afin d'éviter tout risque	<a href="#">2149,20 €</a>

**Un ampèremètre et un voltmètre** permettent de suivre de la puissance délivrée aux bornes des électrodes de l'espace de chauffe en temps réel.

Le dispositif de four (Figure 82) est composé d'un espace de chauffe permettant d'y cuire le pain surélevé sur un support de sécurité, isolant thermiquement et électriquement l'espace de chauffe de l'environnement de pose. Une enceinte de sécurité est présente autour de l'espace de chauffe et est transparente, ce qui permet le suivi de la cuisson en temps réel.

**Pour l'espace de chauffe** (Tableau 38), l'unique recul de cuisson ohmique pour du pain sans gluten étant l'étude de Bender *et al.*(2019), on considère un compartiment aux dimensions similaires (LxWxH : 15x9x7cm). Les **électrodes** sont donc constituées de plaques d'acier inoxydable 316L de 3 mm d'épaisseur, adaptée aux applications alimentaires et qui résiste bien aux milieux humides. Les électrodes sont imbriquées dans des rainures des parois PC du support de sécurité. Un revêtement silicone (1 mm d'épaisseur) est ajouté à l'interface espace de chauffe – support de sécurité. Le fond est le contact du four avec le support de sécurité. Un écrou papillon par électrode la relie au circuit de puissance électrique. Un **thermocouple**, plongé dans l'espace de chauffe, assure le suivi de la température : il doit être isolé des électrodes par du PTFE (Polytétrafluoroéthylène), ruban d'étanchéité utilisé en plomberie et signalé d'une consigne de coupure si la température du four excède 140°C (stabilité limite du polycarbonate), pour éviter toute inflammation.



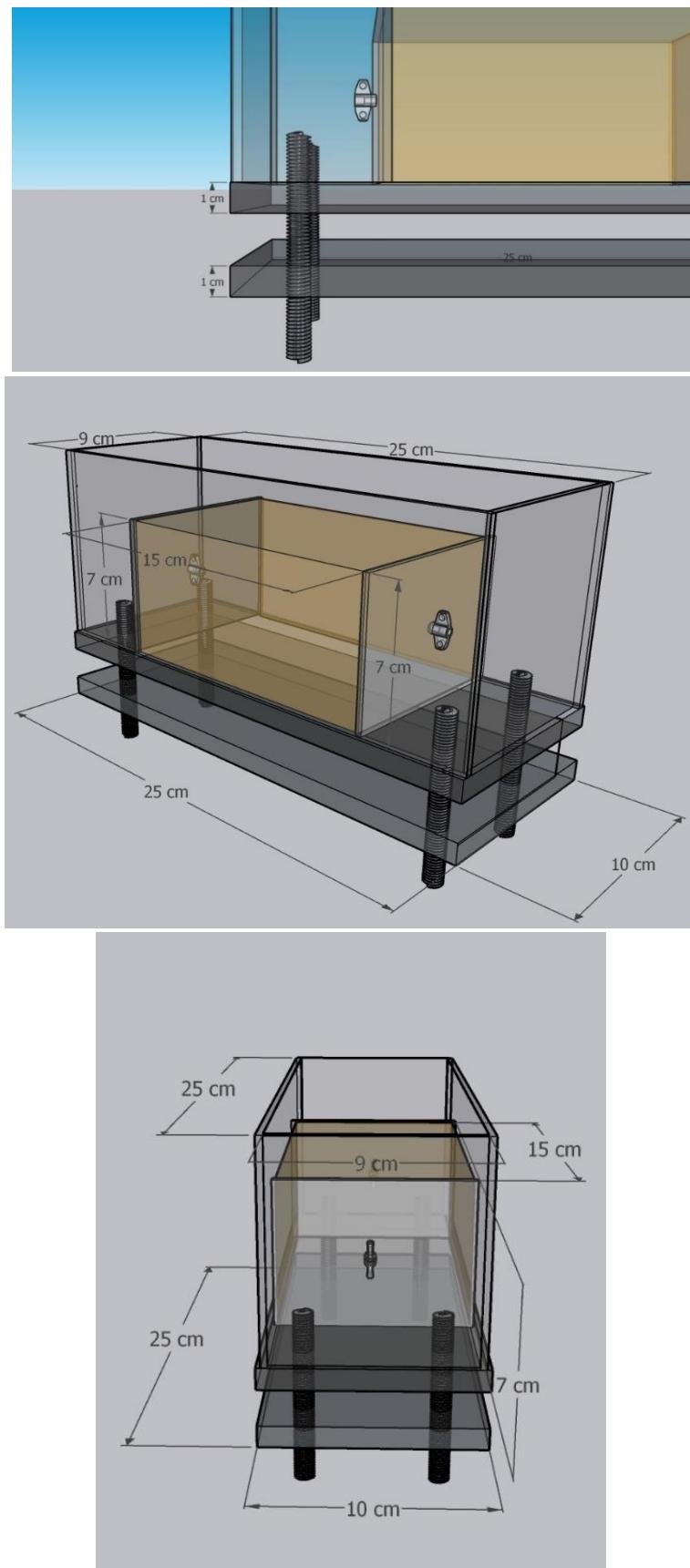


Figure 82. Four ohmique (SketchUp Pro 2020) avec de haut en bas : vue du dessus, du dessous, de face, zoom de face, frontale et iso. Le silicone à l'interface espace de chauffe-support de sécurité n'y est pas représenté.

Tableau 38. Eléments constitutifs de l'espace de chauffe

Elément (nombre)	Dimension [WxH]	Matériaux	Prix (fournisseur) (TTC)
Electrodes (2)	90x70mm	Inox 316 L	2 x <a href="#">26,47€ (John-Steel)</a> Alternative : <a href="#">Balvinox</a>
Parois latérales (2+2)	EP12 250x100mm EP12 100x100mm	Polycarbonate	2 x 4,72€ (HTVA) 2 x 3,12€ (HTVA)
Thermocouple RS Pro (1)	/	Inox	<a href="#">15,52 € (RS Pro de type K) (fourni par le labo)</a>
Ecrous papillons (2)	/	Inox	Négligeable
Silicone alimentaire (1)	348x248mm	Silicone	<a href="#">30.55€ (Bruyerre)</a>

**Concernant l'enceinte de sécurité**, le polycarbonate (PC) a une bonne stabilité jusqu'à 140°C, est transparent (à ca. 85% pour 1 mm d'épaisseur) et ne représente pas de risque toxicologique majeur : il est donc adapté pour constituer les parois supérieures. Il est également faiblement inflammable par rapport aux autres plastiques (IO : 26%). Les arêtes latérales des électrodes y sont donc imbriquées (Bost & Piganiol, 1992; *Polycarbonate (PC) - Base de données Plastiques, risque et analyse thermique - INRS*, s. d.). Prix : [55€ TTC/m<sup>2</sup> pour 3 mm d'épaisseur](#).

Un couvercle en POMc est rajouté pour fermer l'enceinte et devra être percée pour laisser passer un thermocouple et la vapeur due à l'évaporation. Pour la sécurité, un interrupteur de position (type XCK-J) doit être ajouté : lorsque le couvercle est ouvert, le circuit de puissance doit être isolé de la source afin d'éviter tout risque d'électrocution. Le dispositif de sécurité de verrouillage doit être relié au disjoncteur différentiel au niveau de la source. Le polycarbonate (disponible en grade ignifuge), employé pour les parois latérales, peut également remplacer le couvercle en POMc initialement prévu: il doit être perforé pour laisser passer la vapeur.

**Pour le support de sécurité**, Gally (2017) emploie du polyacétal (polyoxyméthylène – POM), dont deux types existent : le copolymère POMc et l'homopolymère POMh. Il a l'avantage de bien conserver sa rigidité et sa résistance à des températures entre 40 et 100°C, par rapport aux plastiques polyamide (e.g. PA 6 – Ertalon) et polyéthylènes téréphthalates (PETP). Il garantit également une bonne isolation électrique et est facilement usinable. Il est cependant facilement inflammable avec un indice d'oxygène (IO) de 15%, raison pour laquelle sa surface supérieure est recouverte par le silicone (voir plus haut). Le PETP, très bon isolant électrique résiste bien jusqu'à 100-115°C et présente l'avantage d'être moins inflammable que le POMc (IO: 25%) : il pourrait être une alternative au POMc (*Polyacétal copolymère POMc - Licharz*, s. d.). Deux plaques au moins sont nécessaires : l'une pour la surface de pose et l'autre pour le contact avec l'enceinte de chauffe. Les deux plaques du support de sécurité peuvent être espacées par des tiges filetées classiques ; si celles-ci ne sont pas en contact avec les électrodes. Prix : [67,76€ TTC/plaque de POMc](#).

Le classement d'inflammabilité des matériaux UL94 – HB classe les matériaux selon un grade de HB > V1 > V2 > V0 pour une inflammabilité décroissante. En remplacement du POMc et du silicone, le PEEK (Polyétherétheracétone) de grade V0 (pratiquement ininflammable), peut être employé pour la plaque principale de support. En outre, il est déjà employé dans les procédés de stérilisation par OH (Fellows, 2017). Pour une plaque de support (EP 12 250x100mm) : 67,22€ (HTVA).

Les pieds (8(diamètre)x57mm) (Figure 83) sont réglables à la hauteur souhaitée grâce à un système de double boulon sur tige filetée bloquants et la base du pied est en caoutchouc, isolant électrique et vibrationnel. Ils sont placés à 2 cm des arrêtes latérales et longitudinales du support et sont au nombre de 4. Prix : [6,76€ TTC/unité \(Manutan\)](#). Ils sont isolés du système par du PTFE qui convient au filetage et est un excellent isolant électrique.



Figure 83. Pied de support de sécurité

Tous les panneaux achetés peuvent être recoupés à dimension souhaitée grâce à une scie circulaire présente au TERRA (N. Jacquet comm. pers.).

Les **câbles** électriques doivent pouvoir tenir l'ampérage imposé (de 5 à 30 A) en fonction de l'alimentation retenue au final, sans risque de surchauffe. L'ampérage maximal étant du 30 A, une prise de 32 A triphasée peut suffire pour fournir l'alimentation. Pour du 10 kW, des câbles de 4 à 6 mm<sup>2</sup> de section peuvent s'avérer nécessaires.

Pour limiter les réactions faradiques (migrations, électrolyse partielle de l'eau), un onduleur (angl. 'inverter') peut être employé : par ex., le 15200003203100 ([3956 € TTC](#)) permet de moduler la fréquence de courant à 3 kHz pour une puissance délivrée maximale de 5,5 kW pour être employé par ex. en couplage avec l'alimentation PVS10005. Une autre solution serait de remplacer les électrode d'inox par du titane de Grade 2 (propriétés mécaniques intermédiaires par rapport au Grade 5), ce qui, pour les dimensions considérées, est probablement moins cher que l'achat de l'onduleur cumulés aux électrodes inox. Prix pour deux unités (20x10x1,5 mm) : [103 € TTC](#) (frais de livraison inclus) (Titanium services).

Tous les contacteurs, interrupteur de mise sous tension et d'arrêt d'urgence sont à placer dans un boitier électrique séparé du four.

#### 6.1.7.4. Construction du prototype de four ohmique

L'installation du four est composée de 5 éléments principaux (Figure 84):

- 1) Un variateur de tension RS Pro, faisant varier la tension de 0 à 270 V, relié à un différentiel (3)
- 2) Un multimètre en mode voltmètre (Fluke 70III), branché en parallèle du four sur le variateur de tension
- 3) Un différentiel 30 mA pour prévenir les fuites de courant
- 4) Un ampèremètre Fluke 45, placé en série entre le variateur (1) et l'enceinte (5)
- 5) Une enceinte de chauffe

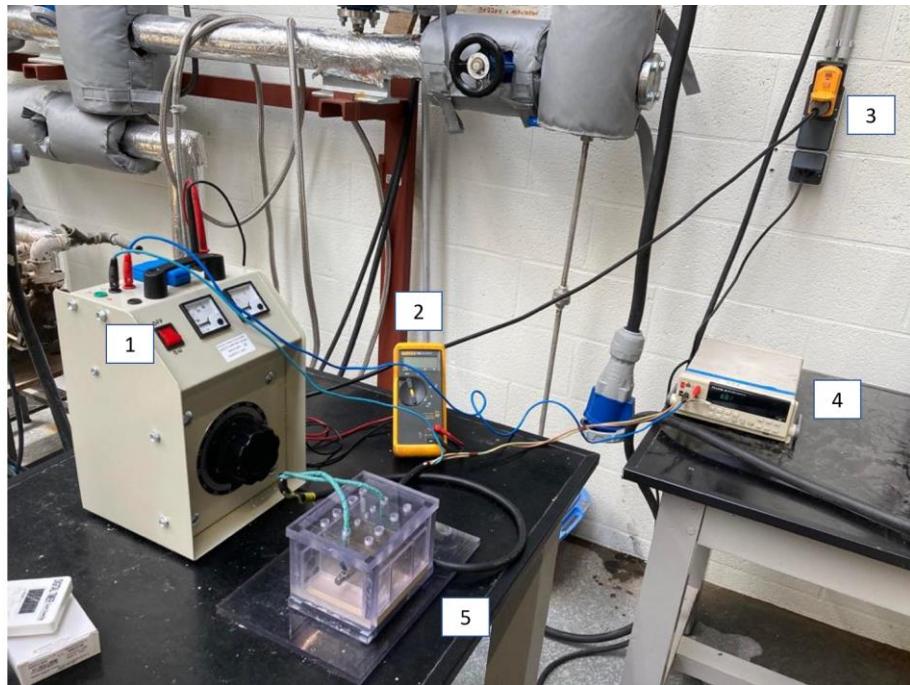


Figure 84. Installation du four ohmique.

Vu que pour des raisons de praticité et de gaspillage, nos essais pour le développement de la formulation se sont portés sur des micropains, il nous a semblé pertinent de réaliser un four ohmique à taille réduite, à dimension des micropains (45\*45\*78mm), ce qui a également permis de réduire le budget à ca. 10% de l'estimation initiale. Ce four revu permet ainsi de réaliser des micropains à partir de pâtons de 50 g.

Afin de réduire les problèmes d'électrolyse et de migration (voir point 3.2.3), le courant électrique employé est le domestique alternatif 230 V 50 Hz. Le passage de l'électricité dans la pâte à pain est réalisé à travers des électrodes en inox 316, constituant les parois longitudinales de l'emplacement de la pâte, afin de maximiser le rapport L/A de l'éq. 38 et donc l'augmentation en chaleur (voir point 3.3.4).

Pour garantir une sécurité pour l'utilisateur, les électrodes sont entourées d'une enceinte de polycarbonate (Figure 85) parfait isolant électrique et résistante à des températures proches de 140°C, quand la température maximale attendue est ca. 100°C : sa transmission de chaleur est également faible ( $k = 0.2 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) et sa constante diélectrique est proche de 3 à 50 Hz, sachant qu'un câble est considéré comme isolé si sa gaine est en dessous de 4.5. D'autre part, le fond de l'enceinte est composé de PEEK, matériau ignifuge de grade de protection maximal contre les risques d'inflammation (V0). Il présente en outre l'avantage d'être très dense et donc de l'envelopper l'ensemble. Des patins antidérapants sont ajoutés au bas de l'enceinte afin de renforcer la stabilité du module.

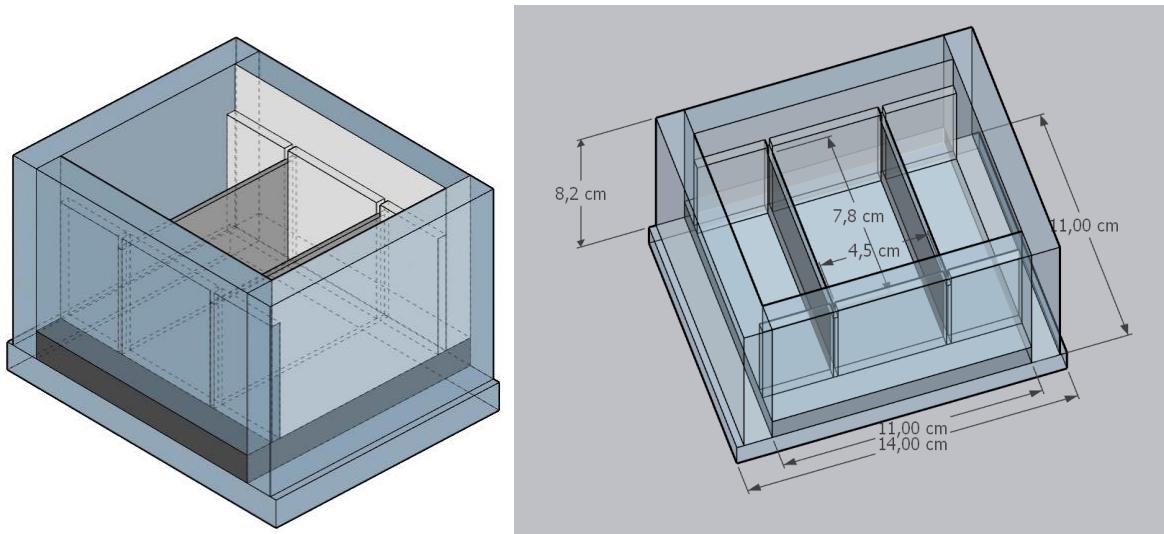


Figure 85. Enceinte de sécurité: à gauche, en transparent, le polycarbonate (PC) – en noir, le polyétheréthercétone (PEEK) – en gris, les électrodes en inox 316.

L'espace de chauffe (électrodes + enceinte de sécurité) est relié au courant domestique via différents intermédiaires de modulation et de régulation (Figure 86). La modulation de 0 à 270 V est permise par un variac *i.e.* un autotransformateur de tension : ces valeurs de tensions sont nécessaires pour atteindre les valeurs de Bender de 58 V/cm, soit pour 4.5 cm d'écart d'électrodes dans notre cas, ce qui demande donc une tension maximale de 261 V. Pour ce qui est de la sécurité, outre l'enceinte, un interrupteur différentiel porte la tolérance de fuite de courant de 300 mA (différentiel du labo) à 30 mA. Pour les surcharges et les courts-circuits, il est jugé que le disjoncteur du labo (16 A) suffit. En outre, vu que l'enceinte est en polymères et ne peut être considérée comme une masse et qu'elle permet une isolation galvanique du four, il est jugé qu'un branchement de la terre n'est pas nécessaire pour les gammes de voltage considérées (T. Daras comm. pers.). Un ampèremètre et un voltmètre (multimètre) sont ajoutés pour le suivi de la puissance. Un thermocouple de type K permet le suivi de la température à cœur et est isolé par du PTFE pour éviter tout court-circuit avec les électrodes.

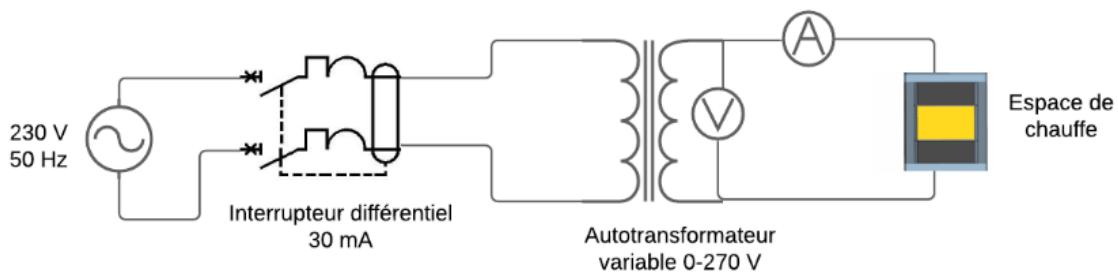


Figure 86. Circuit de puissance & systèmes de sécurité et de modulation de la cellule ohmique : le V et A désignent respectivement l'ampère- et le voltmètre.

L'ensemble de l'enceinte de chauffe du four ohmique (Figure 87) est fermée par une plaque de polycarbonate perforée afin de laisser la vapeur s'échapper et pour le passage du thermocouple et des fils (2.5 mm<sup>2</sup>) reliés au circuit. Les fils sont renforcés par des gaines thermo rétractables afin de limiter leur usure et bénéficient ainsi d'une protection doublée en plus de leur gaine individuelle.

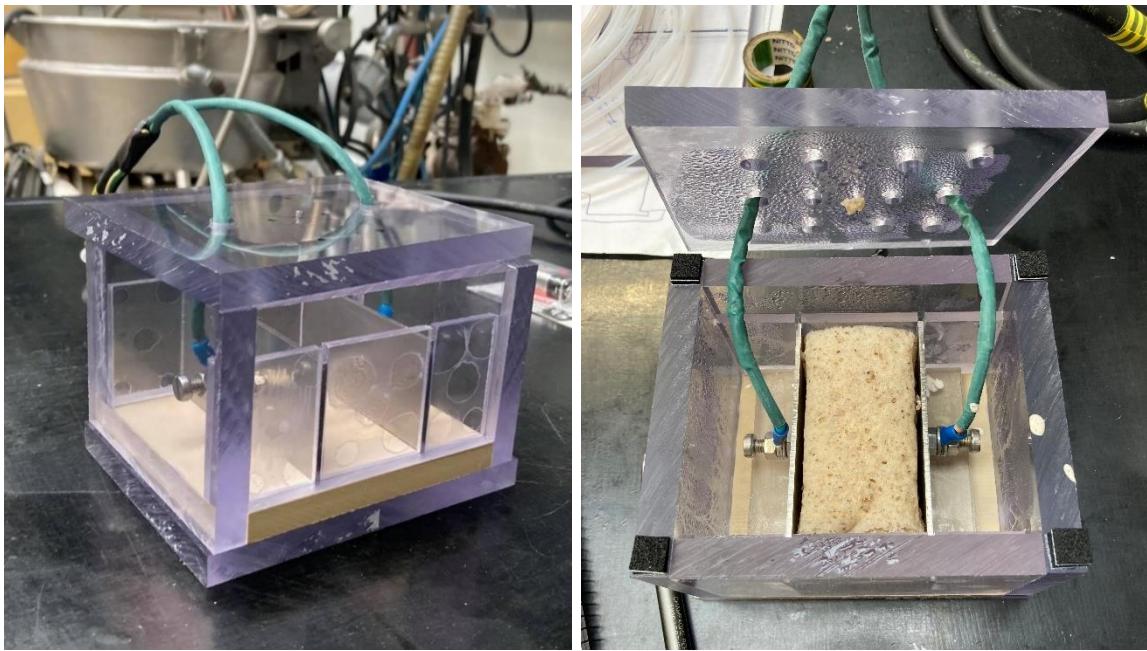


Figure 87. Four ohmique : à droite, le pain cuit.

Le budget final est réduit à 1306€ (Tableau 39), contre ca. 10000€ pour le modèle présenté dans le cahier des charges.

Tableau 39. Budget final du four ohmique.

Matériel	Fournisseur	Prix TTC
Plastiques PC + PEEK	Diplatech	126,60 €
2 Electrodes Inox marin 316L 78x45 mm	John-Steel	39,12 €
Auto-transformateur (1 phase, 240V c.a., 2.4kVA, 10A) Référence: 890-2872	RS Pro	1.054,82 €
Adaptateur différentiel 30 mA, fiches bananes, pile 9V (alimentation pour multimètre)	Voltis	57,32 €
Raccords pour les électrodes, boulons inox, écrous inox, tige inox, colle bicomposant pour PC (Loctite)	Hubo	27,76 €
<b>Total</b>		<b>1.305,62 €</b>

La cuisson se déroule selon les étapes : l'introduction de la pâte à pain dans l'enceinte, la mise sous tension pour la cuisson et le retrait de la pâte de l'enceinte. La procédure précise avec les mesures de sécurité et les branchements sont présentés en Annexe 5.

### 6.1.7.5. Paramètres d'apprêt en cuisson ohmique

La fabrication du pain sans gluten par cuisson ohmique vise à s'approcher des étapes du protocole de pain sans gluten en cuisson classique (voir Figure 74), afin de rendre les essais le plus comparable possible. En protocole ohmique, le pain est frasé, pointé 10 min en chambre de pousse puis suit un apprêt de 40 min, en cellule ohmique cette fois, afin de limiter les transferts et les manipulations (Gally, 2017).

#### I) Objectif :

Trouver la tension efficace à appliquer au pâton en cellule ohmique, qui permet une élévation de température lors de l'apprêt similaire à celle obtenue par l'apprêt classique en chambre de pousse.

#### II) Matériel & Méthode :

Pour obtenir la tension à appliquer, on part d'un bilan de puissance. Ainsi, on égale à la puissance électrique  $P$  de dissipation par effet Joule (éq. 11) la puissance nécessaire pour l'élévation de chaleur (dérivée de l'éq. 38), en négligeant les pertes par évaporation. On se considère en courant continu car la tension délivrée  $V$  est la tension efficace :

$$P = \eta m C_p \frac{\Delta T}{\Delta t} = \eta R I^2 = \eta \frac{V^2}{R}$$

Où sont respectivement :

$m$  la masse du pâton [g]

$C_p$  la chaleur spécifique de la pâte [J/g°C]

$\frac{\Delta T}{\Delta t}$  l'élévation de la température au cours du temps [°C/sec]

$R$  la résistance de la pâte [ $\Omega$ ]

$I$  l'intensité du courant [A]

$\eta$  le rendement de source, supposé de ca. 0.25

Afin de connaître la tension efficace, il suffit de l'isoler :

$$V = \sqrt{\frac{R m C_p \frac{\Delta T}{\Delta t}}{\eta}} \text{ avec } R = \frac{1}{\sigma A}$$

$C_{p,pain}$  est obtenue par pondération massique  $X$  des constituants (Fellows, 2017) :

$$C_{p,pain} = 4.180X_{eau} + 1.711X_{protéines} + 1.928X_{fibres} + 1.547X_{glucides} + 0.908X_{cendre}$$

Toutes les constantes sont connues, exceptées la conductivité électrique  $\sigma$  et  $\frac{\Delta T}{\Delta t}$  :

- $m = 50 \text{ g}$
- $C_{p,pain} = 2.74 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}}$  (par pondération des constituants du Tableau 53)
- $\frac{L}{A} = \frac{4.5 \text{ cm}}{2.25 \text{ cm} \times 7.8 \text{ cm}}$  (par la géométrie de la cellule ohmique : on considère que la pousse passe de  $\frac{1}{4}$  à  $\frac{3}{4}$  de la hauteur en 40 min donc en moyenne la moitié de la hauteur)

Pour mesurer  $\frac{\Delta T}{\Delta t}$ , étant donné que le but est d'obtenir une tension efficace similaire qui permet une élévation de chaleur similaire à celle de l'apprêt de la cuisson classique, on mesure par un thermocouple YCT (YC-747UD) muni d'une sonde de type K l'élévation de chaleur de la pâte en chambre de pousse. La mesure est effectuée en double.

Pour mesurer  $\sigma$ , on emploie un conductimètre SevenGo Duo (Mettler Toledo). Un pâton de 50 g est réalisé classiquement et mis à pousser 40 min dans un moule en silicium afin de ne pas altérer la mesure de conductivité. La mesure de conductivité de la pâte pointant est réalisée à 0, 20 et 40 min, en double. Le conductimètre est rincé entre chaque mesure dans une solution d'eau déminéralisée puis de KCL 0.1 mol/l (valeur de référence : 12.15°C mS/cm – valeur mesurée : 12.13°C à 23°C) puis à nouveau dans l'eau déminéralisée (*Conductivités d'une solution de KCL à 0,1 mol/L, s. d.*).

#### 6.1.7.6. Optimisation des paramètres de cuisson ohmique

La cuisson ohmique est réalisée directement à la suite de l'apprêt, dans la même cellule. L'intérêt de la cuisson ohmique est une chauffe rapide, permettant en limitant le temps de cuisson d'éviter une consommation énergétique excessive : il est donc nécessaire de suivre la consommation énergétique des différents essais. Par ailleurs, notons que l'emploi de hauts couples de température augmente le diamètre des alvéoles, favorisant leur croissance par rapport à la nucléation. Ainsi, l'effet de la température T sur l'évolution du diamètre des alvéoles au cours du temps ( $dD/dt$ ) peut être décrit par la relation (Shah *et al.*, 1998) :

$$\frac{dD}{dt} = \frac{12RTD_L(C_\infty - C^*)}{3P_\infty D + 8\gamma} \text{ avec } C^* = \frac{P_{CO_2}}{H} \quad (40)$$

Où sont respectivement :

- C\* la concentration en CO<sub>2</sub> dans la bulle [mol/m<sup>3</sup>]
- C<sub>∞</sub> la concentration en CO<sub>2</sub> dans la pâte à pain [mol/m<sup>3</sup>]
- D<sub>L</sub> la diffusivité du CO<sub>2</sub> dans la pâte à pain [m<sup>2</sup>/sec]
- P<sub>∞</sub> la pression totale dans la pâte à pain [Pa]
- γ la tension de surface [N/m]
- R la constante des gaz parfaits [8.314 J/mole.K]
- P<sub>CO<sub>2</sub></sub> la pression partielle du CO<sub>2</sub> dans la bulle [Pa]
- H la constante de Henry [Pa.m<sup>3</sup>/kmole]

Par l'éq. 40, si la température augmente, T augmente donc dD/dt aussi. En outre, H augmente car le CO<sub>2</sub> est moins soluble à haute température et donc C\* diminue, ce qui fait augmenter dD/dt. Globalement, le diamètre des alvéoles augmente si la température augmente, ce qui signifie qu'en abaissant le couple de chauffe, on limite la taille des alvéoles. Une trop haute tension et donc chauffe dans le pain peut mener à des alvéoles trop importantes, ne permettant pas le tranchage.

Le couple de tension doit donc permettre une chauffe rapide, mais pas trop élevée sinon la puissance électrique consommée risque d'être excessive et le pain non-tranchable.

##### I) Objectif :

Trouver la (les) tension(s) optimisées pour réaliser la cuisson ohmique en réalisant les courbes de chauffe à des tensions de référence. Suivi de la porosité de surface. Déduction des puissances consommées.

## II) Matériel & Méthode :

On part des voltages déduites de l'étude de Bender *et al.* (2019) (voir point 3.4.3.1). On applique ainsi les tensions calculées pour notre écart d'électrodes (4.5 cm) (Tableau 40).

Tableau 40. Tensions appliquées.

Tension de Bender <i>et al.</i> (2019)	Tension pour 4.5 cm d'écart	Tension appliquée
13 V/cm	58.5 V	60 V
24 V/cm	108.0 V	109 V
33 V/cm	148.5 V	148 V
47 V/cm	211.5 V	211 V
58 V/cm	261.0 V	261 V

On réalise ainsi des pains à partir de pâtons de 50 g (après frasage et pointage), laissés à pousser à la tension efficace déduite au point précédent pendant 40 min. Les pains sont ensuite cuits 5 min, durée employée dans l'étude de Bender *et al.* (2019). En parallèle, la température est suivi par un thermocouple. Enfin, les profils de chauffe sont comparés.

La séquence de 15 sec à 58 V/cm (261 V dans notre cas), 10 sec à 24 V/cm (109 V dans notre cas) et de finir la cuisson à 13 V/cm (60 V dans notre cas) est considérée comme séquence optimisée et permet en théorie une courbe de chauffe de 1.62°C/sec (voir point 3.4.2.1) : le suivi de ces couples permettra de confirmer si cette programmation de champ électrique peut convenir à notre formulation.

La porosité de la mie est assurée par la même méthode qu'au point 6.1.3.3.

Le suivi de la puissance est assuré par la mesure de l'intensité du courant  $I$  par un ampèremètre (Fluke 45) et les tensions  $V$  sont contrôlées par un multimètre (Fluke 70). L'énergie totale consommée  $E_c$  dépensée est obtenue par la relation :

$$E_c = \int_{0 \text{ sec}}^{300 \text{ sec}} V \cdot I \, dt$$

On l'approxime par la méthode des rectangles, ce qui revient à sommer l'énergie consommée chaque seconde. Elle peut ensuite être ramenée à la masse du pâton cru pour déduire l'énergie nécessaire pour cuire un kg de pâte:

$$E_c \approx \sum_{i=0}^{300} V_i I_i \Delta t \text{ avec } \Delta t = 1 \text{ sec}$$

$$E_{1 \text{ kg}} = \frac{E_c}{m_{\text{pâton humide}}}$$

Les mesures sont effectuées en double.

### 6.1.7.7. Temps de cuisson ohmique

Une fois les tensions validées, dans une optique d'approcher au mieux la qualité de cuisson classique, on désire tendre à un même appoint de cuisson en ohmique qu'en classique.

#### I) Objectif :

Définir le temps de cuisson ohmique nécessaire pour avoir un appoint de cuisson similaire à celle de la cuisson classique (17 min – 230°C), à savoir le même taux d'amidon gélatinisé en cuisson ohmique qu'en classique.

#### II) Matériel & Méthode :

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est employée notamment pour caractériser les amidons. La DSC chauffe deux cuvettes : une contenant un échantillon et une de référence, vide et selon un programme de température défini. La chauffe induit dans l'échantillon un ensemble de réactions endothermiques (gélatinisation de l'amidon, dénaturation des protéines,...) qui capte de la chaleur et empêche de suivre le programme de température, tandis que la cuvette vide, dont les déperditions calorifiques sont connues et anticipées par l'appareil, suit de près la programmation. La DSC mesure ensuite la différence de flux de chaleur entre la référence et l'échantillon, ce qui permet de calculer l'énergie par g nécessaire pour les phénomènes endothermiques, dont la gélatinisation de l'amidon.

La méthode du calcul du taux de gélatinisation est reprise de l'étude de Schirmer *et al.* (2011) : elle se base sur l'emploi de la DSC pour quantifier le premier pic d'enthalpie  $\Delta h_t$  lié à la perte de biréfringence des granules d'amidon (à ca. 65°C) et en déduire le taux de gélatinisation (%gel) qui témoigne de l'avancement de la cuisson (voir point 2.2.4.1). Pour obtenir le %gel, il faut d'abord ramener l'enthalpie au taux de masse sèche pour avoir  $\Delta H_t$  et ensuite, en calculant le  $\Delta H$  de l'amidon natif ( $\Delta H_0$ ), on obtient le %gel par les relations suivantes :

$$\Delta H_{t \text{ ou } 0} = \frac{\Delta h_{t \text{ ou } 0} * 100}{m_{\text{sèche}} [\%]}$$
$$\% \text{gel} = \frac{\Delta H_0 - \Delta H_t}{\Delta H_0}$$

Par ailleurs, %gel peut être décrit comme une fonction du temps de cuisson par une loi cinétique d'ordre 1 (voir point 2.2.4.1) :

$$\% \text{gel} = 100 - Ae^{-bt}$$

En pratique, 4 pains sont cuits par cuisson ohmique pendant 30, 90, 150 et 300 sec et sont ressuyés une h. 10-20 mg d'une portion centrale de mie est introduite dans une cuvette en inox (70 µl), fermée hermétiquement par un couvercle et est placé dans un DSC Q1000 (TA Instrument) en programmation de 20 à 100°C à raison de 5°C/min. Une cuvette vide d'une masse proche (tolérance : ±0.02 mg) de celle employée pour l'échantillon est placée dans le DSC comme référence. Chaque mesure est réalisée en double. En parallèle, la matière sèche des différents pains est réalisée en double. Pour comparer la cuisson ohmique avec la cuisson classique, la mesure DSC et la matière sèche est réalisée en double sur un pain cuit 17 min à 230°C.

### 6.1.8. Comparaison de la cuisson ohmique à la cuisson classique

La cuisson ohmique a trois objectifs : améliorer la texture du pain sans gluten et réduire la consommation énergétique du procédé. Ces deux points seront successivement abordés et comparés à la cuisson classique dans cette section.

#### 6.1.8.1. Intérêt sensoriel de la cuisson ohmique

##### I) Objectif :

Vérifier que la cuisson ohmique améliore la texture et le volume spécifique du pain pour un alvéolage équivalent ou supérieur.

##### II) Matériel & Méthode :

Quatre fois trois pains cuits, une série avec gluten et une série sans gluten (formulation optimisée), par cuisson ohmique et par cuisson classique sont analysés par TPA, volume spécifique et alvéolage. Les protocoles employés sont identiques à ceux du point 6.1.3. Tel que décrit dans le Tableau 5, l'objectif de l'optimisation de la formulation et de la cuisson ohmique est de minimiser la hardness et la chewiness du pain tout en augmentant l'élasticité et la cohésion. Tel que décrit dans le Tableau 34, l'objectif est que la cuisson ohmique permette par rapport à la cuisson classique :

- 1) Une augmentation du volume spécifique de 15%
- 2) Une augmentation de l'élasticité de 10%
- 3) Une porosité similaire ou supérieure de 5%

Afin de valider statistiquement la tendance des résultats, un test d'hypothèse unilatéral de Student est employé car l'écart-type est déduit des échantillons (hypothèse de normalité des mesures autour de la moyenne). La cuisson classique est prise comme référence ( $\mu_c$ ) et s'oppose à la mesure identique en cuisson ohmique ( $\mu_o$ ). L'hypothèse nulle  $H_0$  s'écrit donc :

$$H_0: \mu_o = \mu_c$$

L'hypothèse alternative  $H_1$  où l'objectif est que la cuisson ohmique maximise le paramètre (objectif de volume spécifique, élasticité, cohésiveness) ou le minimise (objectif de hardness, chewiness), noté respectivement  $H_1, \text{max}$  ou  $H_1, \text{min}$ , s'écrit :

$$H_1, \text{max}: \mu_o > \mu_c$$

$$H_1, \text{min}: \mu_o < \mu_c$$

Pour savoir quelle hypothèse accepter, on considère le quantile  $t$  de Student à  $n$  degrés de libertés ( $n$  étant le nombre de mesures), avec  $s$  l'écart-type mesuré sur l'échantillon :

$$t = \frac{\mu_o - \mu_c}{\sqrt{s_{\text{global}}^2 \left( \frac{1}{n_c} + \frac{1}{n_o} \right)}} \text{ avec } s_{\text{global}}^2 = \frac{(n_c - 1)s_c^2 + (n_o - 1)s_o^2}{n_c + n_o - 2}$$

On compare à un quantile de référence  $t_{n_c+n_o-2; 1-\alpha}$ : tous les paramètres de mesure ont 4 degrés de libertés (3 mesures\*2 - 2) et un niveau de confiance  $1 - \alpha$  de 95%. Le quantile de Student  $t_{\text{ref}}$  vaut alors 2.132 (Annexe 6). L'interprétation est décrite dans le Tableau 41.

Tableau 41. Interprétation du test de Student unilatéral.

Hypothèse alternative	Rejet de $H_0$ si...	Conclusion du test
$H_1, \text{max}: \mu_o > \mu_c$	$t > t_{ref}$	Acceptation de $H_1, \text{max}$
$H_1, \text{min}: \mu_o < \mu_c$	$t < -t_{ref}$	Acceptation de $H_1, \text{min}$

### 6.1.8.2. Comparaison de l'évolution après ouverture

Le pain ohmique est dépourvu de croûte : le système poreux du pain est donc directement en contact avec l'air et il est attendu qu'un rassissement plus rapide soit observé car la migration de l'humidité de la mie vers l'extérieur que le pain cuit classiquement (voir point 2.2.5.1).

#### I) Objectif :

Comparer l'évolution du taux de rassissement sur trois jours, afin de comparer l'impact de l'absence de croûte sur le raffermissement du produit, lors du stockage après ouverture.

#### II) Matériel & Méthode :

Le protocole employé est identique à celui du point 6.1.6.4 et se réalise sur 2 x 4 pains sans gluten, la moitié étant cuits classiquement et l'autre moitié ohmiquement.

### 6.1.8.3. Répartition énergétique des cuissons

La répartition énergétique des cuissons permet de comprendre dans quel(s) phénomène(s) le procédé est le plus énergivore ainsi que d'évaluer les pertes.

#### I) Objectif :

Calculer la répartition énergétique pour évaluer la part de pertes énergétiques et comparer les bilans entre cuissons ohmique et classique.

#### II) Méthode :

Le four employé au laboratoire (Salva ST-86) pour la cuisson classique étant trop ancien pour fournir suffisamment d'informations énergétiques, notre prototype ohmique est comparé à un four industriel. Ainsi, d'après Paton *et al.* (2013), considérons un four classique industriel à chaleur pulsée (voir point 2.3.3.2): de l'air ambiant injecté par un ventilateur dans l'enceinte du four est réchauffé par un brûleur à gaz. L'air chauffé est ensuite recirculé à haute vitesse via des injecteurs directement à la surface des pains (Figure 88). La température de consigne de ce type de four avoisine les 200°C en contact avec le produit.

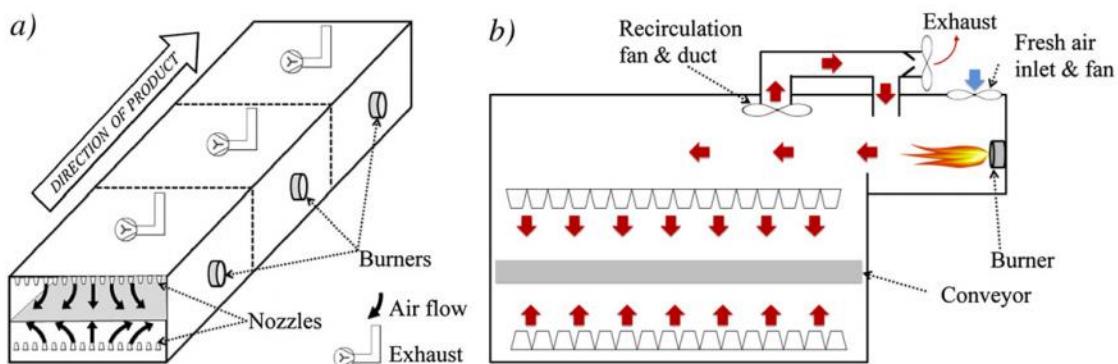


Figure 88. Fonctionnement du four à chaleur pulsée: (a) vue d'ensemble - (b) vue de coupe.

En cuisson ohmique ou classique, trois phénomènes nécessitent une chauffe : la montée en température du produit, la vaporisation de l'eau lors de la cuisson et la gélatinisation de l'amidon. La combustion des gaz chauffant l'air et l'injection de vapeur de la cuisson classique ou la puissance électrique de la cuisson ohmique servent non seulement à cuire mais également à compenser les pertes. L'énergie à fournir peut donc être décrite par :

$$E_{fournie} = E_{chauffe} + E_{vaporisation} + E_{gélatinisation} + E_{pertes}$$

**L'énergie fournie en cuisson ohmique** s'obtient par le suivi de puissance de deux pains cuits ohmiquement. Pour chaque essai, on calcule l'énergie fournie *i.e.* l'énergie cumulée sur un cycle de cuisson par kg de pâte:

$$E_{fournie} = \frac{E_c}{m_{pâte}} = \frac{\sum_{i=0}^{300} V_i I_i \Delta t}{m_{pâte}}$$

Où sont respectivement :

$E_c$  l'énergie électrique cumulée sur un cycle de cuisson [kJ]

$V_i$  la tension électrique délivrée dans le pain mesurée par un multimètre [V]

$I_i$  l'intensité électrique délivrée dans le pain mesurée par un ampèremètre [A]

$\Delta t$  l'incrément de temps :  $\Delta t = 1$  sec

$m_{pâte}$  la masse de pâte dans l'enceinte de chauffe [kg]

**L'énergie fournie en cuisson classique** s'obtient en sommant les différentes composantes de l'énergie (chauffe – vaporisation – gélatinisation - pertes).

Détaillons les trois phénomènes de chauffe :

I. **L'énergie de chauffe** est donnée par l'équation :

$$E_{chauffe} = \frac{m_{pain} C_{p,pain} \Delta T}{1 \text{ kg de pâte}}$$

Où sont respectivement :

$m_{pain}$  la masse du pain moyennée sur celle en fin d'apprêt et de cuisson [kg]

$C_{p,pain}$  la chaleur spécifique du pain

$\Delta T$  l'élévation de température dans le pain lors de la cuisson, obtenue par différence entre la température initiale du pain (30°C – fin d'apprêt) et la finale (97°C)

II. **L'énergie de vaporisation de l'eau** est obtenue par la relation :

$$E_{vaporisation} = \frac{\Delta H_v m_{vap}}{1 \text{ kg de pâte}}$$

Où sont respectivement :

$m_{vap}$  la masse d'eau évaporée lors de la cuisson.

$\Delta H_v$  l'enthalpie de vaporisation de l'eau [kJ/kg], décrite par la relation (*vapeur, s. d.*) :

$$\Delta H_v = -0.0019T^2 - 2.2366T + 2499.5$$

$\Delta H_v$  est obtenue par la moyenne des valeurs pour 30 et 97°C.

### III. L'énergie de gélatinisation :

Elle est reprise des analyses DSC sur la pâte crue, en masse humide (voir point 6.2.7.4).

*Détaillons les pertes calorifiques de cuisson :*

**Les pertes énergétiques en cuisson classique** reprennent celles du four et des moules :

$$E_{pertes, classique} = E_{pertes du four} + E_{pertes des moules}$$

Les pertes du four classique sont détaillées en :

$$E_{perte du four} = E_{pertes des parois et du toit} + E_{pertes du convoyeur} + E_{pertes des gaz}$$

Vu que les pertes du four ne dépendent pas de la géométrie du produit, les valeurs de Paton et al. (2013) sont reprises.

Les pertes des moules dépendent de sa géométrie : notre pain cuit de 350 g avec un volume spécifique de 0.27 cm<sup>3</sup>/g a un volume de 1300 cm<sup>3</sup>. Si on désire un pain de mie carré à l'instar de la concurrence indirecte Harry's, on obtient un moule de 10x10x13cm (Figure 89). Considérons le moule comme étant en acier de 1 mm d'épaisseur.

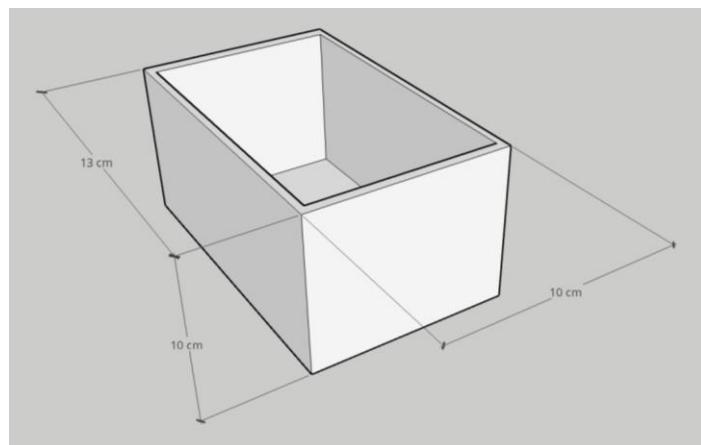


Figure 89. Moule de cuisson.

Dès lors, les pertes pour un tel moule reviennent à calculer l'énergie de chauffe nécessaire pour sa mise en température :

$$E_{perte des moules} = \frac{m_{acier} C_{p,acier} \Delta T_{moule}}{m_{pâte par moule}}$$

Où sont respectivement :

$m_{acier}$  la masse d'acier [g], obtenue par pondération de la masse volumique de l'acier par le volume de l'acier

$C_{p,acier}$  la chaleur spécifique de l'acier

$\Delta T_{moule}$  l'élévation de température du moule: il passe de 30 à ca. 200°C

$m_{pâte par moule}$  la masse de pâte par moule

**Les pertes énergétiques en cuisson ohmique** comprennent uniquement celle du four:

$$E_{pertes, ohmique} = E_{pertes du four}$$

#### 6.1.8.4. Efficience énergétique de la cuisson ohmique

L'efficience énergétique de la cuisson ohmique peut se voir de deux manières : le rendement de notre prototype par rapport aux autres développés précédemment dans les études et l'efficience de conversion énergétique de notre prototype ohmique par rapport à la cuisson classique.

##### I) Rendement par la méthode de référence

Le rendement d'une installation ohmique  $\eta_{OH}$  est évalué en général par la méthode de Huang *et al.* (2007) : elle consiste à faire le calcul du ratio entre l'énergie calorifique spécifique du produit nécessaire pour atteindre une température de cuisson et l'énergie électrique mesurée pour atteindre cette même température, délivrée par l'installation ohmique. Dès lors,  $\eta_{OH}$  s'obtient par la relation :

$$\eta_{OH} = \frac{m_{pâte} C_{p,produit} (T_{cuisson} - T_{initiale})}{\sum_{i=0}^{t_{T_{cuisson}}} V_i I_i \Delta t}$$

Où sont respectivement :

$m_{pâte}$  la masse de pâte introduite dans le moule [kg]

$C_{p,produit}$  la chaleur spécifique du produit

$T_{cuisson}$  la température de cuisson, soit 97°C

$T_{initiale}$  la température avant cuisson (en fin d'apprêt)

$t_{T_{cuisson}}$  le temps pour atteindre 97°C

$V_i$  la tension électrique délivrée dans le pain mesurée par un multimètre [V]

$I_i$  l'intensité électrique délivrée dans le pain mesurée par un ampèremètre [A]

$\Delta t$  l'incrément de temps :  $\Delta t = 1$  sec

En théorie,  $\eta_{OH}$  est supérieur à 0.9. Cependant, en pratique, les études montrent qu'il tend vers la valeur de  $0.65 \pm 0.22$  (Gally, 2017).

##### II) Indice d'efficience énergétique

L'indice d'efficience énergétique (EEI) est défini pour une opération unitaire donnée. Il est le ratio de l'énergie utilisée par le produit lors du procédé, *i.e.* le changement d'enthalpie du produit entre la température initiale et finale de la cuisson dans notre cas, et la consommation énergétique du procédé (Le-bail *et al.*, 2010):

$$EEI = \frac{E_{produit}}{E_{fournie}}$$

$E_{produit}$  comprend l'énergie de chauffe, de gélatinisation et de vaporisation :

$$EEI = \frac{E_{chauffe} + E_{gélatinisation} + E_{vaporisation}}{E_{fournie}}$$

Étant donné que le EEI donne une indication de l'efficacité du transfert d'énergie entre la source primaire et le produit, on peut comparer les EEI entre deux procédés par leur rapport R afin de conclure de celui le plus efficient en terme de conversion d'énergie :

$$R = \frac{EEI_{procédé 1}}{EEI_{procédé 2}}$$

R défini entre la cuisson classique et ohmique permet ainsi de comparer leur efficacité.

## 6.2. Résultats et discussions

### 6.2.1. Dosage et qualité du gluten des matières premières

La caractérisation du gluten sur nos matières sans gluten confirme que celles-ci en sont bien exemptes de manière macroscopique et que la farine T80 témoin en contient. Le gluten humide et sec de la T80 s'élèvent respectivement à 25.3% et 8.9% du poids brut, ce qui rejoint les caractéristiques des farines panifiables, dont les teneurs en gluten humide et sec s'élèvent respectivement de 24 à 30% et de 8 à 13%. Le gluten index de 86 de la T80 indique qu'il s'agit d'un gluten fort et que la farine est panifiable car la valeur optimisée de panifiabilité d'une farine est comprise entre 80 et 90 (Dubrowski, 2010; Oikonomou et al., 2015). Par ces analyses, nous confirmons donc que la farine T80 peut être aisément transformée en pain avec gluten.

Tableau 42. Caractérisation du gluten de la farine T80 avec gluten et de la formulation moyenne GF : la couleur verte indique que les essais respectent la répétabilité requise par la norme ICC 137.

Tests	Essai			Gluten index				Gluten humide (%)			Gluten sec (%)		
	PE (g)	$m_{tr.}$ (g)	$m_{tt.}$ (g)	Essai	$r_{obt.}$	$r_{th.}$	moy.	Essai	r	moy.	$m_{sc.}$ (g)	Essai	moy.
<b>T80</b>	10.02	0.39	2.54	85	2	11	86	25.3	0.0	25.3	0.85	8.5	8.9
	10.02	0.34	2.54	87				25.3			0.93	9.3	
<b>Matières premières sans gluten</b>	10.00	0.00	0.00	/	/	/	/	0.0	0.0	0.0	0.00	0.0	0.0
	10.01	0.00	0.00	/				0.0			0.00	0.0	

### 6.2.2. Mise au point de la formulation avec gluten

#### 6.2.2.1. Farinographe

Le farinographe est employé pour connaître la quantité idéale d'eau à incorporer à la farine pour développer le réseau de gluten lors de la panification. Il délivre un farinogramme permettant de caractériser les qualités de la farine.

D'après deux mesures de matière sèche, la farine T80 a une humidité de 12.82%. La masse de farine à utiliser pour l'obtention du farinogramme peut ainsi être déduite :

$$m_{introduite} = 300 \cdot \frac{86}{100 - 12.82} = 295.93 \text{g.}$$

Après deux essais, la quantité d'eau idéale correspond à une absorption d'eau de 59.8% (117 ml pour 295.93 g de farine) et délivre le farinogramme présenté en Figure 90.

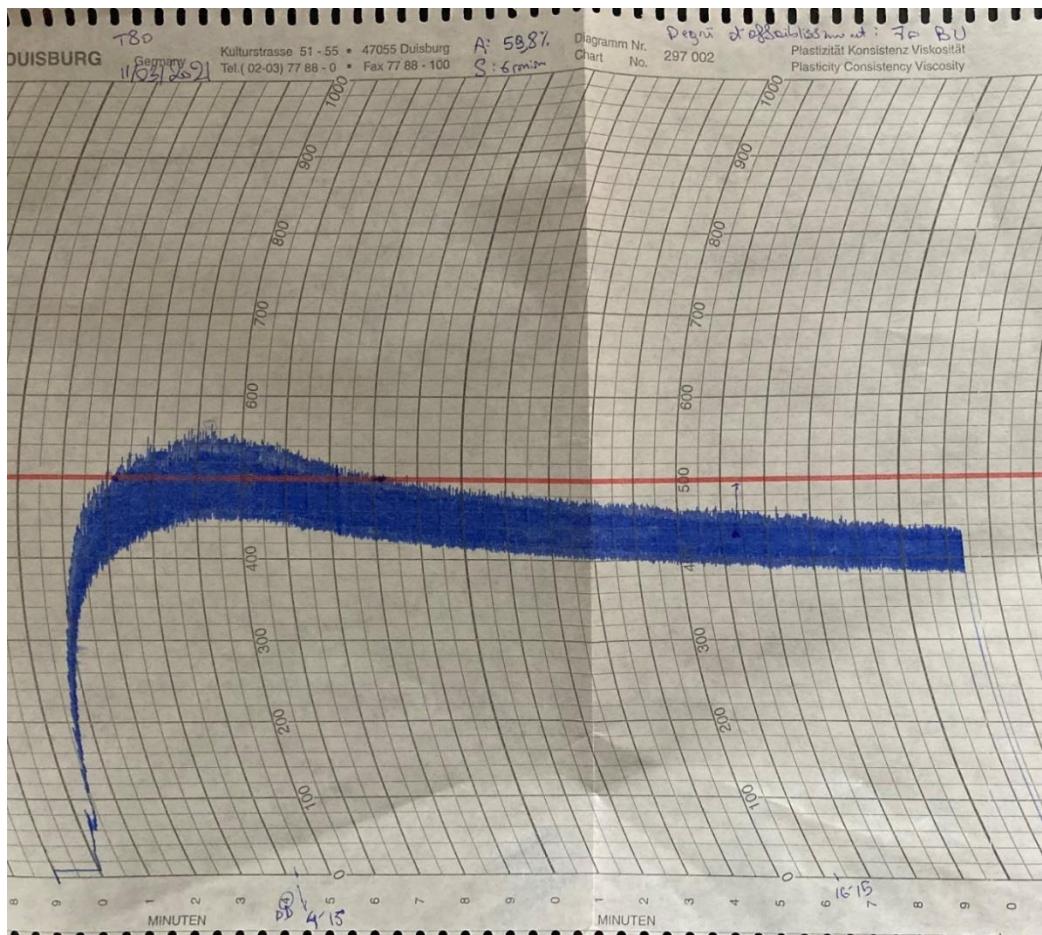


Figure 90. Farinogramme de la farine T80.

Par le farinographe, on déduit que la T80 a une stabilité de 6 min. et un degré d'affaiblissement 12 min. ( $\Delta A f_{12 \text{ min}}$ ) après le pic de 70 BU. L'absorption (A) et la stabilité (S) sont dans les standards des farines bien panifiables (A de 55 à 60 et S de 4 à 10 min) mais le  $\Delta A f_{12 \text{ min}}$  est moyen car les  $\Delta A f_{12 \text{ min}}$  compris entre 50 et 100 BU sont considérés comme moyens. Il faudra donc faire attention à ne pas mélanger trop longtemps sinon le réseau de gluten risque de s'affaiblir (Roussel & Chiron, 2002).

### 6.2.2.2. Panification

La méthode AACC 1995 avec 500 g de farine, 300 ml d'eau, 11 g de levure, 10 g de sel et 5 g de sucre est adaptée : la quantité d'eau est ramenée à 299 ml (59,8% d'absorption, déduit du farinogramme) et la quantité de levure est adaptée au conseil du fabricant (11 g/500 g de levure). Le pain obtenu est très peu monté et présente un alvéolage serré. Deux hypothèses sont soulevées : le boulage est trop serré et le pain a un taux de sel, ressenti au goût, beaucoup trop élevé, ce qui a pour effet de rigidifier le réseau de gluten. Trois modifications sont apportées à la formulation initiale : le taux de sucre est augmenté de 20% (1.2g/100 g de farine) pour favoriser la fermentation, le taux de sel est réduit 1g/100 de farine et le boulage se résume à trois replis de la pâte du côté vers le centre. Le pain obtenu présente un volume spécifique supérieur ( $3.04 \pm 0.13 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) et la mie a des alvéoles plus grandes qu'au test initial. En outre, le pain est plus moelleux au toucher. Enfin, la quantité de sel est satisfaisante au goût. La formulation : 300 g de farine T80, 179.4 ml d'eau, 6.6 g de levure, 3.0 g de sel, 3.6 g de sucre est donc retenue et validée.

On vise ensuite à déterminer la quantité de pâte nécessaire pour avoir un moule plein après cuisson, en prévision d'une comparaison avec la cuisson ohmique. Pour ce faire, on répète la formulation validée mais on augmente la quantité de pâte dans les moules pour déterminer si cela peut avoir un impact sur le volume spécifique. Les temps de cuisson sont adaptés : 15, 18 et 21 min de cuisson pour 40, 60 et 80 g de pâte à cuire, avec trois répliques par essai. Les résultats sont présentés dans la Figure 91.

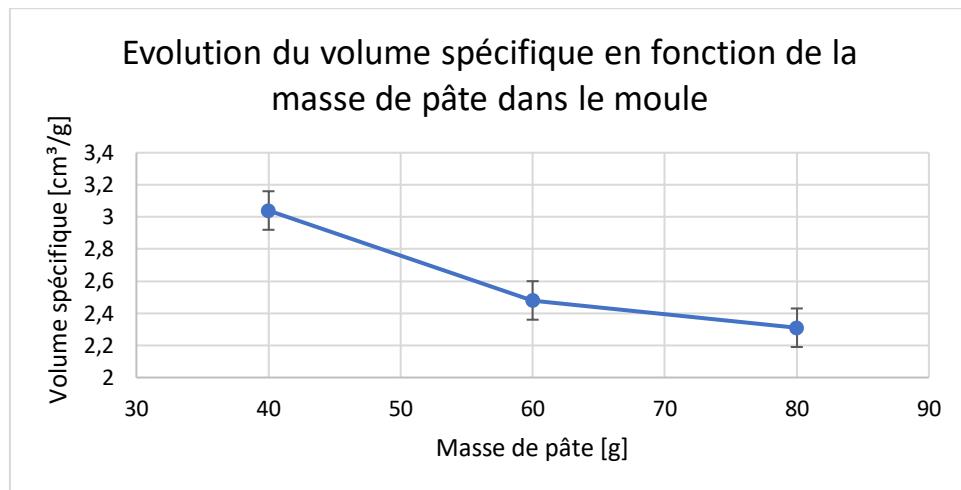


Figure 91. Volume spécifique du pain en fonction de la masse de pâte dans le moule.

Le volume spécifique du pain cuit diminue avec la masse de pâte introduite dans le moule : on décide de prendre 50 g comme référence, afin que le moule soit bien rempli pour les essais par cuisson ohmique, qui nécessite que la pâte couvre complètement les côtés des électrodes.

### 6.2.3. Optimisation de la formulation sans gluten

Les pains sans gluten industriels ont trois fois plus d'ingrédients et d'additifs que leurs homologues avec gluten. Dans cette section, l'objectif est de réduire au maximum la liste d'ingrédients/d'additifs de la formulation sans gluten du Tableau 32, afin qu'elle se limite à un nombre limité d'ingrédients jugés essentiels.

#### 6.2.3.1. Optimisation des ingrédients

##### I) Intérêt de l'Hydroxylpropylméthylcellulose (HPMC)

Trois répliques de 50 g ont été réalisés, une fois avec et une fois sans HPMC. Aucune variation visuelle et de moelleux n'a été détectée, tant au niveau de la croute que de la mie. Cet additif est utilisé dans les formulations boulangères afin de remplacer l'albumine dans les formulations sans gluten (Simon, 2017). Étant donné que notre objectif n'est pas de réaliser un pain sans ovoproduit, l'HPMC n'est pas pertinente dans notre formulation. Pour ces raisons, il a donc été décidé d'écartier l'additif de la formulation du pain sans gluten.

##### II) Intérêt de l'albumine

Notre volonté de limiter le nombre d'intrants dans notre formulation s'est également portée sur l'intérêt de l'albumine dans le pain. La perte à la cuisson *i.e.* rapport de la masse de pain sur pâte crue, l'humidité et le volume spécifique du pain avec/sans albumine sont mesurés. Par le Tableau 43, on constate que les pertes à la cuisson mesurées sur deux fois trois répliques (avec/sans albumine) sont supérieures pour le pain sans albumine, ce qui résulte en une

humidité de pain inférieure que le pain avec albumine. Le volume spécifique est quant à lui supérieur dans la formulation exempte d'albumine.

Tableau 43. Paramètres mesurés sur une formulation avec et sans albumine.

	Perte à la cuisson [%]	Humidité [%]	Volume spécifique [cm <sup>3</sup> /g]
Avec albumine	24.32	40.76	3.27
Sans albumine	24.63	40.54	3.44

Par la Figure 92, on constate que l'albumine permet une rétention de gaz homogène, ce qui n'est pas observé lorsqu'elle est absente. En effet, il est connu qu'elle peut être employée pour structurer le gel d'amidon lors de la gélatinisation, grâce à un potentiel élevé d'absorption du dioxyde de carbone qui favorise le moussage, la prise à chaud et l'adhésion, déterminants pour la fixation du CO<sub>2</sub> dans la mie de pain. En plus, l'albumine dénature à basse température, ce qui lui permet de rapidement renforcer la structure du réseau lors de la cuisson (Ziobro *et al.*, 2016). Pour ces raisons, il a été décidé de conserver l'albumine de blanc d'œuf, qui constitue une phase continue efficiente pour notre formulation, en complémentation de la phase discontinue de l'amidon gélatinisé.



Figure 92. Formulation avec (gauche) et sans (droite) albumine.

### III) Optimisation de la quantité d'eau

Pour avoir un bon alvéolage de mie, il est recommandé d'ajouter une quantité d'eau de 100% par rapport à la masse des farines et amidons, que nous appellerons mix par la suite. Le premier essai en tant pour tant mix/eau n'est pas trop humide mais présente des alvéoles importantes, qui laissent penser que la quantité d'eau n'est peut-être pas suffisante pour solubiliser le mix (Figure 93) (Taylor *et al.*, 2006).



Figure 93. Essai sans gluten tant/tant.

Trois essais ont été réalisés, en variant par rapport au mix la quantité d'eau de 100, 110 et 120% w/w d'eau, correspondant pour 200 g de farine respectivement à 200, 220 et 240 ml d'eau. Il a été fait comme hypothèse que la quantité d'eau n'avait pas d'impact significatif sur le temps de cuisson, d'autant plus que les masses de pâte (ca. 50 g) introduites dans les moules sont variables. La perte d'eau à la cuisson a été évaluée pour tous les essais et la matière sèche finale du produit a été mesurée pour les essais à 100 et 120% w/w.

Par la Figure 94, on constate une augmentation de la perte d'eau et du volume spécifique avec une augmentation de la quantité d'eau employée. L'augmentation de la perte d'eau provient probablement du fait que le mix n'a qu'une capacité limitée à absorber l'eau et au-delà d'un certain seuil, en relargue davantage. L'augmentation du volume spécifique pourrait s'expliquer par une gélatinisation plus rapide des grains d'amidon dû à une disponibilité favorisée de l'eau. Concernant l'humidité, elle s'élève à 40.76% pour le pain à 100% d'eau et monte à 46.01%, ce qui est lié à l'ajout supplémentaire d'eau dans la pâte dans l'essai à 120% d'eau.

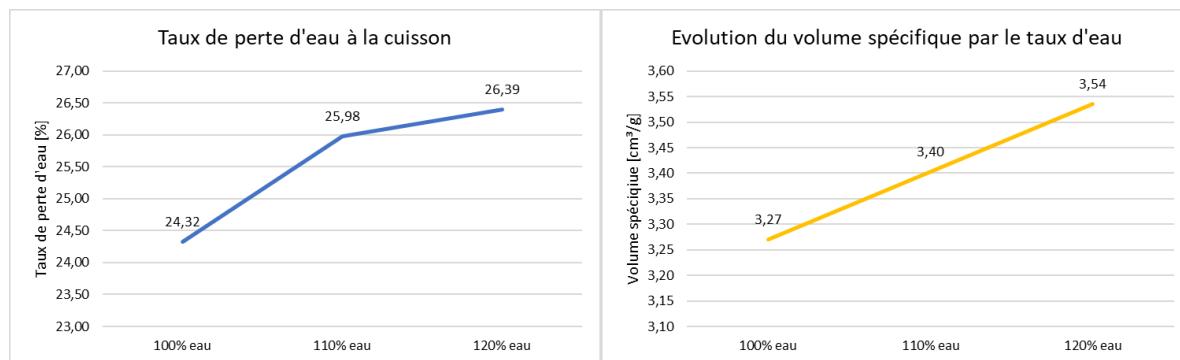


Figure 94. Perte à la cuisson et volume spécifique en fonction du taux d'eau.

Notre volume spécifique visé, 3,39 cm<sup>3</sup>/g, est atteint à 110% d'eau. Cependant, les valeurs d'humidité à plus de 40% sont bien supérieures à celles que nous nous étions fixées (ca. 31 à 33%, valeur moyenne des pains sans gluten) (Cqual, 2019), ce qui laisse présager que notre pain est propice au développement de microorganismes. En outre, le volume spécifique atteint en tant pour tant est jugé satisfaisant car il approche fortement de la valeur d'objectif. Enfin, en pratique, quelques secs après la sortie du four suffisent pour que l'excès d'eau détrempe les pains cuits, le temps qu'ils soient démoulés. Cette observation est fort marquée pour les essais à 110 et 120% w/w. Pour ces raisons, il a été décidé de conserver un tant pour tant mix/eau pour la formulation.

### 6.2.3.2. Détermination de la couleur de la mie

Nous avons délibérément choisi une farine de blé T80 semi-complète, car elle possède la couleur de mie que nous souhaitons approcher avec notre pain sans gluten. Sur deux fois (avec gluten et sans gluten tant pour tant eau/farine et albumine) six mesures de la couleur des tranches 2 & 4 des essais, on constate que le pain avec gluten est légèrement plus clair et plus jaunâtre que le pain sans gluten (Figure 95). Notons que la valeur de rougeur (a\*) est fortement similaire entre les deux formulations, ce qui confirme le fait que cette valeur n'est pas nécessaire pour comparer la couleur des pains entre elles tandis que le pain avec gluten est plus jaunâtre que celui sans gluten. Le pain gris (complet ou semi-complet) étant le pain le plus demandé par les consommateurs (voir point 4.4), par ces observations, nous concluons que la couleur de notre formulation sans gluten s'approche suffisamment du pain à la farine T80 pour être satisfaisante pour le consommateur.

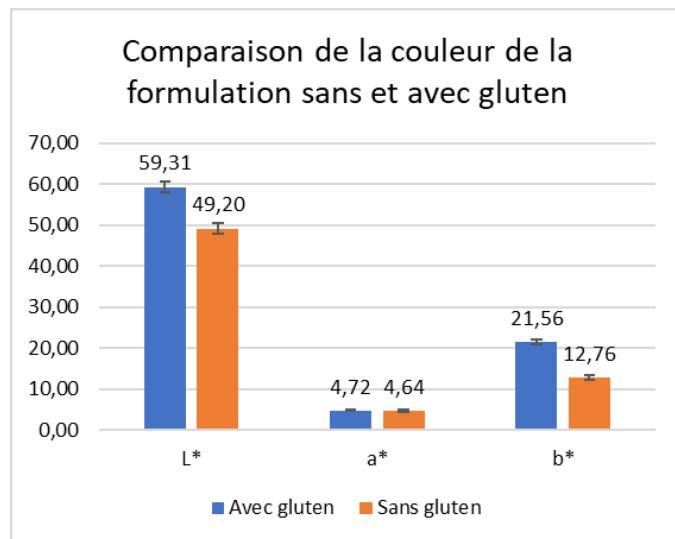


Figure 95. Valeurs  $L^*a^*b^*$  du pain sans et avec gluten.

#### 6.2.4. Optimisation de la formulation GF par plan de mélange

Le but de cette section est de décrire l'optimisation de la formulation sans gluten, en faisant les proportions relatives en sarrasin, sorgho et amidon de pomme de terre, afin d'obtenir un pain avec un volume spécifique maximal et une chewiness minimale. Dans un premier temps, cette section aborde le suivi de gélatinisation des variations 'extrêmes' du mix de farines/amidons (riche en pomme de terre ou riche en sarrasin) par rapport à la formulation moyenne sans gluten et par rapport à la formulation avec gluten (T80). Ce suivi permet de donner beaucoup d'informations sur les changements de l'amidon des différents essais lors de la cuisson. Dans un second temps, l'optimisation en temps que tel est présentée : les 12 variations de pain sont réalisées, leur texture et volume spécifique modélisés et une formulation optimisée est déduite. Dans un dernier temps, la formulation optimisée est validée en trois points : la vérification de la prévision du modèle, la vérification que la variation dans les ingrédients n'altère pas la qualité de conservation après ouverture et la comparaison de l'alvéolage de la formulation optimisée aux essais.

##### 6.2.4.1. Suivi des propriétés de gélatinisation de nos essais

Le Micro-Visco-Amylogramme (MVA) est employé pour simuler le comportement de l'amidon lors de la cuisson. Au préalable de l'analyse MVA, un dosage de la matière sèche (MS) est réalisé sur les deux essais les plus extrêmes en teneur en amidon de pomme de terre et en sarrasin du Tableau 35, à savoir respectivement les essais #1 et #11. On fait l'hypothèse que le sorgho, minoritaire, a un impact négligeable sur l'humidité. Le dosage est également réalisé sur l'essai moyen (#5) (formulation moyenne). Toutes les mesures sont réalisées en double. Par le Tableau 44, on constate que la MS varie faiblement entre les essais et augmente avec un taux d'amidon de pomme de terre & sorgho croissant.

Tableau 44. Matière sèche (MS) des essais extrêmes et de la formulation moyenne : les teneurs des constituants des essais sont exprimées en % w/w.

	Rice	Buckwheat	Potato	Sorgho	Type	MS
#1	20.0	16.0	48.0	16.0	Haut en amidon de pomme de terre	15.87 %
#5	20.0	40.0	30.0	10.0	Formulation moyenne	15.54 %
#11	20.0	64.0	12.0	4.0	Haut en farine de sarrasin	14.72 %

L'analyse par le MVA est ensuite réalisée sur les essais #1, #5 et #11 sans gluten (GF) et également sur la farine de blé ayant servi à la formulation avec gluten, pour comparaison et décrit l'évolution de la viscosité du milieu selon un cycle de chauffe au cours du temps, pour l'obtention d'un amylographe. Par la Figure 96, on constate que les essais sans gluten montrent une viscosité finale plus élevée que celle de la farine de blé.

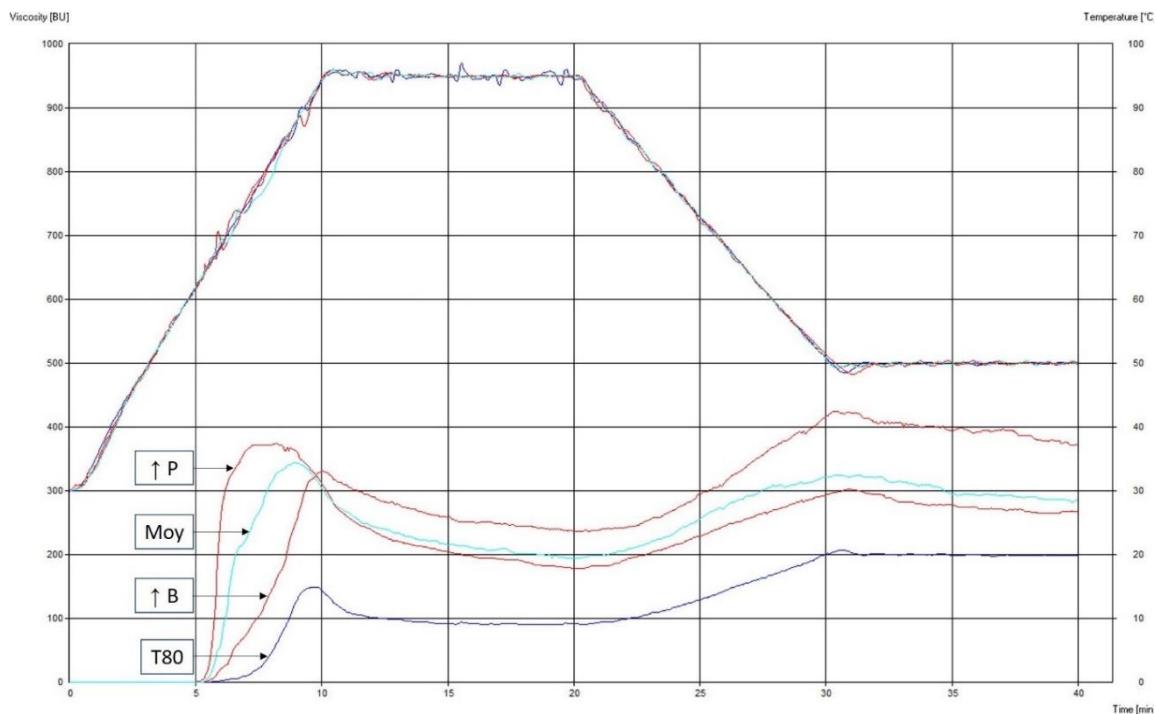


Figure 96. Amylogramme de l'essai à haut taux d'amidon de pomme de terre ( $\uparrow P$ ), de formulation moyenne (Moy), à haut taux de sarrasin ( $\uparrow B$ ) et de la farine de blé (T80).

On en tire les différents paramètres d'amylogramme, présentés dans le Tableau 45.

Tableau 45. Valeurs de l'amylogramme des essais à haut taux d'amidon de pomme de terre ( $\uparrow P$ ), de formulation moyenne (Moy), à haut taux de sarrasin ( $\uparrow B$ ) et de la farine de blé (T80).

Essai	Début de gélatinisation		Pic de viscosité		Breakdown	Setback	Viscosité finale
Test	Temps [min]	Temp. [°C]	Temps [min]	Visc. [BU]	Visc. [BU]	Visc. [BU]	Visc. [BU]
$\uparrow P$	5.43	64.6	7.80	372.0	194.5	117.0	261.5
<b>Moyen</b>	5.63	65.9	8.82	345.5	147.5	127.0	287.5
$\uparrow B$	5.98	67.9	10.02	334.0	92.0	176.5	363.0
<b>T80</b>	6.97	74.6	9.82	149.5	58.5	109.0	199.0

Par le Tableau 45, on constate que la gélatinisation des essais GF subvient plus précocement que la farine de blé et qu'elle atteint un pic de viscosité supérieur pour les essais GF, associés à des valeurs de breakdown, de setback et de viscosité finale inférieures pour la farine de blé. Les profils des essais GF rejoignent les observations de l'étude de Alvarez-Jubete *et al.* (2010) (voir point 2.3.1). En effet, le mix à haut taux d'amidon de pomme de terre a le pic le précoce et le plus haut mais présente un breakdown important et un setback réduit, ce qui mène à une

viscosité finale faible par rapport aux autres essais GF. En outre, le mix à haut taux de sarrasin a un pic tardif, plus bas mais présente un breakdown réduit et un setback important, ce qui mène à une viscosité finale beaucoup plus haute. La formulation moyenne présente quant à elle des valeurs intermédiaires.

Le profil de l'amidon de pomme de terre s'explique par le fait qu'il contient environ 800 ppm de phosphate: cela augmente la viscosité et confère à la solution une faible température de gélatinisation d'environ 60 °C (BeMiller & Whistler, 2009). Les granules d'amidon pomme de terre sont également beaucoup plus gros que ceux de riz ou de sarrasin (Figure 97), ce qui explique l'augmentation de viscosité lors de leur enfllement. En outre, l'amidon de blé est beaucoup plus poreux que celui de la pomme de terre, donnant plus facilement accès aux enzymes dégradantes. Une diminution du nombre de pores diminue la quantité d'amidon dégradé dans le cas de la pomme de terre et résulte en une plus haute viscosité finale (Delcour & Hoseney, 2010a).

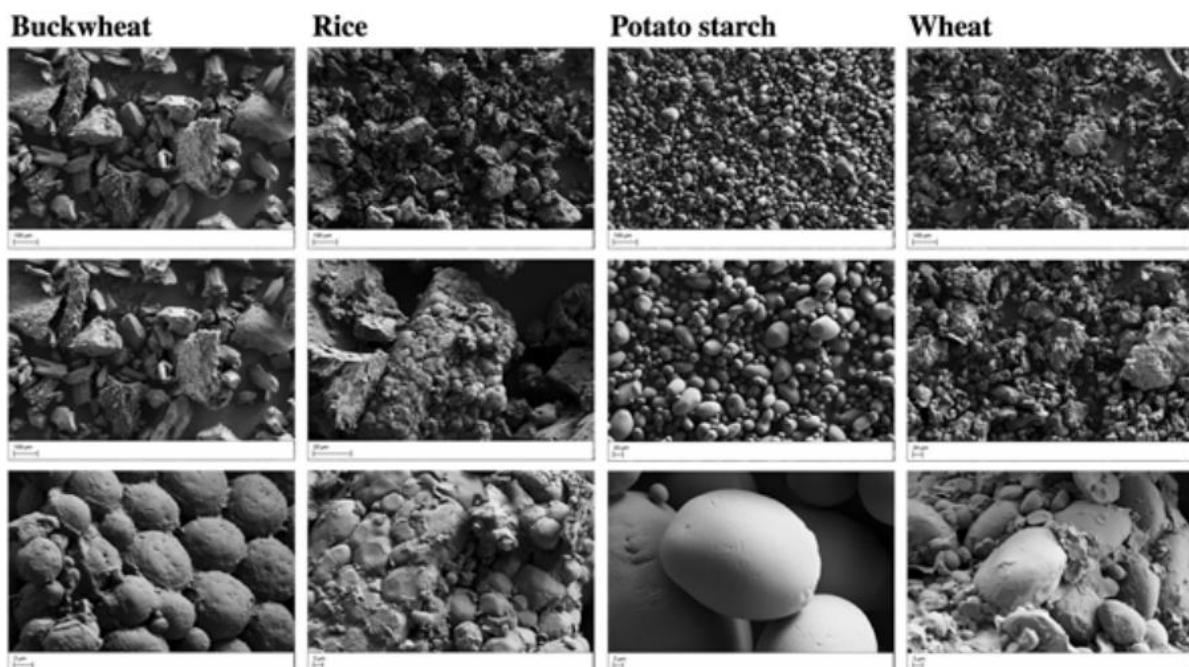


Figure 97. Granulométrie des principaux amidons : les échelles sont respectivement pour la ligne supérieure, médiane et inférieure de 100  $\mu\text{m}$ , de 20  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$  (Alvarez-Jubete et al., 2010).

Le sarrasin a un taux significativement supérieur d'amylose que le blé ou la pomme de terre (ca. 35% contre ca. 25% pour le blé ou la pomme de terre), ce qui explique la valeur de setback maximale pour le sarrasin. Outre son taux d'amylose élevée, la formulation riche en sarrasin présente une viscosité finale maximale.

Pour conclure, l'ensemble des essais sans gluten gélatinise à une température inférieure de celle de la farine de blé ( $66.1 \pm 1.7^\circ\text{C}$  contre  $74.6^\circ\text{C}$  pour la farine de blé), ce laisse penser que la gélatinisation du pain sans gluten pourrait être plus précoce que dans le cas du pain au gluten. Par ailleurs, le gel d'amidon des essais sans gluten a une viscosité finale supérieure à celle du blé, signifiant que la rétention des gaz lors de leur expansion dans le four pourrait favoriser par cet effet dans le cas du pain sans gluten et ainsi aider à augmenter le volume spécifique du pain.

## 6.2.4.2. Modélisation des essais du plan de mélange

Les 12 essais (Tableau 35) sont réalisés afin de former 3 pains par essai. Le TPA ainsi que le volume spécifique y sont mesurés : toutes les données brutes sont présentées en Annexe 3. Les données sont ensuite traitées statistiquement afin d'obtenir une relation mathématique (par modèle canonique d'ordre 2) qui permet de modéliser la Chewiness et la volume spécifique, pour tout variation de proportion de farines (sarrasin – sorgho – pomme de terre). Les modèles sont ensuite validés statistiquement (Tableau 46).

Tableau 46. Validation des modèles de Chewiness et de volume spécifique.

	Chewiness					Volume spécifique																														
Estimateurs	<b>Parameter Estimates</b> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Term</th><th>Estimate</th><th>Std Error</th><th>t Ratio</th><th>Prob&gt; t </th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>B</td><td>8,81778</td><td>0,647128</td><td>13,63</td><td>&lt;,0001*</td></tr> <tr> <td>P</td><td>7,7161843</td><td>1,247596</td><td>6,18</td><td>0,0002*</td></tr> <tr> <td>B*P</td><td>-0,269463</td><td>0,05556</td><td>-4,85</td><td>0,0009*</td></tr> </tbody> </table>					Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t	B	8,81778	0,647128	13,63	<,0001*	P	7,7161843	1,247596	6,18	0,0002*	B*P	-0,269463	0,05556	-4,85	0,0009*	Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t						
Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t																																
B	8,81778	0,647128	13,63	<,0001*																																
P	7,7161843	1,247596	6,18	0,0002*																																
B*P	-0,269463	0,05556	-4,85	0,0009*																																
<b>Ajustement du modèle</b>																																				
$R^2_{adj}$	<b>Summary of Fit</b> <table border="1"> <tbody> <tr> <td>RSquare</td><td>0,857035</td></tr> <tr> <td>RSquare Adj</td><td>0,803423</td></tr> <tr> <td>Root Mean Square Error</td><td>38,28676</td></tr> <tr> <td>Mean of Response</td><td>315,2323</td></tr> <tr> <td>Observations (or Sum Wgts)</td><td>12</td></tr> </tbody> </table>					RSquare	0,857035	RSquare Adj	0,803423	Root Mean Square Error	38,28676	Mean of Response	315,2323	Observations (or Sum Wgts)	12	RSquare	0,926727																			
RSquare	0,857035																																			
RSquare Adj	0,803423																																			
Root Mean Square Error	38,28676																																			
Mean of Response	315,2323																																			
Observations (or Sum Wgts)	12																																			
Analyse de variance	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th><th>D F</th><th>Sum of Squares</th><th>Mean Square</th><th>F Ratio</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Model</td><td>3</td><td>1262512,7</td><td>420838</td><td>316,3842</td></tr> <tr> <td>Error</td><td>9</td><td>11971,3</td><td>1330</td><td>Prob &gt; F</td></tr> <tr> <td>U. Total</td><td>12</td><td>1274484,0</td><td></td><td>&lt;,0001*</td></tr> </tbody> </table>					Source	D F	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Model	3	1262512,7	420838	316,3842	Error	9	11971,3	1330	Prob > F	U. Total	12	1274484,0		<,0001*	Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio						
Source	D F	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio																																
Model	3	1262512,7	420838	316,3842																																
Error	9	11971,3	1330	Prob > F																																
U. Total	12	1274484,0		<,0001*																																
Lack of Fit	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th><th>DF</th><th>Sum of Squares</th><th>Mean Square</th><th>F Ratio</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Lack Of Fit</td><td>5</td><td>1878,345</td><td>375,67</td><td>0,1489</td></tr> <tr> <td>Pure Error</td><td>4</td><td>10092,978</td><td>2523,24</td><td>Prob &gt; F</td></tr> <tr> <td>Total Error</td><td>9</td><td>11971,323</td><td></td><td>0,9697</td></tr> <tr> <td></td><td></td><td></td><td></td><td>Max RSq</td><td>0,9921</td></tr> </tbody> </table>					Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Lack Of Fit	5	1878,345	375,67	0,1489	Pure Error	4	10092,978	2523,24	Prob > F	Total Error	9	11971,323		0,9697					Max RSq	0,9921	Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio																																
Lack Of Fit	5	1878,345	375,67	0,1489																																
Pure Error	4	10092,978	2523,24	Prob > F																																
Total Error	9	11971,323		0,9697																																
				Max RSq	0,9921																															
<b>Significativité du modèle</b>																																				
Variance homogène																																				
Normalité des résidus																																				

Par le Tableau 46, on constate que le modèle canonique d'ordre 2 suffit pour estimer la Chewiness (Ch) des essais. Après avoir validé les 5 critères, on obtient le modèle suivant :

$$Ch = 8.818B + 7.716P - 0.269BP$$

Par contre, le MC2 s'est avéré insuffisant pour estimer le volume spécifique (V) des essais. Ce modèle est une version tronquée du modèle cubique complet de Scheffé, qui comporte un nombre maximal de paramètres pour un problème de mélange de ce type (*Stat-Ease » v11 » General Sequence of Analysis » Model Selection » Scheffé Mix Models*, s. d.) :

$$Y = \sum \delta_i x_i + \sum \sum \delta_{ij} x_i x_j + \sum \beta_{ij} x_i x_j (x_i - x_j) + \sum \sum \sum \beta_{ijk} x_i x_j x_k$$

En l'appliquant à notre plan expérimental, le modèle de Scheffé complet devient :

$$V = \delta_B B + \delta_P P + \delta_S S + \delta_{BP} BP + \delta_{PS} PS + \delta_{SB} SB + \beta_{BP} BP(B - P) + \beta_{BS} BS(B - S) + \beta_{PS} PS(P - S) + BPS$$

En retirant les termes non significatifs, il est possible de réduire le modèle à un modèle canonique d'ordre 2 supplémenté d'un terme d'interaction de coefficient  $\beta$  à estimer:

$$V = \delta_B B + \delta_P P + \delta_S S + \delta_{BP} BP + \delta_{SB} SB + \delta_{PS} PS + \beta_{PS} PS(P - S)$$

Après avoir validé les 5 critères, on obtient le modèle suivant du volume spécifique (V):

$$V = 0.0417B + 0.151P - 1.021S - 0.00289BP + 0.0156BS + 0.0214PS - 0.000271PS(P - S)$$

#### 6.2.4.3. Déduction d'une formulation optimisée

L'outil 'Contour Profiler' (Figure 99) est ensuite employé pour réaliser un compromis entre le modèle Ch et VS afin d'en déduire une formulation avec une Chewiness minimale et un volume spécifique maximal. Pour définir le domaine de contraintes, on prend en compte les distributions des données simulées (Figure 98). On vise donc à être dans le quartile inférieur (25%) pour la Chewiness et dans le quartile supérieur pour le volume spécifique (75%).

Quantiles			Quantiles		
100.0%	maximum	449,98452	100.0%	maximum	4,0202551
99.5%		449,98452	99.5%		4,0202551
97.5%		449,98452	97.5%		4,0202551
90.0%		449,98452	90.0%		3,9261488
75.0%	quartile	382,97384	75.0%	quartile	3,5719654
50.0%	median	268,80734	50.0%	median	3,343968
25.0%	quartile	256,54754	25.0%	quartile	3,1032776
10.0%		250,10008	10.0%		3,0920803
2.5%		249,24984	2.5%		3,0900364
0.5%		249,24984	0.5%		3,0900364
0.0%	minimum	249,24984	0.0%	minimum	3,0900364

Figure 98. Distribution de Chewiness [g] (gauche) et Volume spécifique [cm<sup>3</sup>/g] (droite) simulés.

En croisant les domaines de contrainte sur le Contour Profiler, on obtient **une formulation optimisée à base de 6, 20, 27 et 47 % w/w de sorgho, de riz, de sarrasin et d'amidon de pomme de terre**, ce qui permettrait en théorie d'obtenir un pain avec une chewiness réduite

à 259 g (quantile proche de 25%) et un volume spécifique de 3.86 cm<sup>3</sup>/g (quantile supérieur à 75%).

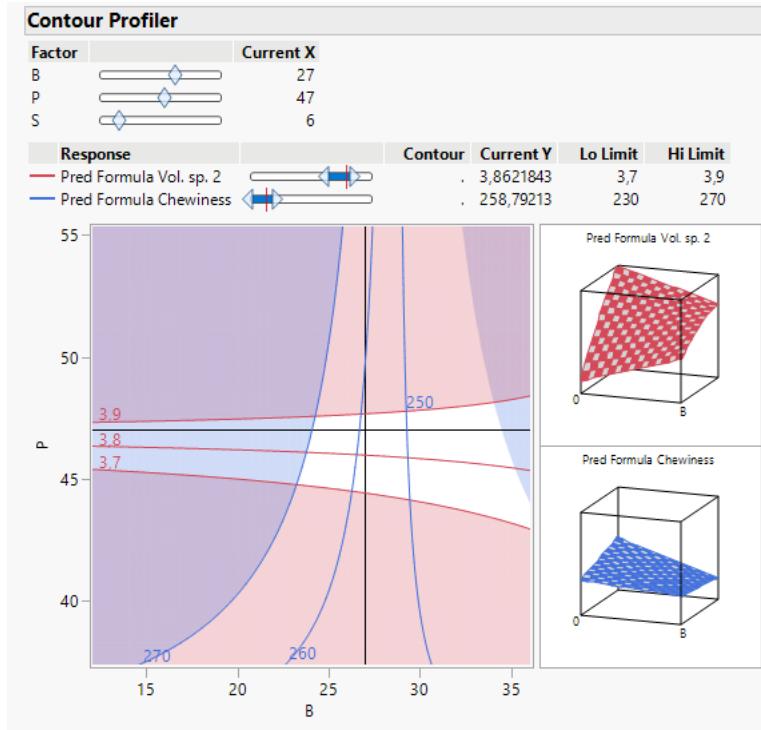


Figure 99. Zones de compromis du Contour Profiler: les zones rosées et bleutées sont les zones de contraintes respectivement de la Chewiness (230 – 270 g) et Volume spécifique (3.7 – 3.9 cm<sup>3</sup>/g).

Cette formulation se trouve dans des zones du plan de mélange où le paramètre étudié est optimal (Figure 100, Figure 101).

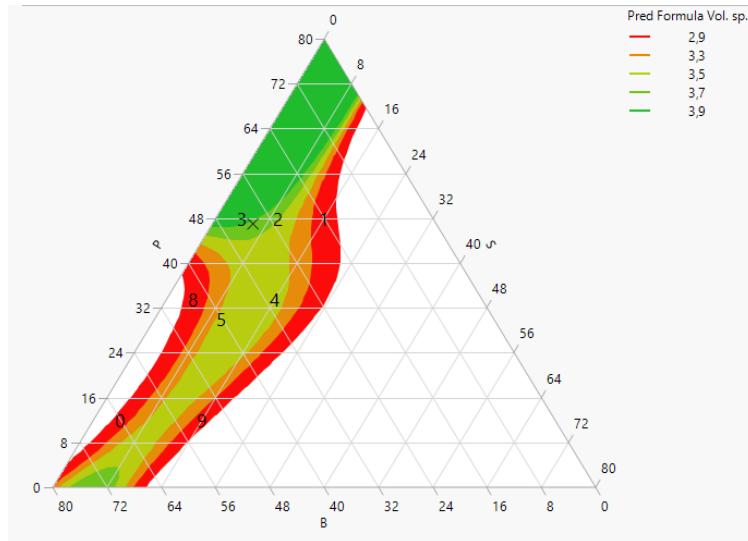


Figure 100. Plan de mélange avec le volume spécifique [cm<sup>3</sup>/g] en courbes de niveau : les essais sont représentés par des chiffres : le 5 reprend les essais 5,6,7 ; le 9 les essais 9 et 10 et le 0 les essais 11 et 12. La formulation optimisée est représentée par le X.

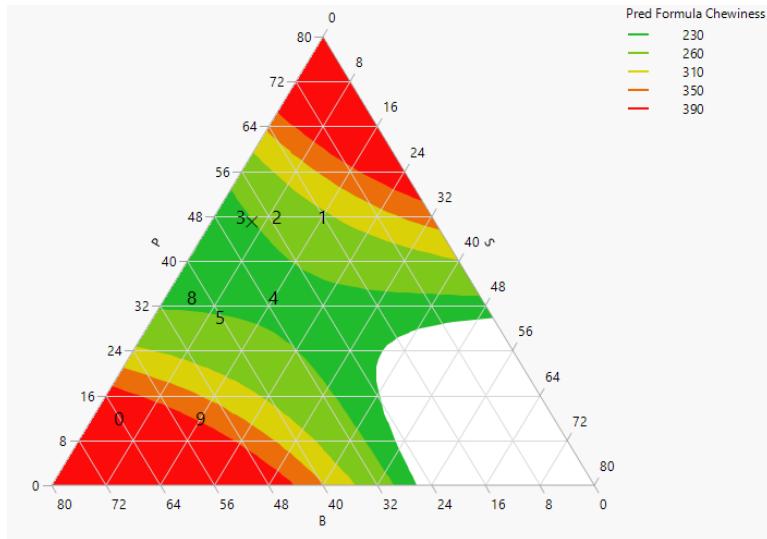


Figure 101. Plan de mélange de la chewiness [g] en courbes de niveau. Les essais sont représentés par des chiffres : le 5 reprend les essais 5, 6, 7 ; le 9 les essais 9 et 10 et le 0 les essais 11 et 12. La formulation optimisée est représentée par le X.

#### 6.2.4.4. Validation de la formulation optimisée

La validation de la formulation optimisée se fait en trois points : vérifier que la prévision du modèle, vérifier que la variation dans les ingrédients n'altère pas la qualité de conservation après ouverture et comparer l'alvéolage de la formulation optimisée aux essais

##### I) Prévision du modèle

Le but est de vérifier que notre formulation optimisée permet de délivrer un volume spécifique maximal et une chewiness minimale. Pour ce faire, on mesure de 5 tranches prises aléatoirement dans 3 pains à formulation optimisée.

La formulation optimisée permet d'obtenir en mesuré une chewiness de  $104 \pm 61$  g (contre 259g prévu) et un volume spécifique de  $3.7 \pm 0.02$   $\text{cm}^3/\text{g}$  (contre  $3.89 \text{ cm}^3/\text{g}$  prévu) : la chewiness est donc plus basse qu'attendu. Cet écart pourrait être réduit si l'expérience avait été répétée afin de réduire l'imprécision du modèle estimé. Le volume spécifique mesuré est fort proche de celui prévu par le modèle. Étant donné que les deux critères sont satisfaisants, cette formulation optimisée est validée.

##### II) Conservation après ouverture

Le but est de vérifier que le fait de faire varier la formulation n'a pas un impact délétère sur le taux de rassissement.

Les formulations à teneur croissante en farine de sarrasin sont connues pour donner des pains qui rassissent moins vite (Wronkowska *et al.*, 2013) : notre formulation optimisée en terme de volume spécifique et de texture contenant moins de sarrasin que la moyenne, il convient de suivre le taux de rassissement et conclure si le taux de rassissement de la formulation optimisée n'est pas significativement augmenté par ce taux de sarrasin réduit. Ainsi, un suivi du taux de rassissement est réalisé sur les formulations moyenne et optimisée ainsi que celle avec gluten, comme référence. On mesure également l'activité de l'eau en parallèle sur trois temps (2 – 26 – 74h).

Par la Figure 102,gauche, on constate que le pain le plus ferme est celui avec gluten tandis que les deux formulations sans gluten évoluent avec une fermeté proche. Le taux de rassissement (Figure 102,droite) indique que la formulation optimisée GF et la formulation avec gluten évoluent de manière similaire. D'autre part, par le graphe de l'activité de l'eau, on constate que celle-ci diminue pour toutes les formulations après 3 jours : l'activité de l'eau étant liée par une isotherme de sorption à l'humidité de la mie, on peut considérer que cette diminution est dû au dessèchement partiel de la mie lors du stockage. Globalement, en comparant les trois formulations, on observe que le pain sans gluten est plus tendre que celui avec gluten et qu'entre les deux formulations GF, aucune différence de rassissement n'est à noter. On peut donc considérer que la formulation optimisée n'a pas un effet délétère sur le taux de rassissement par rapport à la formulation moyenne.

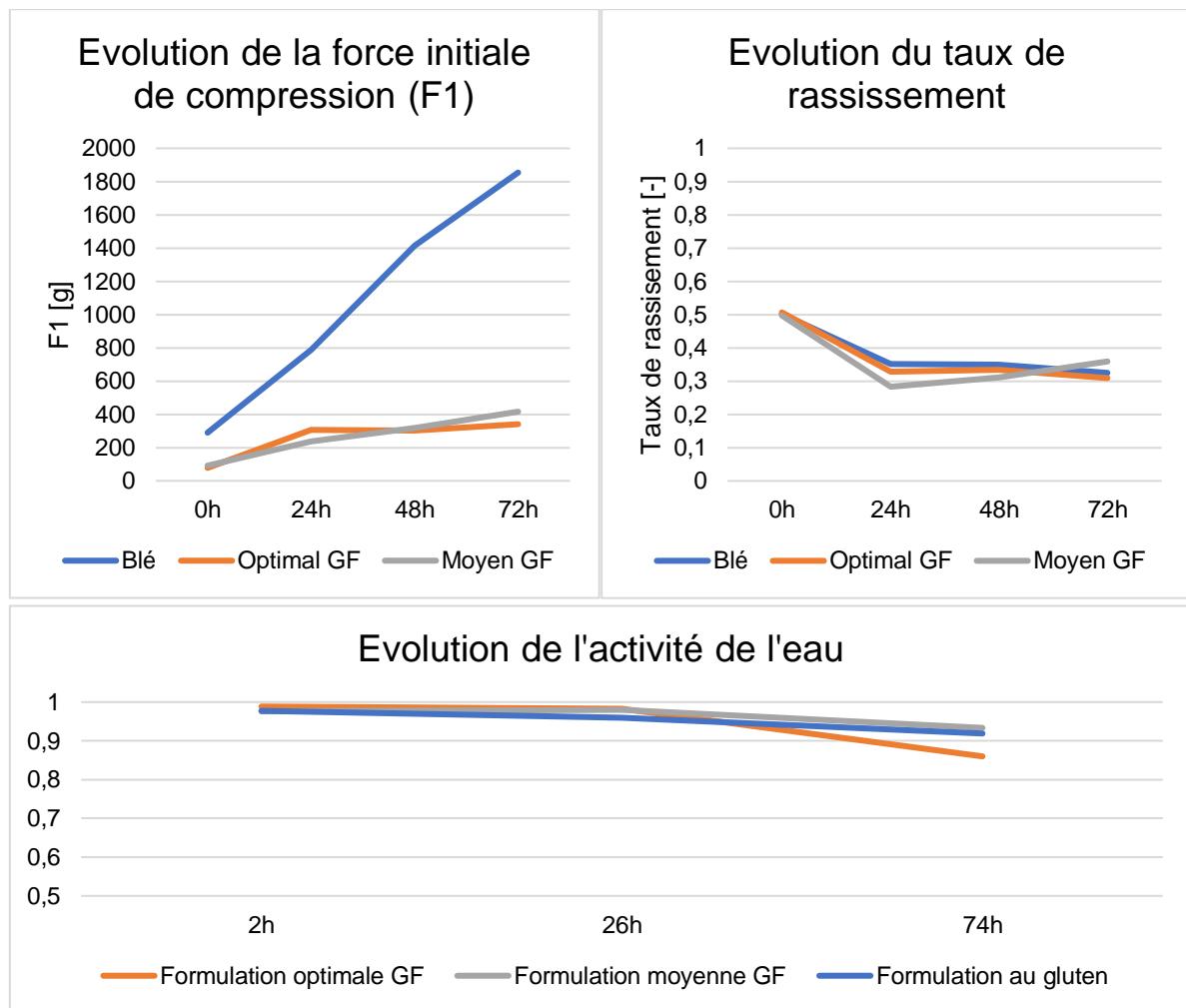


Figure 102. De gauche à droite et de haute en bas : Evolution de la force initiale de compression, du taux de rassissement et de l'activité de l'eau au cours du temps.

### III) Alvéolage

La formulation optimisée déduite des modèles est un intermédiaire entre la formulation 2 & 3. Si on compare les tranches 2 (Figure 103), on constate que les alvéoles de ces formulations sont réparties de manière homogène, nombreuses et d'une taille relativement constante et réduite, ce qui est désirable si l'on souhaite porter ce micropain à un pain de taille standard (ca. 350 g). La formulation optimisée, entre la 2 et la 3, pourrait donc comporter les mêmes qualités d'alvéolage de mie.

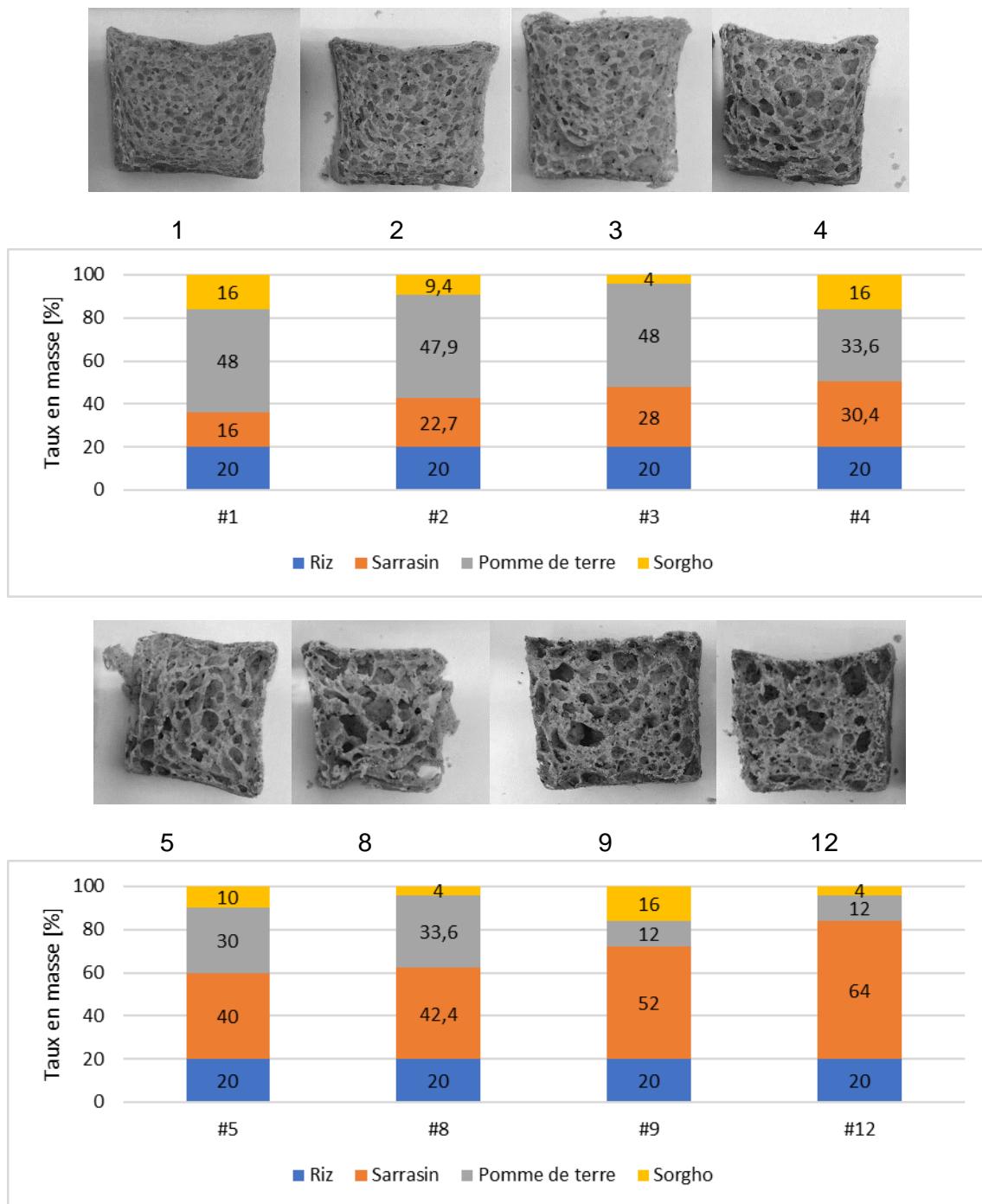


Figure 103. Confrontation des différents essais: alvéolage de mie des tranches 2.

Ainsi, on vise à quantifier et vérifier la qualité d'alvéolage obtenue avec la formulation optimisée sans gluten et la confronter avec celle de la formulation avec gluten. Pour ce faire, on quantifie l'alvéolage des tranches 2 & 4 de deux pains sans gluten (formulation moyenne et optimisée) et d'un pain avec gluten. Les paramètres d'alvéolage déduits sont présentés dans la Figure 104. Le nombre d'alvéoles par  $\text{cm}^2$  témoigne dans ce cas-ci (Figure 105) de la taille des alvéoles : au plus il est élevé, au plus les alvéoles sont petites. La formulation optimisée permet donc d'avoir un alvéolage de taille moyenne, supérieur au pain avec gluten, et plus régulier que celui de la formulation moyenne. Ces résultats confirment les observations de la Figure 103.

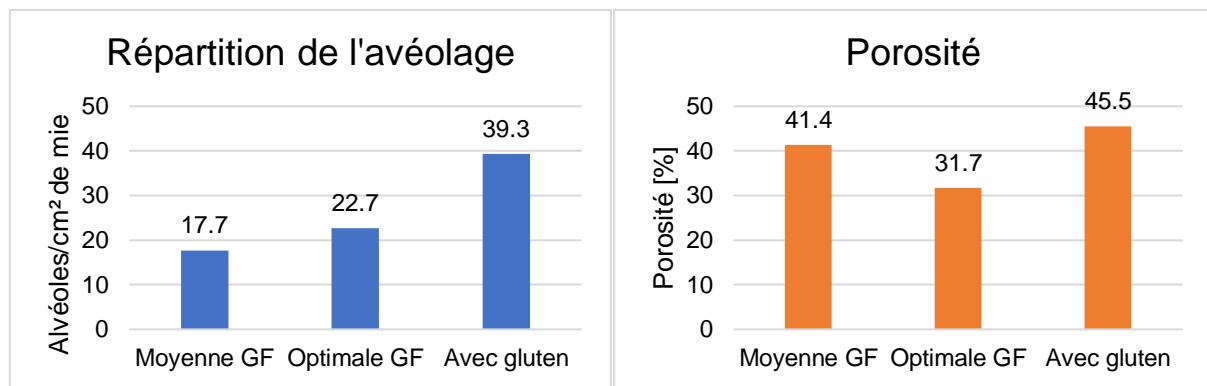


Figure 104. Alvéolage et porosité mesurées par le traitement numérique.

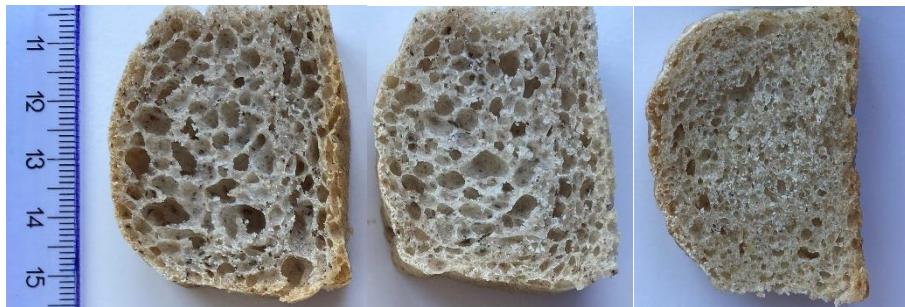


Figure 105. De gauche à droite : Tranches de gauche de formulation GF moyenne & optimisée et avec gluten.

En vérifiant la prévision du modèle, que la variation de formulation n'altère pas la conservation après ouverture et que l'alvéolage obtenu est qualitatif, on peut valider cette formulation optimisée.

### 6.2.5. Confrontation au marché

Le but de cette section est de décrire la confrontation de notre formulation aux produits de Schär (Pain Vital) et Delhaize (Pain gris sans gluten). Cependant, il nous a paru non-pertinent de comparer les caractéristiques de notre micropain (ca. 37.5 g) aux concurrents dont les produits avoisinent les 350 g, étant donné que l'aire spécifique décrite par notre produit est bien plus élevée menant à une portion de croute supérieure par rapport aux produits concurrents, qui pourrait impacter négativement sa texture. Afin de limiter ces effets de bords, par les contraintes imposées par le laboratoire, il nous a été possible de produire un pain de 225 g, dont l'humidité mesurée était identique à celle du micropain à formulation identique, pour un temps de cuisson portée de 17 à 33 min, qui a donc été utilisée pour les analyses de confrontation au marché. Le nom de marque considéré est 'O-Made' (voir point 7.3.1).

L'ensemble des analyses statistiques des résultats de mesures TPA est présenté en Annexe 7. Par la Figure 106, on constate pour un niveau de confiance de 95% que notre produit a une hardness, chewiness ainsi qu'une cohesiveness significativement plus faible que les produits concurrents de Delhaize et Schär. Cependant, on remarque que l'élasticité de notre produit est significativement plus haute que celle des autres produits concurrents. On constate également que notre produit « O-Made » a le volume spécifique le plus haut par rapport aux produits Delhaize et Schär. Cependant, le volume spécifique du produit de Delhaize est très proche du nôtre. On remarque que l'humidité des produits O-made et Schär sont similaires, aux alentours de 40%, tandis que le pain de Delhaize est plus sec. Enfin, notons qu'aucun des trois produits comparés ne se rapproche de la valeur de référence de 31% (voir point 5.4).

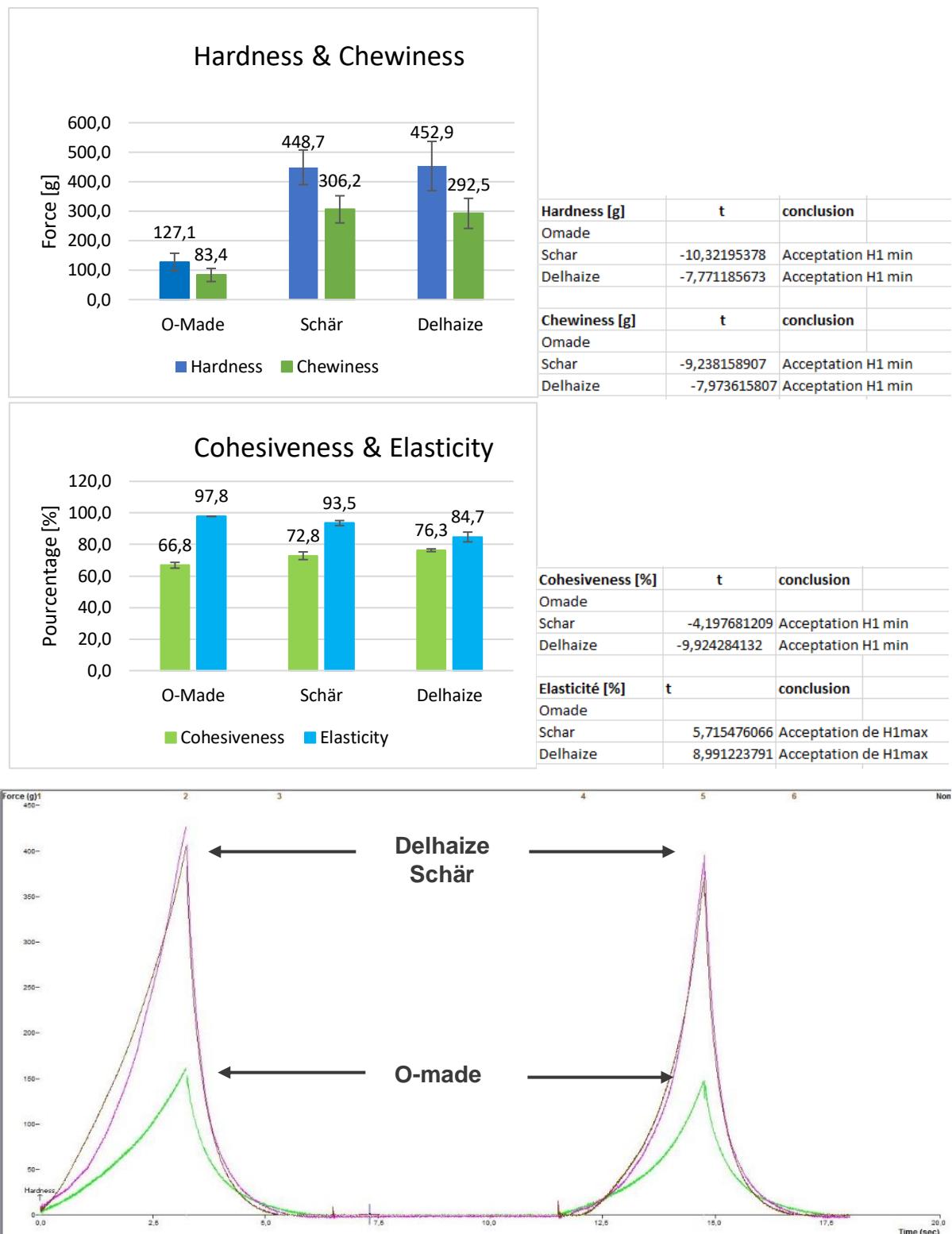


Figure 106. de haut en bas : Comparaison de la Hardness & Chewiness, Comparaison de la Cohesiveness & Elasticity, Analyse statistique, graphique TPA des produits O-made, Schär, Delhaize.

Tableau. 49 valeurs de l'humidité et de volume spécifique des produits Schär, Delhaize, O-made

Produit	Volume spécifique [cm <sup>3</sup> /g]	Humidité [%]
Schär	2.86	40.57
Delhaize	3.62	37.28
O-Made	3.70	40.95

Pour quantifier l'alvéolage de mie des différents produits, le protocole du point 6.1.3.3 est adapté : la tolérance d'échelle de gris est portée de 110 à 150, car la prise de vue a changé de luminosité et le recadrage est réalisé sur 500 px. Ainsi, trois fois trois recadrages (trois par produits) sont réalisés sur la Figure 107. Les résultats ne peuvent donc pas être comparés aux autres mesures d'alvéolage de ce TFE, mais uniquement entre celles présentées dans ce point. Par ailleurs, par la Figure 107, notons que les produits sont fort distincts en couleur, avec le produit de Schär tirant beaucoup plus vers le brun tandis que celui de Delhaize tire plus vers le jaune, raison pour laquelle nous n'avons pas évalué ce paramètre car la comparaison ne nous paraissait pas pertinente et que le pain de Schär semble le plus poreux avec de plus grandes alvéoles.



Figure 107. Notre produit (au centre) et ceux de la concurrence (Au-dessus, Schär – En-dessous, Delhaize).

Le traitement numérique des images pour la déduction des paramètres d'alvéolage (Figure 108) confirme les observations de la Figure 107 : le pain Schär a le plus d'alvéoles et les plus grandes alvéoles ainsi que la plus grande porosité, suivi par notre produit puis par celui de Delhaize. Notre produit se trouve donc dans les standards en terme d'alvéolage.

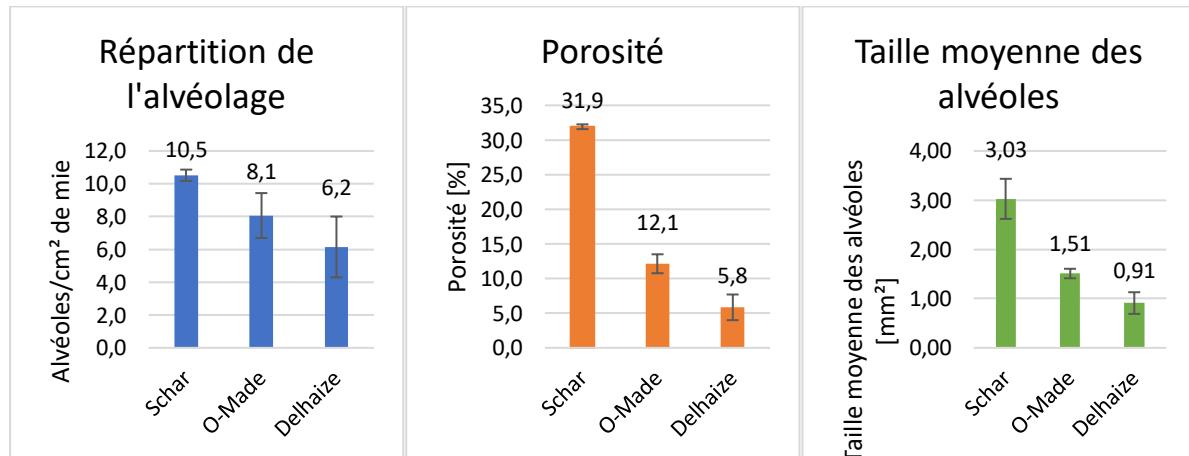


Figure 108. Paramètres d'alvéolage de mie de notre produit (O-Made) ainsi que de ceux de la concurrence.

## 6.2.6. Etude de la conservation du produit

Cette section aborde la vérification de l'intérêt d'un emballage PA/PE et/ou d'un emballage à atmosphère modifiée (MAP) pour prolonger la durée de vie du produit, avec le suivi des paramètres sensoriels (couleur – taux de rassissement) et de conservation (activité de l'eau – pH – germes totaux aérobies – levures/moisissures). La MAP consiste en le remplacement de l'oxygène par de l'azote afin de limiter le développement de microorganismes lors du stockage.

En industrie boulangère, la conservation des pains sans gluten va d'une semaine à plus de six mois et dépend de nombreux facteurs. C'est pour cette étude se réalise en deux temps : un test préliminaire afin de définir le temps grossier de conservation par le suivi des microorganismes et l'efficacité de la MAP et ensuite un test plus précis avec le suivi de l'ensemble des paramètres sensoriels et de conservation.

### 6.2.6.1. Test préliminaire

Deux séries de pains sont emballées, l'un sous MAP à azote et l'autre sous air ambiant. Sur trois mesures réalisées initialement, après 8 et 12 jours (Figure 109), on observe que dans le cas de la MAP, la quantité d' $O_2$  et de  $CO_2$  passent respectivement de 0.3 à 0.6% et de 0.1 à 0.8% en 12 jours : le PA/PE utilisé est donc efficace pour stabiliser la MAP à court terme vu que la quantité d'azote y reste stable et que l'oxygène n'augmente pas drastiquement. En observant l'évolution de l'air ambiant, on voit que l'oxygène est de plus en plus remplacé par du  $CO_2$ , ce qui peut s'expliquer par le fait que le  $CO_2TR$  de l'emballage testé est trois fois supérieur au OTR (voir point 6.1.6).

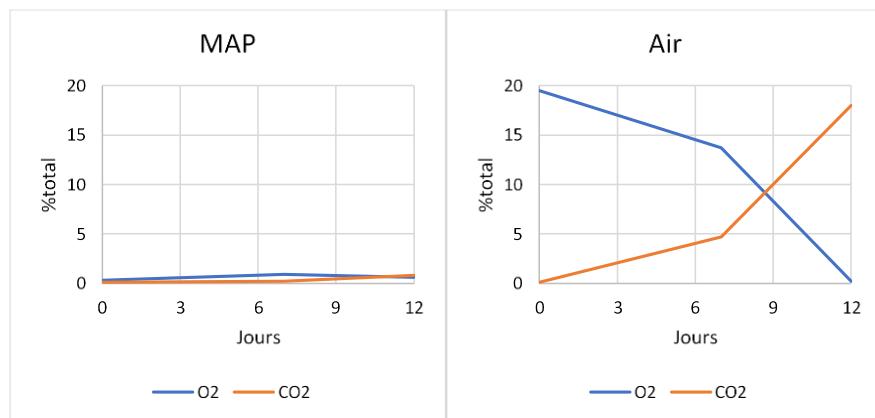


Figure 109. Evolution de la composition en gaz des emballages MAP (gauche) et conditionnés sous air ambiant (droite).

Pour ce qui est de l'intérêt d'employer une MAP, les microorganismes se développent dans l'emballage témoin à air ambiant à partir de 6 jours, tandis qu'aucune moisissure n'est visible à l'œil nu au-delà de 12 j dans le cas de la MAP (Figure 110).



Figure 110. Pains emballés après 6 jours: à gauche, à l'air ambiant - à droite, sous MAP.

On peut donc considérer que l'emballage est adéquat pour ses qualités de conservation de haut taux d'azote et que la MAP ralentit visuellement le développement de moisissures.

L'attente de la DLC pour notre produit emballé et conditionné sous MAP était au-delà de la deux semaines : des analyses au J1, J8, J15 et J22 étaient donc prévues. Les paramètres de conservation considérés ici sont la densité en levures/moisissures, les germes totaux aérobies (mésophiles), le pH et l'activité de l'eau (Figure ). L'apparition de moisissures dès J6 nous a laissés penser que les analyses des microorganismes seraient au-dessus des seuils de tolérance dès J8, même pour ceux emballés sous MAP. Cela est confirmé par la Figure où on constate à J0 que la cuisson a permis une pasteurisation efficace en éliminant la totalité des germes et des levures/moisissures. Cependant, le pH est fort élevé (5.74) et l'activité de l'eau supérieure à 0.95 : les deux conditions sont réunies pour le développement aisément des microorganismes. Bien que l'on ait visuellement constaté que la MAP permettait de ralentir leur développement (Figure 110), on remarque qu'après 8 jours en MAP, le pain est à limite en terme de levures/moisissures (max.  $10^4$  CFU/g) et dépasse le critère fixé pour les germes mésophiles ( $10^6$  CFU/g) d'un facteur 10, raison pour laquelle l'étude de la conservation a été répétée, cette fois uniquement en MAP et avec davantage d'analyses plus précoces à J0, J3, J7 et J10, afin d'estimer plus précisément la DLC.

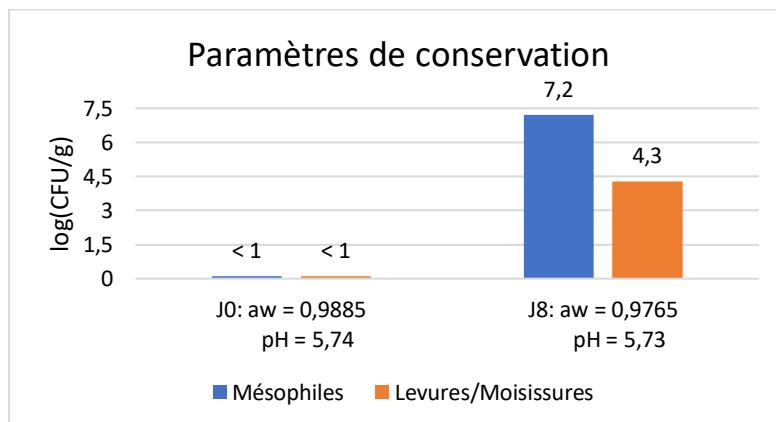


Figure 110. Paramètres de conservation : les valeurs de microorganismes sont celles du pain sous MAP.

À ce stade, il n'est pas possible de conclure d'une DLC supérieure à une semaine pour notre produit, même si celui-ci est emballé sous MAP N<sub>2</sub>. Les perspectives sont les suivantes pour prolonger la DLC de notre produit : changer la MAP par une N<sub>2</sub>:CO<sub>2</sub> ou rajouter du vinaigre (1%) afin d'acidifier le milieu et baisser le pH (« How to Extend the Shelf Life of Bread », 2020), ou prolonger la cuisson afin de tenter d'éliminer davantage d'eau libre pour également faire abaisser l'activité de l'eau.

#### 6.2.6.2. Test précis

Constatant que notre produit ne se conserve pas au-delà d'une semaine, il a été évalué si un ajout contrôlé de vinaigre pour acidifier pouvait prolonger la conservation du pain en limitant le développement des microorganismes. Pour ce faire, nous avons comparé la conservation de pains sans gluten à formulation classique (pH<sub>pâte</sub> = 5.74) et acidifiés par du vinaigre cristal 7% (Everyday) (pH<sub>pâte</sub> = 5.15), ce qui correspond à une acidification de 3.9x par rapport à la pâte initiale et qui reste dans les pH connus des pains (Fellows, 2017). Au goût, le pain acidifié ne se détecte pas de manière notable.

## I) Paramètres de conservation

Les analyses microbiologiques (Figure 111) montrent que le pain acidifié permettrait de prolonger la conservation jusque 10 jours, vu que les populations mesurées sur les pains acidifiés de levures et moisissures (LM :  $5.0 \times 10^3$  CFU/g) et de germes totaux (GTA :  $10^6$  CFU/g) à 10 jours de stockage respectent les seuils de tolérance fixés (respectivement  $10^4$  et  $10^6$  CFU/g pour les LM et GTA). Toutefois, pour prolonger la DLC à 10 jours, une analyse sensorielle serait nécessaire pour s'assurer de la non-détection du vinaigre entre un pain classique et un pain acidifié.

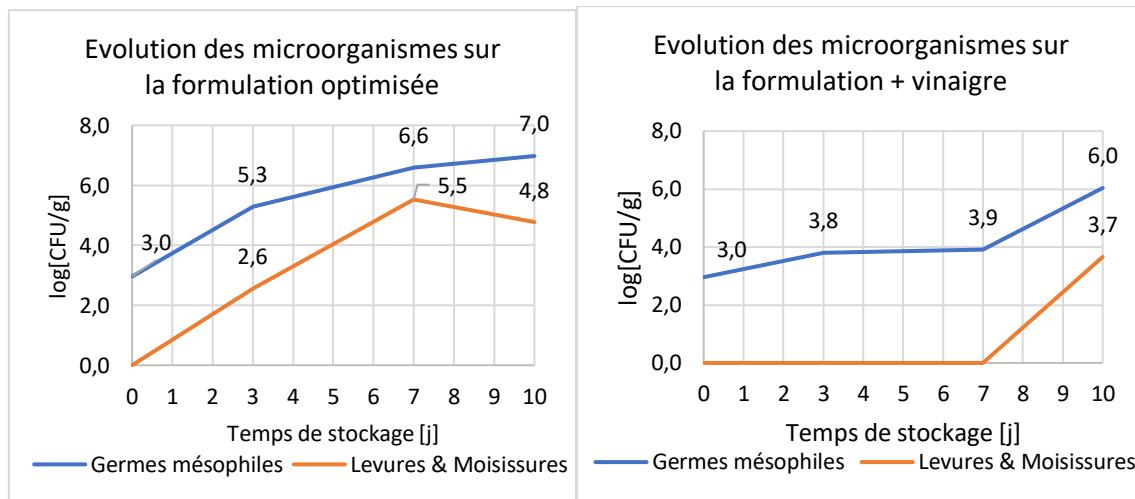


Figure 111. Evolution des microorganismes lors du stockage.

## II) Paramètres sensoriels

Les paramètres sensoriels ont été uniquement suivis sur la formulation classique, sans vinaigre. Concernant les mesures de couleur, l'analyse statistique se base sur la même méthode qu'au point 6.1.8.1, à l'exception que dans ce cas-ci, on compare les paramètres de couleurs mesurés entre différents jours de conservations et non pas les cuissons. L'ensemble des analyses statistiques des résultats sont présentés en Annexe 8.

Par la Figure 108, on constate pour un niveau de confiance de 95% que les paramètres  $a^*$  et  $b^*$  ne sont significativement pas différents entre eux en fonction du temps. Notons tout de même que le paramètre  $L^*$  qui correspond à la clarté du produit réduit significativement en fonction du temps. On peut alors conclure que la couleur du produit ne change pas, mais que la mie du pain perd en clarté en fonction du temps.

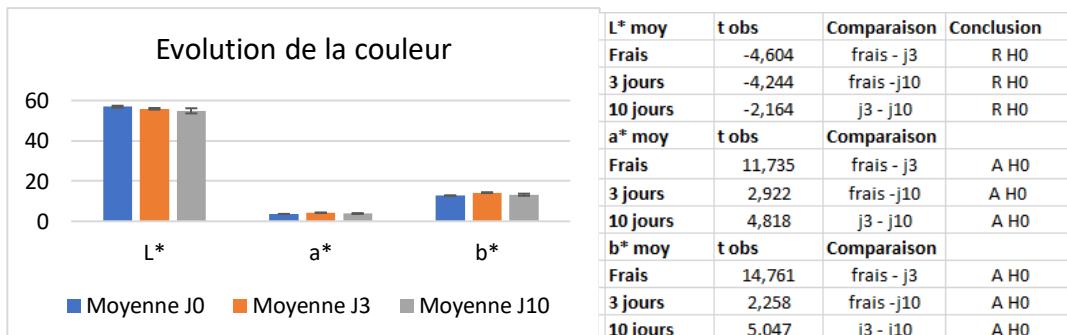


Figure 108. Paramètres couleur : Valeurs  $L^*a^*b^*$  en fonction du temps. A droite, quantiles de Student. L'hypothèse alternative acceptée dans le cas de  $L^*$  est  $H_{1,min}$  (voir point 6.1.8.1).

Par la Figure 109, on constate que l'évolution du taux de rassissement est moins favorable que dans le cas de l'évolution après ouverture (voir point 6.2.4.4) : le pain sans gluten après trois jours d'ouverture se conserve mieux car la force F1 ne s'élève qu'à 340.7 g, contre 463.7 g pour le pain emballé. En outre, le taux de rassissement est plus élevé dans le cas du pain laissé ouvert trois jours (0.31), donc plus frais que le pain emballé dont le taux de rassissement tombe à 0.22. Notons que le taux de rassissement reste stable à 10 jours, signifiant que la grande majorité du rassissement subvient durant les trois premiers jours de stockage. L'emballage et/ou la formulation devront donc être réfléchis pour aboutir à une conservation plus optimale, en combinant l'avantage de l'emballage de limiter la propagation des microorganismes, tout en limitant le taux de rassissement.

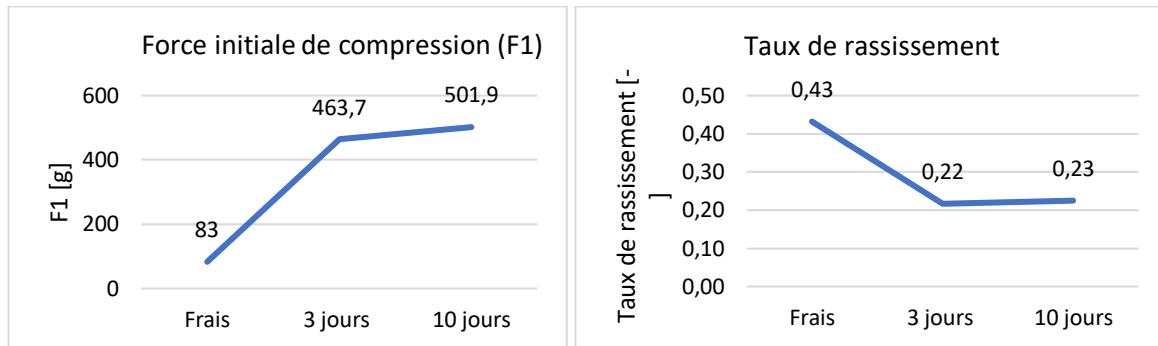


Figure 109. : Evolution de la force initiale de compression, du taux de rassissement du pain sans gluten avec cuisson ohmique.

### 6.2.7. Optimisation du procédé de cuisson ohmique

Cette section aborde le procédé de cuisson ohmique du prototype décrit au point 6.1.7.4 et les démarches expérimentales afin de définir les paramètres optimaux de tensions à appliquer lors de l'apprêt afin d'approximer celle réalisée pour la cuisson classique et lors de la cuisson ohmique. Enfin, elle aborde la détermination du temps de cuisson ohmique nécessaire pour atteindre un même appoint de cuisson que celui de la cuisson classique (17 min – 230°C).

#### 6.2.7.1. Paramètres d'apprêt en cuisson ohmique

La cuisson classique est employée comme témoin, afin de comparer son efficacité à la cuisson ohmique. L'évolution de la température à cœur, moyennée sur deux mesures, du pain sans gluten par cuisson classique (Figure 112) montre que le pain s'élève de 4.65°C en 40 min de fermentation (30°C – 95% RH) puis augmente de 30°C à 95°C en ca. 8 min 30. On vise donc à déterminer la tension efficace à appliquer dans l'enceinte ohmique pour éléver en 40 min la pâte de 4.65°C, afin d'obtenir un apprêt similaire entre les deux types de cuisson.

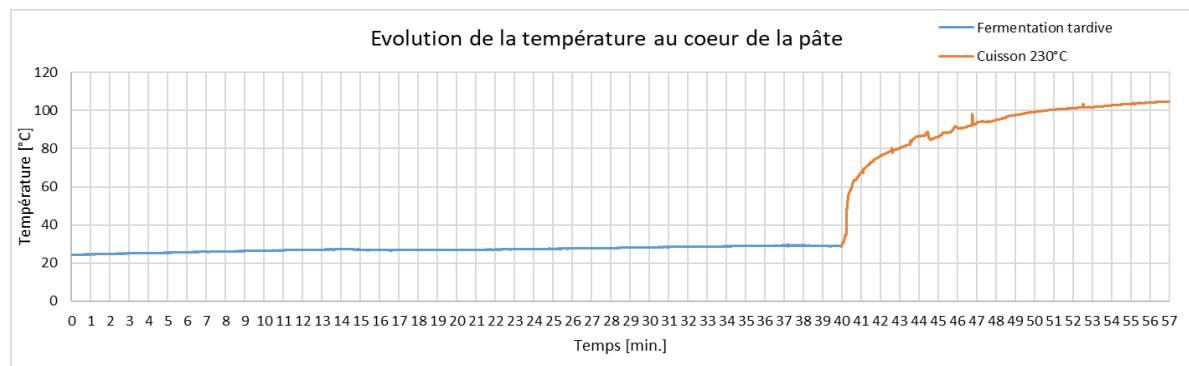


Figure 112. Température à cœur lors de l'apprêt (bleu) et lors de la cuisson classique (orange).

L'élévation de chaleur dans la pâte lors de l'apprêt dépend de la résistance de la pâte fonction de la conductivité électrique. On la mesure donc à 3 temps en double dans la pâte mise à pousser dans la chambre de pousse sur une formulation sans gluten (Figure 113).

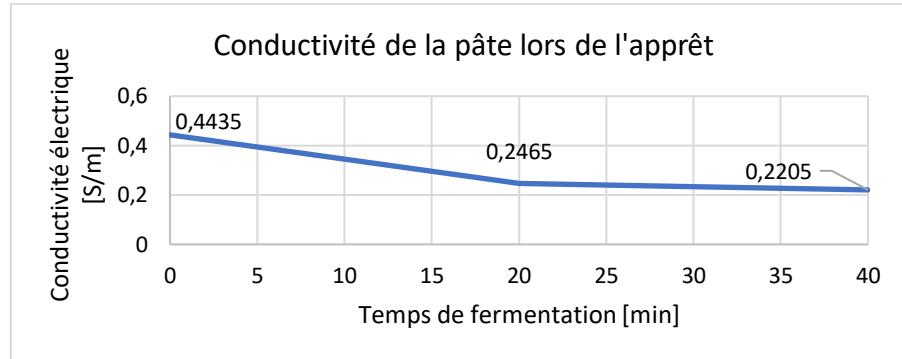


Figure 113. Conductivité électrique lors de l'apprêt.

On obtient ainsi une conductivité moyenne de 0.3035 S/m et une résistance de pâte correspondante de  $84.48 \Omega$ . On en déduit une tension efficace de 9.48 V. En pratique, on prend donc comme ordre de grandeur 10 V pour réaliser nos essais.

Pour vérifier nos prédictions, trois essais d'apprêt en cellule ohmique sont réalisés : la prise en température sur 40 min mesurée moyennée sous 10 V est de  $4.5 \pm 0.3$  °C. Elle s'approche de la valeur observée pour la cuisson classique de 4.65°C/40 min. La tension de 10 V est donc retenue pour obtenir un profil de chauffe lors de l'apprêt similaire à celui observé dans la chambre de pousse et permet donc de réaliser l'apprêt et la cuisson ohmique dans la même cellule.

#### 6.2.7.2. Courbes de chauffe de la cuisson ohmique

Une fois la tension d'apprêt validée, il convient de déterminer celle nécessaire à la cuisson. Pour ce faire, on applique différentes tensions issues de l'étude de Bender *et al.* (2019) afin d'observer les différentes montées en température au cours du temps, dites 'courbes de chauffe' en fonction de la tension appliquée sur la pâte.

Par la Figure 114, on observe une montée en température plus rapide pour une tension croissante. A partir de 148 V, on observe une perte en température progressive une fois le pic atteint. Cela pourrait être dû à une tension trop haute, résultant en un arc électrique local, évitant la pâte et donc n'occasionnant plus l'effet Joule et la chauffe.

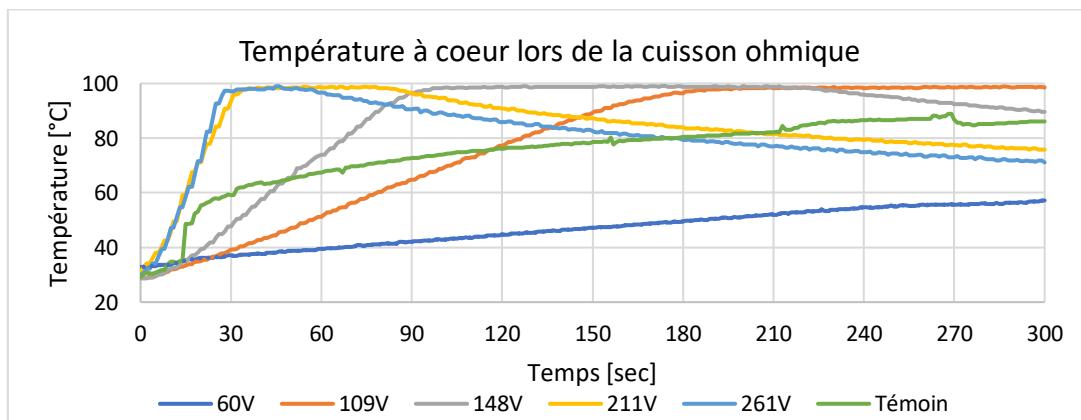


Figure 114. Température à cœur des différentes cuissons ohmiques: le témoin est le profil de cuisson classique.

On peut en déduire les couples température-temps ( $dT/dt$ ), afin de comparer l'efficacité de chauffe de la cuisson ohmique par rapport à la cuisson classique. Ceux-ci sont calculés par :

$$\frac{dT}{dt} \simeq \frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{97^\circ C - \text{Température en fin de fermentation}}{\text{Temps de cuisson pour atteindre } 97^\circ C}$$

Le couple à 60 V n'a pas pu être calculé car la température de cœur n'a jamais atteint 97°C. Par la Figure 115, on observe que toutes les tensions à partir de 109 V permettent de chauffer plus rapidement que la cuisson classique. On observe également que les valeurs à partir de 211 V présentent des couples supérieures à 1°C/sec, valeur caractéristique de la cuisson ohmique (voir point 3.4.2.2). On constate par contre que les tensions de 211 et 261 V dépassent la chauffe idéale de Bender (1.62°C/sec) et peuvent donc être employées pour porter rapidement le cœur du pain à température de gélatinisation de ca. 65°C (voir point 6.2.4.1).

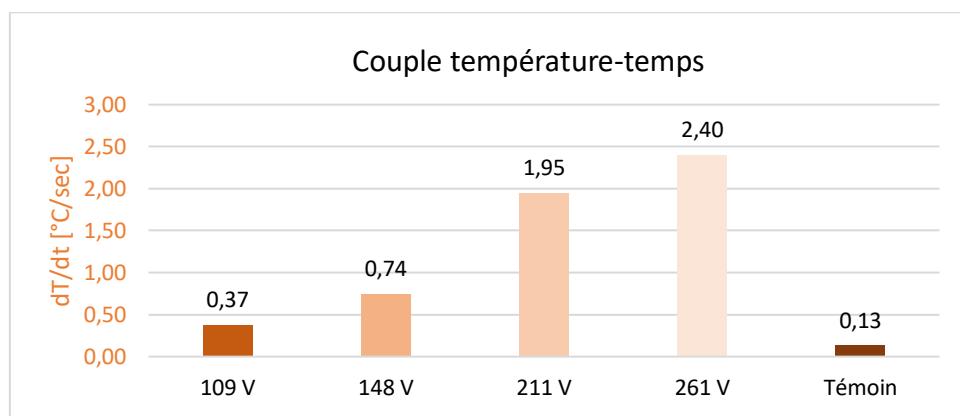


Figure 115. Couple température-temps à différentes tensions : le témoin est la cuisson classique.

On désire approcher la courbe optimisée de 1.62°C/sec pour passer de 29°C en fin d'apprêt à 97°C, température de 'stabilisation' de la cuisson. Pour ce faire, on emploie les tensions aux couples encadrant la valeur cible de 1.62°C/sec, à savoir les tensions de 211 V (couple de 1.95°C/sec) et de 148 V (couple de 0.74°C/sec). On détermine d'abord le temps nécessaire pour passer de 29°C à 97°C à raison de 1.62°C/sec.

$$t_{148\text{ V}} + t_{211\text{ V}} = \frac{97^\circ C - 29^\circ C}{1.62^\circ C/sec} = 42\text{ sec}$$

En pondérant les couples respectifs de ces tensions, on trouve les temps  $t$  théoriques de montée en température à 211 V puis 148 V à appliquer pour atteindre 1.62°C/sec :

$$0.74 \frac{^\circ C}{sec} * t_{148\text{ V}} + 1.95 \frac{^\circ C}{sec} * t_{211\text{ V}} = 1.62 \frac{^\circ C}{sec}$$

En résolvant le système d'équation, on obtient une 1<sup>ère</sup> étape de chauffe à 211 V de 30.5 sec puis une 2<sup>nde</sup> à 148 V de 11.5 sec. Les étapes de cuisson à appliquer sont donc :

- 1) 30 secs à 211 V
- 2) 12 secs à 148 V
- 3) 258 secs à 109 V pour maintenir la cuisson stable à 97°C

### 6.2.7.3. Validation des tensions & calcul des puissances

#### I) Test I

Le but est de vérifier que le profil de tension calculé au point 6.2.7.2 permet de maintenir au moins 5 min la température au-dessus de 97°C afin de permettre une cuisson complète. La cuisson est réalisée dans les mêmes conditions que pour les premiers essais mais selon le profil de tension : 30 sec à 211 V, 12 secs à 148 V et 258 sec à 109 V.

La Figure 116 montre que le profil de tension appliqué permet d'atteindre 97°C en chauffant en moyenne à 2.13°C/sec, ce qui est supérieur à la valeur attendue (1.62°C/sec). Après un pic de température à ca. 97°C, on observe une baisse de température (- 14.3°C en fin de cuisson) et que la puissance libérée par effet Joule, probablement responsable de cette baisse, suit la même tendance. L'énergie totale consommée sur 5 min de cuisson est en moyenne de 548 kJ/kg de pâte, ce qui est dans les mêmes ordres de grandeur que ceux constatés par Gally *et al.* (2016) (468 kJ/kg). Enfin, 58% de l'énergie sert à la montée en température.

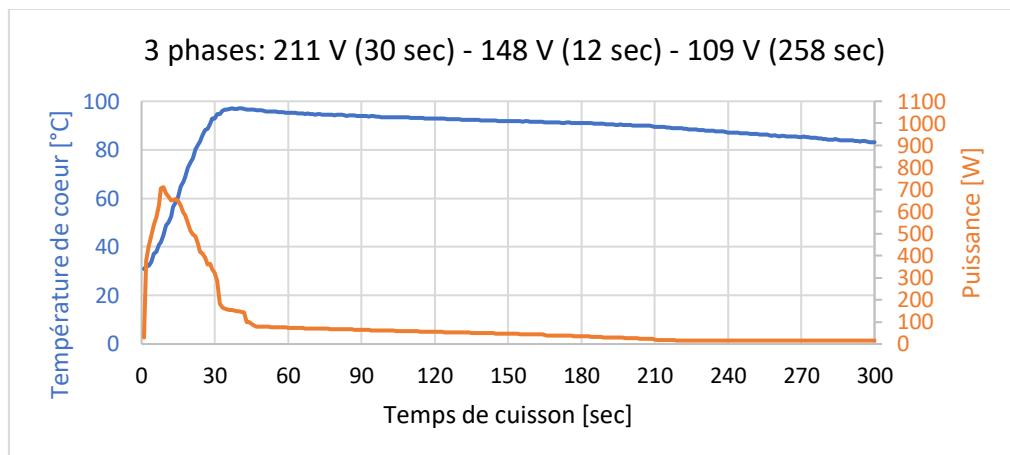


Figure 116. Evolution de la température de cœur et de la puissance lors de la cuisson en 3 phases de tension.

Les deux pains obtenus (Figure 117) présentent une mie avec des alvéoles trop conséquentes qui empêchent le pain d'être tranchable sans se rompre, même après ressoufflage. Celles-ci sont mesurées à 0.64 mm<sup>2</sup> par alvéole, sur la surface latérale.

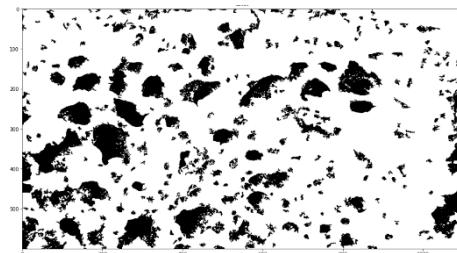


Figure 117. Pain cuit en 3 phases de tension : à droite, alvéolage.

On constate que le profil de tensions chauffe trop vite par rapport à la valeur attendue et ne permet pas pour maintenir stable le profil de température. En outre, le pain obtenu n'a pas une structure spongieuse cohérente car ses alvéoles sont grandes. Il convient donc d'adapter le profil de tensions appliqué.

## II) Test II

Dans le test précédent, la température baisse trop vite après avoir atteint les 97°C. Par la Figure 115, on constate que les plus basses tensions (148 V, 109 V) stabilisent à 97°C plus longtemps que les autres. Enfin, l'emploi de hauts couples de température augmente le diamètre des alvéoles, favorisant leur croissance par rapport à la nucléation (voir point 6.1.7.6).

Dans ce second essai, on vise donc à abaisser la rapidité de la chauffe en abaissant la tension appliquée, pour limiter la baisse de la température en fin de cuisson et réduire la taille des alvéoles. Pour ce faire, la première étape de tension est réduite à 148 V et dure 45 sec. La cuisson est poursuivie à 109 V. Les mesures sont effectuées en double.

La Figure 117 montre que le profil de tension appliquée permet d'atteindre 97°C en chauffant en moyenne à 1.08°C/sec, ce qui est permis de réduire par deux le couple du test précédent. Après un pic de température à ca. 97°C, on observe le même effet de baisse de température (- 6.2°C en fin de cuisson) et que la puissance libérée par effet Joule diminue avec, mais moins qu'au test précédent. L'énergie totale consommée sur 5 min de cuisson est en moyenne de 551 kJ/kg de pâte, ce qui est dans les mêmes ordres de grandeur qu'au test précédent (548 kJ/kg). Par contre, seulement 48% de l'énergie sert à la montée en température, contre 58% précédemment.

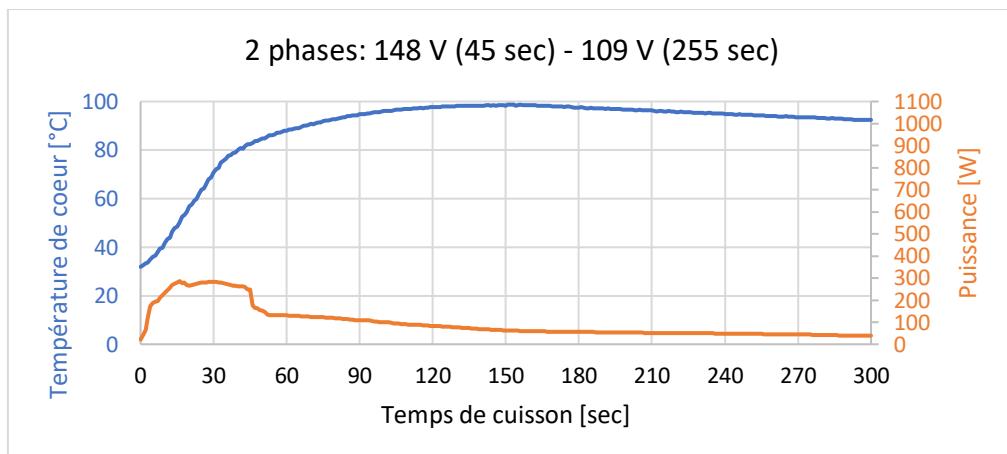


Figure 118. Evolution de la température de cœur et de la puissance lors de la cuisson en 2 phases de tension.

Le pain obtenu présente comme attendu des alvéoles plus petites qu'au test précédent (Figure 119) car dans ce cas-ci, la surface moyenne par alvéole s'élève à 0.35 mm<sup>2</sup>, contre 0.64 mm<sup>2</sup> précédemment. Le pain est également beaucoup plus facilement tranchable.

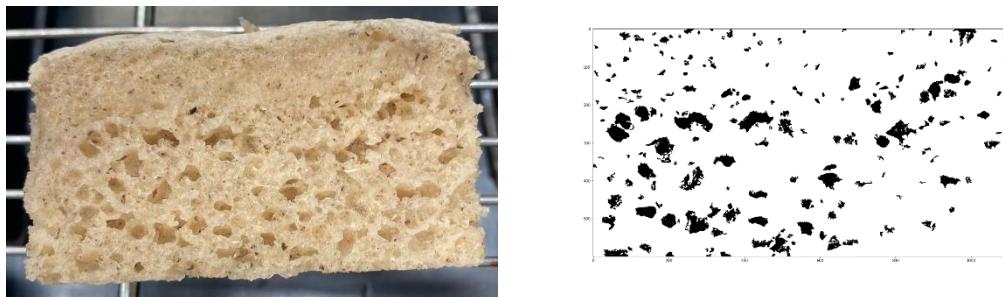


Figure 119. . Pain cuit en 2 phases de tension : à droite, alvéolage..

Le profil de tensions en 2 phases, *i.e.* 45 sec à 148 V puis 255 sec à 119 V, remplit tous les objectifs fixés : il est donc retenu comme consigne pour la cuisson ohmique du produit.

Par le suivi de l'humidité en base sèche  $X_{db}$  lors de la cuisson ohmique (Figure 120), on constate que l'élimination majeure de l'eau se fait lors des 90 premières secondes car 88.89% de l'eau est évaporée dans ce cours laps de temps. Une plus haute tension initiale et donc puissance permet d'évaporer la majorité de l'eau : la suite de la cuisson ne nécessite donc un apport de chaleur que pour les changements physicochimiques (gélatinisation de l'amidon, dénaturation des protéines, etc). Dès lors, le rabais de la puissance initiale après une phase importante d'évaporation se justifie car il n'y presque plus d'eau évaporable.

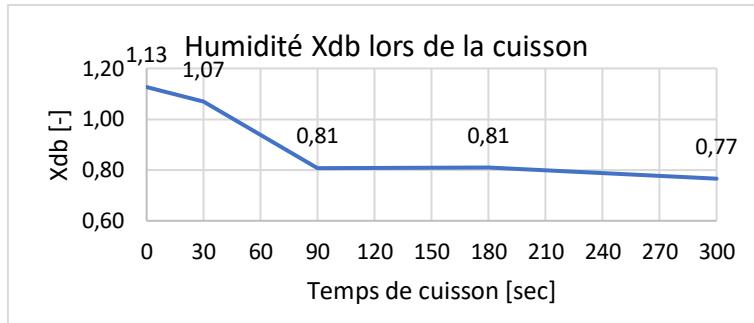


Figure 120. Evolution de l'humidité en base sèche lors de la cuisson ohmique : l'humidité (d.b.) de la pâte passe lors de l'apprêt de 1.19 à 1.13 par évaporation.

La cuisson ohmique en 5 min permet l'obtention d'un pain avec une humidité de 43.37%.

#### 6.2.7.4. Temps de cuisson de la cuisson ohmique

Dans ce point, on vise à déterminer le temps de cuisson ohmique pour que le taux de gélatinisation de l'amidon atteint en fin de cuisson classique soit similaire en ohmique, afin de rendre les produits issus des deux types de cuisson comparables. Pour ce faire, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est employée.

Le traitement des résultats DSC est réalisé au moyen du logiciel Universal Analysis (TA) : les pics sont intégrés sur le pic proche de 65°C (Figure 121).

On vise dans un premier temps à définir l'enthalpie de la pâte initiale. L'enthalpie humide initiale de la pâte moyennée sur deux essais est de 3.2305 J/g. Le taux de matière sèche mesuré est de 45.57%. On obtient donc une valeur d'enthalpie  $\Delta H_0$  de 7.0891 J/g.

On vise ensuite à déterminer l'enthalpie du pain cuit classiquement, afin de déduire le taux de gélatinisation en fin de cuisson classique. L'enthalpie humide du pain cuit (17 min – 230°C) moyennée sur deux essais est de 0.1130 J/g qui revient pour un taux de masse sèche de 59.05% à une valeur d'enthalpie  $\Delta H_{17 \text{ min} - 230^\circ\text{C}}$  de 0.19017 J/g. Le taux d'amidon gélatinisé du pain cuit au four classique 17 min à 230°C est donc de 97.32%.

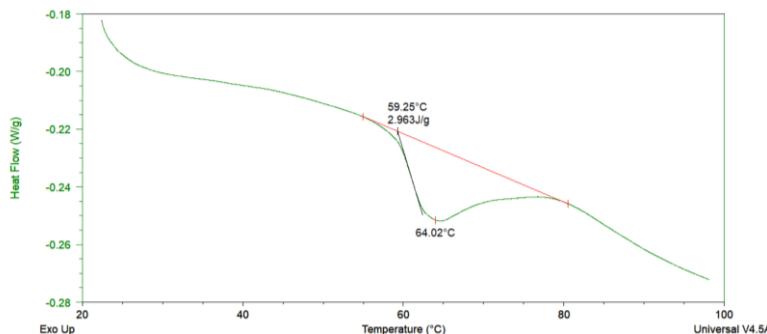


Figure 121. Intégration d'un pic de gélatinisation d'amidon sur Universal Analysis (TA).

En appliquant la loi cinétique d'Arrhénius d'ordre 1 aux taux de gélatinisation à différents temps de cuisson ohmique, on obtient le modèle suivant (Figure 122), dont la validation statistique est présentée en Annexe 9:

$$\%gel = 100(1 - e^{-0.038t})$$

En dérivant l'expression, on trouve l'évolution instantanée du taux de gélatinisation:

$$\frac{d\%gel}{dt} = 3.8e^{-0.038t}$$

On constate que l'amidon gélatinise principalement de 0 à 90 sec, à plus de 96%. Si on considère le pain cuit complètement lors que le taux de gélatinisation est supérieur à 98% (voir point 2.2.4.1), il l'est à partir de 1 min 43 sec de cuisson ohmique.

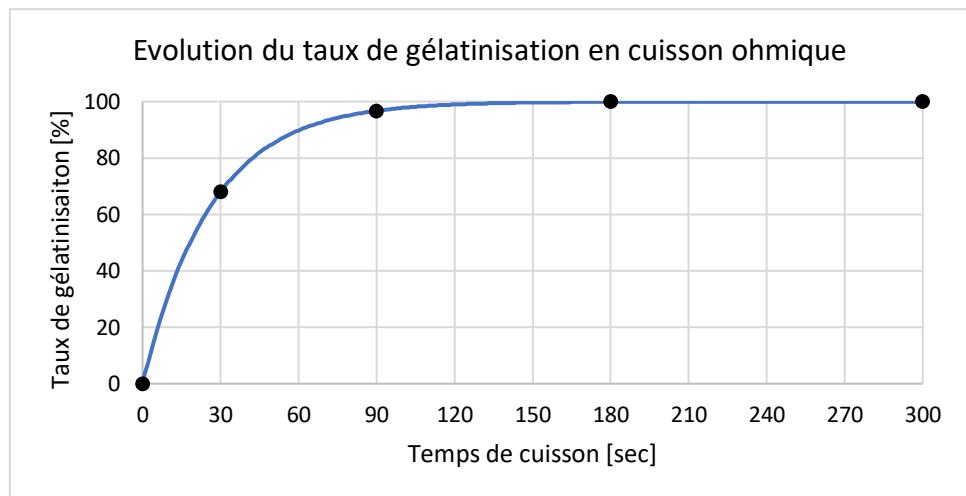


Figure 122. Taux de gélatinisation lors de la cuisson ohmique: en noir, les points mesurés - en bleu, le modèle.

Toutefois, vu qu'une cuisson ohmique de 5 min délivre un pain avec une humidité supérieure à celle obtenue par la cuisson classique (43.37% contre 40.95%), il a été décidé d'appliquer le temps de 5 min de cuisson ohmique, afin de limiter cette différence d'humidité, tout en ayant un taux de gélatinisation comparable (100% pour le ohmique contre 97.32% pour le classique).

### 6.2.8. Comparaison de la cuisson ohmique à la cuisson classique

Cette section décrit la comparaison de la cuisson ohmique à la classique en différents points : l'intérêt sensoriel de la cuisson ohmique en termes de texture, de volume spécifique et d'alvéolage de mie, la qualité de conservation après ouverture, la répartition des consommations énergétiques ainsi que l'efficience énergétique des deux types de cuissous.

#### 6.2.8.1. Intérêt sensoriel de la cuisson ohmique

Dans ce point, sont comparés successivement les pains avec et sans gluten cuits classiquement et ohmiquement en terme de texture, d'alvéolage et de volume spécifique. L'ensemble des analyses statistiques des résultats sont présentées en Annexe 10.

Par la Figure 123, on constate pour un niveau de confiance de 95% que les pains cuits par cuisson classique ont un volume spécifique significativement plus haut. Notons que l'objectif d'augmentation du volume spécifique par la cuisson ohmique n'est pas rempli et cela peut s'expliquer par les difficultés de démolage du pain ohmique, le tassant malgré les précautions.

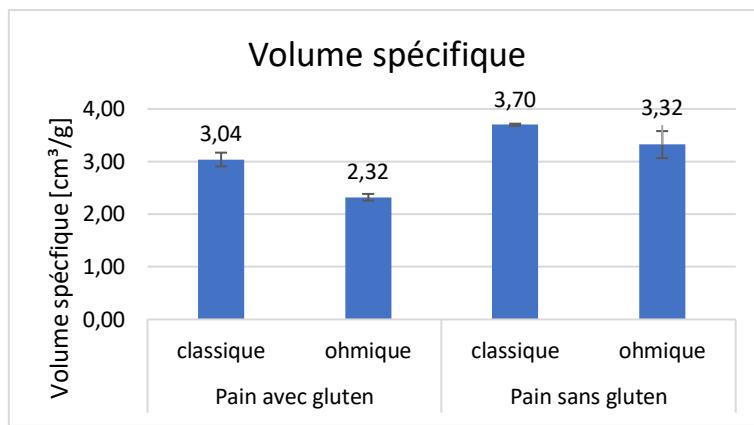
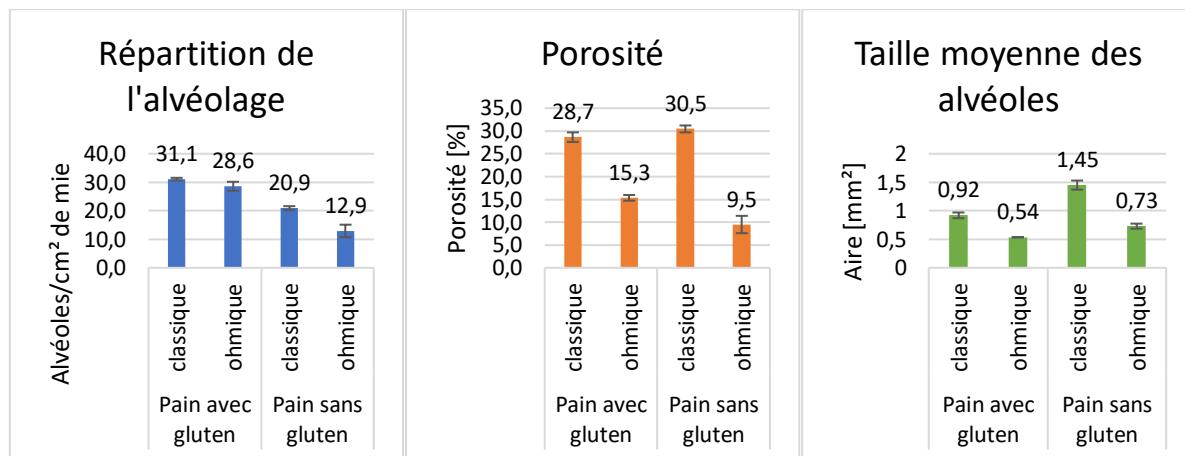


Figure 123. A gauche, volume spécifique de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – A droite, quantiles de Student.

Par la Figure 124, on constate pour un niveau de confiance de 95% que l'alvéolage, la porosité et taille moyenne des alvéoles sont significativement plus faibles en cuisson ohmique qu'en classique. Notons que ces résultats corroborent les observations visuelles (Figure 125).



Type de pain	Cuisson	Alvéoles/cm²		Porosité		Taille moyenne des alvéoles	
		t	Conclusion	t	Conclusion	t	Conclusion
Pain avec gluten	classique	-3,2201866	Acceptation de H1min	-23,105685	Acceptation de H1min	-16,253103	Acceptation de H1min
Pain sans gluten	classique	-7,3811298	Acceptation de H1min	-21,681401	Acceptation de H1min	-16,640018	Acceptation de H1min

Figure 124. Au-dessus, Alvéolage, porosité et taille moyenne des alvéoles de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – En-dessous, quantiles de Student.

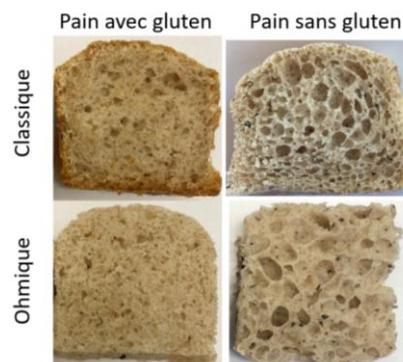


Figure 125. Visuels des différents pains.

Par la Figure 123, on constate pour un niveau de confiance de 95% que les pains cuits par cuisson ohmique ont une hardness et une chewiness significativement plus élevée que ceux cuits par cuisson classique. Notons tout de même que la formulation sans gluten a une hardness et une chewiness réduite par rapport à celle avec gluten.

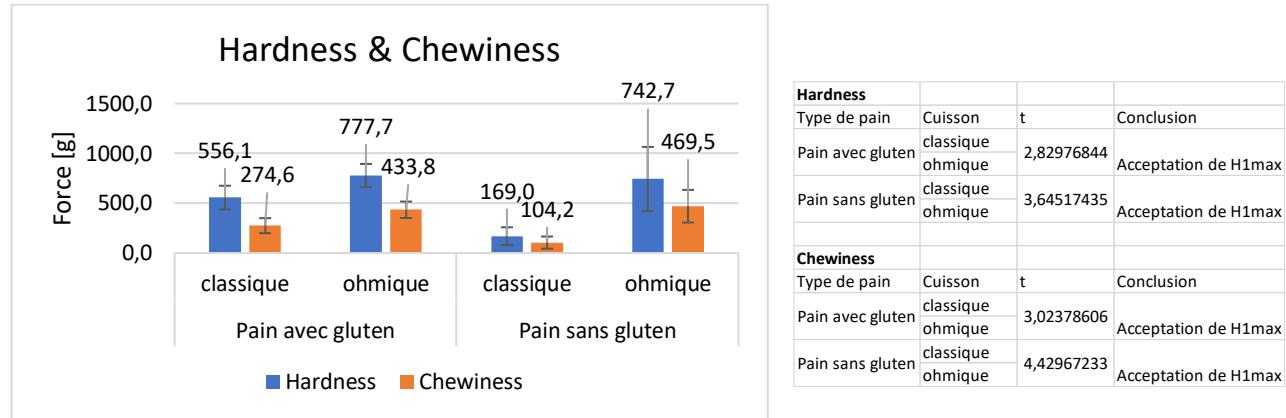


Figure 126. A gauche, Hardness & Chewiness de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – A droite, quantiles de Student.

Par la Figure 127, on constate pour un niveau de confiance de 95% que les pains sans gluten cuits par cuisson ohmique ont une cohesiveness et une élasticité respectivement significativement plus élevée et plus basse. Ainsi, la cuisson ohmique remplit l'objectif d'élasticité (+ 10% par rapport à la cuisson classique) en permettant de porter l'élasticité du pain sans gluten de 0.73 à 0.90, ce qui représente un gain de 22%.

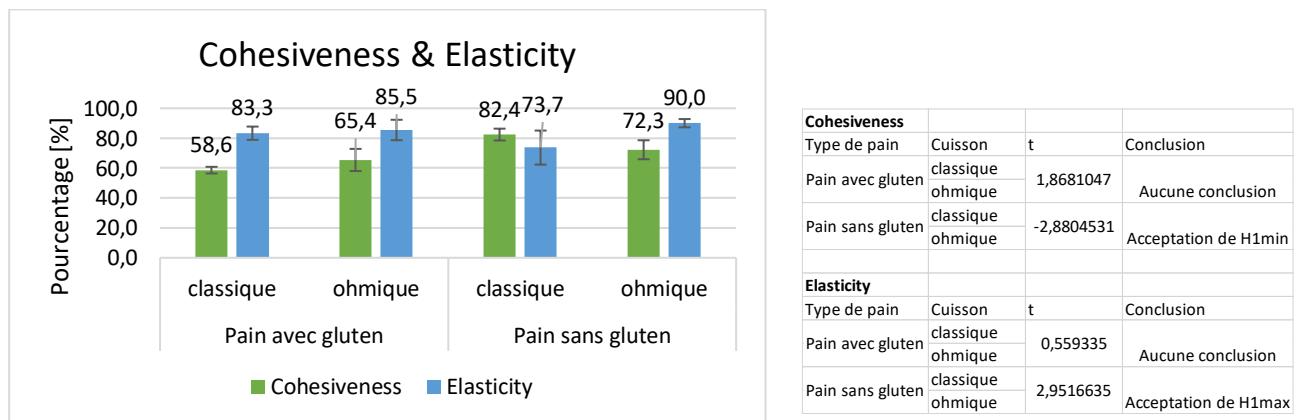


Figure 127. A gauche, Cohesiveness & Elasticity de la cuisson classique - ohmique de pains avec/sans gluten – A droite, quantiles de Student.

### 6.2.8.2. Comparaison de l'évolution après ouverture

Ce point vise à comparer la qualité de conservation du pain sans gluten cuit ohmiquement par rapport au même pain cuit classiquement, avec pour critère de suivi le taux de rassissement ainsi que la force initiale de compression (F1) (Figure 128). Lors des mesures, la mesure effectuée en double à 24h sur le pain cuit ohmiquement paraissait aberrante car bien trop haute : cela a été confirmé par les mesures à 48 et 72h. La mesure à 24h du pain cuit ohmiquement est donc moyenné sur l'initiale et celle à 48h. L'évolution sur 24h ne peut cependant pas être discutée.

La Figure 128 montre que le taux de rassissement a déjà fortement réduit après 48 h après ouverture, pour les pains cuits soit ohmiquement soit classiquement. Par ailleurs, la cuisson

ohmique diminue donc légèrement la F1 initialement mais augmente beaucoup plus lors du stockage que pour la cuisson classique. Cela est confirmé par le taux de rassissement, plus élevé après 72h pour la cuisson classique, signifiant que le pain est plus frais. La cuisson ohmique favorise donc le rassissement, dû sans doute à l'absence de croute du pain ohmique, facilitant son dessèchement.

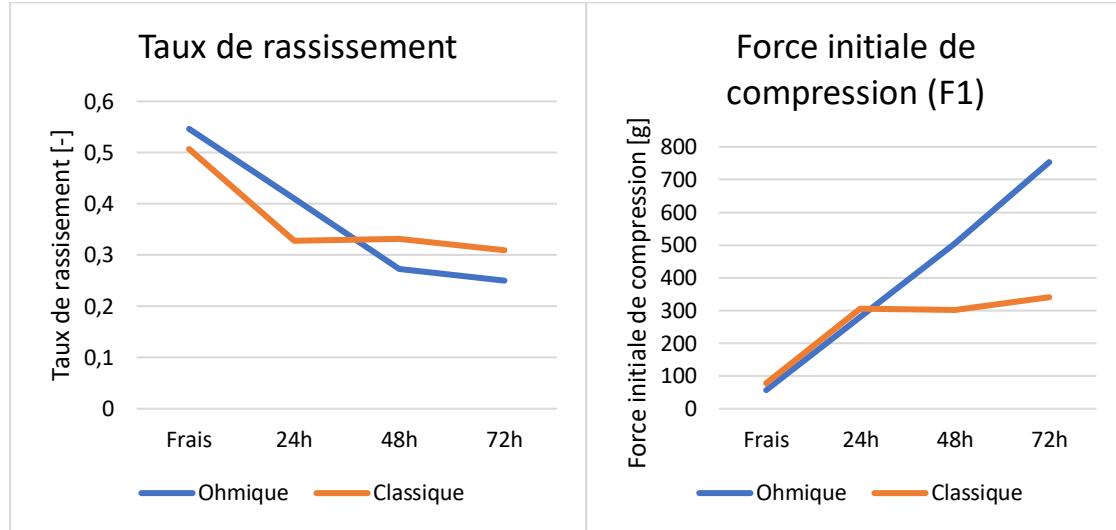


Figure 128. Evolution de la force initiale de compression, du taux de rassissement du pain sans gluten par cuisson ohmique.

### 6.2.8.3. Répartitions énergétiques des cuissons

Ce point aborde la répartition énergétique entre les énergies utiles à la cuisson (chauffe – vaporisation de l'eau – gélatinisation de l'amidon) et les pertes diverses, pour la cuisson classique dans un premier temps et dans un second temps pour la cuisson ohmique.

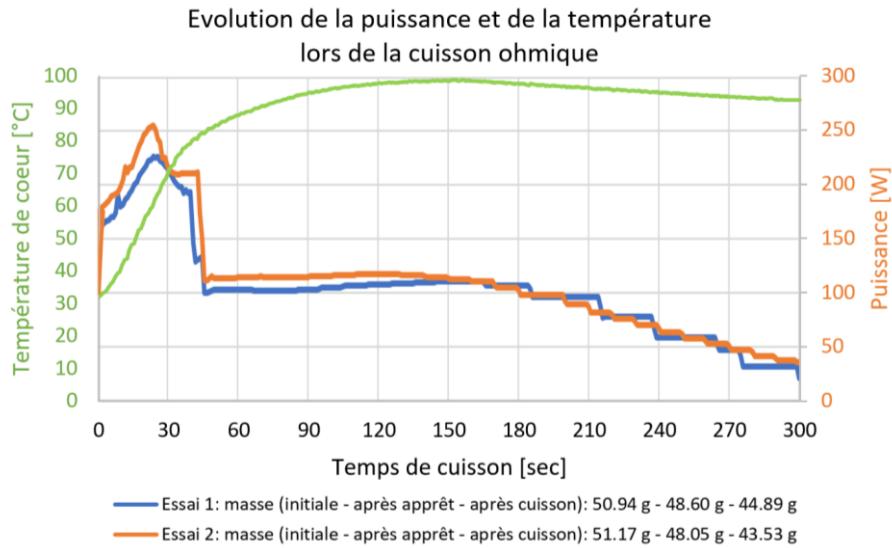
D'après les calculs détaillés en Annexe 11, on obtient ainsi la répartition de l'énergie totale consommée en cuisson classique (Tableau 47).

Tableau 47. Répartition de l'énergie entre la cuisson et les pertes.

Energie	Flux de chaleur [kj/kg de pâte]
<b>Cuisson</b>	
Chauffe de la pâte	161
Evaporation de l'eau	575
Gélatinisation de l'amidon	3
<b>Pertes</b>	
Pertes des parois et du toit	144
Pertes du convoyeur du four	77
Pertes des gaz de combustion	108
Pertes des moules	98
Energie fournie $E_{fournie}$	1166

La cuisson de notre produit par chaleur pulsée (ca. 20 min à 200°C) demande donc 1162 kJ/kg de pâte crue. Les pertes de l'installation sont de l'ordre de 36.6% de l'énergie fournie.

Concernant la cuisson ohmique, par les mesures électriques (Figure 129), on obtient une valeur d'énergie électrique  $E_{fournie}$  moyennée sur deux essais de 628.2594 kJ/kg. Notons que cette puissance électrique consommée est supérieure à celle mesurée au point 6.2.7.3, dû probablement à la température du laboratoire plus basse dans ce cas-ci ayant limité l'évaporation de l'eau lors de l'apprêt et donc une consommation énergétique supplémentaire pour évaporer l'excédent d'eau durant la cuisson.



La cuisson de notre produit par cuisson ohmique (45 sec à 148 V puis 255 sec à 109 V) demande donc 628 kJ/kg de pâte crue. Les pertes de l'installation sont de l'ordre de 39.7% de l'énergie fournie.

En cuisson classique (Figure 130, gauche), on constate que la majorité de l'énergie est employée pour l'évaporation de l'eau et ensuite, pour la mise en température des moules et par la chauffe de la pâte. La gélatinisation de l'amidon ne représente que 0.3% de l'énergie totale. En cuisson ohmique (Figure 130, droite), on constate que la majorité de l'énergie est employée pour chauffer la pâte et ensuite pour l'évaporation de l'eau. Notons que la gélatinisation de l'amidon ne représente que 0.5% de l'énergie totale. Remarquons que les valeurs calculées sont dans les ordres de grandeur de répartition énergétique de la littérature (Le-bail *et al.*, 2010).

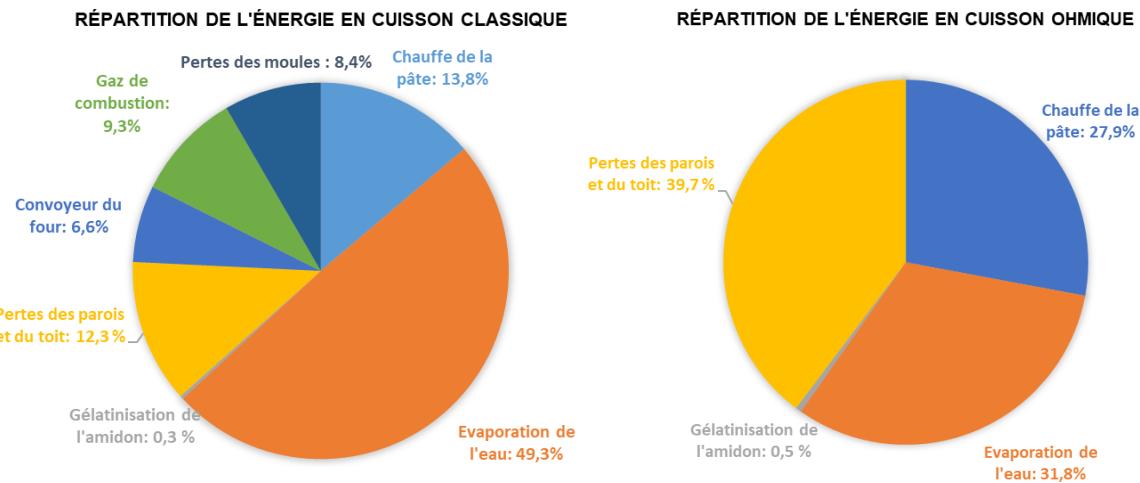


Figure 130. Répartition de l'énergie en cuisson classique et ohmique.

La part d'énergie de vaporisation de l'eau est plus faible en ohmique car la quantité d'eau évaporée est inférieure en cuisson ohmique par rapport à la cuisson classique. En effet, le produit cuit classiquement a une humidité en base humide  $X_{wb}$  de 40.95%, contre 43.37% pour le pain ohmique, raison pour laquelle la quantité d'énergie consommée par kg de pâte (628 et 1166 kJ respectivement en ohmique et classique) est bien inférieure en cuisson classique. Le seul moyen de comparer l'efficacité de la cuisson ohmique par rapport à la classique est de calculer un rendement.

### 6.2.8.5. Efficience énergétique de la cuisson ohmique

Le rendement  $\eta_{OH}$  de notre four (par la méthode référence de Huang et al. (2007)) consiste en la comparaison de l'énergie nécessaire uniquement pour la chauffe du produit (sans compter l'énergie de vaporisation ou de gélatinisation), à l'énergie électrique consommée. Les données employées pour le calcul de  $\eta_{OH}$  sont déduites de la Figure 129 et sont reprises dans le Tableau 49.

Tableau 49. Données pour le calcul du rendement ohmique.

Données mesurées	Essai 1	Essai 2
$m_{pâte}$ [kg]	0.05094	0.05117
$T_{initiale}$ [°C]	33.5	30.3
$t_{cuisson}$ [sec]	39	129
$\sum_{i=0}^{t_{cuisson}} V_i I_i \Delta t$ [J]	13557.362	14901.345
$\eta_{OH}$	<b>0.6537</b>	<b>0.6276</b>

On obtient un rendement de four ohmique moyen de 64.07%, similaire aux rendements de la littérature ( $65 \pm 22\%$ ).

On vise ensuite à comparer l'efficacité de conversion d'énergie de la cuisson ohmique à la cuisson classique, par calcul de l'indice d'efficience énergétique (EEI) de notre prototype. Le EEI consiste à comparer cette fois non seulement l'énergie de chauffe mais également l'énergie de gélatinisation et de vaporisation consommée le temps que le pain atteigne la température de cuisson (ca. 97°C) par l'énergie électrique fournie dans le même intervalle de temps considéré. Le-bail et al. (2010) ont déterminé le EEI de la cuisson classique de pain (four de boulangerie classique avec matériau réfractaire chauffant à 230°C durant 20 min et injection de vapeur), en comparant l'énergie nécessaire pour porter une pâte de 30 à 98°C à

l'énergie fournie par le procédé. Pour un four plein, EEI s'élève à ca. 31.00%. Les caractéristiques physiques de notre produit étant proche de celui de cette étude (Tableau 50), on fait l'hypothèse que la pâte de l'étude est identique à la notre et que l'on peut donc comparer le EEI de notre pâte cuite ohmiquement à celui de la pâte de l'étude cuite classiquement.

Tableau 50. Comparaison des caractéristiques des pâtes cuites en cuisson classique et ohmique.

Caractéristique physique	Classique (Le-bail et al.,2010)	Ohmique (Notre produit)
Température de cuisson considérée	98°C	97°C
Chaleur spécifique de la pâte	2.50 kJ/kg°C	2.74 kJ/kg°C
Humidité initiale de la pâte (w.b.)	58.00%	54.43%
Enthalpie de gélatinisation	1.2 kJ/kg	3.2 kJ/kg

Par le Tableau 49, le temps de cuisson ohmique moyen nécessaire pour atteindre 97°C est de ca. 90 sec (84 sec mesuré). Dès lors, on détermine le EEI de la cuisson ohmique :

$$EEI_{ohmique} = \frac{E_{chauffe} (30 \text{ à } 97^\circ\text{C}) + E_{gélatinisation} + E_{vaporisation} (t_{97^\circ\text{C}})}{E_{fournie}}$$

Où sont respectivement :

$E_{chauffe} (30 \text{ à } 97^\circ\text{C})$  l'énergie de chauffe, reprise du Tableau 48 :  $175.50 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$

$E_{gélatinisation}$  l'énergie de gélatinisation de l'amidon, dont le taux est de 96.66% à 90 sec (voir Figure 122) :  $E_{gélatinisation} = 96.66\% * 3.2305 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} = 3.12 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$

$E_{vaporisation}$  l'énergie de vaporisation entre la fin d'apprêt et à 90 sec de cuisson, une fois la pâte à 97°C. 88.88% de l'eau est évaporée après 90 sec (voir Figure 120). Ainsi, on obtient en pondérant avec l'énergie totale de vaporisation (Tableau 48) :

$$E_{vaporisation} = 88.88\% * 199.9113 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} = 177.68 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$$

$E_{fournie}$  l'énergie électrique pour atteindre 97°C, déduite du Tableau 49, soit  $562.57 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$

Ainsi, on obtient :

$$EEI_{ohmique} = \frac{175.50 + 3.12 + 177.68}{562.57} = 63.33\%$$

Dès lors, on obtient un rapport :

$$R = \frac{EEI_{ohmique}}{EEI_{classique}} = \frac{63.33\%}{31.00\%} = 2.04$$

On conclut que la cuisson ohmique a une conversion énergétique doublement supérieure à celle de la cuisson classique. Au regard de cette conclusion, d'un point de vue financier, la cuisson ohmique permet non seulement de chauffer un produit sans avoir besoin de préchauffer, dont le cycle de montée en température est souvent plus long que le temps de cuisson en temps que tel en cuisson classique. L'économie apportée par le ohmique se fait donc au niveau du cout énergétique de l'absence de préchauffage et également au fait que la conversion de chauffe est double par rapport à la cuisson classique.

## 7. DESCRIPTION DES 5S DU PRODUIT

---

### 7.1. Santé

#### 7.1.1. Formulation

La formulation du pain sans gluten obtenue par les tests d'optimisation en vue de minimiser la chewiness et maximiser le volume spécifique (voir point 6.2.3) est présentée dans le Tableau 51 et permet d'obtenir un pain cuit de 350 g, en partant d'une pâte humide de 398.2 g en considérant 25% de perte en eau lors de la cuisson.

Tableau 51. Formulation d'un pain cuit de 350 g.

Ingrédient	Masse [g]
Farine de riz	38.6
Farine de sarrasin	52.1
Amidon de pomme de terre	90.7
Farine de sorgho	11.6
Albumine d'œuf déshydratée – Haut Gel	3.9
Sel fin	1.9
Sucre cristal	2.3
Levure déshydratée	4.2
Eau	192.9
<b>Masse de pain cru</b>	<b>398.2</b>
<b>Masse de pain cuit</b>	<b>350.0</b>

#### 7.1.2. Caractéristiques physiques du produit

Les caractéristiques du produit sont reprises dans le Tableau 52. Les références sont reprises des Tableau 25 et Tableau 34. La pâte passe d'une densité de ca. 0.95 g/cm<sup>3</sup> à 0.32 g/cm<sup>3</sup> en fin d'apprêt et à 0.27 g/cm<sup>3</sup> après cuisson (17 min – 230°C), ce qui correspond à un volume spécifique de 3.70 cm<sup>3</sup>/g. Le volume spécifique et la porosité obtenus sont au-delà des références. L'humidité et le pH sont bien au-dessus du seuil visé. Par contre, la porosité de notre produit dépasse la référence. Pour ce qui est de la couleur de la mie de notre pain, elle correspond à la couleur de la mie d'un pain semi-complet. Il serait pertinent de vérifier ces résultats en réalisant les caractérisations sur un pain de 350 g et non pas sur un micropain (37.5 g). Pour ce qui est du TPA et de l'alvéolage, un protocole différent a été employé et les valeurs ne peuvent donc pas être comparées.

Tableau 52. Caractéristiques physiques du produit.

Paramètre	Valeur	Référence
Volume spécifique	3.70 cm <sup>3</sup> /g	3.39 cm <sup>3</sup> /g
Humidité	40.95%	31.82%
Activité de l'eau	0.98	ca. 1
pH	5.74	5
Alvéolage	31.7% de porosité	//
Couleur de la mie	L* : 56.9 a* : 3.6 b* : 12.7	L* : 66.4 a* : 0.8 b* : 13.1

### 7.1.3. Valeurs nutritionnelles

Le Tableau 53 reprend les valeurs nutritionnelles de la formulation optimisée.

Tableau 53. Tableau des valeurs nutritionnelles de la formulation optimisée

Par 100 g	Formulation optimisée
Energie [Kj ]	848.0
Energie [Kcal]	202.4
Graisses [g]	0.8
Graisses saturées [g]	0.1
Glucides [g]	43.8
Dont de sucre [g]	0.7
Fibre alimentaire [g]	1.6
Protéines [g]	4.3
Sel [g]	1.1

### 7.1.4. Dosage final du gluten

En dosant le gluten présent dans notre mélange de farine de la formulation optimisée par la méthode ICC 137 (voir point 6.1), nous avons pu confirmer que notre pain ne contenait pas de gluten de manière macroscopique. Pour porter la mention ‘sans gluten’, cela demanderait un test moléculaire pour confirmer la présence inférieure de 20 ppm de gluten dans le pain.

### 7.1.5. Conclusions et perspectives

Notre produit se veut être dans les standards de Delhaize et de Schär au niveau nutritionnel. Pour ce faire nous avons comparé notre produit avec un produit des marques précédemment cité. Il peut prétendre aux allégations suivantes :

- ‘Faible teneur en matière grasse’ car il en contient moins de 3g/100g de solide
- ‘Faible teneur en sucre’ car il en contient moins de 5 g/100 g de solide
- ‘Sans lactose’ car il en contient moins de 10 mg/100 kcal de solide

Tableau 52. Tableau des valeurs nutritionnelles de notre produit et des produits standards

Par 100 g	Notre produit « Pain au sarrasin »	Produit Delhaize « Pain gris GF »	Produit Schär « Pain vital GF »
Energie [Kj ]	848.0	1105.0	1099.0
Energie [Kcal]	202.4	260.0	262.0
Graisses [g]	0.8	6.8	9.2
Graisses saturées [g]	0.1	0.7	1.1
Glucides [g]	43.8	43.5	36.0
Dont de sucre [g]	0.7	1.7	0.9
Fibre alimentaire [g]	1.6	4.8	8.8
Protéines [g]	4.3	4.3	4.5
Sel [g]	1.1	1.0	1.0

Dans le tableau ci-dessus, en vert sont indiquées les valeurs inférieures aux standards et en bleu les valeurs similaires aux standards. Notre produit a une valeur énergétique plus basse. Cela s'explique car il n'y a pas de matière grasse ajoutée dans notre formulation. Concernant les protéines, les valeurs de notre produit sont similaires aux standards. Cependant, les fibres dans notre produit sont beaucoup plus faibles que les standards « *Pain gris GF* » et « *Pain vital GF* » car ceux-ci utilisent des fibres végétales (Psyllium).

## 7.2. Sécurité

Ce point reprend dans un premier temps la sécurité du produit et ensuite celle du procédé incluant la cuisson ohmique.

### 7.2.1. Sécurité du procédé

#### 7.2.1.1. Prototype de four ohmique

Notre four expérimental est composé d'électrodes en inox 316 et de matériaux ignifuges et isolants électrique et est relié à une source de tension variable ainsi qu'à tous les dispositifs de sécurité nécessaires pour assurer la sécurité de l'opérateur (voir point 6.1.7.4). Il permet d'accomplir une cuisson en 5 min pour un taux d'amidon gélatinisé similaire que la cuisson classique (voir points 6.1.7.6 & 6.1.7.7), grâce au profil de tension suivant :

- 1) 45 sec à 148 V pour 4.5 cm d'écart d'électrodes ou 33 V/cm
- 2) 255 sec à 109 V pour 4.5 cm d'écart d'électrodes ou 24 V/cm

Le rendement de chauffe est évalué à 64.07%, ce qui est similaire aux rendements de la littérature ( $65 \pm 22\%$ ). L'efficience de conversion d'énergie électrique en énergie de chauffe de la cuisson ohmique est calculée comme étant 2.04 fois supérieure à la cuisson classique (voir point 6.2.8.5).

#### 7.2.1.2. Up-scale du prototype et procédé industriel

##### I) Up-scale du prototype

Un pain cuit de 350 g avec un volume spécifique de  $0.27 \text{ cm}^3/\text{g}$  a un volume de  $1300 \text{ cm}^3$ . Par l'éq. 38, afin de maximiser le rapport A/L pour augmenter le couple température-temps, il faut donc minimiser l'écart entre les électrodes. Cependant, un pain inférieur à 10 cm de largeur n'est pas commercialement acceptable. En considérant un écart L de 10 cm, on obtient une surface d'électrode de  $130 \text{ cm}^2$  et si on désire un pain de mie carré à l'instar de la concurrence indirecte Harry's, on obtient une cellule de chauffe ohmique de dimension  $10 \times 10 \times 13 \text{ cm}$ .

Pour augmenter le nombre de pains produits, le facteur limitant est la tension qui est de l'ordre de plusieurs centaines de volt tandis que l'ampérage nécessaire est de quelques ampères. Par les lois des circuits, la tension égale est égale entre tous les corps en parallèle mais que l'ampérage est réparti homogènement parmi les corps. Ces deux lois se traduisent ainsi :

$$V_{\text{entrée}} = V_{\text{corps } 1} = V_{\text{corps } 2} = V_{\text{corps } n}$$

$$I_{\text{entrée}} = I_{\text{corps } 1} + I_{\text{corps } 2} + \dots + I_{\text{corps } n}$$

Vu que la puissance est le produit de la tension par l'ampérage, on peut donc imaginer plusieurs cellules en parallèle : la tension délivrée sera équivalente entre les cellules et l'ampérage divisée entre les cellules.

La puissance consommée lors de la cuisson ohmique mesurée est de 628 kJ/kg de pâte. Or, la puissance délivrable maximale par une prise triphasée en industrie (32 A, 380 V) est de  $32 \times 380 \times \sqrt{3} = 21062$  W et sur cinq minutes, cela revient à une énergie électrique fournie de 6318 kJ. En divisant la puissance consommée par la puissance fournie, on obtient 10 kg de pâte pouvant être cuite en un cycle avec ce type de source, soit 25 pains en même temps, placés en parallèle par rapport à la source triphasée.

## II) Procédé

En vue d'un up-scale de notre prototype, le procédé de fabrication industrielle du pain sans gluten par cuisson ohmique comprendrait les étapes suivantes (Figure 131) :

- 1) Frasage de tous les ingrédients secs (sauf le sel) dans un mélangeur haute vitesse
- 2) Ajout séquentiel de l'eau et du sel et mélange
- 3) Appoint de 10 min.
- 4) Division en pâtons et moulage : deux parois sont composées d'électrodes tandis que les deux autres sont en silicium rigide
- 5) Apprêt de 40 min. sur bande transporteuse
- 6) Transfert dans le four ohmique par automate de précision
- 7) Cuisson ohmique de 5 min.
- 8) Démoulage par gravité
- 9) Ressuage sur bande transporteuse
- 10) Conditionnement et emballage

Une alternative pour limiter le nombre d'opérations est de réaliser l'apprêt dans le four lui-même et non pas sur la bande transporteuse. La cuisson ohmique pourrait être assurée en continu si les pains sont cuits par groupe, placés en parallèle par rapport à la source électrique, pour un rendement de cuisson équivalent entre les produits d'un même groupe. Les groupes de pain pourront être montés sur un carrousel dont la période de rotation équivaut à 5 minutes, le temps que la cuisson soit effectuée. En début de rotation, l'automate chargera les moules dans des cales conductrices en contact avec les parois métalliques des moules et en fin de rotation, les pains seront démolus par gravité.

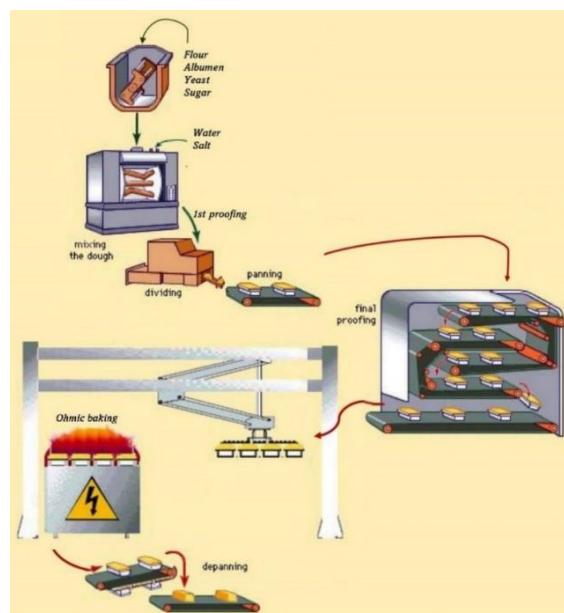


Figure 131. Procédé industriel de fabrication du pain sans gluten par cuisson ohmique.

### 7.2.1.3. Diagramme de fabrication

La Figure 132 présente le diagramme complet de production depuis la réception des matières premières jusqu'au produit final expédié.

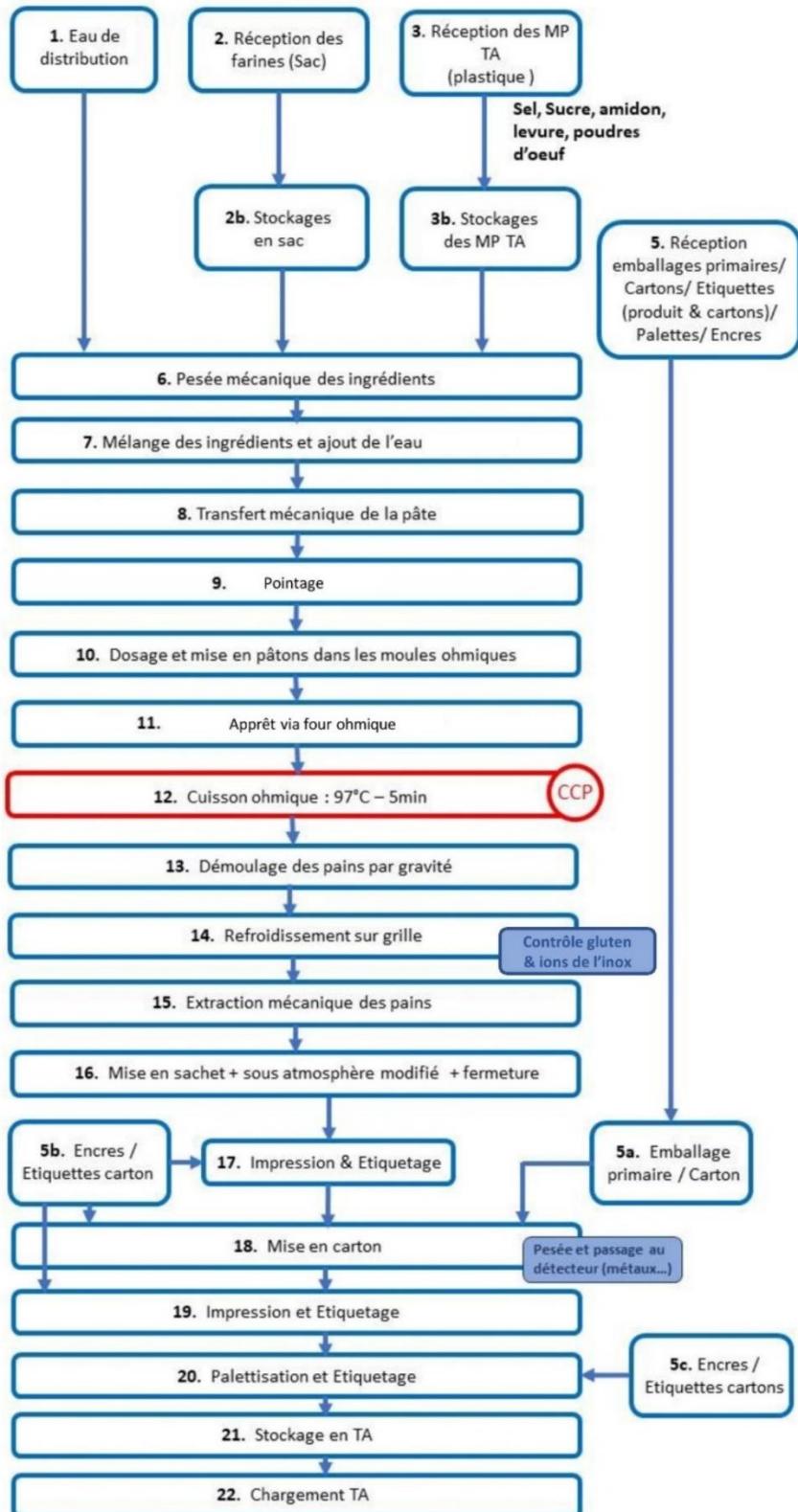


Figure 132. Diagramme de fabrication du pain sans gluten par cuisson ohmique.

Ce point aborde une description des potentielles opérations unitaires et machines qui pourraient être employées pour la fabrication du pain. Le four ohmique est l'étranglement du procédé : la capacité d'un four ohmique industriel étant fixée à 10 kg de pâte à la fois, soit 25 pains (voir point 7.2.1.2), le procédé est semi-continu :

- 1 à 5) Réception et stockage des matières premières
- 6) Pesée mécanique des ingrédients : elle est réalisée pour un batch par un opérateur.
- 7) Mélange des ingrédients et ajout de l'eau puis du sel: le frasage et pétrissage peuvent être réalisés dans un pétrin industriel STAR (LP Group), dont le bol de mélange peut contenir 50 kg, suffisant pour contenir 5 batchs (*Spiral mixer Star / LP Group*, s. d.).
- 8) Transfert mécanique de la pâte : la pâte étant visqueuse, chaque bol est transféré dans un fermenteur rotatif du type GVA e+ (MIWE) (MIWE GVA, s. d.).
- 9) Pointage : durant 10 min à 30°C et 95% d'humidité relative
- 10) Dosage et mise en pâton de la pâte dans les moules ohmiques : pour ce faire, la pâte fermentée peut être introduite dans un dispenseur DOS 40, cadencé sur le rythme du convoyeur en aval qui amène les moules dans lesquels la pâte est dosée par le dispenseur (*Industrial dispenser DOS\_40*, s. d.).
- 11) Apprêt : l'apprêt est réalisé soit par réintroduction des moules dans le fermenteur soit par une mise sur le carrousel ohmique, sous 22 V (pour approcher de la tension dispensée lors de l'apprêt de nos essais).
- 12) Cuisson ohmique : les pains sont placés sur le carrousel ohmique (voir point 7.2.1.2).
- 13) Démoulage par gravité
- 14) Ressuage sur grille : pendant 1h, afin d'évacuer l'excédent d'humidité
- 15) Extraction mécanique des pains : après ressuage, les pains sont transférés sur la ligne de conditionnement
- 16) Mise en sachet – sous atmosphère protectrice – fermeture de l'emballage : il est réalisé grâce à une ensacheuse horizontale, du type AFSA, par soudure hermétique à chaud (*AUCOUTURIER AFSA - Ensacheuse horizontale by iXAPACK GLOBAL / DirectIndustry*, s. d.). Cette ensacheuse permet également de mettre le produit sous atmosphère modifiée protectrice (N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> 95-5%).

Pour la mise en œuvre de l'emballage, l'encartonnage se fait par une machine de fin de ligne type « *Encartonneuse Warp around* », pour emballer par groupe les pains. Des détails supplémentaires sont fournis sur l'emballage secondaire au point 7.3.2.2. Enfin, la palettisation des caisses cartons à l'étape n°20 est robotisée. Afin d'éviter le suremballage, nous avons décidé de cercler les caisses en carton avec des feuillards pour limiter l'utilisation de plastique (point 7.3.2.3).

Ce diagramme de flux a été réalisé afin de répondre au plan HACCP : un point critique de contrôle (CCP) relevé est présent à l'étape n°12 « *Cuisson ohmique : 97°C - 5min* ». En effet, la cuisson ohmique réduit le temps et la température de cuisson à cœur du pain par rapport à la cuisson classique, ce qui peut entraîner un risque lié à la sécurité du produit, notamment au niveau de l'action pasteurisatrice de cette étape sur les microorganismes. Cette étape nécessite donc une mesure de maîtrise, comme le contrôle de la température et du temps de cuisson en temps réel.

Le plan HACCP prévoit également des programmes prérequis opérationnels (PRPo), à savoir des vérifications de routine, en plus des programmes prérequis (bonnes pratiques d'hygiène), spécifique au procédé pour contrôler ou prévenir un danger. Ils sont notamment présents aux

étapes n°15 « Extraction mécanique des pains » et n°18 « *Mise en carton* ». Le contrôle du gluten et le dosage des ions de l'inox (dû à la potentielle migration depuis les électrodes lors de la cuisson) est réalisé lors de l'étape d'extraction. Le contrôle de la masse du produit ainsi que son passage par le détecteur de métaux lors de la mise en carton est nécessaire car l'ensemble du procédé est réalisé dans des moules partiellement métalliques. Ces mesures de maîtrise permettent donc de contrôler si le produit est conforme ou non.

### 7.2.2. Sécurité du produit

#### 7.2.2.1. Dangers biologiques

Dans le cadre de notre production, deux indicateurs ont été sélectionnés (Tableau 54) : les germes totaux aérobies qui témoignent d'une bonne pratique de production et qui sont le reflet du contenu bactériologique et de germe du produit et les levures/moisissures, car leur présence témoigne d'un risque de mycotoxines et donc peuvent être potentiellement pathogènes au consommateur. Les levures sont d'autant plus analysées qu'elles font partie intégrante de la formulation mais sont en théorie détruites par la cuisson.

Tableau 54. Pathogènes concernés et seuils microbiologiques (Abdelmassih et al., 2018; AFSCA, 2013, 2020; Commission Européenne, 2005; Saddozai & Khalil, 2009).

Microorganisme	Sources de contaminations dans le produit	Critère microbiologique
Germes totaux aérobies	Environnement, manipulations, matières premières	$10^6$ CFU/g
Levures et moisissures	Environnement, eau	$10^4$ CFU/g

Si la cuisson permet d'éliminer la grande majorité des germes, levures et moisissures compris, il a été observé que la formulation dépassait les seuils après 8 jours (voir point 6.2.6.1). Toutefois, l'expérience a mis en évidence l'intérêt d'une MAP à l'azote, qui a permis de retarder l'apparition de moisissures visibles d'au moins 6 jours par rapport à un produit emballé à l'air ambiant. Un second test a démontré l'intérêt d'acidifier par 4 fois la pâte en passant d'un pH de 5.74 à 5.15 par un ajout minime de vinaigre pour porter la DLC du produit à 10 jours. Cependant, une analyse sensorielle devrait prouver l'absence de perception de l'acidification.

Les autres pathogènes (*Shigella spp.*, *Salmonella spp.*, *Listeria monocytogenes*, *Staphylococcus aureus* et *Bacillus cereus*), dont la présence proviendrait des matières premières, peut être maîtrisée par des contrôles réguliers des fournisseurs.

#### 7.2.2.2. Dangers chimiques

Les **mycotoxines** du produit ne doivent pas dépasser les seuils du Tableau 55.

Tableau 55. Seuils de mycotoxines (AFSCA, 2013; Commission Européenne, 2006, 2013a).

Mycotoxine	Seuil
Aflatoxine	B1 : 2,0 µg/kg Autres : 4,0 µg/kg
Ochratoxine A	3,0 µg/kg
Zéaralénone	50 µg/kg
Déoxynivalénol	500 µg/kg
Fumonisine	400 µg/kg
T2 & HT2	25 µg/kg

Les **contaminants environnementaux** du produit ne doivent pas dépasser les seuils du Tableau 56. Toutefois, notre produit ne contient que 0.8% de graisse/100 g et les PCB et dioxines sont lipophiles: le risque de ce type de contaminant dans notre produit est donc réduit.

Tableau 56. Seuils des PCB's et dioxines (Commission Européenne, 2011c, 2013a)

Contaminant environnemental	Seuil
Somme des dioxines (OMS-PCDD/F-TEQ)	3.0 pg/g de graisse
Somme des dioxines et PCB de type dioxine (OMS-PCDD/F-PCBTEQ)	6.0 pg/g de graisse
Somme des PCB28, PCB52, PCB101, PCB138, PCB153 ET PCB180 (ICES — 6)	40 g/g de graisse

Pour ce qui est des mycotoxines et les contaminants environnementaux, les seuils à respecter ont donc bien pu être identifiés mais il n'a pas été possible de réaliser l'ensemble des dosages.

Parmi **les molécules à la cuisson**, l'acrylamide n'est pas un risque dans le cadre de la cuisson ohmique car la température ne dépasse pas 100°C quand l'acrylamide se forme à des températures supérieures à 120°C (*Acrylamide*, s. d.). Concernant les HAP, trois voies de formation lors de la cuisson sont possibles : soit par perte de graisse fondu sur la source de chaleur et formation par pyrolyse *i.e* dégradation thermique d'un composé par une augmentation importante de chaleur, soit par cuisson de la nourriture sur une source de chaleur supérieure à 200°C soit le combustible utilisé comme source de chaleur fait une pyrolyse partielle (Normand, 2007). Notre produit ne contient pas de graisse ajoutée ou qui peut fondre et aucun de ces phénomènes ne subvient lors de la cuisson ohmique car les températures de cuisson sont bien inférieures. En outre, aucun combustible n'y est employé. Le risque de formation d'HAP est donc considéré comme négligeable.

Parmi **les métaux**, le principal danger chimique provient des migrations potentielles de l'inox (composé de chrome, de fer et de molybdène) des électrodes. Les seuils sont de 0.1 mg/kg par ion (*Stainless Steel in the Food and Beverage Industry - Safe Food Factory*, s. d.). Pour limiter les migrations, il convient que la cuisson ohmique soit réalisée en courant alternatif, couplé à un commutateur portant la fréquence du courant de 50 Hz à plusieurs kHz et d'employer un matériau 'inerte' (titane, titane platiné) pour les électrodes (Gally, 2017).

Le plomb et le cadmium, provenant des céréales, sont à contrôler auprès du fournisseur de farines.

### 7.2.2.3. Dangers physiques

Les dangers physiques sont soit liés aux produits alimentaires soit pas. Le principal danger d'un point de vue alimentaire proviendrait de l'usage d'œufs complets mais est résolu car le produit est composé d'albumine en poudre. Les dangers physiques non liés aux produits alimentaires proviennent notamment de nos installations et principalement de l'installation ohmique : la présence d'une haute tension rend toute manipulation des moules par l'homme insécurisante. C'est la raison pour laquelle le 'carrousel ohmique' (voir point 7.2.1.2) doit être isolé de tout contact humain par une enceinte de sécurité, isolée électriquement et ignifuge. L'appareillage doit être relié à la terre car la puissance délivrée pour plusieurs pains en cuisson simultanée peut représenter un danger pour l'opérateur. Un automate est employé pour assurer un transfert sécurisé des pains en entrée et en sortie de dispositif ohmique.

## 7.3. Service et société

### 7.3.1. Sélection du nom de marque et du logo du produit

Le nom de marque que nous avons choisi est « O-Made ». La lettre « O » fait référence à la technologie ohmique pour cuire notre pain sans gluten. De plus, afin de que le référencement de notre produit sur internet soit plus simple, nous avons inclus dans notre nom la notion d'ohmique non pas par « ohm » mais par la lettre « o ». Le mot « made », de signification « fabriqué », a été choisi pour créer un jeu de mots ludique en référence à « Home made » (angl. Fait maison). Ce jeu de mots a pour but d'accentuer notre volonté de créer un pain sans gluten naturel et avec une volonté de réduire le nombre d'ingrédient par rapport à la concurrence tout en ayant des caractéristiques sensorielles supérieures. En outre, notre nom de marque n'est pas précédé d'une mention « Gluten free » car elle sera déjà présente sur notre emballage. Ce nom peut également donner lieu à une déclinaison de la marque par extension de produit ou de gamme. Tout comme le nom de marque, le logo de marque a été pensé pour pouvoir être décliné en d'autres produits. Nous avons choisi le symbole « Oméga » dans le but de faire un lien avec le « O » de « O-Made ». De plus, ce symbole a été désigné pour ressembler à un produit de boulangerie, ce qui permet de créer un ancrage supplémentaire entre le logo et le produit. La couleur de nuance vert moyen foncé a pour objectif d'accentuer le côté naturel de notre produit. La forme ronde de notre logo est un choix esthétique et n'a pas de but particulier.



O-Made

Figure 133. Logo O-Made

### 7.3.2. Emballage

Après le développement de la formulation et l'analyse des fonctions primaires et secondaires, il est nécessaire de contenir, protéger et mettre en évidence notre produit.

#### 7.3.2.1. Emballage primaire

L'emballage primaire est un sachet en polymère avec un fourreau en carton (Figure 134). Cet emballage primaire a été sélectionné car il permet de visualiser le produit, de le protéger et est partiellement recyclable et/ou bio sourçable. Il comprend une fermeture « zip » afin de pouvoir ouvrir/refermer le produit à volonté et de limiter le rassissement du pain par perte excédentaire d'eau après la première ouverture. Le zip est scellé par une thermosoudure sur l'ouverture supérieure du sachet afin de le rendre inviolable et de préserver l'atmosphère modifiée, avant ouverture. En effet, notre pain ne contient pas de conservateurs de synthèse (e.g. E280 acide propionique), a un pH de 5.74 et une activité de l'eau de 0.98 propices aux développements de microorganismes et doit donc sa conservation uniquement au matériau de l'emballage ainsi qu'à l'atmosphère en contact avec le produit (Gioia *et al.*, 2017).



Figure 134. Emballage primaire : les inscriptions sont à titre indicatif.

L'objectif premier de notre emballage est donc le contrôle du développement des germes (bactéries, levures, moisissures) qui se développent en présence d'air (aérobie) à température moyenne (mésophile : 25 – 30°C). Afin de contrôler leur croissance, il est donc pertinent de limiter la présence d'oxygène en contact avec le pain et ce, en modifiant l'atmosphère du packaging et en utilisant un matériau barrière à l'O<sub>2</sub>. En outre, ce matériau doit être barrière à l'eau afin d'éviter une condensation excédentaire au sein de l'emballage pour également limiter le développement des microorganismes.

Concernant les emballages à atmosphère modifiée (MAP) pour le pain, le CO<sub>2</sub> peut être utilisé en remplacement de l'oxygène dans les produits à haute teneur en eau pour acidifier la matrice et limiter la croissance des bactéries. La croissance des moisissures, *i.e.* les microorganismes capables de se développer à la plus basse activité de l'eau (ca. 0.7), ne peut être évitée dans un pain mais pourrait être retardée jusqu'à 5-10 jours par l'utilisation mixte de N<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub>. En effet, Schär emploie un mélange de gaz N<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> 40%/60% pour protéger ses produits sans rencontrer d'altération de texture (*Packaging Solutions for Baked Goods*, s. d.). Cependant, le CO<sub>2</sub> pourrait avoir des effets indésirables sur la qualité du pain, en augmentant l'acidité perçue par le consommateur ou le taux de rassissement. Notre choix s'est donc porté sur l'utilisation d'une MAP de N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> avec maximum 5% d'oxygène. Outre le fait d'être moins chère que le CO<sub>2</sub>, il a été montré qu'une telle MAP permettrait d'augmenter la durée de conservation du pain de 5 à 7 jours (Upasen & Wattanachai, 2018).

Pour éviter que la  $p_{O_2}$  et que la  $p_{N_2}$  de notre MAP respectivement augmente et diminue dans l'emballage et donc le développement de microorganismes avec, des emballages actifs pourraient employés tels que les sachets contenant des absorbeurs d'oxygène (e.g. Fe, acide ascorbique, acide érythorbique) (Y. Charlier comm. pers.). Le souci est qu'ils peuvent être ingérés par le consommateur accidentellement et ne sont donc pas recommandés. Une autre solution peut constituer en l'emploi de films actifs où les composants actifs sont incorporés dans le film plastique de l'emballage. Toutefois, ils représentent un coût élevé par rapport aux autres solutions. Notre choix s'est donc porté sur un matériau multicouche à partir de polymères biosourcés, avec de propriétés barrière satisfaisantes à l'oxygène mais surtout excellentes à l'azote, composé de **polyacétal et polyéthylène basse densité linéaire (PA/LLDPE)**, afin d'éviter que l'azote en excès dans la MAP ne sorte de manière excédentaire de l'emballage, le but étant que la MAP soit en légère surpression (e.g. 1.1 bar) par rapport à l'atmosphère dans l'emballage afin de limiter la prise d'oxygène par l'emballage lors du stockage. En outre, cette surpression permettrait de créer un gonflage et donc une protection mécanique supplémentaire pour le produit.

Le choix du PA se justifie par sa grande résistance mécanique aux chocs et le LLDPE par ses propriétés excellentes de barrière vapeur d'eau, son excellente résistance de déchirure, force de retenue et par sa soudabilité (Y. Charlier comm. pers.). En outre, les deux matériaux sont transparents en faible épaisseur. Bien qu'il s'agisse d'un matériau multicouche relativement difficile à recycler, l'emballage est pensé pour être durable et fonctionnel. En effet, le sachet est neutre, ne comporte pas d'inscription car toutes les informations de communication et légales sont reprises sur le fourreau en carton, évite l'emploi de colles polluantes grâce à la soudabilité du PE, a de grandes résistances mécaniques grâce aux qualités combinées des polymères qui le composent et porte un zip. Il comporte donc toutes les qualités nécessaires pour non seulement être réouvrable mais aussi être réutilisable sur le long terme pour le stockage d'autres denrées alimentaires après consommation du produit. Afin de réduire encore l'impact de notre emballage, le PE et le PA sont d'origine renouvelable et donc biosourcés, à partir de biomasse (e.g. maïs, canne à sucre).

Pour ce qui est des caractéristiques du matériau, nos mesures sur 12 jours de l'évolution de la MAP N<sub>2</sub> dans un sachet composé de 20  $\mu$  (en épaisseur) de PA et de 70  $\mu$  de PE (voir point 6.2.6) ont montré que les taux de gaz sont stables sur la période de conservation du produit (Figure 135). En outre, le sachet reste transparent malgré la double couche. Un tel sachet préserve donc la MAP sur la période considérée et contribue à la conservation du produit.

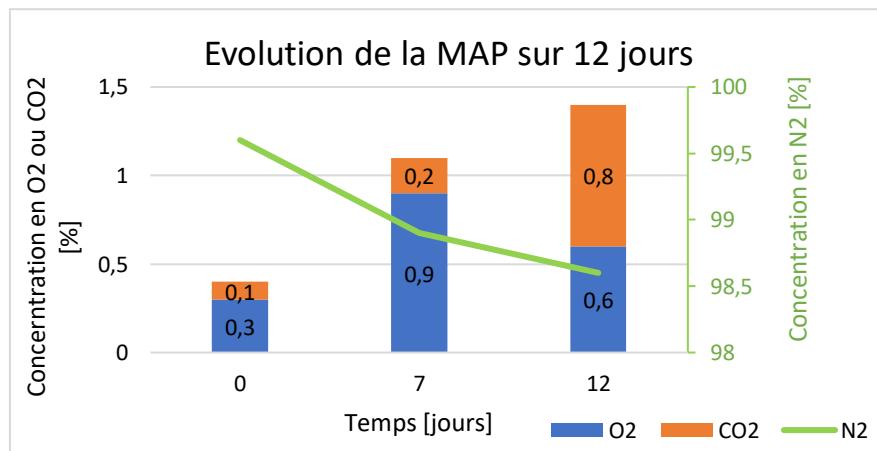


Figure 135. Evolution de la composition de la MAP lors du stockage.

L'utilisation d'un fourreau en carton a également été choisie pour ses qualités de recyclabilité et permet d'y inscrire toutes les mentions obligatoires et de communication de l'étiquette du produit. Les encres sélectionnées sont biodégradables: un fournisseur potentiel pourrait être Pili, qui produit des encres 100% biodégradables et biosourcées car elles sont produites par l'activité de microorganismes (<https://www.pili.bio/>).

### 7.3.2.2. Emballage secondaire

En ce qui concerne l'emballage secondaire, nous avons décidé d'innover par rapport à l'univers concurrentiel en utilisant un emballage en carton ondulé qui permet de regrouper par 9 les pains sous la forme d'un présentoir. En effet, nous avons remarqué qu'au sein des rayons, les emballages primaires sont empilés sur eux-mêmes. De plus, les commerçants n'ont pas toujours le temps de réorganiser leurs rayons, c'est pourquoi l'idée d'un présentoir permet d'éviter cela.

La boîte en carton qui sert d'emballage secondaire fait 30l x 30L x 20h cm afin de pouvoir incorporer 9 pains de face au consommateur quand l'emballage secondaire est sous la forme d'un présentoir.

Les pré découpes sur la boîte en carton ont un double usage. Premièrement, elles permettent une ouverture facilitée pour le commerçant. Deuxièmement, elles sont indispensables pour la réalisation du présentoir. Une fois l'emballage secondaire ouvert, les dimensions du présentoir sont indiquées dans le tracé technique ci-dessous.

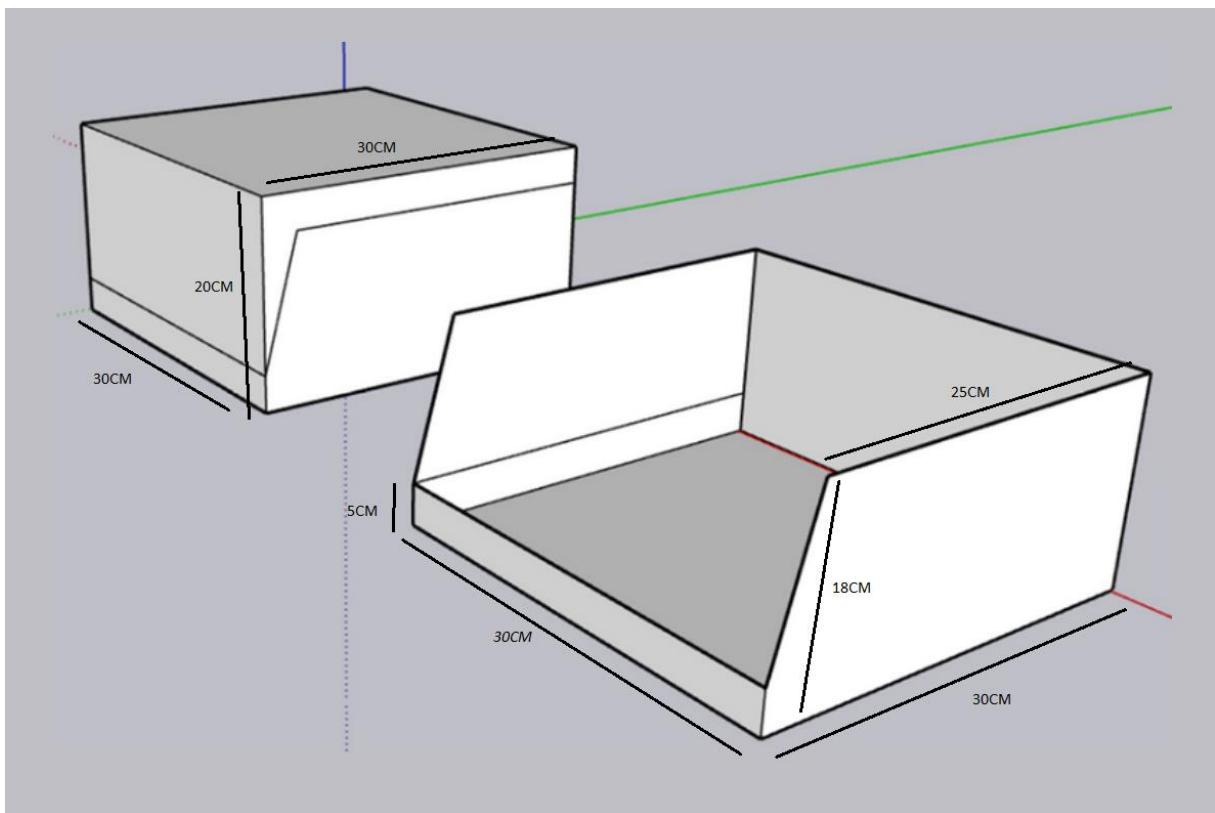


Figure 136. Emballage secondaire : Tracé technique

### 7.3.2.3. Emballage tertiaire

L'emballage tertiaire consiste à l'étape de palettisation de l'emballage secondaire. Pour optimiser cette étape, nous avons utilisé le logiciel *Stackbuilder*.

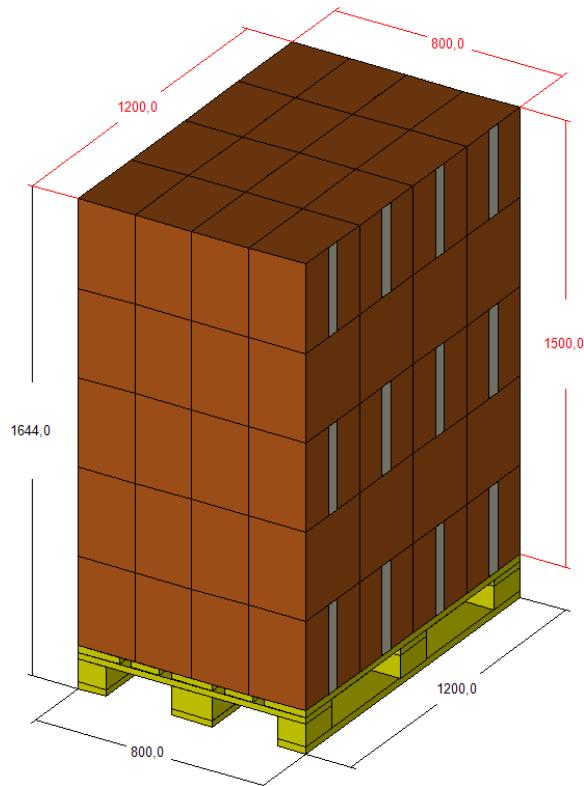


Figure 137. Emballage tertiaire : palettisation stackbuilder.

Pour l'optimisation, nous avons choisi une palette EPAL. Le logiciel indique que l'on peut organiser 16 caisses sur 5 couches ce qui fait un total de 80 caisses par palette. Sachant que chaque caisse contient 9 produits, cela revient à un total de 720 produits par palette. Afin de limiter le suremballage, nous avons décidé d'utiliser un feuillard en polypropylène pour maintenir les caisses lors du transport.

### 7.3.3. Etiquetage

Dans cette partie, nous allons détailler les mentions légales de l'étiquetage abordé dans le point 5.3.2.

La dénomination de la denrée alimentaire est la suivante : « *Pain de mie au sarrasin* ». La liste des ingrédients est écrite au dos du produit de la façon suivante : « Eau, amidon de pomme de terre, farine de sarrasin (24%), farine de riz, farine de sorgho, levure, blanc d'**œuf** en poudre, sucre, sel. Ce produit contient les allergènes suivants : **œufs** ».

Le pain final commercialisable devra faire 350g net et portera les mentions : « doit être conservé à température ambiante dans un endroit sec et sombre. Après ouverture, à consommer dans les 3 jours. Ce produit contient 7 portions de 50g ». L'étiquette du produit doit également contenir les valeurs nutritionnelles (voir point 7.1.3), le nom et l'adresse de l'exploitant du secteur alimentaire, le numéro de lot ainsi que la date de fabrication au dos de l'emballage.

Enfin, en informations supplémentaires, ce produit portera les mentions 'sans colorants, 'sans conservateurs', 'sans émulsifiant,' 'sans lactose', 'sans gluten' (si confirmé à < 20 ppm par un test moléculaire), 'Convient aux personnes souffrant d'une intolérance au gluten' ou 'Convient aux personnes atteintes de la maladie cœliaque'.

### 7.3.4. Prix de vente et bénéfice

Afin d'évaluer le prix de vente de notre produit ainsi que son bénéfice, il est nécessaire de calculer le prix de revient. D'après C. Lepers, boulangère à Ottignies-LLN, le prix de revient d'un pain doit couvrir le prix des matières premières à 300%, pour 100% du prix des matières premières, 100% des coûts de la main d'œuvre et/ou du procédé et 100% d'amortissement. On considère les masses des ingrédients de la pâte crue du Tableau 51 et on les pondère par le prix du fournisseur (voir Tableau 30). On obtient un prix de revient de 2.22 € :

$$P_{revient} = 300\% \sum P_{ingrédient} m_{ingrédient\ humide} = 2.22 \text{ €} \quad (40)$$

Notre étude de marché nous a permis de fixer un prix de vente de 10.5€/kg (voir point 5.3.3), ce qui élève le prix du pain de 350 g à 3.68€ :

$$P_{vente} = 10.5 * 0.35 = 3.68 \text{ €} \quad (41)$$

En déduisant le prix de revient au prix de vente, on obtient un bénéfice de 1.45 € :

$$P_{bénéfice} = P_{vente} - P_{revient} = 1.45 \text{ €} \quad (42)$$

Ce bénéfice représente 39.5% du prix de vente.

## 7.4. Satisfaction

L'ensemble des axes abordés dans cette section a permis de caractériser notre produit grâce à la plus-value de notre formulation quand celle-ci est cuit ohmiquement ou classiquement sur les aspects cités au point 5.4. Cette caractérisation a également été comparée à l'univers concurrentiel de notre produit.

### 7.4.1. Caractérisation rhéologique et physique du produit

Notre pain sans gluten par cuisson classique a été confronté à deux produits similaires de la concurrence, à savoir ceux de Schär (Pain Vital) et Delhaize (Pain gris sans gluten). Nos essais sur les trois produits frais ont démontré que notre formulation aboutissait à un pain avec une Hardness et Chewiness significativement plus faible et avec une élasticité beaucoup plus haute que la concurrence. En outre, notre produit obtient un volume spécifique plus élevé que celui des deux concurrents. La texture élastique et peu résistante à la mâche combinée à un grand volume spécifique remplit notre volonté de faire un produit le plus moelleux possible. Notons que notre produit est légèrement plus humide que la concurrence et qu'il possède également des paramètres d'alvéolage (répartition, porosité, taille moyenne) intermédiaires entre Schär et Delhaize.

Nos essais se sont également penchés sur la comparaison du pain avec/sans gluten par cuisson classique/ohmique. Le Tableau 57 reprend l'ensemble des paramètres étudiés sur les différents types de pain : à l'exception du volume spécifique, les objectifs de pains sans gluten ohmiques ne sont pas valables car la méthode d'analyse est différente entre la référence et celle employée pour nos produits. Les produits sont donc uniquement comparés entre eux.

Tableau 57. Caractéristiques rhéologiques et physiques : les indices OH et C signifient respectivement cuisson ohmique et classique.

Paramètre	Apport attendu de OH	Objectif de pain sans gluten par OH	Pain avec gluten		Pain sans gluten	
			Classique	Ohmique	Classique	Ohmique
Volume spécifique [cm <sup>3</sup> /g]	15% plus volumineux que le pain cuit par C	3.89	3.04	2.32	3.70	3.32
Humidité ( $X_{wb}$ ) [%]	//	//	//	36.75	40.95	43.37
Porosité de mie [%]	Porosité similaire ou 5% supérieur au pain cuit par C	Non-comparable car conditions expérimentales différentes	28.7	15.3	30.5	9.5
T	Elasticité [%]		83.3	85.5	73.7	90.0
P	Hardness [g]		556.1	777.7	169.0	742.7
A	Chewiness [g]		274.6	433.8	104.2	469.5

Tout d'abord, nous n'avons pas réussi à atteindre notre objectif de volume spécifique car seul notre pain sans gluten cuit classiquement s'en approche (3.70 cm<sup>3</sup>/g contre 3.89 cm<sup>3</sup>/g attendu). L'objectif d'augmenter le volume spécifique de 15% grâce à la cuisson ohmique n'est pas atteint car le démoulage à chaud du pain après cuisson ohmique est délicat et les contraintes appliquées nécessaires réduisent fortement son volume spécifique. Notons par la Figure 136 que la pâte à pain sans gluten cuit par cuisson ohmique remplit entièrement la cellule du four. On peut dès lors calculer un volume spécifique théorique de 4.09 cm<sup>3</sup>/g, contre 3.70 cm<sup>3</sup>/g par cuisson classique. Si le démoulage de la cuisson ohmique était amélioré, celle-ci pourrait permettre d'augmenter le volume spécifique du pain sans gluten.



Figure 136. Coupe verticale de la pâte à pain cuite dans le four ohmique.

Par ailleurs, la majorité des paramètres visés à être améliorés en cuisson ohmique ne le sont pas en réalité, que ce soit pour le pain avec ou sans gluten. En ce sens, les résultats rapportés avec la cuisson ohmique montrent une réduction significative du volume spécifique, de la porosité et une augmentation significative de la Hardness et de la Chewiness de la mie. L'unique objectif à être rempli est celui où la cuisson ohmique permettrait d'augmenter l'elasticity de notre produit de 10% par rapport à la cuisson classique : il est rempli car nos mesures révèlent que la cuisson ohmique permet d'améliorer de 22% l'elasticité de la formulation sans gluten. Cette augmentation d'elasticité est également observée pour le pain avec gluten cuit ohmiquement mais celle-ci n'est pas statistiquement significative pour un niveau de confiance de 95%.

#### 7.4.2. Rassissement du produit

Il est admis que les pains sans gluten se conservent moins longtemps que ceux avec gluten, non seulement dû à la rétrogradation de l'amidon et les migrations d'eau de la mie vers la croûte, i.e. les deux phénomènes principaux du rassissement, mais plus particulièrement à cause de l'haute teneur en amidon des matières premières sans gluten et également la plus haute teneur en eau, deux facteurs qui accélèrent le rassissement et la propension des microorganismes à se développer. La plupart des recherches sur le pain sans gluten visent à remplacer le réseau viscoélastique du gluten par des hydrocolloïdes, des enzymes et des émulsifiants. Une autre stratégie pour améliorer les pains sans gluten consiste en l'emploi de protéines alternatives telles que les œufs, les produits laitiers, les insectes ou encore les légumineuses. L'utilisation de certains ingrédients précis peut également réduire le taux de rassissement du produit (Fratelli et al., 2021; Panyoo & Emmambux, 2017). :

- Hydrocolloïdes : ils forment des ponts hydrogènes qui interagissent solidement avec l'amylose et l'amylopectine, formant des réseaux 3D avec une bonne capacité de rétention d'eau, ce qui réduit les interactions entre l'amylose et l'amylopectine et retarde l'agrégation/recristallisation de l'amidon et donc le rassissement du pain.
- Lipides : le mécanisme lié à leur limitation du taux de rassissement n'est pas encore bien connu à ce jour. L'hypothèse donnée est que les lipides formeraient des complexes d'inclusion avec l'amylose (complexes amylose-lipide : voir point 2.2.2.4), qui limiteraient la reformation structurée de l'amylopectine, car en compétition avec les lipides, et limitant ainsi le rassissement.
- Psyllium : il s'agit d'une fibre soluble bioactive, extraite de l'enveloppe des graines d'un plantain (*Plantago ovata*), qui peut améliorer la santé, aider au transit intestinal, au contrôle du cholestérol, de la satiété et la glycémie. D'autre part, il possède des propriétés rétentrices d'eau, gélifiantes et structurantes qui augmentent la viscosité de la pâte, renforcent les parois des alvéoles qui enflent, augmentent la rétention des gaz lors de la cuisson et augmentent le volume du pain, tout en réduisant la perte d'humidité, la perte de souplesse, de cohesiveness, d'élasticité lors du stockage, améliorant ainsi la structure, la texture, l'apparence, l'acceptance et la durée de conservation des pains sans gluten. L'addition de psyllium à hauteur de 17% (par rapport à la farine totale) permet ainsi de réduire le taux de rassissement du pain par ca. 70%, permettant d'atteindre une conservation similaire à celle du pain de blé.

Notre produit devient difficilement appréciable 24 à 48h après cuisson dû à un rassissement important, ce qui n'est pas le cas pour les produits concurrents (Schär & Delhaize). De plus, la cuisson ohmique a tendance à favoriser le rassissement, dû sans doute à l'absence de croûte du pain ohmique, facilitant son dessèchement. En minimisant les intrants dans notre produit, nous avons ainsi tronqué la durée de vie de notre produit. En effet, nos concurrents Schär et Delhaize emploient de l'huile végétale ainsi que des fibres de psyllium. En outre, Schär emploie un hydrocolloïde, de l'HPMC. Ces trois ingrédients pourraient donc expliquer la diminution de rassissement des pains chez nos concurrents.

#### 7.4.3. Intérêt énergétique de la cuisson ohmique

Avec pour critère la gélatinisation de l'amidon, la cuisson ohmique atteint le même taux de gélatinisation qu'une cuisson classique de 17 min à 230°C en seulement 1 min 43 sec. Cette efficience est probablement dû à la plus haute efficience du four en terme de conversion d'énergie fournie en énergie de chauffe, évaluée comme étant 2.04 fois supérieure à celle de la cuisson classique. Notons toutefois qu'un cycle de cuisson ohmique (40 min d'apprêt sous 10 V puis 5 min : 45 sec à 148 V – 255 sec à 109 V) élimine moins d'eau qu'un cycle de

cuisson classique (40 min d'apprêt en chambre à 30°C – 95 % RH puis 17 min à 230°C en four classique) car les humidités finales des produits sont respectivement de 43.37% pour la cuisson ohmique et seulement de 40.95% pour la cuisson classique. Hors, un produit humide a tendance à avoir davantage de migrations d'eau et donc un produit moins stable en terme de rassissement et est plus sujet au développement des microorganismes : la haute efficacité de conversion d'énergie est donc à mettre en balance avec la conservation du produit. Enfin, notons que la conversion d'énergie supérieure de la cuisson ohmique ne l'est qu'en début de cuisson, principalement lors de la chauffe, car rapidement, l'effet Joule décroît et passe de ca. 240W à 15 sec de cuisson à moins de 50W en fin de cuisson. La cuisson ohmique ne peut donc être employée, dans les conditions opératoires fixées, qu'à réaliser des cuissons sur des temps courts. Notons également que cette chute de puissance en fin de cuisson empêche le produit de 'sécher' comme le pain cuit au four classique, résultant en un produit ohmique plus humide.

#### 7.4.4. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle, non réalisable dû à la pandémie de Covid-19, aurait permis de faciliter l'introduction du produit sur le marché sur notamment deux points : la confrontation à la concurrence et l'intérêt sensoriel de la cuisson ohmique. Ainsi, pour savoir si le consommateur aurait tendance à choisir notre produit plutôt que celui de Schär ou Delhaize, un test d'acceptation et de préférence nécessitant 75 panélistes non-entraînés conviendrait. Enfin, pour déduire quelle(s) différence(s) sensorielle(s) le consommateur ressent avec un pain ohmique et à quelle intensité, un profil sensoriel ou profil flash pourrait être réalisé entre une dégustation de mie de pain cuite classiquement et une ohmique, afin que l'absence de croute n'ait pas d'influence, avec 6 panélistes entraînés au préalable. Une tranche, aléatoirement classique ou ohmique, serait répétée, afin de vérifier la reproductibilité du test. L'interprétation des résultats permettrait de mettre en évidence les différences entre le pain ohmique et classique, l'intensité de ces différences et donc l'intérêt sensoriel éventuel du ohmique sur le classique.

## 8. CONCLUSION & PERSPECTIVES

---

Le développement de notre formulation a permis par simple variation des proportions des différentes farines (sorgho – sarrasin – amidon de pomme de terre) d'aboutir à un pain avec des propriétés de texture et de volume spécifique supérieurs par rapport à la concurrence, avec notamment une résistance à la mastication réduite (chewiness) et un volume spécifique augmenté (3.70 cm<sup>3</sup>/g). Notre produit est exempt de gluten. Sa composition nutritionnelle se veut être dans les standards du marché (Schär et Delhaize) et il comporte un seul allergène, l'œuf. Notre produit peut ainsi prétendre aux allégations 'faible teneur en matière grasse', 'faible teneur en sucre' et 'sans gluten'.

Le nom de marque sélectionné est 'O-Made'. L'emballage primaire du pain est un sachet en PA/PE refermable par curseur, surmonté d'un fourreau en carton portant les mentions obligatoires et de communication : l'emballage est pensé pour être facilement réutilisable par le consommateur. Le conditionnement du produit se fait par ailleurs sous atmosphère protectrice (N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> : 95-5%), limitant ainsi le développement des microorganismes. L'emballage secondaire est un présentoir en carton ondulé. L'emballage tertiaire est la palettisation de l'emballage secondaire, sur une palette EPAL. Le pain de 350 g se vend au consommateur 3.68€, afin de permettre de dégager un bénéfice de 39.5% et de se positionner dans le même secteur de prix que Schär pour un produit au même nombre d'ingrédients que Delhaize. Notre produit se positionne ainsi dans un quadrant du marché des pains sans gluten exempt de concurrents.

La réalisation du TFE a permis le développement d'un prototype de matériel de cuisson ohmique en tenant compte des réalités physiques du phénomène étudié, des matériaux, des couts, de la législation et de la sécurité. Bien que la technologie ohmique est présente dans l'alimentaire depuis plus de 40 ans, les références à l'application au pain et précisément au pain sans gluten datent de 2019. Ce travail représente donc un travail novateur et pionnier dans son domaine permettant de contribuer à poser les bases de la connaissance pour continuer de faire progresser cette technologie économique.

Il a été montré que la cuisson ohmique permettrait par ailleurs d'augmenter l'élasticité du pain de 22%. Cependant, celle-ci réduit significativement le volume spécifique, la porosité et augmente significativement la dureté (hardness) et la résistance à la mastication du pain. Le volume spécifique faible en cuisson ohmique pourrait être lié au tassemement entraîné par un démoulage non optimal : ce dernier amélioré, le volume spécifique pourrait en théorie en être augmenté. L'importance du tassemement est inversement proportionnelle à la taille du produit à démouler : en portant notre prototype ohmique de l'échelle labo (50 g de pâte) à l'échelle pilote (plusieurs pains en parallèle de 350 g), les effets du démoulage seraient ainsi moins ressentis.

Par ailleurs, les paramètres de conservation de notre produit ne sont pas satisfaisants car le pain rassit après 24 à 48h et la flore microbienne s'y développe de manière notable au-delà de 6 jours, due à une haute activité de l'eau (0.98) et un pH élevé (5.74). Pour combler ces manques, notre formulation se doit d'être adaptée.

Dans un premier temps, afin de résoudre le problème de conservation lié aux dangers biologiques, nous avons ajouté du vinaigre cristal dans notre formulation, pour acidifier le pain. Grâce à cela, nous avons réussi à prolonger la DLC du produit à 10 jours au lieu de moins d'une semaine. Le vinaigre possède une odeur assez forte lors de la fabrication, mais ne se

déetecte pas de façon notable sur le produit fini. Toutefois, une analyse sensorielle serait nécessaire pour confirmer l'absence de détection de la saveur acide : cela pourrait être réalisé par un test hédonique quantitatif d'acceptation, avec 75 panélistes non entraînés.

Dans un second temps, afin de contrer les problèmes de rassissement précoce de notre produit, l'ajout d'huile végétale et de psyllium permettrait de réduire les migrations d'eau, donc le dessèchement du pain et la rétrogradation de l'amidon, donc le rassissement du pain. En outre, notre produit manque de fibres par rapport aux concurrents Schär et Delhaize : outre ses propriétés de conservation, le psyllium a un intérêt sur la santé par son apport en fibres bioactives et technologique par ses propriétés structurantes, ce qui permettrait également d'améliorer la texture de notre pain.

De la même manière, le pain cuit ohmiquement ne possède pas de croute : il a été observé que cela accélérerait son dessèchement. Dès lors, l'ajout d'une croûte au pain, s'il est cuit ohmiquement, est indispensable. De surcroit, notre objectif était à terme de réaliser un pain avec croute, afin de, comme l'a révélé notre étude de marché, convenir à la majorité de notre cible. En outre, la finalisation de la cuisson ohmique par une cuisson infra-rouge pourrait ajouter une croute au pain et par cette occasion peut-être réduire son dessèchement.

La cuisson ohmique permet de gélatiniser un taux similaire que celui obtenu après 17 min à 230°C en cuisson classique, en moins de 2 min. Cette rapidité de gélatinisation est due à l'haute capacité de conversion d'énergie électrique en énergie de chauffe de la cuisson ohmique, calculée comme étant double dans notre cas par rapport à la cuisson classique. Toutefois, par la mesure de la puissance électrique délivrée dans le pain, il a été observé qu'en cuisson ohmique, l'effet Joule diminue par 4 à 5 fois en seulement 5 min de cuisson par rapport à l'initiale : la cuisson ohmique ne peut donc être considérée que pour des batchs sur des temps courts pour notre formulation, car au plus le temps de cuisson se prolonge, au plus le rapport énergie/temps délivré diminue et au plus l'efficience énergétique de la cuisson ohmique décroît. Pour les mêmes raisons, le pain ohmique obtenu après 5 min de cuisson est sensiblement plus humide que le pain classique : la formation d'une croute par une cuisson supplémentaire (e.g. infra-rouge) permettrait également d'abaisser cette humidité, facteur de conservation.

Un up-scale éventuel (mise à l'échelle industrielle) de notre prototype ohmique consisterait en un carrousel ohmique, où des pâtes en fin d'apprêt, présentes dans des moules dont deux parois sont constituées d'électrodes et les deux autres de silicones, y sont chargés par un automate, afin d'éviter tout contact humain. 25 pains branchés en parallèle par rapport à une source triphasée pourraient être ainsi cuits en rotation, tant que la période de rotation du carrousel corresponde au temps de cuisson (5 min). Pour ce faire, en début de rotation, l'automate chargera les moules dans des cales conductrices en contact avec les parois métalliques des moules et en fin de rotation, les pains seront démolés par gravité.

Finalement, notre projet a permis de développer un produit qualitatif si consommé frais par rapport à la concurrence, mais qui devrait être drastiquement amélioré en terme de conservation (développement de microorganismes – rassissement) par une modification de la formulation. D'autre part, notre prototype ohmique consiste en le véritable accomplissement de notre TFE. Ainsi, les étapes préalables de dimensionnement, des contraintes légales et de sécurité et de recherche du matériel et des fournisseurs ont ainsi pu être remplies. Ensuite, les étapes de commandes auprès des fournisseurs et de construction du four ont été réalisées. Enfin, après optimisation des paramètres d'apprêt et de cuisson, des pains ohmiques ont pu être cuits et un intérêt énergétique et pour l'élasticité du produit ont pu être confirmé. En vue

d'améliorer le prototype pour une prochaine version, une extraction de vapeur devrait être introduite, afin de limiter la condensation sur les parois et le couvercle et améliorer le drainage de l'eau vers l'extérieur, ce qui permettrait de limiter l'humidité du produit. Une autre perspective d'amélioration de notre prototype consisterait en une augmentation du volume cuit afin de limiter les effets de bords et de tassemement : en ce sens, le variac employé pour nos essais permettrait en théorie de cuire 8 fois plus de pâte, soit 400 g de pâte, donc quasiment un pain complet, tant que la géométrie des électrodes permet de délivrer les modules de champs électriques suffisants (24 à 33 V/cm). Une dernière perspective serait d'améliorer la sécurité du produit obtenu, par l'emploi d'un commutateur de fréquence de courant 3 kHz et d'électrodes en matériau inerte (e.g. titane, titane platiné), afin de limiter la corrosion des électrodes et les migrations de métaux dans le pain. L'haute fréquence de courant aurait également l'avantage de limiter le risque d'électrolyse et donc d'inflammation du four.

## BIBLIOGRAPHIE

---

- AACC. (1995). *Approved methods of the AAC* (9<sup>e</sup> éd.). American Association of Cereal Chemists.
- Abbas, K. A., Mohammed, A., M, E., & Suleiman, N. (2010). The Drawbacks and Superiorities of Using IR-Microwave System in Cake and Bread Baking : A Review. *Modern Applied Science*, 4. <https://doi.org/10.5539/mas.v4n7p42>
- Abdelmassih, M., Mahillon, J., Goffaux, M., Ferber, F., & Planchon, V. (2018). *Guide pratique de microbiologie alimentaire à l'usage des producteurs*. Requasud.
- Aboud, S., Altemimi, A., Al-Hilphy, A., Lee, Y.-C., & Cacciola, F. (2019). Comprehensive Review on Infrared Heating Applications in Food Processing. *Molecules*, 24, 2-21. <https://doi.org/10.3390/molecules24224125>
- Aboudou, S., Nakashima, M., Moutoula, B., Cendrey, D., & Rulence, A. (2018). *Etude de marché—Les produits sans gluten*. [http://www.campusm4i.fr/wp-content/uploads/2018/01/Etude-de-march%C3%A9-Les-produits-Sans-Gluten-A.Rulence-S.Aboudou-M.Nakashima-M.Bissingou-D.Gendrey\\_963\\_1.pdf](http://www.campusm4i.fr/wp-content/uploads/2018/01/Etude-de-march%C3%A9-Les-produits-Sans-Gluten-A.Rulence-S.Aboudou-M.Nakashima-M.Bissingou-D.Gendrey_963_1.pdf)
- Acrylamide. (s. d.). Autorité européenne de sécurité des aliments. Consulté 17 mai 2021, à l'adresse <https://www.efsa.europa.eu/fr/topics/topic/acrylamide>
- AFDIAG - Association Française Des Intolérants Au Gluten—*Bien vivre sans gluten*. (s. d.). Consulté 4 novembre 2020, à l'adresse <https://www.afdiag.fr/>
- AFSCA. (2013). *Guide d'autocontrôle pour les boulangeries et pâtisseries*. <http://www.afsca.be/autocontrole-fr/guides/distribution/g026/>
- AFSCA. (2020). *AFSCA - Publication : Inventaire des actions et des limites d'action et propositions d'harmonisation dans le cadre des contrôles officiels*. <http://www.afsca.be/professionnels/publications/thematiques/limitesdaction/>

- AghaAlikhani, M., Kazemi-Poshtmasari, H., & Habibzadeh, F. (2013). Energy use pattern in rice production : A case study from Mazandaran province, Iran. *Energy Conversion and Management*, 69, 157-162. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2013.01.034>
- Agu, R., Bringhurst, T., & Brosnan, J. (2006). Production of Grain Whisky and Ethanol from Wheat, Maize and Other Cereals. *Journal of the Institute of Brewing*, 112. <https://doi.org/10.1002/j.2050-0416.2006.tb00737.x>
- Codex Stan 118-1979*, (1979) (testimony of Codex Alimentarius).
- Alimentation particulière utilisée à domicile en cas d'allergie—INAMI*. (s. d.). Consulté 3 novembre 2020, à l'adresse <https://www.inami.fgov.be/fr/themes/cout-reemboursement/par-mutualite/produits-sante/nutrition/affection/Pages/alimentation-particuliere-allergie.aspx>
- All About Wood Fired Bread Ovens. (2006, juin 28). *William Rubel*. <https://williamrubel.com/all-about-wood-fired-bread-ovens/>
- Allergie au blé : Une maladie de plus en plus fréquente. (2012, juin 13). *Réalités Cardiologiques*. <https://www.realites-cardiologiques.com/2012/06/14/allergie-au-ble-une-maladie-de-plus-en-plus-frequence/>
- Alvarez, L., Arendt, E. K., & Gallagher, E. (2009). Nutritive value and chemical composition of pseudocereals as gluten-free ingredients. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 60 Suppl 4, 240-257. <https://doi.org/10.1080/09637480902950597>
- Alvarez-Jubete, L., Auty, M., Arendt, E., & Gallagher, E. (2010). Baking properties and microstructure of pseudocereal flours in gluten-free formulations. *European Food Research and Technology*, 230, 437-445. <https://doi.org/10.1007/s00217-009-1184-z>
- AR 18 février 1991 relatif aux denrées alimentaires destinées à une alimentation particulière. (2016, février 19). SPF Santé Publique. <https://www.health.belgium.be/fr/ar-18-fevrier-1991-relatif-aux-denrees-alimentaires-destinees-une-alimentation-particuliere>
- Arnaud, J.-P. (2014). *Comment Harrys a fait fortune avec le pain de mie sans croute*. Challenges. [https://www.challenges.fr/entreprise/comment-le-pain-de-mie-sans-croute-a-fait-la-fortune-d-harrys\\_139655](https://www.challenges.fr/entreprise/comment-le-pain-de-mie-sans-croute-a-fait-la-fortune-d-harrys_139655)

Association Française pour la Prévention des Allergies—AFPRAL. (s. d.). Consulté 4

novembre 2020, à l'adresse <https://allergies.afpral.fr/>

AUCOUTURIER AFSA - *Ensacheuse horizontale by iXAPACK GLOBAL | DirectIndustry*.

(s. d.). Consulté 14 juin 2021, à l'adresse <https://www.directindustry.fr/prod/ixapack-global/product-55745-2342114.html>

Balet, S., Guelpa, A., Fox, G., & Manley, M. (2019a). Rapid Visco Analyser (RVA) as a Tool for Measuring Starch-Related Physiochemical Properties in Cereals : A Review. *Food Anal. Methods*, 12(10), 2344-2360. <https://doi.org/10.1007/s12161-019-01581-w>

Balet, S., Guelpa, A., Fox, G., & Manley, M. (2019b). Rapid Visco Analyser (RVA) as a Tool for Measuring Starch-Related Physiochemical Properties in Cereals : A Review. *Food Analytical Methods*, 12(10), 2344-2360. <https://doi.org/10.1007/s12161-019-01581-w>

Bangur, R., Batey, I. L., McKenzie, E., & MacRitchie, F. (1997). Dependence of Extensograph Parameters on Wheat Protein Composition Measured by SE-HPLC. *Journal of Cereal Science*, 25(3), 237-241. <https://doi.org/10.1006/jcrs.1996.0098>

Bank, E. C. (s. d.). *Qu'est-ce que l'inflation ?* European Central Bank. Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse <https://www.ecb.europa.eu/ecb/educational/hicp/html/index.fr.html>

Beitāne, I., Krūmiņa-Zemture, G., & Mūrniece, I. (2014). *Sensory, colour and structural properties of pancakes prepared with pea and buckwheat flours*. Undefined. /paper/Sensory%2C-colour-and-structural-properties-of-with-Beit%C4%81ne-Kr%C5%ABmi%C5%86a-Zemture/dfa9b18043e6d0b6ed045bb639ef53ab86b4711a

Belderok, B. (2000). Developments in bread-making processes. *Plant Foods for Human Nutrition (Dordrecht, Netherlands)*, 55(1), 1-86.

<https://doi.org/10.1023/a:1008199314267>

Belton, P. S. (1999). Mini Review : On the Elasticity of Wheat Gluten. *Journal of Cereal Science*, 29(2), 103-107. <https://doi.org/10.1006/jcrs.1998.0227>

BeMiller, J. N., & Whistler, R. L. (2009). *Starch : Chemistry and technology*. Academic.

Ben Aissa, M. F., Monteau, J.-Y., Perronnet, A., Roelens, G., & Le Bail, A. (2010). Volume change of bread and bread crumb during cooling, chilling and freezing, and the

impact of baking. *Journal of Cereal Science*, 51(1), 115-119.

<https://doi.org/10.1016/j.jcs.2009.10.006>

- Bender, D., Gratz, M., Vogt, S., Fauster, T., Wicki, B., Pichler, S., Kinner, M., Jäger, H., & Schoenlechner, R. (2019). Ohmic Heating—A Novel Approach for Gluten-Free Bread Baking. *Food and Bioprocess Technology*, 12(9), 1603-1613.
- Bender, D., & Schönlechner, R. (2020). Innovative approaches towards improved gluten-free bread properties. *Journal of Cereal Science*, 91, 102904.
- Benson, H. (2015). *Physique II: Électricité et magnétisme* (2<sup>e</sup> éd.). De Boeck Superieur.
- Biagi, F., Klersy, C., Balduzzi, D., & Corazza, G. R. (2010). Are we not over-estimating the prevalence of coeliac disease in the general population? *Annals of Medicine*, 42(8), 557-561.
- Biesheuvel, M., Porada, S., & Dykstra, J. (2018a). *The difference between Faradaic and non-Faradaic electrode processes*.
- Biesheuvel, M., Porada, S., & Dykstra, J. (2018b). *The difference between Faradaic and non-Faradaic electrode processes*.
- Blümich, B. (2016). Introduction to compact NMR : A review of methods. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 83, 2-11. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2015.12.012>
- Bost, Jean., & Piganiol, P. (1992). *Matières plastiques : Chimie-applications*. Technique & documentation; /z-wcorg/.
- Bruce-Gardyne, L. (2015). *Cost of gluten-free bread*. <https://www.foodsmatter.com/coeliac-disease/management/cost-of-gluten-free-food-01-15.html>
- Burdock, G. A. (2007). Safety assessment of hydroxypropyl methylcellulose as a food ingredient. *Food and Chemical Toxicology: An International Journal Published for the British Industrial Biological Research Association*, 45(12), 2341-2351.  
<https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.07.011>
- Caio, G., Volta, U., Sapone, A., Leffler, D. A., De Giorgio, R., Catassi, C., & Fasano, A. (2019). Celiac disease : A comprehensive current review. *BMC Medicine*, 17(1), 142.

Calculateur de taille d'échantillon. (s. d.). *CheckMarket*. Consulté 13 novembre 2020, à

l'adresse <https://fr.checkmarket.com/ificateur-taille-echantillon/>

*Calculer la taille de votre échantillon avec SurveyMonkey*. (s. d.). SurveyMonkey. Consulté

13 novembre 2020, à l'adresse <https://fr.surveymonkey.com/mp/sample-size-calculator/>

Cappa, C., Lucisano, M., Raineri, A., Fongaro, L., Foschino, R., & Mariotti, M. (2016).

Gluten-Free Bread : Influence of Sourdough and Compressed Yeast on Proofing and Baking Properties. *Foods*, 5(4), 69. <https://doi.org/10.3390/foods5040069>

Catassi, C., Bai, J. C., Bonaz, B., Bouma, G., Calabò, A., Carroccio, A., Castillejo, G., Ciacchi, C., Cristofori, F., Dolinsek, J., Francavilla, R., Elli, L., Green, P., Holtmeier, W., Koehler, P., Koletzko, S., Meinholt, C., Sanders, D., Schumann, M., ... Fasano, A. (2013). Non-Celiac Gluten Sensitivity : The New Frontier of Gluten Related Disorders. *Nutrients*, 5(10), 3839-3853. <https://doi.org/10.3390/nu5103839>

*Causes et conséquences de l'inflation*. (2012, janvier 11). Graphseo Bourse Vous Aide à Mieux Investir en Bourse. <https://graphseobourse.fr/causes-et-consequences-de-linflation/>

Cauvain, S. (2015). Bread Spoilage and Staling. In S. Cauvain (Éd.), *Technology of Breadmaking* (p. 279-302). Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-14687-4\\_10](https://doi.org/10.1007/978-3-319-14687-4_10)

Cereals & Grains Association. (1999a). AACC Method 54-10 : Farinograph Method For Flour. In *Physical Dough Test* (11<sup>e</sup> éd.).

Cereals & Grains Association. (1999b). AACC Method 54-21 : Farinograph Method For Flour. In *Physical Dough Test* (11<sup>e</sup> éd.).

CFIA. (2012). *Techniques d'analyses des blés et des farines*.

<http://www.cfia.fr/DOCUMENTATION%20BLE%20FR.pdf>

Chhanwal, N., Ezhilarasi, P. N., Indrani, D., & Anandharamakrishnan, C. (2015). Influence of electrical and hybrid heating on bread quality during baking. *Journal of Food Science and Technology*, 52(7), 4467. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1478-4>

Circé Technologies. (2020). *Autotransformateur monophasé*. Circé transformateurs.

<http://www.circe-technologies.com/produits/autotransformateurs/triphase-autotransformateurs/230-400-triphase-autotransformateurs/>

Décret n° 2015-447 du 17 avril 2015 relatif à l'information des consommateurs sur les allergènes et les denrées alimentaires non préemballées, 2015-447 (2015).

Commission Européenne. (2005). *Règlement (CE) n°2073/2005 de la Commission du 15 novembre 2005 concernant les critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires*. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/ALL/?uri=celex%3A32005R2073>

Commission Européenne. (2006). *Règlement (CE) n°1881/2006 de la Commission du 19 décembre 2006 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires*. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/fr/ALL/?uri=CELEX%3A32006R1881>

Commission Européenne. (2011a). *Règlement (UE) n° 1169/2011 du Parlement européen et du Conseil du 25 octobre 2011 concernant l'information des consommateurs sur les denrées alimentaires, modifiant les règlements (CE) n° 1924/2006 et (CE) n°1925/2006 du Parlement européen et du Conseil et abrogeant la directive 87/250/CEE de la Commission, la directive 90/496/CEE du Conseil, la directive 1999/10/CE de la Commission, la directive 2000/13/CE du Parlement européen et du Conseil, les directives 2002/67/CE et 2008/5/CE de la Commission et le règlement (CE) n° 608/2004 de la Commission Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE*. <http://data.europa.eu/eli/reg/2011/1169/oj/fra>

Commission Européenne. (2011b). *Règlement (UE) n° 835/2011 de la Commission du 19 août 2011 modifiant le règlement (CE) n° 1881/2006 en ce qui concerne les teneurs maximales pour les hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les denrées alimentaires*. <http://data.europa.eu/eli/reg/2011/835/oj/en>

Commission Européenne. (2011c). *Règlement (UE) n° 1259/2011 de la Commission du 2 décembre 2011 modifiant le règlement (CE) n° 1881/2006 en ce qui concerne les*

*teneurs maximales en dioxines, en PCB de type dioxine et en PCB autres que ceux de type dioxine des denrées alimentaires.*

<http://data.europa.eu/eli/reg/2011/1259/oj/fra>

Commission Européenne. (2013a). *Recommandation de la Commission du 27 mars 2013 concernant la présence de toxines T-2 et HT-2 dans les céréales et les produits à base de céréales.* <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/ALL/?uri=CELEX%3A32013H0165>

Commission Européenne. (2013b). *Règlement (UE) n°2017/2158 de la Commission du 20 novembre 2017 établissant des mesures d'atténuation et des teneurs de référence pour la réduction de la présence d'acrylamide dans les denrées alimentaires.*

<http://data.europa.eu/eli/reg/2017/2158/oj/fra>

Règlement d'exécution (UE) n ° 828/2014 de la Commission du 30 juillet 2014 relatif aux exigences applicables à la fourniture d'informations aux consommateurs concernant l'absence ou la présence réduite de gluten dans les denrées alimentaires Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE, Pub. L. No. 32014R0828, 228 OJ L (2014).

Commission Européenne. (2020). *Recommandations du Conseil.*

*Conductivités d'une solution de KCL à 0,1 mol/L.* (s. d.). Consulté 5 mai 2021, à l'adresse <https://www.lachimie.fr/solutions/conductimetrie/conductivite-temperature.php>

Cornejo, F., & Rosell, C. M. (2015). Physicochemical properties of long rice grain varieties in relation to gluten free bread quality. *LWT - Food Science and Technology*, 62(2), 1203-1210. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.01.050>

*Crumbler, la solution anti-gaspillage de pain pour les boulangers.* (s. d.). Crumbler. Consulté 4 novembre 2020, à l'adresse <https://www.crumbler.fr/>

Curti, E., Carini, E., Tribuzio, G., & Vittadini, E. (2014). Bread staling : Effect of gluten on physico-chemical properties and molecular mobility. *LWT - Food Science and Technology*, 59(1), 418-425. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.04.057>

Debiton, C. (2010). *Identification of grain wheat (Triticum aestivum L.) criteria associated with bioethanol production in studying a set of cultivars and using proteomic analysis of waxy isogenic lines* [Theses]. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II.

Décret n°93-1074 du 13 septembre 1993 pris pour l'application de la loi du 1er août 1905 en ce qui concerne certaines catégories de pains, 93-1074 (1993).

Delcour, J. A., & Hoseney, R. C. (2010a). *Principles of Cereal Science and Technology, Third Edition* (3rd Edition). AACC International.

Delcour, J. A., & Hoseney, R. C. (2010b). *Principles of Cereal Science and Technology, Third Edition* (3rd Edition). AACC International.

Denis-Quanquin, S. (2014). *Cours de Résonnance Magnétique Nucléaire* [Ecole Normale Supérieure de Lyon]. Cours de chimie dispensé à Ecole Normale Supérieure de Lyon.

Diagnostic de la maladie. (2015, mars 4). *La Maladie Cœliaque*.

<https://lamaladiecoeliaque.wordpress.com/diagnostique-de-la-maladie/>

Diez-Sampedro, A., Olenick, M., Maltseva, T., & Flowers, M. (2019). A Gluten-Free Diet, Not an Appropriate Choice without a Medical Diagnosis. *Journal of Nutrition and Metabolism*, 2019.

Diósi, G., Móré, M., & Sipos, P. (2015). Role of the farinograph test in the wheat flour quality determination. *Acta Universitatis Sapientiae, Alimentaria*, 8.

<https://doi.org/10.1515/ausal-2015-0010>

Directive 2006/42/CE du Parlement européen et du Conseil du 17 mai 2006 relative aux machines et modifiant la directive 95/16/CE (refonte) (Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE), 32006L0042, EP, CONSIL, OJ L 157 (2006).

<http://data.europa.eu/eli/dir/2006/42/oj/eng>

*Droit Fiscal—Avocats Hirsch & Vanhaelst.* (s. d.). Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse [http://www.droitbelge.be/droit\\_fiscal.asp](http://www.droitbelge.be/droit_fiscal.asp)

Dubrowski, T. (2010). *CONTRIBUTION À LA RECHERCHE ET À L'ÉTUDE D'AMÉLIORANTS DE PANIFICATION*.

Eladly, I., Bahnasawy, A., Ali, S., & Khater, E. (2016). BREAD BAKING PROCESS ENERGY REQUIREMENTS AS AFFECTED BY OVEN BELT SPEED AND TYPE OF BREADS. *Misr J. Ag. Eng.*, 33. <https://doi.org/10.21608/mjae.2016.97618>

Electricite Guide. (s. d.). *Interrupteur différentiel : Fonctionnement et installation*. Consulté 11 novembre 2020, à l'adresse <https://www.electriciteguide.com/guide/interrupteur-differentiel.htm>

Electronics Hub. (2019, décembre 30). Difference Between Single Phase and Three Phase Power Supplies. *Electronics Hub*. <https://www.electronicshub.org/difference-between-single-phase-and-three-phase/>

Elli, L., Roncoroni, L., & Bardella, M. T. (2015). Non-celiac gluten sensitivity : Time for sifting the grain. *World Journal of Gastroenterology*, 21(27), 8221-8226. <https://doi.org/10.3748/wjg.v21.i27.8221>

Encina-Zelada, C. R., Cadavez, V., Teixeira, J. A., & Gonzales-Barron, U. (2019). Optimization of Quality Properties of Gluten-Free Bread by a Mixture Design of Xanthan, Guar, and Hydroxypropyl Methyl Cellulose Gums. *Foods*, 8(5). <https://doi.org/10.3390/foods8050156>

*Etre coeliaque : Vivre sans manger de gluten jusqu'à la fin de ses jours*. (2014, mai 16). RTBF Info. [https://www.rtbf.be/info/societe/detail\\_etre-coeliaque-c-est-vivre-sans-gluten-jusqu-a-la-fin-de-ses-jours?id=8270474](https://www.rtbf.be/info/societe/detail_etre-coeliaque-c-est-vivre-sans-gluten-jusqu-a-la-fin-de-ses-jours?id=8270474)

*Europe Gluten Free Food Market Size, Overview, Increasing Demand With Leading Player, Comprehensive Analysis, Forecast 2025*. (s. d.). MarketWatch. Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse <https://www.marketwatch.com/press-release/europe-gluten-free-food-market-size-overview-increasing-demand-with-leading-player-comprehensive-analysis-forecast-2025-2020-08-07>

*FACTS\_Gluten\_Methods.pdf*. (s. d.). Consulté 7 août 2021, à l'adresse [https://www.factssa.com/Docs/FACTS\\_Gluten\\_Methods.pdf](https://www.factssa.com/Docs/FACTS_Gluten_Methods.pdf)

Fasano, A., & Catassi, C. (2001). Current approaches to diagnosis and treatment of celiac disease : An evolving spectrum. *Gastroenterology*, 120(3), 636-651.

<https://doi.org/10.1053/gast.2001.22123>

Fasano, A., & Catassi, C. (2012). Clinical practice. Celiac disease. *The New England Journal of Medicine*, 367(25), 2419-2426. <https://doi.org/10.1056/NEJMcp1113994>

Fellows, P. J. (2017). Engineering principles. In *Food Processing technology : Principles and Practice* (4<sup>e</sup> éd., p. 157). Woodhead Publishing/Elsevier.

Fermin, B. C., Hahm, T. S., Radinsky, J. A., Kratochvil, R. J., Hall, J. E., & Lo, Y. M. (2005). Effect of Proline and Glutamine on the Functional Properties of Wheat Dough in Winter Wheat Varieties. *Journal of Food Science*, 70(4), E273-E278.

Fessas, D., & Schiraldi, A. (2000). Starch Gelatinization Kinetics in Bread Dough. DSC investigations on « simulated » baking processes. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry - J THERM ANAL CALORIM*, 61, 411-423.

<https://doi.org/10.1023/A:1010161216120>

Flossmanuals. (s. d.). *Guide de l'alimentation sans gluten*. Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse <https://fr.flossmanuals.net/guide-de-lalimentation-sans-gluten/les-aliments-contenant-du-gluten/>

Food-Info.net : Carbohydrates > Starch. (s. d.). Consulté 3 février 2021, à l'adresse <http://www.food-info.net/uk/carbs/starch.htm>

Fratelli, C., Garcia dos Santos, F., muniz, denise, Habu, S., Braga, A., & Capriles, V. (2021). Psyllium Improves the Quality and Shelf Life of Gluten-Free Bread. *Foods*, 10, 954. <https://doi.org/10.3390/foods10050954>

Fuentes-Zaragoza, E., Riquelme-Navarrete, M. J., Sánchez-Zapata, E., & Pérez-Álvarez, J. A. (2010). Resistant starch as functional ingredient : A review. *Food Research International*, 43(4), 931-942. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.02.004>

Fuite électrique : Principe et causes | Particuliers. (s. d.). Consulté 11 novembre 2020, à l'adresse <https://fr.eni.com/particuliers/maitriser-sa-consommation/le-guide-de-lelectricite/fuite-electrique-principe-et-causes>

- Fukuoka, M., Ohta, K., & Watanabe, H. (2002). Determination of the terminal extent of starch gelatinization in a limited water system by DSC. *Journal of Food Engineering*, 53(1), 39-42. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(01\)00137-6](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(01)00137-6)
- Gallagher, E. (2009). *Gluten-Free Food Science and Technology* (1<sup>re</sup> éd.). Wiley-Blackwell.
- Gally, T. (2017a). *Etudes expérimentales et numériques du procédé de chauffage ohmique appliqué à la panification* [These de doctorat, Nantes, Ecole nationale vétérinaire]. <http://www.theses.fr/2017ONIR102F>
- Gally, T. (2017b). *Etudes expérimentales et numériques du procédé de chauffage ohmique appliqué à la panification* [These de doctorat, Nantes, Ecole nationale vétérinaire]. <http://www.theses.fr/2017ONIR102F>
- Gally, T., Rouaud, O., Jury, V., Havet, M., Ogé, A., & Le-Bail, A. (2016). Proofing of bread dough assisted by ohmic heating. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 39. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.11.008>
- Gally, T., Rouaud, O., Jury, V., & Le-Bail, A. (2016). Bread baking using ohmic heating technology; a comprehensive study based on experiments and modelling. *Journal of Food Engineering*, 190, 176-184.
- Gioia, L. C., Ganancio, J. R., & Steel, C. J. (2017). Food Additives and Processing Aids used in Breadmaking. *Food Additives*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.70087>
- Gluten-Free Foods Are More Expensive and Less Healthy, Study Says.* (2018, janvier 22). The Daily Meal. <https://www.thedailymeal.com/healthy-eating/gluten-free-foods-expensive-less-healthy-study/012218>
- Godat, S., Velin, D., Aubert, V., Nydegger, A., Schoepfer, A., & Maillard, M. (2013). [An update on celiac disease]. *Revue médicale suisse*, 9, 1584-1589.
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2004.02.011>

- Gomand, S., Lamberts, L., Derde, L., Goesaert, H., Vandeputte, G., Goderis, B., Visser, R., & Delcour, J. (2010). Structural properties and gelatinisation characteristics of potato and cassava starches and mutants thereof. *Food Hydrocolloids*, 24(4), 307-317.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.10.008>
- Grumezescu, A. M., & Holban, A. M. (2018). *Food Processing for Increased Quality and Consumption*. Academic Press.
- Guandalini, S., & Polanco, I. (2015). Nonceliac Gluten Sensitivity or Wheat Intolerance Syndrome? *The Journal of Pediatrics*, 166(4), 805-811.  
<https://doi.org/10.1016/j.jpeds.2014.12.039>
- Guidelines—EHEDG. (s. d.). Consulté 7 août 2021, à l'adresse  
<https://www.ehedg.org/guidelines/>
- Gus, B. (2016, mars 9). *Que signifie le logo sans gluten ?* Because Gus. <https://because-gus.com/que-signifie-le-logo-sans-gluten/>
- Hager, A.-S., Wolter, A., Czerny, M., Bez, J., Zannini, E., Arendt, E. K., & Czerny, M. (2012). Investigation of product quality, sensory profile and ultrastructure of breads made from a range of commercial gluten-free flours compared to their wheat counterparts. *European Food Research and Technology*, 235(2), 333-344.  
<https://doi.org/10.1007/s00217-012-1763-2>
- Haralampu, S. (2000). Resistant starch—A review of the physical properties and biological impact of RS3. *Carbohydrate Polymers*, 41(3), 285-292.  
[https://doi.org/10.1016/s0144-8617\(99\)00147-2](https://doi.org/10.1016/s0144-8617(99)00147-2)
- Heitmann, M., Zannini, E., & Arendt, E. (2018). Impact of *Saccharomyces cerevisiae* metabolites produced during fermentation on bread quality parameters : A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 58(7), 1152-1164.  
<https://doi.org/10.1080/10408398.2016.1244153>
- Henderson, A. J., Ollila, C. A., Kumar, A., Borresen, E. C., Raina, K., Agarwal, R., & Ryan, E. P. (2012). Chemopreventive Properties of Dietary Rice Bran : Current Status and

Future Prospects. *Advances in Nutrition*, 3(5), 643-653.

<https://doi.org/10.3945/an.112.002303>

Hernández-Espinosa, N., Reyes-Reyes, M., González-Jiménez, F. E., Núñez-Bretón, L. C., & Cooper-Bribiesca, B. L. (2015). The Importance of the Storage Proteins in Cereals (Prolamins). *Vertientes Revista Especializada en Ciencias de la Salud*, 18(1), 3-7.

How to Extend the Shelf Life of Bread. (2020, août 28). *SERA FOOD*. <http://sera.ge/how-to-extend-the-shelf-life-of-bread/>

Huang, L., Chen, Y., & Morrissey, M. (2007). Coagulation of fish proteins from frozen fish mince wash water by ohmic heating. *Journal of Food Process Engineering*, 20, 285-300. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4530.1997.tb00423.x>

*indicators.be—Taux de chômage*. (s. d.). Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse [https://indicators.be/fr/i/G08\\_UNE/Taux\\_de\\_ch%C3%B4mage](https://indicators.be/fr/i/G08_UNE/Taux_de_ch%C3%B4mage)

*Industrial dispenser DOS\_40*. (s. d.). Consulté 14 juin 2021, à l'adresse [http://www.ditogr.com/industrial-dispenser-dos\\_40](http://www.ditogr.com/industrial-dispenser-dos_40)

*Is Gluten-Free Bread Really Bread?* (2019). Celiac.Com.

<https://www.celiac.com/articles.html/is-gluten-free-bread-really-bread-r4762/>

*ISO 11036:1994(fr), Analyse sensorielle—Méthodologie—Profil de la texture*. (s. d.).

Consulté 13 février 2021, à l'adresse <https://www.iso.org/obp/ui#iso:std:iso:11036:ed-1:v1:fr>

Jha, P. K., Chevallier, S., Cheio, J., Rawson, A., & Le-Bail, A. (2017). Impact of resting time between mixing and shaping on the dough porosity and final cell distribution in sandwich bread. *Journal of Food Engineering*, 194, 15-23.

<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2016.07.016>

Jnawali, P., Kumar, V., & Tanwar, B. (2016). *CELIAC DISEASE Overview and considerations for development of gluten free foods*.

Jukić, M., Komlenic, D., & Mastanjevic, K. (2019). Influence of damaged starch on the quality parameters of wheat dough and bread. *Ukrainian Food Journal*, 8(3), 512-521.

Kumar, J. P., Ramanathan, M., & Ranganathan, T. V. (2014). Ohmic Heating Technology in Food Processing—A Review. *International Journal of Engineering Research & Technology*, 3(2). <https://www.ijert.org/research/ohmic-heating-technology-in-food-processing-a-review-IJERTV3IS20660.pdf>, <https://www.ijert.org/ohmic-heating-technology-in-food-processing-a-review>

*La Belgique, un Etat fédéral | Belgium.be.* (s. d.). Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse [https://www.belgium.be/fr/la\\_belgique/pouvoirs\\_publics/la\\_belgique\\_federale](https://www.belgium.be/fr/la_belgique/pouvoirs_publics/la_belgique_federale)

*La sixième réforme de l'Etat | Belgium.be.* (s. d.). Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse [https://www.belgium.be/fr/la\\_belgique/connaitre\\_le\\_pays/histoire/la\\_belgique\\_a\\_partir\\_de\\_1830/constitution\\_de\\_l\\_etat\\_federal/sixieme\\_reforme\\_etat#transfert\\_competences](https://www.belgium.be/fr/la_belgique/connaitre_le_pays/histoire/la_belgique_a_partir_de_1830/constitution_de_l_etat_federal/sixieme_reforme_etat#transfert_competences)

*Label européen de l'agriculture biologique.* (2015, mars 10). écoconso. <https://www.ecoconso.be/fr/content/label-europeen-de-lagriculture-biologique>

Lamireau, T., & Clouzeau, H. (2013). Épidemiologie de la maladie cœliaque. *Pathologie Biologie*, 61(2), e1-e4. <https://doi.org/10.1016/j.patbio.2011.03.005>

Lau, E., Zhou, W., & Henry, C. J. (2016). Effect of fat type in baked bread on amylose-lipid complex formation and glycaemic response. *The British Journal of Nutrition*, 115(12), 2122-2129. <https://doi.org/10.1017/S0007114516001458>

*Le «sans gluten», une vague déraisonnable.* (2016, février 17). Le Soir Plus. <https://www.lesoir.be/26338/article/2016-02-17/le-sans-gluten-une-vague-deraisonnable>

Le-bail, A., Dessev, T., Jury, V., Zuniga, R., Park, T., & Pitroff, M. (2010). Energy demand for selected bread making processes : Conventional versus part baked frozen technologies. *Journal of Food Engineering*, 96(4), 510-519. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.08.039>

Levine, H., & Slade, L. (1992). *Glass transitions in foods* (p. 83-221).

- Li, W., Lin, R., & Corke, H. (1997). Physicochemical Properties of Common and Tartary Buckwheat Starch. *Cereal Chemistry*, 74.  
<https://doi.org/10.1094/CCHEM.1997.74.1.79>
- Liu, X., Mu, T., Sun, H., Zhang, M., & Chen, J. (2016). Influence of potato flour on dough rheological properties and quality of steamed bread. *Journal of Integrative Agriculture*, 15(11), 2666-2676. [https://doi.org/10.1016/S2095-3119\(16\)61388-6](https://doi.org/10.1016/S2095-3119(16)61388-6)
- Lucintel. (2017). *PESTLE Analysis of Belgium 2017-2022*. <https://www.lucintel.com/pestle-analysis-belgium-2017.aspx>
- Maladie cœliaque de l'adulte. (s. d.). *GASTRO Liège*. Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse <http://www.gastroliege.be/infos-patients/fiche-par-pathologie/intestin-grele/maladie-coeliaque-ladulte/>
- Manzano, D., Tiersch, M., Asadian, A., & Briegel, H. J. (2012). Quantum transport efficiency and Fourier's law. *Physical Review. E, Statistical, Nonlinear, and Soft Matter Physics*, 86(6 Pt 1), 061118.
- Masakuni, T., Tamaki, Y., Teruya, T., & Takeda, Y. (2014). The Principles of Starch Gelatinization and Retrogradation. *Food and Nutrition Sciences*, 05, 280-291. <https://doi.org/10.4236/fns.2014.53035>
- Masure, H. G., Wouters, A. G. B., Fierens, E., & Delcour, J. A. (2019). Electrical resistance oven baking as a tool to study crumb structure formation in gluten-free bread. *Food Research International (Ottawa, Ont.)*, 116, 925-931. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.09.029>
- Matos, M. E., & Rosell, C. M. (2013). Quality Indicators of Rice-Based Gluten-Free Bread-Like Products : Relationships Between Dough Rheology and Quality Characteristics. *Food and Bioprocess Technology*, 6(9), 2331-2341. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0903-9>
- McAllister, B. P., Williams, E., & Clarke, K. (2019). A Comprehensive Review of Celiac Disease/Gluten-Sensitive Enteropathies. *Clinical Reviews in Allergy & Immunology*, 57(2), 226-243. <https://doi.org/10.1007/s12016-018-8691-2>

- McCann, T. H., & Day, L. (2013). Effect of sodium chloride on gluten network formation, dough microstructure and rheology in relation to breadmaking. *Journal of Cereal Science*, 57(3), 444-452. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2013.01.011>
- Meerts, M., Cardinaels, R., Oosterlinck, F., Courtin, C., & Moldenaers, P. (2017). The Impact of Water Content and Mixing Time on the Linear and Non-Linear Rheology of Wheat Flour Dough. *Food Biophysics*. <https://doi.org/10.1007/s11483-017-9472-9>
- Meresse, B., Ripoche, J., Heyman, M., & Cerf-Bensussan, N. (2009). Celiac disease : From oral tolerance to intestinal inflammation, autoimmunity and lymphomagenesis. *Mucosal Immunology*, 2(1), 8-23. <https://doi.org/10.1038/mi.2008.75>
- Metals and Alloys—Densities*. (s. d.). Consulté 6 juin 2021, à l'adresse [https://www.engineeringtoolbox.com/metal-alloys-densities-d\\_50.html](https://www.engineeringtoolbox.com/metal-alloys-densities-d_50.html)
- MIWE GVA. (s. d.). *MIWE GVA e+ / Installation de fermentation entièrement automatique*. Consulté 14 juin 2021, à l'adresse <https://www.miwe.de/fr-fr/produkte/produktion/baeckereikaelte/technik/prozesskaelte/miwe-gva-eplus.php>
- Mohsen, Z., Nazila, D., Sajad, P., & Hadi, A. (2015). *SHORT COMMUNICATION : MIGRATION OF OHMIC HEATING ELECTRODE COMPONENTS INTO A FOOD*. 11(3), 273-278.
- Mondal, A., & Datta, A. K. (2008). Bread baking – A review. *Journal of Food Engineering*, 86(4), 465-474.
- Monthe, O. C., Grosmaire, L., Nguimbou, R. M., Dahdouh, L., Ricci, J., Tran, T., & Ndjouenkeu, R. (2019). Rheological and textural properties of gluten-free doughs and breads based on fermented cassava, sweet potato and sorghum mixed flours. *LWT*, 101, 575-582. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.11.051>
- Moore, M. M., Heinbockel, M., Dockery, P., Ulmer, H. M., & Arendt, E. K. (2006). Network Formation in Gluten-Free Bread with Application of Transglutaminase. *Cereal Chemistry*, 83(1), 28-36. <https://doi.org/10.1094/CC-83-0028>

- Nawaz, H., Waheed, R., Nawaz, M., & Shahwar, D. (2020). Physical and Chemical Modifications in Starch Structure and Reactivity. *Chemical Properties of Starch*.  
<https://doi.org/10.5772/intechopen.88870>
- Nemar, F., Bouras, A. D., Koiche, M., Assal, N.-E., Mezaini, A., & Prodhomme, J. (2015). BREAD QUALITY SUBSTITUTED BY POTATO STARCH INSTEAD OF WHEAT FLOUR. *Italian Journal of Food Science*, 27(3), 345-350.  
<https://doi.org/10.14674/1120-1770/ijfs.v277>
- Nitin, N. (2009). *Transport phenomenon in jet impingement baking*.
- Nivelle, M., Beghin, A., Bosmans, G., & Delcour, J. (2018). Molecular dynamics of starch and water during bread making monitored with temperature-controlled time domain 1H NMR. *Food Research International*, 119.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.10.045>
- Normand, J. (2007). *Les résidus toxiques générés lors de la cuisson de la viande bovine* (17 07 32 2004). Service Qualité des Viandes.
- No-time dough process / baking*. (s. d.). Encyclopedia Britannica. Consulté 13 mai 2021, à l'adresse <https://www.britannica.com/topic/no-time-dough-process>
- Oikonomou, N. A., Bakalis, S., Rahman, M. S., & Krokida, M. K. (2015). Gluten Index for Wheat Products : Main Variables in Affecting the Value and Nonlinear Regression Model. *International Journal of Food Properties*, 18(1), 1-11.  
<https://doi.org/10.1080/10942912.2013.772198>
- Olkku, J., & Rha, C. (1978). Gelatinisation of starch and wheat flour starch—A review. *Food Chemistry*, 3(4), 293-317. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(78\)90037-7](https://doi.org/10.1016/0308-8146(78)90037-7)
- Ooms, N., & Delcour, J. A. (2019). How to impact gluten protein network formation during wheat flour dough making. *Current Opinion in Food Science*, 25, 88-97.  
<https://doi.org/10.1016/j.cofs.2019.04.001>
- Packaging Solutions for Baked Goods*. (s. d.). Consulté 21 avril 2021, à l'adresse <https://www.ift.org/news-and-publications/food-technology-magazine/issues/2019/january/columns/packaging-solutions-for-baked-goods>

*Pain sans gluten à la boulangerie artisanale.* (2019, juillet 1).

<https://www.bakkerspanel.eu/fr/nouvelles/pain-sans-gluten-a-la-boulangerie-artisanale>

Panyoo, A. E., & Emmambux, M. N. (2017). Amylose–lipid complex production and potential health benefits : A mini-review. *Starch - Stärke*, 69(7-8), 1600203.

<https://doi.org/10.1002/star.201600203>

Parapouli, M., Vasileiadis, A., Afendra, A.-S., & Hatziloukas, E. (2020). *Saccharomyces cerevisiae and its industrial applications.* *AIMS Microbiology*, 6(1), 1-31.

Pasqualone, A. (2018). *Traditional flat breads spread from the Fertile Crescent : Production process and history of baking systems.* 5.

Pataro, G., Barca, G. M. J., Pereira, R. N., Vicente, A. A., Teixeira, J. A., & Ferrari, G. (2014). Quantification of metal release from stainless steel electrodes during conventional and pulsed ohmic heating. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 21, 66-73.

Patel, D., Kalkat, P., Baisch, D., & Zipser, R. (2005). Celiac Disease in the Elderly. *Gerontology*, 51(3), 213-214. <https://doi.org/10.1159/000083996>

Pateras, I. M. C. (1999). Bread spoilage and staling. In S. P. Cauvain & L. S. Young (Éds.), *Technology of Breadmaking* (p. 240-261). Springer US. [https://doi.org/10.1007/978-1-4757-6687-5\\_10](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-6687-5_10)

Paton, J., Khatir, Z., Thompson, H., Kapur, N., & Toropov, V. (2013). Thermal energy management in the bread baking industry using a system modelling approach. *Applied Thermal Engineering*, 2(53), 340-347.

<https://doi.org/10.1016/j.aplthermaleng.2012.03.036>

Pini, A. (2020). *Principes de base, sélection et utilisation des transformateurs d'isolation.* <https://www.digikey.be/fr/articles/the-basics-of-isolation-transformers-and-how-to-select-and-use-them>

Pokhrel, S. (2015). A review on introduction and applications of starch and its biodegradable polymers. *International Journal of Environment*, 4, 114.

<https://doi.org/10.3126/ije.v4i4.14108>

*Pôles et Clusters wallons : Les pôles de compétitivité*. (s. d.). Pôles et Clusters wallons.

Consulté 2 novembre 2020, à l'adresse <http://clusters.wallonie.be/federateur-fr/les-poles-de-competitivite-wallons.html?IDC=35&IDD=335>

*Polyacétal copolymère POMc—Licharz*. (s. d.). Consulté 9 novembre 2020, à l'adresse

<http://www.licharz.fr/demi-produits/plastiques-techniques-extrudes/polycetal-copolymere-pomc.html>

*Polycarbonate (PC)—Base de données Plastiques, risque et analyse thermique—INRS*.

(s. d.). Consulté 9 novembre 2020, à l'adresse

[http://www.inrs.fr/publications/bdd/plastiques/polymere.html?refINRS=PLASTIQUES\\_polymere\\_11](http://www.inrs.fr/publications/bdd/plastiques/polymere.html?refINRS=PLASTIQUES_polymere_11)

Pomeranz, Y. (1988). *Wheat : Chemistry and technology*. Vol. 1 Vol. 1. American Association of Cereal Chemists.

*Produits sans gluten Belgique | Europages*. (s. d.). Consulté 3 novembre 2020, à l'adresse

<https://www.europages.fr/entreprises/Belgique/produits%20sans%20gluten.html>

Purlis, E. (2010). Browning development in bakery products – A review. *Journal of Food Engineering*, 99(3), 239-249. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.03.008>

*Pyramide des âges -Belgique -*. (s. d.). Consulté 6 décembre 2020, à l'adresse

<https://perspective.usherbrooke.ca/bilan/servlet/BMPPagePyramide?codePays=BEL>

Quel surcoût de manger sans gluten ? (2019, septembre 2). *Ma Vie Sans Gluten*.

<https://www.maviesansgluten.bio/quel-surcout-de-manger-sans-gluten/>

Qu'est-ce que le « cracking » ? (2019, avril 1). Observatoire européen de la Transition.

<https://www.transition-europe.eu/fr/news/quest-ce-que-le-cracking>

Rathnayake, H. A., Navaratne, S. B., & Navaratne, C. M. (2018). Porous Crumb Structure of Leavened Baked Products. *International Journal of Food Science*, 2018.

<https://doi.org/10.1155/2018/8187318>

Règlement (CE) n° 834/2007 du Conseil du 28 juin 2007 relatif à la production biologique et à l'étiquetage des produits biologiques et abrogeant le règlement (CEE) n° 2092/91, Pub. L. No. 32007R0834, 189 OJ L (2007).

<http://data.europa.eu/eli/reg/2007/834/oj/fra>

*Règlement général sur les installations électriques (RGIE)—Livres 1, 2 et 3 | SPF Economie.*  
(s. d.). Consulté 15 janvier 2021, à l'adresse

<https://economie.fgov.be/fr/publications/reglement-general-sur-les>

Rewers, M. (2005). Epidemiology of celiac disease : What are the prevalence, incidence, and progression of celiac disease? *Gastroenterology*, 128(4 Suppl 1), S47-51.  
<https://doi.org/10.1053/j.gastro.2005.02.030>

Roujon, P., Guidicelli, G., Moreau, J., & Taupin, J. (2013). *Immunogénétique de la maladie cœliaque*. <https://doi.org/10.1016/J.PATBIO.2011.03.006>

Roussel, P., & Chiron, H. (2002). *Les pains français : Évolution, qualité, production*. Maé-Erti.  
Sabanis, D., & Tzia, C. (2011). Selected Structural Characteristics of HPMC-Containing  
Gluten Free Bread : A Response Surface Methodology Study for Optimizing Quality.  
*International Journal of Food Properties*, 14, 417-431.

<https://doi.org/10.1080/10942910903221604>

Saddozai, A. A. (National A. R. C., & Khalil, S. (National A. R. C. (2009). Microbiological  
status of bakery products available in Islamabad. *Pakistan Journal of Agricultural  
Research (Pakistan)*. <https://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=PK2010000035>

Safa, M., Samarasinghe, S., & Mohssen, M. (2011). A field study of energy consumption in  
wheat production in Canterbury, New Zealand. *Energy Conversion and Management*,  
52(7), 2526-2532. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2011.01.004>

Salehi, F. (2019). Improvement of gluten-free bread and cake properties using natural  
hydrocolloids : A review. *Food Science & Nutrition*, 7(11), 3391-3402.  
<https://doi.org/10.1002/fsn3.1245>

Salim-ur-Rehman, Paterson, A., & Piggott, J. R. (2006). Flavour in sourdough breads : A review. *Trends in Food Science & Technology*, 17(10), 557-566.

<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2006.03.006>

Arrêté royal relatif aux pains et autres produits de la boulangerie., (1985).

[http://www.ejustice.just.fgov.be/cgi\\_loi/change\\_lg\\_2.pl?language=fr&nm=1985013286&la=F](http://www.ejustice.just.fgov.be/cgi_loi/change_lg_2.pl?language=fr&nm=1985013286&la=F)

Sapone, A., Bai, J., Ciacci, C., Dolinsek, J., Green, P., Hadjivassiliou, M., Kaukinen, K., Rostami, K., Sanders, D., Schumann, M., Ullrich, R., Villalta, D., Volta, U., Catassi, C., & Fasano, A. (2012). Spectrum of gluten-related disorders : Consensus on new nomenclature and classification. *BMC medicine*, 10, 13. <https://doi.org/10.1186/1741-7015-10-13>

Schirmer, M., Jekle, M., & Becker, T. (2011). Quantification in starch microstructure as a function of baking time. *Procedia Food Science*, 1, 145-152.

<https://doi.org/10.1016/j.profoo.2011.09.023>

Schmitz, J. (2013). Le régime sans gluten chez l'enfant. *Pathologie Biologie*, 61(3), 129-133. <https://doi.org/10.1016/j.patbio.2011.04.001>

Sciarini, L. s, Ribotta, P., León, A., & Pérez, G. (2010). Influence of Gluten-free Flours and their Mixtures on Batter Properties and Bread Quality. *Food and Bioprocess Technology*, 3, 577-585. <https://doi.org/10.1007/s11947-008-0098-2>

Shah, P., Campbell, G. M., McKee, S. L., & Rielly, C. D. (1998). Proving of Bread Dough : Modelling the Growth of Individual Bubbles. *Food and Bioproducts Processing*, 76(2), 73-79. <https://doi.org/10.1205/096030898531828>

Shewry, P. (2019). What Is Gluten—Why Is It Special? *Frontiers in Nutrition*, 6. <https://doi.org/10.3389/fnut.2019.00101>

Shewry, P. R. (1996). Cereal grain proteins. In R. J. Henry & P. S. Kettlewell (Éds.), *Cereal Grain Quality* (p. 227-250). Springer Netherlands.

Simon, C. (2017, juillet). *METHOCEL™ cellulose based gums for food applications*.

- Singh, N., Singh, J., Kaur, L., Sodhi, N., & Gill, B. (2003). Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. *Food Chemistry*, 81, 219-231. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00416-8](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00416-8)
- Soleimani Pour-Damanab, A., Jafary, A., & Rafiee, Sh. (2014). Kinetics of the crust thickness development of bread during baking. *Journal of Food Science and Technology*, 51(11), 3439-3445. <https://doi.org/10.1007/s13197-012-0872-z>
- Sollid, L. M., & Lundin, K. E. A. (2014). Chapter 59—Celiac Disease. In N. R. Rose & I. R. Mackay (Éds.), *The Autoimmune Diseases (Fifth Edition)* (p. 855-871). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-384929-8.00059-9>
- Sous l'œil expert du Cipf, le sorgho, un nouveau venu dans nos campagnes!* (2019, septembre 5). SillonBelge.be. <http://www.sillonbelge.be/4783/article/2019-09-05/sous-loeil-expert-du-cipf-le-sorgho-un-nouveau-venu-dans-nos-campagnes>
- Specific Heat of some Metals.* (s. d.). Consulté 6 juin 2021, à l'adresse [https://www.engineeringtoolbox.com/specific-heat-metals-d\\_152.html](https://www.engineeringtoolbox.com/specific-heat-metals-d_152.html)
- Spiral mixer Star | LP Group.* (s. d.). Consulté 14 juin 2021, à l'adresse <https://www.lpgroup.it/en/products/spiral-mixer-star>
- Stainless Steel in the Food and Beverage Industry—Safe Food Factory.* (s. d.). Consulté 17 mai 2021, à l'adresse <https://www.safefoodfactory.com/en/editorials/55-stainless-steel-food-and-beverage-industry/>
- Stanisław, G. (2003). WHEAT | Grain Structure of Wheat and Wheat-based Products. In *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition* (p. 6137-6146). <https://doi.org/10.1016/B0-12-227055-X/01286-4>
- Statbel. (2019). <https://statbel.fgov.be/fr>
- Stat-Ease » v11 » General Sequence of Analysis » Model Selection » Scheffé Mix Models.* (s. d.). Consulté 31 mars 2021, à l'adresse <https://www.statease.com/docs/v11/contents/mixture-designs/scheffe-mix-models/>
- Statista. (2020). *Bread—Worldwide | Statista Market Forecast.* Statista. <https://www.statista.com/outlook/40050100/100/bread/worldwide>

Stevens, L., & Rashid, M. (2008). Gluten-free and regular foods : A cost comparison.

*Canadian Journal of Dietetic Practice and Research: A Publication of Dietitians of Canada = Revue Canadienne De La Pratique Et De La Recherche En Dietétique: Une Publication Des Dietétistes Du Canada*, 69(3), 147-150.

<https://doi.org/10.3148/69.3.2008.147>

Swarnnika. (2020, mai 17). Ohmic Heating—Food Science Technology Novel Food Processing. *Food Science Technology*.

*T1 et T2 et phase de relaxation du phénomène de résonance magnétique nucléaire en IRM.* (s. d.). IMAIOS. Consulté 20 février 2021, à l'adresse <https://www.imaios.com/fr/e-Cours/e-MRI/RMN/relaxation-rmn>

Tang, J., & Resurreccion, F. P. (2009). 1—Electromagnetic basis of microwave heating. In M. W. Lorence & P. S. Pesheck (Éds.), *Development of Packaging and Products for Use in Microwave Ovens* (p. 3-38e). Woodhead Publishing.

<https://doi.org/10.1533/9781845696573.1.3>

Tanner, G. (2014). Gluten, Celiac Disease, and Gluten Intolerance and the Impact of Gluten Minimization Treatments with Prolylendopeptidase on the Measurement of Gluten in Beer. *Journal of the American Society of Brewing Chemists*, 72, 36-50.

<https://doi.org/10.1094/ASBCJ-2014-0129-01>

Taylor, J. R. N., Schober, T. J., & Bean, S. R. (2006). Novel food and non-food uses for sorghum and millets. *Journal of Cereal Science*, 44(3), 252-271.

<https://doi.org/10.1016/j.jcs.2006.06.009>

*Technologie du disjoncteur magnéto-thermique—Dm 3.* (s. d.). Consulté 8 novembre 2020, à l'adresse [https://www.youtube.com/watch?v=jKuirPaxg6Y&ab\\_channel=IsmailSADKY](https://www.youtube.com/watch?v=jKuirPaxg6Y&ab_channel=IsmailSADKY)

Teo, C. H., & Seow, C. C. (1992). A Pulsed NMR Method for the Study of Starch Retrogradation. *Starch - Stärke*, 44(8), 288-292.

<https://doi.org/10.1002/star.19920440804>

- Therdthai, N., Tanvarakom, T., Ritthiruangdej, P., & Zhou, W. (2016). Effect of Microwave Assisted Baking on Quality of Rice Flour Bread. *Journal of Food Quality*, 39(4), 245-254. <https://doi.org/10.1111/jfq.12207>
- Tomlinson, K., & Denyer, K. (2003). Starch synthesis in cereal grains. In *Advances in Botanical Research* (Vol. 40, p. 1-61). Academic Press.  
[https://doi.org/10.1016/S0065-2296\(05\)40001-4](https://doi.org/10.1016/S0065-2296(05)40001-4)
- Tournas, V. H. (2005). Moulds and yeasts in fresh and minimally processed vegetables, and sprouts. *International Journal of Food Microbiology*, 99(1), 71-77.
- Trappey, E., Khouryieh, H., Aramouni, F., & Herald, T. (2014). Effect of sorghum flour composition and particle size on quality properties of gluten-free bread. *Food science and technology international = Ciencia y tecnologia de los alimentos internacional*, 21. <https://doi.org/10.1177/1082013214523632>
- Trinh, T. (2012, septembre 23). *On the texture profile analysis test*.
- Upasen, S., & Wattanachai, P. (2018). Packaging to prolong shelf life of preservative-free white bread. *Helijon*, 4(9). <https://doi.org/10.1016/j.helijon.2018.e00802>
- Uphoff, N., & Dazzo, F. (2016). Making Rice Production More Environmentally-Friendly. *Environments*, 3, 12. <https://doi.org/10.3390/environments3020012>
- Valavanidis, A. (2018). *Bread, Oldest Man-made Staple Food in Human Diet. Bread intake is integral to good health and whole grain cereals beneficial against chronic diseases*. 1, 1-40.
- Vallons, K., Ryan, L., Koehler, P., & Arendt, E. (2010). High pressure–treated sorghum flour as a functional ingredient in the production of sorghum bread. *European Food Research and Technology*, 231, 711-717. <https://doi.org/10.1007/s00217-010-1316-5>
- Valorisations des coproduits : Un levier pour toutes les filières | Foodinnov Group. (2016, juillet 12). <https://foodinnov.fr/valorisation-coproduits-alimentaire/>
- Vanclooster, M., & Javaux, M. (2017). *Etudes de phénomènes de transfert*.
- van Rayne, K. K., Adebo, O. A., & Ngobese, N. Z. (2020). Nutritional and Physicochemical Characterization of *Strychnos madagascariensis* Poir (Black Monkey Orange) Seeds

as a Potential Food Source. *Foods (Basel, Switzerland)*, 9(8).

<https://doi.org/10.3390/foods9081060>

Vapeur. (s. d.). Consulté 2 juin 2021, à l'adresse <http://pravarini.free.fr/vapeur.htm>

Vas, A. (2019). *Cours de Stratégie d'Entreprise*.

Verkarre, V., & Brousse, N. (2013). Le diagnostic histologique de la maladie cœliaque.

*Pathologie Biologie*, 61(2), e13-e19. <https://doi.org/10.1016/j.patbio.2011.03.003>

Volta, U., Caio, G., Tovoli, F., & De Giorgio, R. (2013). Non-celiac gluten sensitivity :

Questions still to be answered despite increasing awareness. *Cellular & Molecular Immunology*, 10(5), 383-392. <https://doi.org/10.1038/cmi.2013.28>

Wang, K., Lu, F., Li, Z., Zhao, L., Han, C., Wang, K., Lu, F., Li, Z., Zhao, L., & Han, C.

(2017). Recent developments in gluten-free bread baking approaches : A review.

*Food Science and Technology*, 37, 1-9. <https://doi.org/10.1590/1678-457x.01417>

Wang, S., Li, C., Copeland, L., Niu, Q., & Wang, S. (2015). Starch Retrogradation : A

Comprehensive Review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 14(5), 568-585. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12143>

Wang, S., Li, C., Zhang, X., Copeland, L., & Wang, S. (2016). Retrogradation enthalpy does not always reflect the retrogradation behavior of gelatinized starch. *Scientific Reports*, 6. <https://doi.org/10.1038/srep20965>

Wronkowska, M., Haros, M., & Soral-Śmietana, M. (2013). Effect of Starch Substitution by Buckwheat Flour on Gluten-Free Bread Quality. *Food and Bioprocess Technology*, 6(7), 1820-1827.

Yano, H. (2017). *Annual Report*.

Yano, H. (2019a). Recent practical researches in the development of gluten-free breads.

*NPJ Science of Food*, 3.

Yano, H. (2019b). Recent practical researches in the development of gluten-free breads.

*NPJ Science of Food*, 3.

Young, H. D., & Freedman, R. A. (2015). *University Physics with Modern Physics, Global Edition*. Pearson Education Limited.

Zhang, A., Sun, Z., Leung, C., Han, W., Lau, R., Li, M., & Lin, C. (2013). Valorisation of bakery waste for succinic acid production. *Green Chem.*, 15.

<https://doi.org/10.1039/C2GC36518A>

Zhang, Y., Hu, M., Liu, Q., Sun, L., Chen, X., Lv, L., Liu, Y., Jia, X., & Li, H. (2018). Deletion of high-molecular-weight glutenin subunits in wheat significantly reduced dough strength and bread-baking quality. *BMC Plant Biology*, 18(1), 319.

Zheng, H. H. (1998). *Rheological properties of wheat flour dough : A dissertation presented in partial fulfilment of the requirements for the Master in Food Technology of Massey University: Vol. Master of Food Technology (M. Tech.)* [Masters]. Massey University.

Ziobro, R., Juszczak, L., Witczak, M., & Korus, J. (2016). Non-gluten proteins as structure forming agents in gluten free bread. *Journal of Food Science and Technology*, 53(1), 571-580. <https://doi.org/10.1007/s13197-015-2043-5>

## ANNEXES

---

### Annexe 1 : Détails des valeurs nutritionnelles des formulations proposées

---

#### Formulation 1 :

	QTE	Energie [Kj ]	Energie [Kcal]	Graisses [g]	Graisses saturées [g]	Glucides [g]	Dont de sucre [g]	Fibre alimentaire [g]	Protéines [g]	Sel [g]
Farine de riz	500	7500,0	1785,0	12,5	2,3	369,5	0,0	16,5	40,0	0,0
farine de sorgho	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Farine de sarrasin	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Amidon de PDT	500	7400,0	1740,0	1,0	0,2	434,5	0,0	2,8	0,0	0,0
levure fraîche	50	700,0	167,0	2,3	0,4	10,9	1,3	11,3	20,2	0,0
sel	20	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	20,0
sucré	50	835,7	199,6	0,0	0,0	49,9	49,9	0,0	0,0	0,0
Huile végétale	60	2220	540	59,94	8,1	0	0,0	0	0	0,0
Lait écrémé en poudre	100	1530	361	0,7	0,34	54	0,0	0,0	34,6	0,0
blanc d'œuf en poudre	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
E464	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Xanthane Gum	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Eau avec 25% d'évaporation	592,5	0	0	0	0	0	0,0	0,0	0	0,0
<b>Total</b>	<b>1872,5</b>	<b>20185,7</b>	<b>4792,6</b>	<b>76,4</b>	<b>11,3</b>	<b>918,8</b>	<b>51,2</b>	<b>30,5</b>	<b>94,8</b>	<b>20,0</b>
<b>/100g</b>	<b>100</b>	<b>1078,0</b>	<b>255,9</b>	<b>4,1</b>	<b>0,6</b>	<b>49,1</b>	<b>2,7</b>	<b>1,6</b>	<b>5,1</b>	<b>1,1</b>

#### Formulation 2 :

	QTE	Energie [Kj ]	Energie [Kcal]	Graisses [g]	Graisses saturées [g]	Glucides [g]	Dont de sucre [g]	Fibre alimentaire [g]	Protéines [g]	Sel [g]
Farine de riz	500	7500,0	1785,0	12,5	2,3	369,5	0,0	16,5	40,0	0,0
farine de sorgho	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Farine de sarrasin	500	7350,0	1740,0	11,0	1,7	342,0	0,0	21,0	57,5	0,0
Amidon de PDT	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
levure fraîche	30	420,0	100,2	1,4	0,2	6,5	0,8	6,8	12,1	0,0
sel	20	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	20,0
sucré	30	501,4	119,8	0,0	0,0	29,9	29,9	0,0	0,0	0,0
Huile végétale	60	2220	540	59,94	8,1	0	0,0	0	0	0,0
Lait écrémé en poudre	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	0	0,0
blanc d'œuf en poudre	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
E464	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Xanthane Gum	5	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Eau avec 25% d'évaporation	652,5	0	0	0	0	0	0,0	0,0	0	0,0
<b>Total</b>	<b>1797,5</b>	<b>17991,4</b>	<b>4285,0</b>	<b>84,7</b>	<b>12,3</b>	<b>748,0</b>	<b>30,7</b>	<b>44,3</b>	<b>109,6</b>	<b>20,0</b>
<b>/100g</b>	<b>100</b>	<b>1000,9</b>	<b>238,4</b>	<b>4,7</b>	<b>0,7</b>	<b>41,6</b>	<b>1,7</b>	<b>2,5</b>	<b>6,1</b>	<b>1,1</b>

### Formulation 3 :

	QTE	Energie [Kj ]	Energie [Kcal]	Graisses [g]	Graisses saturées [g]	Glucides [g]	Dont de sucre [g]	Fibre alimentaire [g]	Protéines [g]	Sel [g]
Farine de riz	400	6000,0	1428,0	10,0	1,8	295,6	0,0	13,2	32,0	0,0
farine de sorgho	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Farine de sarrasin	300	4410,0	1044,0	6,6	1,0	205,2	0,0	12,6	34,5	0,0
Amidon de PDT	300	4440,0	1044,0	0,6	0,1	260,7	0,0	1,7	0,0	0,0
levure fraîche	50	700,0	167,0	2,3	0,4	10,9	1,3	11,3	20,2	0,0
sel	20	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	20,0
sucré	50	835,7	199,6	0,0	0,0	49,9	49,9	0,0	0,0	0,0
Huile végétale	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0	0,0
Lait écrémé en poudre	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	0	0,0
blanc d'oeuf en poudre	20	302,0	71,2	0,0	0,0	1,5	1,1	0,0	16,2	0,0
E464	22	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Xanthane Gum	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Eau avec 25% d'évaporation	592,5	0	0	0	0	0	0,0	0,0	0	0,0
<b>Total</b>	<b>1754,5</b>	<b>16687,7</b>	<b>3953,8</b>	<b>19,4</b>	<b>3,3</b>	<b>823,8</b>	<b>52,2</b>	<b>38,7</b>	<b>102,9</b>	<b>20,0</b>
<b>/100g</b>	<b>100</b>	<b>951,1</b>	<b>225,4</b>	<b>1,1</b>	<b>0,2</b>	<b>47,0</b>	<b>3,0</b>	<b>2,2</b>	<b>5,9</b>	<b>1,1</b>

### Formulation 4 :

	QTE	Energie [Kj ]	Energie [Kcal]	Graisses [g]	Graisses saturées [g]	Glucides [g]	Dont de sucre [g]	Fibre alimentaire [g]	Protéines [g]	Sel [g]
Farine de riz	200	3000,0	714,0	5,0	0,9	147,8	0,0	6,6	16,0	0,0
farine de sorgho	100	1470,0	349,0	3,5	0,6	65,4	0,0	6,7	10,6	0,0
Farine de sarrasin	400	5880,0	1392,0	8,8	1,3	273,6	0,0	16,8	46,0	0,0
Amidon de PDT	300	4440,0	1044,0	0,6	0,1	260,7	0,0	1,7	0,0	0,0
levure fraîche	50	700,0	167,0	2,3	0,4	10,9	1,3	11,3	20,2	0,0
sel	20	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	20,0
sucré	50	835,7	199,6	0,0	0,0	49,9	49,9	0,0	0,0	0,0
Huile végétale	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0	0,0
Lait écrémé en poudre	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	0	0,0
blanc d'oeuf en poudre	20	302,0	71,2	0,0	0,0	1,5	1,1	0,0	16,2	0,0
E464	22	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Xanthane Gum	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0
Eau avec 25% d'évaporation	750	0	0	0	0	0	0,0	0,0	0	0,0
<b>Total</b>	<b>1912,0</b>	<b>16627,7</b>	<b>3936,8</b>	<b>20,1</b>	<b>3,3</b>	<b>809,8</b>	<b>52,2</b>	<b>43,0</b>	<b>109,0</b>	<b>20,0</b>
<b>/100g</b>	<b>100</b>	<b>869,6</b>	<b>205,9</b>	<b>1,0</b>	<b>0,2</b>	<b>42,4</b>	<b>2,7</b>	<b>2,2</b>	<b>5,7</b>	<b>1,0</b>

### Formulation optimisée point 7.1.3 :

	QTE	Energie [Kj ]	Energie [Kcal]	Graisses [g]	Graisses saturées [g]	Glucides [g]	Dont de sucre [g]	Fibre alimentaire [g]	Protéines [g]	Sel [g]
Farine de riz	40	600,0	142,8	1,0	0,2	29,6	0,0	1,3	3,2	0,0
farine de sorgho	12	176,4	41,9	0,4	0,1	7,8	0,0	0,8	1,3	0,0
Farine de sarrasin	54	793,8	187,9	1,2	0,2	36,9	0,0	2,3	6,2	0,0
Amidon de PDT	94	1391,2	327,1	0,2	0,0	81,7	0,0	0,5	0,0	0,0
levure sèche	4,4	61,6	14,7	0,2	0,0	1,0	0,1	1,0	1,8	0,0
sel	4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	4,0
sucré	2,4	10,0	9,6	0,0	0,0	2,4	2,4	0,0	0,0	0,0
blanc d'oeuf en poudre	4	60,4	14,2	0,0	0,0	0,3	0,2	0,0	3,2	0,0
Eau avec 25% d'évaporation	150	0	0	0	0	0	0	0,0	0	0,0
<b>Total</b>	<b>364,8</b>	<b>3093,4</b>	<b>738,3</b>	<b>3,0</b>	<b>0,5</b>	<b>159,7</b>	<b>2,7</b>	<b>5,9</b>	<b>15,7</b>	<b>4,0</b>
<b>/100g</b>	<b>100</b>	<b>848,0</b>	<b>202,4</b>	<b>0,8</b>	<b>0,1</b>	<b>43,8</b>	<b>0,7</b>	<b>1,6</b>	<b>4,3</b>	<b>1,1</b>

## Annexe 2 : Organigramme de l'enquête

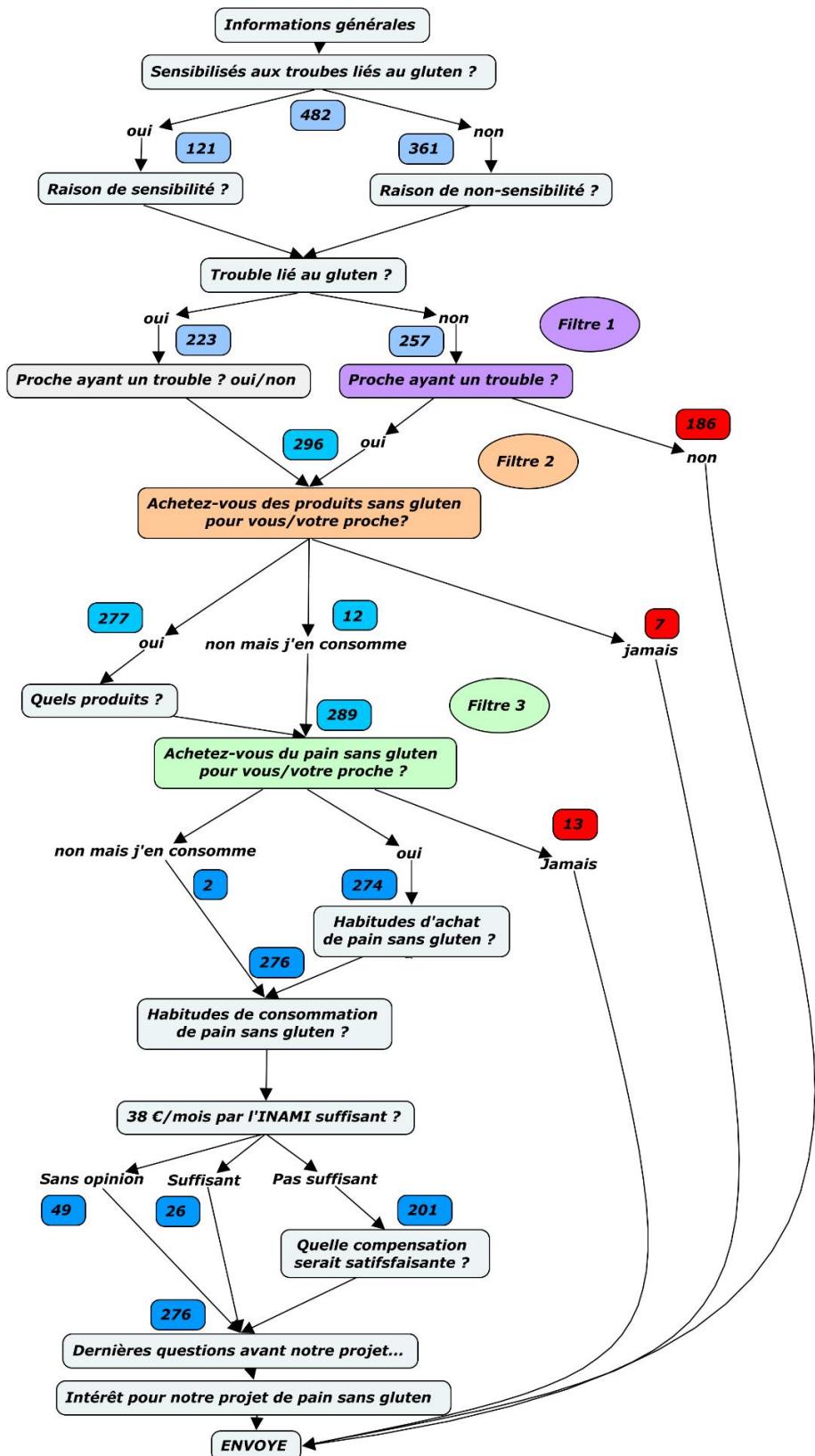


Figure 137. Organigramme de l'enquête : les nombres indiqués sont la répartition des différents interviewés.

## Annexe 3 : Plan d'expérience de la formulation

---

Tableau 58. Données du plan d'expérience: R, B, P et S désignent les teneurs en % w/w respectivement du riz, du sarrasin, de l'amidon de pomme de terre et le sorgho. Les données modélisées sont en bleu.

R	B	P	S	Vol. sp.	Mod V	Hardness	Elasticity	Cohesiveness	Chewiness	Mod Ch
20	16	48	16	3.2091	3.1226	574.8010	92.7323	59.1294	315.1748	304.5137
20	22.7	47.9	9.4	3.5648	3.7066	505.1955	88.3866	64.7800	289.2591	276.7736
20	28	48	4	4.0917	4.0203	380.3580	90.5095	67.4944	232.3564	255.1164
20	30.4	33.6	16	3.4812	3.5778	399.4453	87.3876	65.6216	229.0623	252.0840
20	40	30	10	3.5715	3.5545	450.4133	88.5864	66.3609	264.7831	260.8411
20	40	30	10	3.5401	3.5545	426.4233	90.4845	63.2332	243.9835	260.8411
20	40	30	10	3.6922	3.5545	503.8562	89.9434	63.1043	285.9794	260.8411
20	42.4	33.6	4	3.0421	3.0900	458.8835	87.8372	65.3440	263.3822	249.2498
20	52	12	16	3.2267	3.1334	605.3035	87.7622	63.5613	337.6553	382.9738
20	52	12	16	3.0439	3.1334	689.7998	88.9610	66.3986	407.4569	382.9738
20	64	12	4	3.0405	3.0968	649.8458	89.7935	68.3174	398.6453	449.9845
20	64	12	4	3.1375	3.0968	927.5720	89.2441	62.2189	515.0497	449.9845

## Annexe 4 : Notice d'instruction (d'après le point 1.7.4.2 de la directive 'machine')

---

- a) la raison sociale et l'adresse complète du fabricant et de son mandataire;
- b) la désignation de la machine, telle qu'indiquée sur la machine elle-même, à l'exception du numéro de série
- c) la déclaration CE de conformité ou un document présentant le contenu de la déclaration CE de conformité, indiquant les caractéristiques de la machine, sans inclure nécessairement le numéro de série et la signature
- d) une description générale de la machine
- e) les plans, schémas, descriptions et explications nécessaires pour l'utilisation, l'entretien et la réparation de la machine ainsi que pour la vérification de son bon fonctionnement
- f) une description du (des) poste(s) de travail susceptible(s) d'être occupé(s) par les opérateurs;
- g) une description de l'usage normal de la machine
- h) des avertissements concernant les contre-indications d'emploi de la machine qui, d'après l'expérience, peuvent exister
- i) les instructions de montage, d'installation et de raccordement, y compris les plans, les schémas, les moyens de fixation et la désignation du châssis ou de l'installation sur laquelle la machine doit être montée
- j) les instructions relatives à l'installation et au montage destinées à diminuer le bruit et les vibrations
- k) les instructions concernant la mise en service et l'utilisation de la machine et, le cas échéant, des instructions concernant la formation des opérateurs

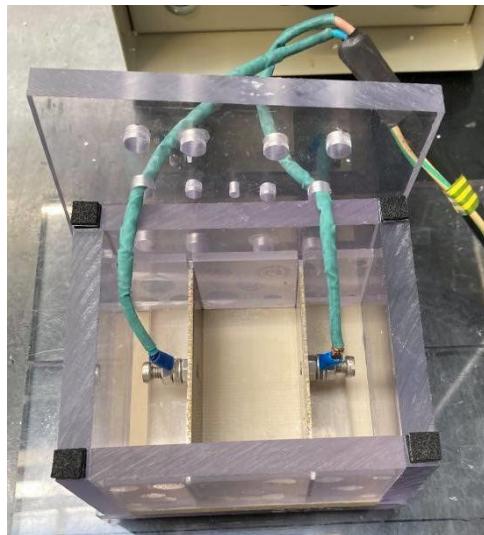
- l) les informations sur les risques résiduels qui subsistent malgré le fait que la sécurité a été intégrée à la conception de la machine et que des mesures de protection et des mesures de prévention complémentaires ont été prises
- m) les instructions concernant les mesures de protection à prendre par les utilisateurs, y compris, le cas échéant, l'équipement de protection individuelle à prévoir
- n) les caractéristiques essentielles des outils pouvant être montés sur la machine
- o) les conditions dans lesquelles les machines répondent à l'exigence de stabilité en cours d'utilisation, de transport, de montage ou de démontage, lorsqu'elles sont hors service, ou pendant les essais ou les pannes prévisibles
- p) les instructions permettant de faire en sorte que les opérations de transport, de manutention et de stockage soient effectuées en toute sécurité, en indiquant la masse de la machine et de ses différents éléments lorsqu'ils doivent régulièrement être transportés séparément
- q) le mode opératoire à respecter en cas d'accident ou de panne; si un blocage est susceptible de se produire, le mode opératoire à respecter pour permettre un déblocage en toute sécurité; L 157/48 Journal officiel de l'Union européenne FR 9.6.2006
- r) la description des opérations de réglage et d'entretien que devrait effectuer l'utilisateur, ainsi que les mesures de prévention qui doivent être respectées
- s) les instructions conçues afin que le réglage et l'entretien puissent être effectués en toute sécurité, y compris les mesures de protection qui doivent être prises durant ces opérations;
- t) les spécifications concernant les pièces de rechange à utiliser, lorsque cela a une incidence sur la santé et la sécurité des opérateurs
- u) les informations concernant l'émission de bruit aérien suivantes:
  - le niveau de pression acoustique d'émission pondéré A aux postes de travail, lorsqu'il dépasse 70 dB (A); si ce niveau est inférieur ou égal à 70 dB (A), il convient de le mentionner, — la valeur maximale de la pression acoustique d'émission instantanée pondérée C aux postes de travail, lorsqu'elle dépasse 63 Pa (130 dB par rapport à 20 µPa),
  - le niveau de puissance acoustique pondéré A émis par la machine lorsque le niveau de pression acoustique d'émission pondéré A aux postes de travail dépasse 80 dB (A).

## Annexe 5 : Méthode complète de cuisson ohmique

---

Ce point aborde les étapes de branchement du circuit et de mise sous tension avant, pendant et après la cuisson ohmique.

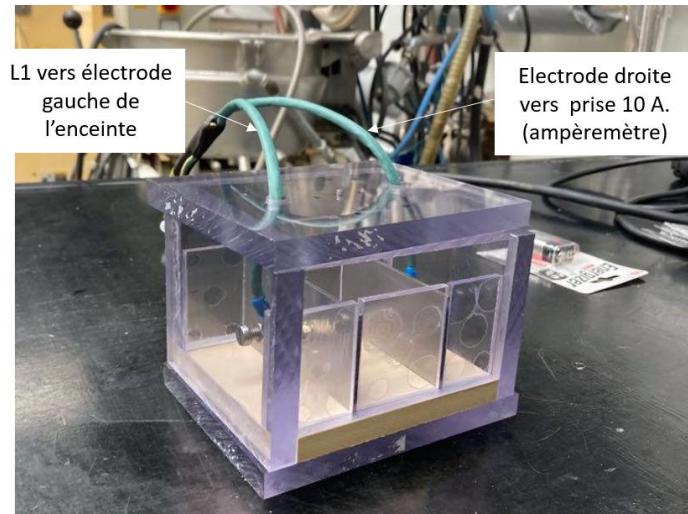
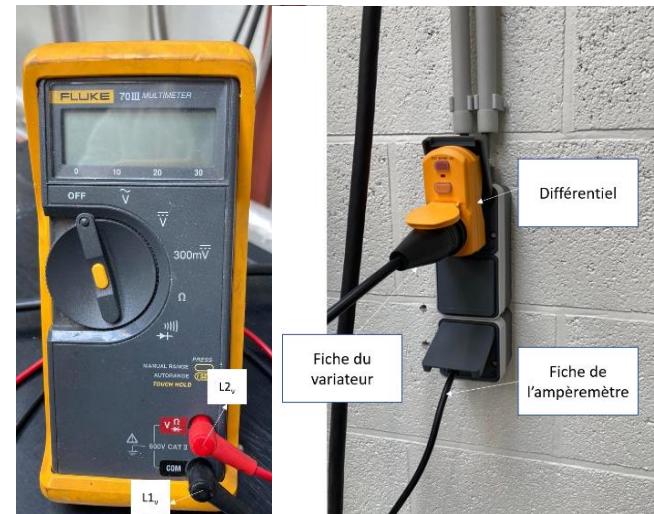
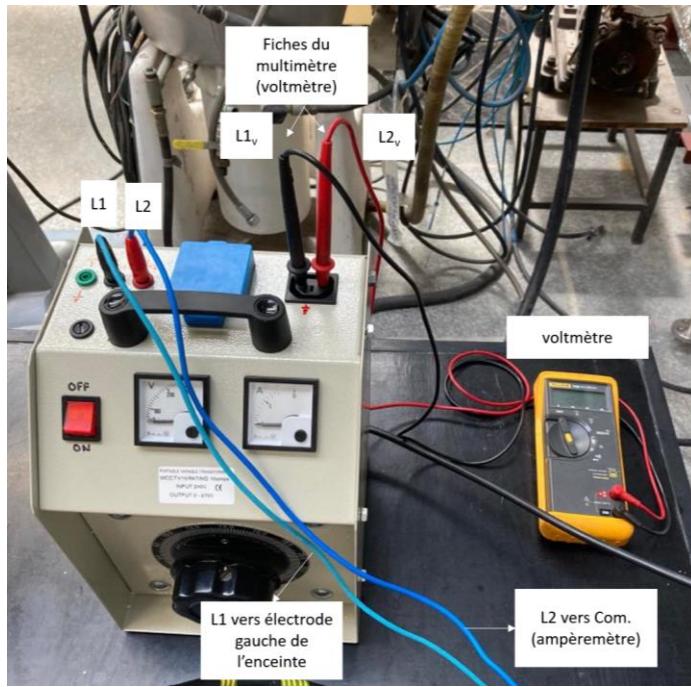
- 1) Remplir l'enceinte avec le milieu destiné à être chauffé ohmiquement en plaçant les électrodes dans les cales avec le couvercle ouvert puis refermer le couvercle



- 2) Mettre le variateur de tension sur OFF et la roue de sélection de tension sur 0 V
- 3) Fermeture du circuit de chauffe : relier le variateur (1) à l'enceinte de chauffe (5)

Les fiches noires désignent les lignes 1 (L1) et les fiches rouges les lignes 2 (L2). La terre est isolée dans le cable et n'est donc pas présente dans ce circuit interne. Le branchement du circuit de chauffe s'effectue selon les étapes successives (voir images ci-dessous) :

- I) Branchement du voltmètre sur les fiches L1v et L2v situées sur le côté droit du variateur de tension (montage en parallèle)
- II) Branchement de l'ampèremètre : L2 vers prise Com de l'ampèremètre et electrode droite vers prise 10 A de l'ampèremètre (montage en série)
- III) Branchement de l'électrode gauche de l'enceinte vers la prise L1 du variateur

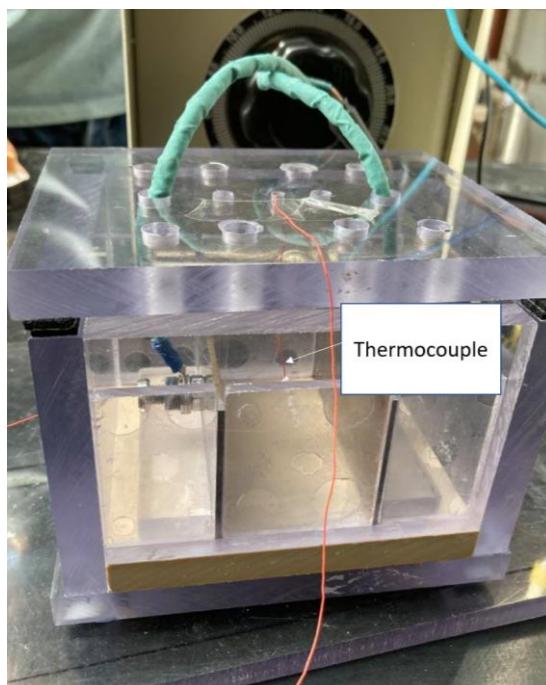


- 4) Appuyer sur le RESET (bouton inférieur orange) du différentiel afin d'armer la sécurité
- 5) Brancher le variateur de tension dans le différentiel dans la prise de courant domestique ainsi que la fiche de l'ampèremètre dans une autre prise murale.
- 6) Allumer l'ampèremètre sur le bouton power (encadré orange sur la photo en page 4). Sélectionner la fonction de mesure en continu de l'ampérage en signal sinusoïdal (encadré jaune sur la photo en page 4).
- 7) Mettre le variateur de tension sur ON et monter la tension progressivement jusqu'à la valeur de consigne
  - ⇒ Remarque : sélectionner la fonction  $\text{V}$  du voltmètre : tension alternative et l'allumer uniquement à ce moment-là. Une fois la tension de consigne atteinte, éteindre le voltmètre.
- 8) Après chauffage, redescendre le variateur jusqu'à 0 V. Eteindre le variateur et le débrancher de la prise murale. Déconnecter les fiches L1 et L2.

- 9) Retirer les électrodes avec une pince d'électricien. Retirer la matière chauffée et nettoyer à l'eau chaude et au savon l'enceinte de chauffe ainsi que les électrodes. Sécher à l'air comprimé l'enceinte.

**Remarques générales :**

- **Cet appareil étant un prototype électrique, se fier aux bonnes pratiques de sécurité et de manipulation comme pour tout appareil électrique**
- Appliquer progressivement la tension de consigne
- Ne pas se fier au voltmètre présent sur le variateur : aucun tension n'est détectée en dessous de 30 V, d'où l'obligation du multimètre.
- **Ne jamais appliquer une tension lorsque la cellule est vide, avant ou après l'essai**
- Lors de la cuisson, ne jamais toucher l'enceinte de chauffe ni les câblages
- Contrôler la température avec un thermocouple (type K) isolé avec du PTFE (Téflon), via un orifice percé dans le couvercle : les essais ont été réalisé avec un Data Logger YCT de température avec mesure en continu



## Annexe 6 : Quantiles de Student

---

Tableau 59. Quantiles de Student : hypothèse unilatérale.

k	$\gamma$										
	0.25	0.20	0.15	0.10	0.05	0.025	0.010	0.005	0.0025	0.0010	0.0005
1	1.000	1.376	1.963	3.078	6.314	12.71	31.82	63.66	127.3	318.3	636.6
2	0.816	1.061	1.386	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925	14.09	22.33	31.60
3	0.765	0.978	1.250	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	7.453	10.21	12.92
4	0.741	0.941	1.190	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	5.598	7.173	8.610
5	0.727	0.920	1.156	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032	4.773	5.893	6.869
6	0.718	0.906	1.134	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707	4.317	5.208	5.959
7	0.711	0.896	1.119	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	4.029	4.785	5.408
8	0.706	0.889	1.108	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355	3.833	4.501	5.041
9	0.703	0.883	1.100	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250	3.690	4.297	4.781
10	0.700	0.879	1.093	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	3.581	4.144	4.587
11	0.697	0.876	1.088	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	3.497	4.025	4.437
12	0.695	0.873	1.083	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055	3.428	3.930	4.318
13	0.694	0.870	1.079	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012	3.372	3.852	4.221
14	0.692	0.868	1.076	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	3.326	3.787	4.140
15	0.691	0.866	1.074	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	3.286	3.733	4.073
16	0.690	0.865	1.071	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921	3.252	3.686	4.015
17	0.689	0.863	1.069	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898	3.222	3.646	3.965
18	0.688	0.862	1.067	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878	3.197	3.610	3.922
19	0.688	0.861	1.066	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	3.174	3.579	3.883
20	0.687	0.860	1.064	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	3.153	3.552	3.850
21	0.686	0.859	1.063	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831	3.135	3.527	3.819
22	0.686	0.858	1.061	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819	3.119	3.505	3.792
23	0.685	0.858	1.060	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807	3.104	3.485	3.767
24	0.685	0.857	1.059	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797	3.091	3.467	3.745
25	0.684	0.856	1.058	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787	3.078	3.450	3.725
26	0.684	0.856	1.058	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779	3.067	3.435	3.707
27	0.684	0.855	1.057	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771	3.057	3.421	3.690
28	0.683	0.855	1.056	1.313	1.701	2.048	2.467	2.763	3.047	3.408	3.674
29	0.683	0.854	1.055	1.311	1.699	2.045	2.462	2.756	3.038	3.396	3.659
30	0.683	0.854	1.055	1.310	1.697	2.042	2.457	2.750	3.030	3.385	3.646
40	0.681	0.851	1.050	1.303	1.684	2.021	2.423	2.704	2.971	3.307	3.551
50	0.679	0.849	1.047	1.299	1.676	2.009	2.403	2.678	2.937	3.261	3.496
60	0.679	0.848	1.045	1.296	1.671	2.000	2.390	2.660	2.915	3.232	3.460
80	0.678	0.846	1.043	1.292	1.664	1.990	2.374	2.639	2.887	3.195	3.416
100	0.677	0.845	1.042	1.290	1.660	1.984	2.364	2.626	2.871	3.174	3.390
120	0.677	0.845	1.041	1.289	1.658	1.980	2.358	2.617	2.860	3.160	3.373
$\infty$	0.674	0.842	1.036	1.282	1.645	1.960	2.326	2.576	2.807	3.090	3.291

## Annexe 7 : Analyse statistique des pains du point 6.2.5

Comparaison du produit Omade a schar et a delhaize				Tobs	Tref	conclusion		
	Hardness [g]	s ( ecart type)	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t			
<b>Omade</b>	127,0953333	30,1022614	906,146144					
<b>Schar</b>	448,702	58,84232	3462,41863	2184,28239	-10,3219538	2,321	A H1 min	O-made significativement plus faible que schar
<b>Delhaize</b>	452,9173333	83,691454	7004,25947	3955,20281	-7,77118567	2,321	A H1 min	O-made significativement plus faible que Delhaize
Chewiness [g]				t				
<b>Omade</b>	83,42782279	22,1556078	490,870959					
<b>Schar</b>	306,1517825	46,0950581	2124,75438	1307,81267	-9,23815891	2,321	A H1 min	O-made significativement plus faible que schar
<b>Delhaize</b>	292,4579944	51,006875	2601,7013	1546,28613	-7,97361581	2,321	A H1 min	O-made significativement plus faible que Delhaize
Cohesiveness [%]				t				
<b>Omade</b>	66,81113491	1,83731314	3,37571957					
<b>Schar</b>	72,84323689	2,43243621	5,91674594	4,64623276	-4,19768121	2,321	A H1 min	O-made significativement plus faible que schar
<b>Delhaize</b>	76,32029861	0,86930722	0,75569505	2,06570731	-9,92428413	2,321	A H1 min	O-made significativement plus faible que Delhaize
Elasticité [%]				t				
<b>Omade</b>	97,84946237	0	0					
<b>Schar</b>	93,5483871	1,59636019	2,54836586	1,27418293	5,71547607	2,321	A H1max	O-made significativement plus fort que Schar
<b>Delhaize</b>	84,74142345	3,09261011	9,5642373	4,78211865	8,99122379	2,321	A H1max	O-made significativement plus fort que Delhaize

## Annexe 8 : Analyse statistique de la couleur des différents pains

Pour les résultats, voir point 6.2.6.2

Tableau 64. Analyse statistique de la couleur des pains

	L* moy	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t obs	Comparaison	T ref	k=4 ; 0,95 = 2,132
<b>Frais</b>	56,925	0,49101935	0,2411					
<b>3 jours</b>	55,8975	0,39660013	0,15729167	0,19919583	-4,60438575	frais - j3	<	2,132 R H0
<b>10 jours</b>	54,8775	1,27306389	1,62069167	0,93089583	-4,24427351	frais - j10	<	2,132 R H0
				0,88899167	-2,16362167	j3 - j10	<	2,132 R H0
	a* moy	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t obs	Comparaison	T ref	
<b>Frais</b>	3,66	0,03651484	0,00133333					
<b>3 jours</b>	4,255	0,13868429	0,01923333	0,01028333	11,7349165	frais - j3	>	2,132 A H0
<b>10 jours</b>	3,8575	0,18768324	0,035225	0,01827917	2,92158751	frais - j10	>	2,132 A H0 à alpha 0,95
				0,02722917	4,81781316	j3 - j10	>	2,132 A H0
	b* moy	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t obs	Comparaison	T ref	
<b>Frais</b>	12,7325	0,205	0,042025					
<b>3 jours</b>	14,245	0,20485767	0,04196667	0,04199583	14,7612208	frais - j3	>	2,132 A H0
<b>10 jours</b>	13,2	0,54863467	0,301	0,1715125	2,25768695	frais - j10	>	2,132 A H0 à alpha 0,95
				0,17148333	5,04702351	j3 - j10	>	2,132 A H0

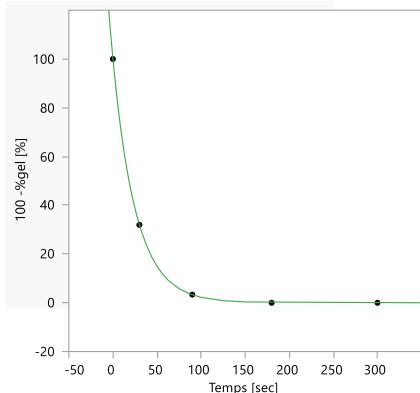
## Annexe 9: Validation du modèle du taux de gélatinisation

---

Le modèle estimé par JMP Pro 15 est du type :

$$100 - \%gel = Ae^{bt}$$

### Fit Curve



### Parameter Estimates

Parameter	Estimate	Std Error	Wald ChiSquare	Prob > ChiSquare	Lower 95%	Upper 95%
a	99,9959	0,0750255	1776422,6	<,0001*	99,848852	100,14295
b	-0,038002	7,8518e-5	234249,53	<,0001*	-0,038156	-0,037848

Le modèle obtenu est le suivant :

$$100 - \%gel = 100e^{-0.038t}$$

Le modèle est validé par le coefficient de détermination ( $R^2 = 0.99$ ) et par la significativité des paramètres a & b validée par le test  $\chi^2$  (p-valeur < 0.05).

On obtient donc une relation entre le %gel et le temps t de cuisson :

$$\%gel = 100(1 - e^{-0.038t})$$

## Annexe 10 : Analyse statistique des différents pains

---

Tableau 60. Analyse statistique des pains.

		Hardness [g]	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	556,1488333	118,692944	14088,0148	13796,2829	2,829768435
	ohmique	777,734	116,209083	13504,551		
Pain sans gluten	classique	168,9682	89,1832863	7953,65855	55741,7572	3,645174353
	ohmique	742,7111667	321,760557	103529,856		
		Chewiness [g]	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	274,6404752	75,3341061	5675,22754	6233,8455	3,023786061
	ohmique	433,8019003	82,4164029	6792,46347		
Pain sans gluten	classique	104,235266	61,1347117	3737,45298	15302,7925	4,429672327
	ohmique	469,5487368	163,915014	26868,132		
		Cohesiveness [%]	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	58,62015056	2,21715822	4,91579055	29,8891886	1,868104701
	ohmique	65,42889474	7,40692829	54,8625866		
Pain sans gluten	classique	82,41649644	3,95665563	15,6551238	28,0158066	-2,880453141
	ohmique	72,25234515	6,35424971	40,3764894		
		Elasticité [%]	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	83,33333333	4,43557194	19,6742984	33,1777779	0,559334997
	ohmique	85,48118548	6,83236836	46,6812575		
Pain sans gluten	classique	73,70629371	11,3987721	129,932006	68,7871902	2,951663498
	ohmique	90,02664003	2,76448445	7,64237428		
		Volume spécifique [cm <sup>3</sup> /g]	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	3,04	0,13	0,02	0,01062226	-10,42850408
	ohmique	2,32	0,06	0,00		
Pain sans gluten	classique	3,70	0,02	0,00	0,0330985	-3,108339541
	ohmique	3,32	0,26	0,07		
		Alvéoles/cm <sup>2</sup>	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	31,1	0,47507894	0,23	1,3453	-3,220186575
	ohmique	28,6	1,57	2,46		
Pain sans gluten	classique	20,9	0,69514986	0,48	2,63981667	-7,381129822
	ohmique	12,9	2,19006849	4,80		
		Porosité [%]	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	28,7	1,05039675	1,10	0,74718333	-23,10568466
	ohmique	15,3	0,62532658	0,39		
Pain sans gluten	classique	30,5	0,76054805	0,58	2,10376667	-21,68140096
	ohmique	9,5	1,90501968	3,63		
		Taille moyenne des alvéoles [mm <sup>2</sup> ]	s	s <sup>2</sup> c ou s <sup>2</sup> o	s <sup>2</sup> global	t
Pain avec gluten	classique	0,92	0,05	0,00	0,0012625	-16,25310328
	ohmique	0,54	0,005	0,00		
Pain sans gluten	classique	1,45	0,08	0,01	0,0042125	-16,64001826
	ohmique	0,73	0,045	0,00		

## Annexe 11 : Détails des calculs de la répartition énergétique

---

Pour les équations, voir point 6.1.8.3.

Tableau 61. Détails des calculs de la répartition énergétique des cuissons classique et ohmique.

Energie	Classique	Ohmique
$E_{fournie}$	$\sum$ différentes énergies	$E_{fournie} = 628.2594 \text{ kJ/kg}$
$E_{chauffe}$	Sur 2 essais, la perte en eau est de 24.51% $m_{pain} = 1 - \frac{0.2451}{2} = 0.8774 \text{ kg.}$ $C_{p,pain} = 2.74 \text{ J/g°C}$ (voir point 6.1.7.5) $\Delta T = 67^\circ\text{C}$	Sur 2 essais, la perte en eau est de 8.52%. $m_{pain} = 1 - \frac{0.0852}{2} = 0.9574 \text{ kg.}$ $C_{p,pain} = 2.74 \text{ J/g°C}$ (voir point 6.1.7.5) $\Delta T = 67^\circ\text{C}$
$E_{vaporis}$	$m_{vap} = 24.51\% * 1 \text{ kg} = 0.2451 \text{ kg}$ $\Delta H_v = 2347.7 \text{ kJ/kg.}$	$m_{vap} = 8.52\% * 1 \text{ kg} = 0.0852 \text{ kg}$ $\Delta H_v = 2347.7 \text{ kJ/kg.}$
$E_{gélatini}$	$E_{gélatinisation} = 3.2305 \frac{\text{kJ}}{\text{kg de pâte crue}}$	$E_{gélatinisation} = 3.2305 \frac{\text{kJ}}{\text{kg de pâte crue}}$
$E_{pertes four}$	$E_{pertes des parois et du toit} = 144 \frac{\text{kJ}}{\text{kg de pâte}}$ $E_{pertes du convoyeur} = 77 \frac{\text{kJ}}{\text{kg de pâte}}$ $E_{pertes des gaz} = 108 \frac{\text{kJ}}{\text{kg de pâte}}$	$E_{pertes} = E_{fournie} - \sum \text{autres énergies}$
$E_{pertes moule}$	$\rho_{acier} = 7.85 \frac{\text{cm}^3}{\text{g}}$ ((Metals and Alloys - Densities, s. d.) $V_{acier} = 59 \text{ cm}^3$ $m_{acier} = 7.85 * 59 = 463.15 \text{ g}$ $C_{p,acier} = 0.49 \frac{\text{kJ}}{\text{kg°C}}$ (Specific Heat of some Metals, s. d.) $\Delta T_{moule} = 170^\circ\text{C}$ $m_{pâte par moule} = 0.3982 \text{ kg}$ (25% de perte en eau sur le procédé (apprêt et cuisson) pour avoir 0.350 kg de pain cuit)	Aucun moule